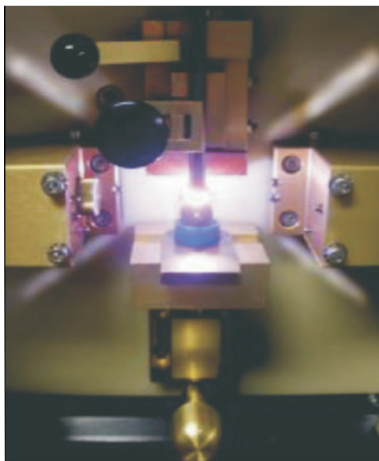


Opticko emisní spektrometr s rotační diskovou elektrodou

SpectroilQ100

Základem moderní analýzy úrovně opotřebení kovů, znečišťujících látek a aditiv v olejových vzorcích v jednotkách ppm (parts per million) je použití optické emisní spektroskopie (OES). Mazací olej může být brán jako diagnostické medium, protože olej s sebou nese částice generované opotřebením jednotlivých částí olejového systému.

Abnormální opotřebení, jako je koroze, drobení atd., způsobují zvýšení koncentrace otěrových kovů v oleji. Při této analýze je detekována kontaminace oleje a maziva, která se také často zaměňují nebo hodně degradovaná maziva jsou identifikována pomocí obsahů aditivních prvků. Multiprvková analýza, spolu se znalostí konstrukčních materiálů, často umožňuje při problémech identifikaci specifické součásti. Tabulka 2 ukazuje typické prvky, které mohou být spektrálně na RDEOES analyzovány.



Obr. 1 Analýza vzorku na RDE spektrometru

Spektroskopie je technika pro detekci a kvantifikaci přítomnosti prvků v mate-

riálu. Spektroskopie využívá skutečnost, že každý prvek má jedinečnou atomovou strukturu.

Přidáním energie každý prvek emituje světlo určitých vlnových délek. Vzhledem k tomu, že žádné dva prvky nemají stejnou šablonu spektrálních čar, mohou být takto rozlišeny. Intenzita emitovaného světla je úměrná množství prvku přítomného ve vzorku a umožňuje stanovení koncentrace tohoto prvku. Světlo má specifickou frekvenci nebo vlnovou délku určenou přechodovou energií elektronu. Vzhledem k tomu, že je mnoho různých elektronových energetických přechodů pro komplikované atomy, které mají mnoho elektronů, je vyzářováno světlo různých vlnových délek. Je-li toto světlo rozptýleno pomocí disperzního prvku, jako je hranol nebo difrakční mřížka, tak se vytvoří čárové spektrum vlnových délek prvků obsažených ve zkoušeném mazivu.

Optická Emisní Spektrometrie s rotační diskovou elektrodou (RDEOES)

Spektrometry, které sledují mnoho spektrálních čar z vybuzeného vzorku se nazývají Opticko emisní spektrometry. Všechny optické emisní spektrometry se skládají ze tří hlavních částí, tyto složky jsou:

1. Budící zdroj - dodává dostatečnou energii pro vybuzení vzorku.
2. Optický systém - odděluje vzniklé emisní čáry z této excitace na jednotlivé vlnové délky
3. Čtecí systém - detekuje a měří světlo, které bylo



Obr. 2 Spectroil Q100 RDE spektrometr

rozděleno optickým systémem do vlnových délek a prezentuje tuto informaci operátorovi v uživatelském módu.

U OE spektrometrů pro analýzu olejů je velký elektrický potenciál mezi diskovou a tyčinkovou grafitovou elektrodou se vzorkem oleje, který se nachází v mezeře mezi těmito elektrodami. Elektrický náboj z kondenzátoru se odvádí přes tuto mezeru a vytváří vysoké teploty elektrického oblouku, který odpařuje část vzorku ve vytvořené plazmě. Plazma je horký, vysoce ionizovaný plyn, který vyzařuje intenzivní světlo. Vycházející světlo jako výsledek tohoto procesu obsahuje emisní čáry všech prvků, přítomných ve vzorku. Tyto emise mohou nyní být rozděleny na jednotlivé vlnové délky a změřeny pomocí vhodně navrženého optického systému.

Pro vlastní analýzu vzorku oleje se tento umístí do kelímku (asi 2 nebo 3 ml v závislosti na typu použitého kelímku), disková elektroda se částečně ponoří do vzorku oleje a disk se otáčí během hoření (obr. 1). Nová disková a nově nabroušená tyčinková elektroda jsou vyžadovány pro každý vzorek pro odstranění přenosu z předchozího vzorku. Tato metoda se nazývá optická emisní spektroskopie (OES) s rotační diskovou elektrodou (RDE) nebo kombinace obou, tj. RDEOES. Alternativně se mluví jen RDE-AES, atomové emisní spektroskopie s rotační diskovou elektrodou.

Starší generace spektrometrů byly těžké a nekladné, z nichž mnohé se instalovaly na různých vojenských základnách po celém světě a také na letadlových lodích. To byly velké přístroje o hmotnosti až 400 kg.

Po desetiletích vývoje a zdokonalování jsou dnes RDEOES mnohem kompaktnější a uživatelsky přívětivější. Obrázek 2 ukazuje Spectroil Q100, který váží jen 74 kg, s velmi malými rozměry při zachování stejných analytických schopností jako u větších systémů předchozích generací.

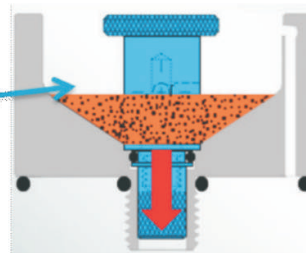
Dnes přístroje Spectroil M a Q100 od fy Spectro Scientific jsou široce používány v elementární analýze maziv, chladicích kapalin a paliva pro těžební průmysl, elektrárny, jakož i v komerčních laboratořích průmyslových závodů pro prediktivní údržbu a kontrolu kvality použitých olejů a maziv.



Možnost analýzy větších částic obsažených v oleji

Neschopnost detekovat a kvantifikovat velké částice opotřebované a kontaminující látky byl považován za jeden z nedostatků spektrometrů. Praktické omezení stanovení velikosti částic u spektrometrů jsou částice pod 5 mikrometrů pro ICP a AAS a pod 10 mikrometrů pro RDE. V současné době toto omezení velikosti částic u RDE spektrometrů byla odstraněna jednoduchým pomocným systémem, jako je Rotrode Filter Spectroscopy (RFS). RFS využívá skutečnost, že uhlíkové diskové elektrody používané pro RDE spektrometrii jsou porézní. K sevření diskové elektrody se používá speciální přípravek a analyzovaný olej může být veden přes vnější obvod této elektrody. Je-li aplikováno vakuum na vnitřní straně diskové elektrody, tak může být olej veden přes vnější obvod této elektrody, (obr. 3). Částice obsažené v oleji jsou zachyceny na diskové elektrodě. Olej se pak promyje rozpouštědlem, disková elektroda se nechá uschnout. Částice jsou ponechány na diskové elektrodě tak, aby byly následně odpařeny a detekovány na RDE spektrometru. Jedná se o postup, kdy při normální analýze vzorek oleje poskytuje údaje o částicích velikosti do 10 mikrometrů a analýza pomocí RFS techniky poskytuje data z velkých otěrových částic. Vícepolohový přípravek se používá pro současné vytvoření většího počtu vzorků. Několik komerčních laboratořích nabízí RFS pro poskytování podrobnější analýzy vzorků použitých olejů.

Vývoj nových aplikací: I když je RDE spektrometr stále primárně určen pro analýzu použitých olejů,



Obrázek 3: Přípravek pro Automatic Rotrode Filter Spectroscopy (A-RFS)

maziv a paliv, bylo vyvinuto několik nových metod pro zvýšení produktivity a analytických možností těchto spektrometrů. Patří mezi ně schopnost analyzovat chladiva motoru, síru v oleji a palivu, atd. Program pro analýzu chladiva určí jak stav chladicí kapaliny, tak také přítomnost jakýchkoliv nečistot nebo úlomků. Chladicí kapaliny mohou být použity

jako diagnostické médium, když chladicí kapalina odvádí teplo z částí motoru, jakož i jemné úlomky z vnitřního povrchu chladicího systému. Analýza, otěrů může poskytnout důležité informace o stavu vnitřních částí chladicí soustavy.

Některé programy pro sledování stavu zařízení založené na analýze použitých olejů mohou také poskytnout údaje o chladicím systému. Použití analýzy chladiva bylo nicméně omezeno v důsledku dodatečných nákladů a času potřebného k analýze. Dnes několik hlavních komerčních analytických tribotechnických laboratoří přešlo pro analýzu chladicí kapaliny na RDE techniku. To bylo možné s menšími hardwarovými a softwarovými úpravami pomocí RDE spektrometru. Bylo prokázáno, že RDE technika dobře koreluje s ICP a AAS technikami na nové chladicí kapaliny a je účinnější u použitých chladicích kapalin, které obsahují částice.

Vážný opakující se problém v postupech údržby je použití nesprávného maziva. Program monitorování stavu zařízení může snadno identifikovat tyto problémy pomocí analýzy použitých aditiv v mazivu a analýzy fyzikálních vlastností maziva.

K záměně maziva často dochází, když je olejový systém doplněn novým olejem, který chybí v důsledku používání nebo únikem ze systému. Obvykle malé množství nesprávného oleje ve velkém uzavřeném systému představuje jen málo bezprostředních problémů. Avšak tomu tak není u některých vznětových motorů, jak je znázorněno v příkladu viz. tabulka 1. Zde je souhrn informací z posledních čtyř analýz použitého oleje naftového motoru lokomotivy.

Jsou uvedeny pouze údaje pro nejvýznamnější prvky. Data jasně ukazují, že po prvních dvou vzorcích odebraného oleje byl k doplnění olejové nádrže použit nesprávný olej. Tři aditivní prvky a to hořčík (Mg), fosfor (P) a zinek (Zn), se objeví až ve třetí analýze a zvýšení jejich koncentrace ve čtvrté analýze je jasnou indikací, že došlo ke změně ve složení oleje. U tohoto typu motoru může nesprávný olej obsahující aditiva na bázi zinku způsobit závažné problémy opotřebení. Pro některé části ložiska, které mají stříbrné povlaky způsobuje přítomnost zinku korozi a opotřebení. V časných stádiích korozivního působení přítomností zinkových aditiv je indikováno zvý-

šením obsahu otěrových kovů železa, mědi a stříbra. Na základě analýzy oleje byla provedena doporučení vypustit a propláchnout systém a dbát na správný olej pro jeho dolití.

Datum	Fe	Cu	Ag	Mg	P	Zn
30. září	19	10	0	0	0	3
23. prosinec	21	10	0	0	9	3
23. březen	27	13	2	107	75	90
11. červenec	25	30	10	220	110	123

Kalibrace (M99942)	
Prvek	Rozsah (v ppm)
Hliník	0-1,000
Báryum	5-6,000
Bór	0-1,000
Kadmium	0-1,000
Vápník	0-6,000
Chrom	0-1,000
Měď	0-1,000
Železo	0-1,000
Olovo	0-1,000
Hořčík	0-6,000
Mangan	0-1,000
Molybdén	0-1,000
Nikl	0-1,000
Fosfor	10-6,000
Křemík	0-1,000
Stříbro	0-1,000
Sodík	0-6,000
Cín	0-1,000
Titan	0-1,000
Vanad	0-1,000
Zinek	0-6,000
Litium	0-1,000
Draslík	0-1,000

Tabulka 1
Spektrometrické výsledky v ppm pro EMD Medium Speed Diesel Locomotive

Tabulka 2
Kalibrační rozsahy měřených prvků v mazivech a olejích pro přístroj Spectroil Q100

Veškeré výše uvedené analytické možnosti jsou součástí RDE spektrometru Spectroil Q100 od fy Spectro Scientific, USA.

RDE optická emisní spektroskopie má za sebou dlouhou cestu a dnes je široce používána v mnoha průmyslových odvětvích, jako spolehlivý nástroj pro analýzu vzorků kapalin pro monitorování stavu zařízení a pro aplikace kontroly kvality.

Text: SPECTRO



www.spectrosci.com
www.spectro.cz