

УДК: 621.4:621.648.5:005:52:669...5

Л. П. НЕКРАСОВА<sup>1</sup>, Н. П. СИНЯЕВА<sup>2</sup>, Л. А. ОМЕЛЬЯНЧИК<sup>2</sup>,  
О. В. ЛУГАНСКАЯ<sup>2</sup>

<sup>1</sup> ФГБУ «НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина»,  
Москва, Российская Федерация

<sup>2</sup> Запорожский национальный университет, Запорожье, Украина

## ИДЕНТИФИКАЦИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МИКРООБЪЕКТОВ В ОТЛОЖЕНИЯХ НА МАСЛОФИЛЬТРАХ АД

*Разработана схема анализа отложений с фильтроэлементов масляных фильтров АД. Прогнозирование узла разрушения определяют по типу сплава детали, которая разрушается (бронза или латунь), если металлические частички жёлтого цвета. Исследования проводят атомно-абсорбционным методом без предварительного выделения частиц из механической смеси отложений на фильтрах. Метод исследования атомно-абсорбционный – в пламени ацетилен-воздух. В эксперименте использованы спектрофотометр С 115 с селективными источниками излучения (лампы с полым катодом на медь и цинк) и спектрофотометр высокого разрешения с источником непрерывного спектра и двойным монохроматором – «Contr AA 300». Тип сплава определяют по соотношению абсолютного количества составляющих сплава, например, медь:цинк.*

**Ключевые слова:** отложения на маслофильтрах, механическая смесь, соотношение медь:цинк, атомно-абсорбционный метод.

### Введение

Для прогнозирования источников разрушения двигателей, как правило, исследуют смывы отложения с фильтроэлементов масляного фильтра [1, 2]. Известны аналитические методики с использованием инструментальных методов, направленные на количественную идентификацию материалов от разрушенных деталей. Методики имеют хорошие метрологические характеристики [3 – 5].

В частном случае, когда на маслофильтре обнаруживают смесь углеродистых дисперсных систем с небольшим количеством мельчайших металлических частиц желтого цвета, необходимо определить только тип сплава (латунь или бронза). Точный ответ на этот вопрос конкретно указывал бы на изнашивающуюся деталь и значительно облегчал бы работу ремонтной эксплуатационной службы.

Готовых разработок для решения такой задачи в литературе нет, и исследования проводятся на месте с учетом профессиональной подготовки эксперта и особенностей анализируемого объекта. В каждом конкретном случае традиционный химический анализ требует выделения сплава из механической смеси [6]. Известные методы выделения металлических частиц из основной массы пробы вещества с последующим анализом очень трудоемки, требуют специального инструмента, чистоты реактивов, специальной гигиены проведения анали-

за и высокой квалификации исполнителя [3 – 6].

В данной работе предложена рациональная, на наш взгляд, простая схема определения типа сплава без выделения из основной массы пробы, которая может быть осуществлена в любой аналитической лаборатории.

Для этой цели, по нашему мнению, рационально использовать как методы классической химии, так и избирательный атомно-абсорбционный метод. При этом, исследования возможны как на приборах старой генерации, с монохроматором Черни-Тернера, коррекцией неселективных помех с применением дейтериевой лампы или эффектом Зеемана, селективных источников излучения (лампы с полым катодом), так и приборы новой генерации с непрерывным источником излучения и двойным монохроматором. Однако, применяя спектрометры новой генерации, мы осуществили мультиэлементный анализ, кроме того, предварительный качественный анализ по спектрам поглощения позволяет видеть спектр, выбирать оптимальную аналитическую линию, ширину регистрируемого участка спектра поглощения и участки спектра фоновой коррекции, что особенно рационально для анализа проб неизвестного состава [6 – 9].

С позиций важности прогнозирования источников разрушения двигателей и облегчения работы ремонтной службы решение такой задачи актуально.

### Цель работы

Цель данной работы – разработка рутинной методики, позволяющей достаточно надежно определять тип сплава разрушаемой детали по отложениям на фильтроэлементах без предварительного его выделения из основной массы пробы.

### Экспериментальная часть

Исследования проводили с отложениями с фильтроэлементов маслофильтров авиационных двигателей. Образцы для исследования представляли собой смесь дисперсных углеродистых частиц черного цвета и металлических желтого цвета неизвестного состава.

В эксперименте использованы органические растворители: тетрахлорметан (CCl<sub>4</sub>) по ГОСТ 20288-74, ХЧ, этиловый эфир (CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-CH) по ГСТ 6262-79, ХЧ, неорганические кислоты HCl по ГОСТ 3118-77 «ХЧ», HNO<sub>3</sub> по ГОСТ 4461-77, ХЧ, бидистиллированная вода, стандартные образцы состава растворов на ионы металлов: медь ДСЗУ 022.48-96, МСО 0524:2003 СО меди 10,00 мг/см<sup>3</sup>, фон HNO<sub>3</sub> 1 моль/дм<sup>3</sup>; микроскоп МБС9.

Стандартные образцы применяли для градуировки спектрофотометров.

Количественное определение цинка и меди в исследуемых образцах проведены на спектрофотометре С 115 с селективными источниками излучения (лампы с полым катодом на цинк и медь) и атомно-абсорбционном спектрофотометре высокого разрешения с непрерывным источником излучения спектра – ксеноновая лампа [7 – 9].

Подготовка образцов к исследованию следующая. Отложения с фильтроэлементов маслофильтра обезжиривали третрахлорметаном (CCl<sub>4</sub>) или диэтиловым эфиром (CH<sub>3</sub>-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-CH), просушивали, осматривали под микроскопом с целью визуальной ориентировочной оценки количества металлического материала. Затем пробу растворяли в смеси кислот HCl+HNO<sub>3</sub> (3+1) «царская водка», упаривали до небольшого объема, соли растворяли в бидистиллированной воде, раствор переводили в мерную колбу объемом 50 см<sup>3</sup>, фильтровали. Параллельно растворяли контрольные образцы латуни и бронзы. Массой образцов пренебрегали и определяли абсолютное количество содержания цинка и меди в исследуемых и контрольных образцах атомно-абсорбционным методом, учитывая его избирательность, экспрессность и высокую чувствительность [7 – 9].

При проведении измерений традиционно уделяли внимание оптимизации режимов горения пламени, его стехиометрии, выбору растворителя, ответственного за дисперсность аэрозоля, а, следовательно, и чувствительность определения. Для каждого спектрофотометра режимы проведения анализа были специфичными и представлены в таблицах 1 и 2. Условия проведения анализа показаны в таблице 3.

Абсолютные количества меди и цинка определяли с помощью градуировочного графика для меди в диапазоне содержаний 1-5 мг/дм<sup>3</sup>, цинка 1-5 мг/дм<sup>3</sup> и затем рассчитывали отношение медь:цинк. Результаты измерений образцов выполненные на спектрометре С 115 приведены в таблице 4.

Таблица 1

Режим проведения анализа на спектрофотометре С 115\*

Элемент	Ширина щели монохроматора, мм	Газовая смесь	Соотношение горючего и окислителя $\left(\frac{C}{O}\right)$	Зона просвечивания пламени, мм
Cu 324,7	0,1	ацетилен-воздух	0,84	4
Zn 213,7	0,1	ацетилен-воздух	0,97	5

\* без фоновой коррекции

Таблица 2

Режим проведения анализа на спектрофотометре «Contr AA 300»\*

Элемент	Длительность интегрирования, С	Количество пикселей	Количество спектров	Спектральное наблюдение за длиной волны	
				НМ	пиксель
Cu 324,76	3	7	30	0,38	200
Zn 213,7	3	7	30	0,25	200

\* фоновая коррекция осуществлялась автоматически с эталонным спектром

Таблица 3

Условия проведения анализа на спектрофотометрах С 115 и «Contr AA 300»

Элемент	Длина волны, нм	Ширина горелки, нм	Тип смеси газов	Соотношение		Зона просвечивания пламени, мм
				Горючего и окислителя	окислитель	
Cu	324,75	100	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> -воздух	0,84		7
Zn	213,71	100	C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> -воздух	0,97		6

Таблица 4

Определение абсолютных содержаний меди и цинка в опытных образцах на С 115

№ образца	Наименование образца	Содержание цинка г/	Содержание меди г/	Отношение медь/цинк
1	Бронза	$1,09 \cdot 10^{-4}$	$3,93 \cdot 10^{-3}$	36,1
2	Латунь	$1,7 \cdot 10^{-3}$	$3,21 \cdot 10^{-3}$	1,89
3	Неизвестный сплав	$2,95 \cdot 10^{-3}$	$6,03 \cdot 10^{-3}$	2,05
4		$2,37 \cdot 10^{-3}$	$5,87 \cdot 10^{-3}$	2,37
5		$2,11 \cdot 10^{-3}$	$5,36 \cdot 10^{-3}$	2,54
6		$1,95 \cdot 10^{-3}$	$4,86 \cdot 10^{-3}$	2,49
7		$1,84 \cdot 10^{-3}$	$4,87 \cdot 10^{-3}$	2,52

Как видно из таблицы 4, отношение медь:цинк неизвестного сплава в пробах отложений, снятых с фильтроэлементов маслофильтра находится в пределах 2,05 – 2,54, близко к отношению 1,89, что дает возможность предположить, что исследуемый сплав – латунь.

Эксперимент был воспроизведен с теми же исходными пробами на спектрофотометре высокого разрешения с непрерывным источником спектра «Contr AA 300» [8, 9]. Результаты приведены в таблице 5.

Как видно из таблиц 4 и 5, результаты анализа проб отложений на функционально различных приборах хорошо воспроизводятся, что дает возможность предполагать, что такая схема анализа может быть применена для тестовых исследований в лабораториях, оборудованных спектрофотометрами с различными метрологическими и функциональными возможностями.

Перспектива дальнейших исследований – накопление статистических данных на образцах, представленных ремонтными службами для оценки надежности данной схемы анализа в диагностике разрушения узлов двигателей.

## Выводы

1. Предложена схема определения типа сплава узла разрушения двигателя по отложениям на маслофильтрах.
2. Диагностирование типа сплава проводят из пробы, взятой с маслофильтра без выделения металлической стружки из основной массы анализируемой пробы.
3. Тип сплава определяют по соотношению элементов, входящих в сплав. В данном случае медь/цинк при идентификации в пробе бронзы или латуни.

Таблица 5

Определение абсолютных содержаний меди и цинка в опытных образцах на спектрофотометре «Contr AA 300»

№ образца	Название образца	Zn, г	Cu, г	Cu:Zn
1	Бронза	$1,11 \cdot 10^{-4}$	$3,97 \cdot 10^{-3}$	35,8
2	Латунь	$1,80 \cdot 10^{-3}$	$3,24 \cdot 10^{-3}$	1,80
3	Неизвестный сплав	$3,01 \cdot 10^{-3}$	$6,15 \cdot 10^{-3}$	2,04
4	//	$2,40 \cdot 10^{-3}$	$5,92 \cdot 10^{-3}$	2,46
5	//	$2,15 \cdot 10^{-3}$	$5,42 \cdot 10^{-3}$	2,52
6	//	$1,97 \cdot 10^{-3}$	$4,92 \cdot 10^{-3}$	2,49
7	//	$1,87 \cdot 10^{-3}$	$4,95 \cdot 10^{-3}$	2,64

## Литература

1. Василенко, Т. В. Влияние эксплуатационных факторов на топливную систему самолета [Текст] / Т. В. Василенко, Ж. С. Червоненко. – М. : Машиностроение, 1986. – 186 с.
2. Чинюгин, Ю. М. Технологические процессы технического обслуживания летательных аппаратов [Текст] / Ю. М. Чинюгин. – М. : Университетская книга, 2006. – 408 с.
3. Пат. 2275618 Российская Федерация, МПК G 01 N 21/00, G 01 N 21/62 G 01 N 21/71, G 01 N 21/73. Способ определения параметров простых и сложных частиц износа в маслосистеме двигателя [Текст] / Гайдай М. С., Дроков В. Г., Матвиенко Г. П., Овчинин Н. Н., Скудаев Ю. Д., Червонюк В. В. ; заявитель и патентообладатель ОАО «НПО «Сатурн», ООО «Диагностические технологии». – №2004113296 ; заявл. 30.04.04 ; опубл. 27.04.06. – Бюл. № 12 с.
4. О рентгенофлуоресцентном анализе отфильтрованного осадка отработанных авиационных масел [Текст] / Г. В. Павлинский, В. Г. Дроков, Е. О. Баранов [и др.] // Контроль. Диагностика. – 2005. – № 2. – С. 21–26.
5. Дворкин, В. И. Метрология и контроль качества количественного химического анализа [Текст] / В. И. Дворкин. – М. : Химия, 2001. – 263 с.
6. Алимарин, И. П. Качественный и количественный ультраминпроанализ [Текст] / И. П. Алимарин, М. Н. Петрикова. – М. : Химия, 1974. – 191 с.
7. Канаев, Н. А. Атомно-абсорбционный и пламенно-фотометрический анализы сплавов [Текст] / Н. А. Канаев, Н. В. Трофимов. – М. : Металлургия, 1983. – 286 с.
8. Пупышев, А. А. Атомно-абсорбционные спектрофотометры высокого разрешения с непрерывным источником спектра [Текст] / А. А. Пупышев // Аналитика и контроль : науч.-приклад. журн. по аналит. химии и аналит. контролю. – 2008. – Т. 12, № 3–4. – С. 64–92 (УГТУ).
9. Синяева, Н. П. Визначення легуючих елементів у жароміцних сплавах на основі нікелю атомно-абсорбційним методом [Текст] / Н. П. Синяєва // Авіаційно-космічна техніка і технологія. – 2015. – № 8 (125). – С. 17–21.
10. Стандартные образцы состава растворов ионов металлов и неметаллов для метрологического обеспечения спектроскопических и электрохимических методов анализа [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [http://chemtest.com.ua/gosudarstvennye\\_standartnye\\_obrazcy](http://chemtest.com.ua/gosudarstvennye_standartnye_obrazcy). – 14.03.2015

## References

1. Vasilenko, T. V., Chervonenko, Zh. S. *Vliyanie jekspluatacionnyh faktorov na toplivnuju sistemu samoleta* [Influence of the maintenance factors on the aircraft fuel system]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1986. 186 p.
2. Chinjugin, Ju. M. *Tehnologicheskie processy tehničeskogo obsluzhivanija letatel'nyh apparatov* [Aircraft maintenance technological processes]. Moscow, Universitetskaja kniga Publ., 2006. 408 p.
3. Gajdaj, M. S., Drovok, V. G., Matvienko, G. P., Ovchinin, N. N., Skudaev, Yu. D., Chervonyuk, V. V. *Sposob opredelenija prostyh i slozhnyh chastic iznosa v maslosisteme dvigatelja* [A method of determining the simple and complex wear particles in the oil system of the engine]. Patent. RF, №. 2275618, 2006.
4. Pavlinskii, G. V., Drovok, V. G., Baranov, E. O. *O rentgenofluorescentnom analize oftil'trovanogo osadka otrabotannyh aviacionnyh masel* [X-ray fluorescence analysis of the worked-out aircraft oil sediment]. *Kontrol'. Diagnostika*, 2005, no. 2, pp. 21–26.
5. Dvorkin, V. I. *Metrologija i kontrol' kachestva kolichestvennogo himičeskogo analiza* [Metrology and quality control of the quantitative chemical analysis]. Moscow, Himija Publ., 2001. 263 p.
6. Alimarin, I. P., Petrikova, M. N. *Kachestvennyj i kolichestvennyj ul'traminproanaliz* [Qualitative and quantitative ultraminproanalysis]. Moscow, Himija Publ., 1974. 191 p.
7. Kanaev, N. A., Trofimov, N. V. *Atomno-absorbcionnyj i plamenno-fotometricheskij analizy splavov* [Atomic-absorptive and flame-photometric analyses of alloys]. Moscow, Metallurgija Publ., 1983. 286 p.
8. Pupyshv, A. A. *Atomno-absorbcionnye spektrofotometri s nepreryvnym istochnikom spektra* [Scientific-apply journal in analytical chemistry and analytical control “Analytics and control”]. *Analitika i kontrol': nauch.-priklad. zhurn. po analit. khimii i analit. kontrolyu (UGTU)* [High resolution atomic-absorptive spectral photometers with continuous source of spectrum], 2008, vol. 12, no. 3–4, pp. 64–92.
9. Sinjaeva, N. P. *Viznachennja letjuchih elementiv u zharomicnih splavah na osnovi nikelju atomno-absorcijnim metodom* [Determination of alloying elements in the alloyson the basis of nickel by atomic absorption methodwith continuous high-level radiation source]. *Aviacionno-kosmicheskaja tehnika i tehnologija*, 2015, no 8 (125), pp. 17–21.
10. *Standartyne obrazcy sostava rastvorov ionov metallov i nemetallov dlja metrologicheskogo obespechenija spektroskopicheskikh i jelektrohimicheskikh metodov analiza* [The global pharmaceutical industry]. Available at: [http://chemtest.com.ua/gosudarstvennye\\_standartnye\\_obrazcy](http://chemtest.com.ua/gosudarstvennye_standartnye_obrazcy) (accessed 14.03.2015).

*Поступила в редакцию 16.05.2016, рассмотрена на редколлегии 15.06.2016*

**Рецензент** – д-р техн. наук, проф., проф. каф. двигателестроения О. Я. Качан, Запорожский национальный технический университет, Запорожье.

### **ІДЕНТИФІКАЦІЯ МЕТАЛЕВИХ МІКРООБ'ЄКТІВ У ВІДКЛАДЕННЯХ НА МАСЛОФІЛЬТРАХ АД**

*Л. П. Некрасова, Н. П. Синяєва, Л. О. Омелянчик, О. В. Луганська*

Розроблено схему аналізу відкладень з фільтроелементів маслофільтрів АД. Прогнозування вузла руйнування визначають за типом сплаву деталі, що руйнується (бронза або латунь), якщо металеві частинки мають жовтий колір. Дослідження проводять атомно-абсорбційним методом без попереднього виділення часток з механічної суміші відкладень на фільтрах. Метод дослідження атомно-абсорбційний – у полум'ї ацетилен-повітря. В експерименті використані спектрофотометр С 115 із селективними джерелами випромінювання (лампи з порожнистим катодом на на мідь і цинк) та спектрофотометр високої роздільної здатності з джерелом неперервного спектру та подвійним монохроматором – «Contr AA 300». Тип сплаву визначають за співвідношенням абсолютної кількості складових сплаву, наприклад, мідь:цинк.

**Ключові слова:** відкладення на маслофільтрах, механічна суміш, співвідношення мідь:цинк, атомно-абсорбційний метод.

### **IDENTIFICATION OF METAL MICRO-OBJECTS IN DEPOSITS ON OIL FILTERS OF AIRCRAFT ENGINES**

*L. P. Nekrasova, N. P. Sinyayeva, L. O. Omelyanchik, O. V. Luganskaya*

The outline of analysis of deposits from filtering elements of oil filters of aircraft engines has been developed. The prediction of the angle of engine breakdown should be based on the type of alloy of the breaking down detail (bronze or latten) if particles are yellow. Research is done without preliminary demerging of particles from the mechanical mixture of deposits. Method of analysis in an atomic absorption method, flame atomization is air-acetylene. Spectrophotometer C115 With selective emission source( hollow catode lamps for copper and zinc) and high resolution spectrophotometer whith the source of continuous spectrum and double monochromator – «Contr AA300» were used in the experiment The type of alloy is identified by the ratio of absolute quantity of the components of alloy, e.g., copper:zinc, using atomic absorption method.

**Key words:** deposits from filtering elements of oil filters, mechanical mixture, ratio copper:zinc, atomic absorption method.

**Некрасова Лариса Петровна** – канд. хим. наук, ст. науч. сотр. ФГБУ «НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды», Москва, Российская Федерация, e-mail: [laranekrasova@gmail.com](mailto:laranekrasova@gmail.com).

**Синяева Нина Петровна** – канд. хим. наук, доцент кафедры химии, Запорожский национальный университет, Запорожье, Украина, e-mail: [sinyayeva.1941@mail.ru](mailto:sinyayeva.1941@mail.ru).

**Омелянчик Людмила Александровна** – д-р фарм. наук, профессор кафедры химии, Запорожский национальный университет, Запорожье, Украина.

**Луганская Ольга Васильевна** – канд. хим. наук, доцент кафедры химии, Запорожский национальный университет, Запорожье, Украина, e-mail: [290574olga@mail.ru](mailto:290574olga@mail.ru).

**Nekrasova Larisa Petrovna** – Candidate of Chemical Sciences, Senior Researcher, Federal State Budgetary Institution A.N.Sysin Reseach Institute of Human Ecology and Environmental Health of the Ministry of Healthcare of the Rassion Federation, Moscow, Rassion Federation, e-mail: [laranekrasova@gmail.com](mailto:laranekrasova@gmail.com).

**Sinyayeva Nina Petrovna** – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor at the Department of Chemistry, Zaporizhzhya National University, Zaporizhzhya, Ukraine, e-mail: [sinyayeva.1941@mail.ru](mailto:sinyayeva.1941@mail.ru).

**Omelyanchik Lyudmila Aleksandrovna** – Doctor of Fharmaceutical Sciences, Professor at the Department of Chemistry, Zaporizhzhya National University, Zaporizhzhya Ukraine.

**Luganskaya Ol'ga Vasil'evna** – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor at the Department of Chemistry, Zaporizhzhya National University, Zaporizhzhya, Ukraine, e-mail: [290574olga@mail.ru](mailto:290574olga@mail.ru).