

Spremljanje kontaminacije hidravličnih tekočin

Pogled v zakulisje – določanje vrste, količine in izvora kontaminantov

Milan KAMBIČ, Aleš HROBAT

Izveček: V procesu obvladovanja kontaminacije hidravličnih tekočin sta zelo koristna podatka o številu in velikosti delcev v olju, ki ju najenostavneje določimo z avtomatskim števcem delcev. Omogočata določitev stopnje čistosti tekočine in primerjavo z zahtevami proizvajalcev hidravlične opreme. Navadno želimo ugotoviti material in izvor delcev predvsem zunaj priporočenih območij stopnje čistosti. Standardne analize hidravličnih tekočin, vključno z določitvijo stopnje čistosti, nam ne dajo odgovora o materialu in izvoru kontaminantov. Ena od metod za določanje materiala delcev v olju je rentgenska fluorescenčna spektrometrija (XRF), s katero lahko določimo koncentracijo različnih elementov, posredno pa omogoča tudi sklepanje o njihovem izvoru. V prispevku je nakazana možnost uporabe te metode kot nadgradnja običajnih laboratorijskih analiz hidravličnih tekočin.

Ključne besede: hidravlična tekočina, kontaminacija, stopnja čistosti, rentgenska fluorescenčna spektrometrija,

■ 1 Uvod

Kontaminacija hidravličnih tekočin je neizogiben pojav, saj del kontaminantov pride v hidravlično tekočino že med proizvodnjo, ostali pa med transportom, skladiščenjem, polnjenjem hidravličnih naprav in med uporabo. Glede na to, da kontaminacije ne moremo popolnoma preprečiti, je pomembno, da znamo izmeriti stopnjo (ne)čistosti hidravlične tekočine, saj na ta način ugotovimo, ali je še primerna za uporabo. Potrebno stopnjo čistosti lahko dosežemo in vzdržujemo s filtriranjem. Za to je potrebna ustrezna filtrabilnost hidravlične tekočine, filtri pa morajo biti pravilno izbrani in dovolj kvalitetni [2].

Kadar ugotovimo, da izmerjena stopnja čistosti ni primerna, jo je treba

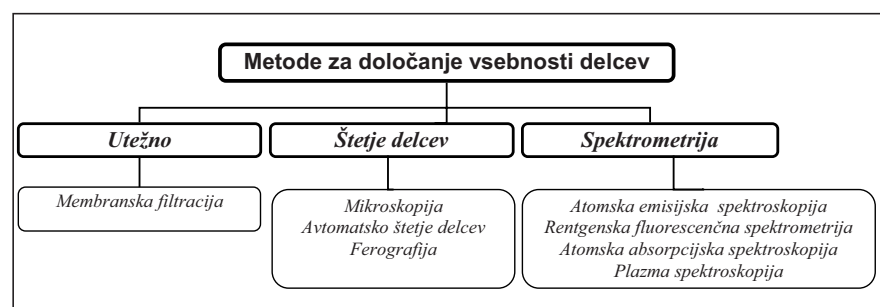
Mag. Milan Kambič, univ. dipl. inž., Aleš Hrobat, univ. dipl. inž., Olma d. d., Ljubljana

izboljšati. Navadno pa se vprašamo po materialu in izvoru delcev v olju. Standardne analize hidravličnih tekočin nam na to vprašanje ne odgovorijo. V prispevku bo opisana uporaba rentgenske fluorescenčne spektrometrije (XRF), ki je ena od metod, primernih za določanje materiala in količine delcev v olju. Poznavanje materiala omogoča sklepanje o izvoru delcev, zato s primernimi ukrepi lahko omejimo njihov vstop v hidravlično tekočino. Spremljanje koncentracije obrabnih kovin pa omogoča obratovanje

hidravličnih sistemov v takšnih razmerah, ki še ne predstavljajo nevarnosti za kritične poškodbe hidravličnih sestavin.

■ 2 Določanje kontaminacije hidravličnih tekočin

Glavni kontaminanti so voda (ne velja za težko gorljive vrste hidravličnih tekočin, ki vsebujejo vodo) in mehanski delci. V tem prispevku se bomo omejili le na slednje. Najbolj pogosto uporabljane metode za njihovo določanje prikazuje *slika 1* [7].



Slika 1. Metode za določanje vsebnosti mehanskih delcev

V nadaljevanju se bomo dotaknili membranske filtracije, podrobneje pa se bomo posvetili predvsem štetju delcev in rentgenski fluorescenčni spektrometriji.

2.1 Skupna vsebnost mehanskih delcev

Skupno vsebnost mehanskih delcev lahko določimo z membransko filtracijo in tehtanjem izločenih delcev. Danes ta parameter redkeje navajamo, saj nam podatek o skupni vsebnosti mehanskih delcev ne omogoča vpogleda v število, velikost ali material delcev.

2.2 Štetje delcev in stopnja čistosti

Kvalitetnejša podatka kot skupna vsebnost mehanskih delcev sta število in velikost delcev, saj omogočata določitev stopnje čistosti hidravlične tekočine. Kot je razvidno s slike 1, poznamo več metod štetja delcev.

2.2.1 Avtomatski števci delcev

Za določanje stopnje čistosti so najbolj primerni avtomatski števci delcev [1], [5], [7], [8]. Njihove prednosti so predvsem enostavna uporaba, natančnost in možnost neposredne meritve na hidravlični napravi.

2.2.2 Standardi za določanje stopnje čistosti

Standardi za določanje stopnje čistosti so se v zadnjih letih nekoliko spremenili. Razlog za to so predvsem naraščajoči tlaki v hidravličnih napravah, manjše zračnosti med strojnimi elementi in vedno bolj fini filtrski elementi. Vzporedno namreč naraščajo tudi zahteve po čistosti olja.

Standard ISO 4406 je bil modificiran najprej leta 1987, nazadnje pa leta 1999. Stopnje čistosti po tem standardu prikazuje *preglednica 1*. Rezultat za ISO-stopnjo čistosti podajamo kot sestavljeno vrednost, na primer 18/15/10. Prvo število se nanaša na delce, večje od 4 μm , srednje število na delce, večje od 6 μm , desno število pa na delce, večje od 14 μm .

Preglednica 1. Stopnje čistosti po ISO 4406

Število delcev v 100 ml olja		Številka stopnje	Število delcev v 100 ml olja		Številka stopnje
več kot	do in vključno		več kot	do in vključno	
250.000.000	> 250.000.000	> 28	8.000	16.000	14
130.000.000	250.000.000	28	4.000	8.000	13
64.000.000	130.000.000	27	2.000	4.000	12
32.000.000	64.000.000	26	1.000	2.000	11
16.000.000	32.000.000	25	500	1.000	10
8.000.000	16.000.000	24	250	500	9
4.000.000	8.000.000	23	130	250	8
2.000.000	4.000.000	22	64	130	7
1.000.000	2.000.000	21	32	64	6
500.000	1.000.000	20	16	32	5
250.000	500.000	19	8	16	4
130.000	250.000	18	4	8	3
64.000	130.000	17	2	4	2
32.000	64.000	16	1	2	1
16.000	32.000	15	0	1	0

Standarda NAS 1638, ki je prvi omogočil določitev stopnje čistosti olja, pri novejših avtomatskih števcih delcev ne uporabljamo več. Eden od razlogov je v tem, da ne zajema delcev, manjših od 5 mikrometrov, pa tudi sicer njegovi relativno »veliki« velikostni razredi ne odgovarjajo

več sedanjim razmeram. Dodatni razlog je tudi nov način kalibriranja avtomatskih števec delcev, definiran v ISO 11171. Namesto zastarelega standarda NAS 1638 danes uporabljamo standard SAE AS 4059. Stopnje čistosti po SAE AS 4059 prikazuje *preglednica 2*.

Preglednica 2. Stopnje čistosti po SAE AS 4059

	Največje dovoljeno število delcev določene velikosti v 100 ml olja					
	> 1 μm	> 5 μm	> 15 μm	> 25 μm	> 50 μm	> 100 μm
Velikost, ACFTD kalibracija	> 1 μm	> 5 μm	> 15 μm	> 25 μm	> 50 μm	> 100 μm
Velikost, ISO MTD kalibracija	> 4 μm	> 6 μm	> 14 μm	> 21 μm	> 38 μm	> 70 μm
Velikostna koda	A	B	C	D	E	F
Razred 000	195	76	14	3	1	0
Razred 00	390	152	27	5	1	0
Razred 0	780	304	54	10	2	0
Razred 1	1.560	609	109	20	4	1
Razred 2	3.120	1.220	217	39	7	1
Razred 3	6.520	2.430	432	76	13	2
Razred 4	12.500	4.860	864	152	26	4
Razred 5	25.000	9.730	1.730	306	53	8
Razred 6	50.000	19.500	3.460	612	106	16
Razred 7	100.000	38.900	6.920	1.220	212	32
Razred 8	200.000	77.900	13.900	2.450	424	64
Razred 9	400.000	156.000	27.700	4.900	848	128
Razred 10	800.000	311.000	55.400	9.800	1.700	256
Razred 11	1.600.000	623.000	111.000	19.600	3.390	512
Razred 12	3.200.000	1.250.000	222.000	39.200	6.780	1.024

Razvoj standarda AS 4059 (AS je kratica za Aerospace Standard) se je v okviru SAE (Society of Automotive Engineers) začel že leta 1988, predvsem za potrebe hidravličnih sistemov letal.

Glavne novosti standarda SAE AS 4059 v primerjavi z NAS 1638 so [10]:

- Prikaz podatkov v kumulativni obliki kot pri ISO 4406.
- Dodano je še šesto območje velikosti delcev, ki bi pri NAS 1638 ustrezalo velikosti pod 5 mikrometrov.
- Vključitev razreda 000, ki pa ga pri industrijskih hidravličnih oljih lahko dosežemo le pri delcih večje velikosti.
- Označitev šestih velikostnih področij delcev z velikostno kodo A, B, C, D, E in F.

Trenutno še ni smernice o načinu podajanja stopnje čistosti po standardu SAE AS 4059. Tako obstaja samo možnost navajanja skupnega rezultata, ki je (kot pri NAS 1638) najslabši rezultat v šestih velikostnih razredih (na primer stopnja čistosti SAE AS 4059: 9). Lahko navedemo rezultat meritve v vseh velikostnih območjih (na primer stopnja čistosti SAE AS 4059: 9/8/8/7/6/4).

2.2.3 Pomen in pomanjkljivost štetja delcev

Izmerjena stopnja čistosti hidravlične tekočine mora biti v okviru zahtev proizvajalcev hidravličnih naprav. To je namreč eden od osnovnih pogojev za nemoteno obratovanje hidravlične naprave, dolg interval menjav hidravlične tekočine in dolgo življenjsko dobo hidravličnih sestavin. V nasprotnem primeru pa se pojavijo vprašanja o primerni izbiri filtrskih elementov, hidravlične tekočine in njene filtrabilnosti, kvaliteti vzdrževanja in podobnem. Običajno se tedaj vprašamo tudi o materialu kontaminantov, predvsem pa o njihovem izvoru, saj bi radi v čim večji meri preprečili njihov vstop v tekočino. Avtomatski števci delcev in z njimi določena stopnja čistosti nam pri reševanju teh vprašanj ne pomagajo več, druge metode štetja delcev kot mikroskopija in

ferografija pa le delno. Za pogled v zakulisje, ki nam razkrije nekaj novih podrobnosti, moramo uporabiti dražje in bolj zahtevne metode.

2.3 Rentgenska fluorescenčna spektrometrija

Rentgenska fluorescenčna spektrometrija je ena od metod za določevanje materiala delcev v hidravličnih tekočinah. Osnova te spektrometrije (v nadaljevanju označene kot XRF) so žarki X (X-rays), njihovo generiranje, osvetlitev vzorca z njimi, nastanek sekundarnih X-žarkov ter detekcija sekundarnih žarkov in njihov prevod v spektrogram.

2.3.1 Kaj so žarki X (X-rays)?

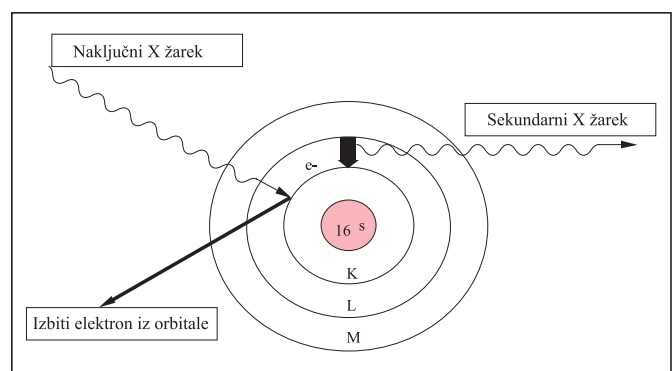
X-žarki so del svetlobe, torej del spektra elektromagnetnega sevanja z valovno dolžino od 10^{-5} do 100 \AA (10^{-8} do 10^{-15} m). Valovno dolžino lahko s pomočjo enačbe (1) pretvorimo v energijo, kar s pridom uporabimo pri pretvarjanju žarkov na detektorju v spekter.

$$E = \frac{12,4}{\lambda (\text{\AA})} [\text{KeV}] \quad (1)$$

2.3.2 Princip delovanja rentgenske fluorescenčne spektrometrije

Vsak element v periodnem sistemu je sestavljen iz jedra in elektronskega ovoja (ovojnice). V jedru so protoni in nevtroni, v elektronski ovojnici pa elektroni, ki glede na velikost elementa v periodnem sistemu zavzemajo različne orbitale (K, L, M, N itd). Vsak element in njegovi elektroni v ovojnici težijo k popolnosti, torej stanju, ki je energetsko najbolj ugodno in je usmerjeno k temu, da se orbitale polnijo od energetsko najbolj močnih (najbližjih jedru) do energetsko najbolj šibkih (najbolj oddaljenih od jedra).

Tu lahko uporabimo XRF in njen princip delovanja, ki ga prikazuje *slika 2*. Ko generiramo X-žarke, jih usmerimo na naš vzorec ter ga z njimi osvetlimo. V vzorcu pride do interakcije X-žarkov z različnimi atomi elementov v vzorcu. X-žarek prodre skozi ovojnico atoma elementa in izbije elektron iz ovojnice. S tem dejanjem poruši energetsko stabilnost atoma in ta se na to odzove s preskokom elektrona iz druge orbitale na mesto izbitega elektrona in s tem nazaj k vzpostavitvi energetske stabilnosti atoma. Pri tem preskoku elektronov iz ene orbitale v drugo pa se sprosti energija, ki jo na detektorju zaznamo kot sekundarni, sproščeni X-žarek s karakteristično valovno dolžino. S pomočjo računalnika in programa lahko zabeleženo valovno dolžino ustrezno spremenimo v energijo in izmerimo njeno intenziteto. Vsak element v periodnem sistemu ima svojo točno določeno energijo preskoka elektronov, zato lahko na podlagi dobljenega rezultata vidimo, za kateri element gre. Preskoki elektronov v elementih višjega atomskega števila v periodnem sistemu so lahko različno karakterizirani. Do preskoka elektronov lahko pride na nivoju različnih orbital. Vsak tak preskok elektrona ima svojo specifično energijo. Elementi z višjim atomskim številom imajo zato možnih več valovnih dolžin (energij) preskokov, katerih vrednost se bistveno razlikuje. Tako so lahko preskoki na bolj oddaljenih orbitalah energetsko blizu vrednosti preskokov elektronov elementov nižjega atomskega števila. Intenziteto sproščenih sekundarnih X-žarkov merimo v cps – counts per second (število detektiranih sekundarnih žarkov na sekundo). Na podlagi energijskega toka in merjenja



Slika 2. Princip delovanja rentgenske fluorescenčne spektrometrije

intenzitete sekundarnih X-žarkov dobimo s pomočjo detektorja in računalniškega programa spekter.

2.3.3 Spekter XRF

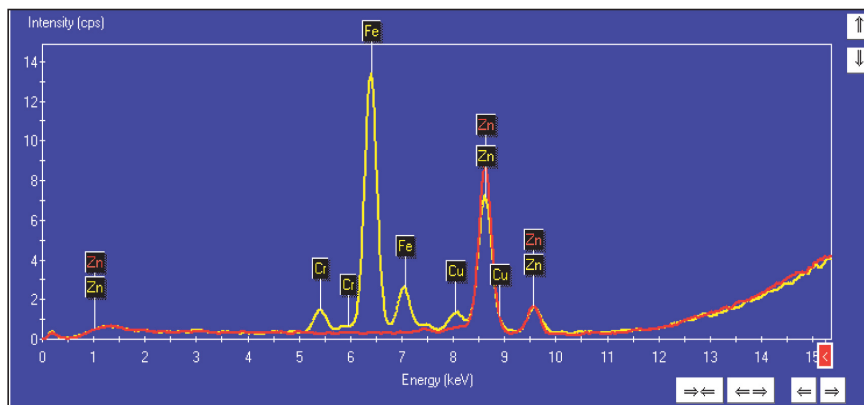
Po opravljeni analizi dobimo izpis rezultata v obliki spektra, kjer je na x-osi predstavljena energija, na y-osi pa intenziteta. S pomočjo računalniškega programa izberemo elemente, ki jim pripadajo vrhovi spektra. Pri analizi vrhov moramo upoštevati vplive različnih dejavnikov: absorpcija X-žarkov, interakcija X-žarkov s snovjo, razprševanje žarkov itd.

Na *sliki 3* je predstavljena primerjava spektrov za sveže in rabljeno, močno kontaminirano hidravlično olje. Iz obeh spektrov so razvidni delci v olju, pri svežem olju gre za delce cinka (Zn), ki so v aditivu hidravličnega olja, pri rabljenem olju pa so poleg cinka še železo (Fe), krom (Cr) in baker (Cu). Če primerjamo velikost vrhov za element cink, opazimo pri rabljenem olju manjšo intenziteto, zaradi katere lahko sklepamo, da se aditiv v hidravličnem olju porablja.

2.3.4 Metoda obrabnih kovin (Wear-Metals)

Na podlagi prej izmerjenih spektrov lahko postavimo metodo za kvantitativno določitev elementa v vzorcu. S pomočjo standardiziranih multielementnih raztopin znanih koncentracij elementov lahko za vsak element naredimo umeritveno krivuljo. V računalniški program instrumenta vnesemo znane koncentracije, nato pa izmerimo intenzitete elementov in tako dobimo ustrezne podatke za obdelavo umeritvene krivulje želenega elementa. Ko obdelamo vse parametre (vplivi sosednjih elementov, razni vplivi instrumenta in podobno), imamo metodo za želeno elemente definirano. V našem primeru je to metoda obrabnih kovin, saj nas zanima material in izvor delcev.

V *preglednici 3* so navedeni primeri obrabnih kovin, njihov možni izvor in priporočene dopustne vrednosti v hidravličnih tekočinah za različne primere uporabe. Ločimo med mobilno, industrijsko in servo-hidravliko [9].



Slika 3. Primerjava spektra svežega (rdeči spekter, ISO 4406: 22/21/18) in rabljenega hidravličnega olja (rumeni spekter, ISO 4406: >24/24/19)

Preglednica 3. Priporočene dopustne koncentracije obrabnih kovin v hidravličnih tekočinah (vrednosti so podane v mg/kg)

Kovina	Možni izvori	Mobilna hidravlika	Industrijska hidravlika	Servo-hidravlika
železo	hidravlična črpalka, hidromotor, ventili, bati in batnice, cilindri, kotalni ležaji, ohišje črpalk, cevovodi, tesnilni obroči	5–28	3–15	1–7
krom	kotalni ležaj, krila (Vickers) krilnih črpalk, kromirani deli, kot npr. batnice, redkeje dodatek hladilni vodi, dodatek vodilnim obročem	2–20	2–8	1–5
aluminij	sestavina aluminij-brona, ohišja črpalk, vodila, drsni ležaji, torna obloga lamelnih sklopov ali zavor	3–80	2–12	1–4
baker	sestavina medenine in brona; deli črpalk, kot so krmilni obroči, bati, cevovodi, hladilec olja, ležaji, kletka kotalnih ležajev, vodilni obroči	8–300	10–40	2–10
svinec	drsni ležaji, lotani spoji, obraba brona iz kletk kotalnih ležajev	2–15	6–18	1–4
kositer	sestavina kositer-brona, lotana mesta hladilca olja, sestavina esterskih olj (iz procesa proizvodnje baznega olja – katalizator)	2–25	2–6	1–3
nikelj	posebni ventili, deli pogona v istem krogotoku	< 2	< 2	< 2
molibden	tesnilni obročki, včasih dodatek aditiva proti obrabi z vsebnostjo molibdena, tesnilni in posnemalni obroči na batih	2–5	< 2	< 2
cink	oljni aditiv, rezultat delovanja esterskih olj na pocinkane dele, vijačni spoji, barvni premaz	20–350*	5–15	1–6
srebro	redko	< 1	< 1	< 1
wolfram	redko	< 1	< 1	< 1
titan	redko	< 1	< 1	< 1

* Primerjava s svežim oljem

2.3.5 Prednosti in pomanjkljivosti XRF

Prednost XRF je v tem, da lahko določimo material delcev v kontaminirani hidravlični tekočini in tako sklepamo o nastanku delcev. Kontaminirani hidravlični tekočini lahko določimo tudi koncentracije posameznih elementov (aditivov ali obrabnih kovin). Na podlagi rezultata lahko ocenimo stanje hidravlične tekočine, saj lahko spremljamo porabljanje aditivov in vsebnost tujih delcev (obrabnih kovin), ki nam posredno dajejo informacije o stanju hidravličnih sestavin. Preglednica 3 nam pomaga pri ocenjevanju kvalitete hidravlične tekočine in odločanju o nadaljnjih ukrepih.

Pomanjkljivost metode XRF je predvsem v tem, da je zelo občutljiva in zaradi tega lahko pride do napak pri odčitavanju in tolmačenju spektrov. Največ napak nastane zaradi napačne interpretacije spektrov (različni elementi imajo lahko skoraj enake energijske vrednosti preskokov elektronov po različnih orbitalah) ali zaradi neustrezne priprave vzorca (neenaki pogoji, ne dovolj homogeniziran vzorec) ali instrumenta (neustrezna umeritvena krivulja).

Instrument XRF ne ločuje med tem, ali je dobljeni rezultat za nek kemijski element obrabna kovina ali aditiv hidravlične tekočine. Zato moramo mi oceniti, ali je to aditiv, ki se porablja in s tem zmanjšuje kvaliteto hidravlične tekočine, ali pa je to obrabna kovina, ker se povečuje obraba hidravličnih sestavin. Direktno se iz dobljene koncentracije obrabne kovine tega ne da sklepati, zato moramo uporabiti še ostale metode.

3 Zaključek

Za spremljanje kontaminacije hidravličnih tekočin z mehanskimi delci lahko uporabimo različne metode. Dandanes je najprimernejši način za določanje stopnje čistosti uporaba avtomatskih števec delcev. S spreminjanjem zahtev v sodobnih hidravličnih napravah se spreminjajo tudi zahteve za hidravlične tekočine, vzporedno z njimi pa standardi in oprema za določanje stopnje čistosti. Kljub prilagajanju novim zahtevam so diagnostične zmožnosti avtomatskih števec še vedno omejene. Ne omogočajo določitve materiala, količine in izvora mehanskih delcev.

V prispevku je opisana rentgenska fluorescenčna spektrometrija, ki je ena od metod za določanje materiala in koncentracije mehanskih kontaminantov hidravlične tekočine. Zato jo lahko uporabimo kot nadgradnjo štetja delcev. Tako kot druge metode ima tudi ta svoje prednosti in slabosti, zato ne moremo oceniti kvalitete hidravlične tekočine ali obrabe hidravličnih sestavin le na osnovi njenega rezultata. Zelo pa pomaga z novimi informacijami, ki jih z drugimi metodami ne moremo pridobiti.

Za popolno spremljanje kontaminacije, zanesljivo oceno stanja hidravlične tekočine in stanja hidravličnih sestavin moramo uporabiti kombinacijo različnih metod, ki se medsebojno dopolnjujejo.

Literatura

[1] Kambič, M., Kus, B., Vidmar, L.: Stopnja čistosti svežih hidrav-

ličnih olj. Slotrib '98, zbornik prispevkov. Gozd Martuljek. Str. 195–203.

- [2] Kambič, M.: Hidravlične tekočine – kontaminacija, filtrabilnost, filtriranje. 12. srečanje vzdrževalcev Slovenije, zbornik prispevkov. Rogla. Str. 18–22.
- [3] Kambič, M.: Meritve stopnje čistosti hidravličnih olj z avtomatskimi števci delcev. Fluidna tehnika 2001, zbornik prispevkov. Maribor. 153–160.
- [4] Kambič, M.: Pomen prepoznavanja obrabnih delcev. Vzdrževalec (1995), šte. 50. Str. 16–17.
- [5] Kersnik, M., Kambič, M., Majerič, I.: Primerjalne meritve stopnje čistosti hidravličnega olja. Ventil 4 (1998). Str. 206–209.
- [6] Karl, H.: Filtration von Hydraulikflüssigkeiten. 13th International Colloquium Tribology 2002, zbornik prispevkov. Esslingen. Str. 2069–2080.
- [7] Martin, S.: Filtration, Druckflüssigkeit und Reinheitsgrad in der Fluidechnik. 2. Auflage 2002. Renningen - Malmshheim.
- [8] Savič, V., Zirojevič, L.: Uljna hidraulika 3: Hidraulički fluidi, tehnika filtriranja, zaptivanje, prvo izdanje 2003. Novi Sad.
- [9] Weisman, P.: Trendanalysen zur Verlängerung von Ölwechselintervallen. Ölanalyse zur Beurteilung des Zustands von Schmierstoff und Reibstelle 1999, zbornik prispevkov. Esslingen. Str. 1–26.
- [10] <http://www.wearcheck.de/images/pdf/oelchecker/winter-2004.pdf> – Update für die Partikelzaehlung-Bestimmung der Reinheitsklassen nach der SAE AS4059.

Contamination monitoring of hydraulic fluids

Abstract: The number and size of the particles in oil are very useful parameters in the contamination-monitoring process of hydraulic fluids. They enable a determination of the cleanliness level and a comparison with hydraulic-equipment producer specifications. The most convenient way to determine the cleanliness level is to use automatic particle counters. Particularly when the cleanliness level is outside recommendations, we usually want to find the material and the source of the particles. A general analysis of hydraulic fluids, including a cleanliness-level measurement, gives no answer about the material and the source of the contaminants. One method, which gives an answer about the material of particles in oil, is X-ray fluorescence spectrometry (XRF). XRF enables a determination of the concentration of different chemical elements; indirectly, it gives an opportunity to make inferences about their source. This paper deals with the possibility of using this method as an upgrade to the general laboratory analyses of hydraulic fluids.

Key words: hydraulic fluid, contamination, cleanliness level, X-ray fluorescence spectrometry,