

УДК 665.5.001.4:006.354

## МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТАБИЛИЗАЦИОННОЙ ВОДЫ В ПЛАСТИЧНЫХ СМАЗКАХ НА ОСНОВЕ МЫЛЬНЫХ ЗАГУСТИТЕЛЕЙ ПРИ ПОМОЩИ ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОСКОПИИ

**С. Ф. ЕРМАКОВ, А. В. ТИМОШЕНКО**

*Государственное учреждение «Институт механики металлополимерных систем В. А. Белого НАН Беларуси», г. Гомель*

**Н. В. ГРУДИНА**

*Учреждение образования «Гомельский государственный технический университет имени П. О. Сухого», Республика Беларусь*

**Ключевые слова:** пластичная смазка, стабилизационная вода, мыльный загуститель, ИКФ-спектроскопия, оптическая плотность, метод оценки концентрации воды в смазке.

### Введение

При производстве пластичных смазок, загущенных мыльными загустителями, большое внимание уделяется стабилизационной воде, благодаря которой происходит структурирование пластичной смазки. Особенно это важно для гидратированных Са-смазок (синтетических и жировых солидолов), в которые вводят 10–20 мас. % воды (учитывая мыло). При очень малом содержании воды стабильная смазка не получается. В результате чрезмерного повышения концентрации воды качество (прочностные и антикоррозионные характеристики) смазок ухудшается [1]. Поэтому достаточно важным критерием качества пластичных смазок выступает вода в пластичных смазках. Своевременное и быстрое определение этого показателя в процессе варки позволяет подкорректировать концентрацию ингредиентов в смазке и тем самым получить качественный продукт, который соответствует всем требованиям, заложенным в нормативной документации.

Для определения воды в пластичных смазочных материалах используют метод определения воды по ГОСТ 1547–84, сущность которого заключается в нагревании пробы нефтепродукта с нерастворимым в воде растворителем и измерении объема сконденсированной воды, при этом проба для определения воды составляет около 100 г, а сам анализ длится от 40 до 60 мин [2]. В связи с этим нами был разработан и применен оригинальный экспресс-метод оценки концентрации стабилизационной воды в пластичных смазках, основанный на использовании методик ИК Фурье-спектроскопии (ИКФ) и позволяющий в отличие от стандартных методов быстро и на микроколичествах определять содержание стабилизационной воды в смазочных материалах.

Целью работы является разработка экспресс-метода определения стабилизационной воды в пластичных смазках посредством использования ИКФ-спектроскопии.

### Методы исследований

Исследования выполнялись на спектрометре SPECORD 751R (Германия) «Nicolet 5700», количество воды в пластичных смазках определяли при помощи

ГОСТа 1547–84 «Масла и смазки. Методы определения наличия воды». Образцы пластичных смазок получены в лабораторных условиях. Концентрация воды в образцах была 0, 1, 2, 3, 5 мас. %, на каждую по 50 образцов. Во время испытаний температура (295 К) и давление (101 кПа) оставались неизменными.

### Результаты экспериментов и их обсуждение

Как уже отмечалось, лабораторным общепринятым методом измерения содержания воды в пластичных смазках является метод, регламентированный ГОСТом. Кроме того, для определения содержания воды в жидких смазочных материалах является ИКФ-спектроскопия [3]. Принцип ИКФ-спектроскопии основан на том, что отдельные молекулы поглощают ИК-излучение на характерных длинах волн (резонансных частотах). Резонансные частоты молекул обусловлены движением молекулярных функциональных групп. Так, в молекуле воды  $H_2O$  такой группой является ОН-группа. Однако молекулы могут иметь одинаковые функциональные группы, что создает трудности для анализа. Например, иногда невозможно отличить поглощение ИК-излучения водой от поглощения гликолем или антиокислительными присадками, так как пики поглощения обычно довольно широкие и близко расположены, что ведет к их перекрытию и затруднению интерпретации результатов. Несмотря на то что метод ИКФ-спектроскопии чувствителен к свободной, эмульсионной и растворенной воде, его нижний предел обнаружения воды в масле составляет 0,1 % мас. % [3], такого предела достаточно для определения стабилизационной воды в пластичных смазочных материалах, полученных на основе мыльных загустителей. Лабораторные ИКФ-спектрометры позволяют проводить анализ масла в диапазоне частот 600–4000  $cm^{-1}$ . Для пластичных смазочных материалов такой диапазон сужается и расположен на частоте 4000–3000  $cm^{-1}$ .

Анализ ИК-спектров исследуемых пластичных смазок в интервале частот 3700–3000  $cm^{-1}$ , соответствующих полосам поглощения валентных колебаний ОН-групп в зависимости от содержания воды в смазке, представлен на рис. 1.

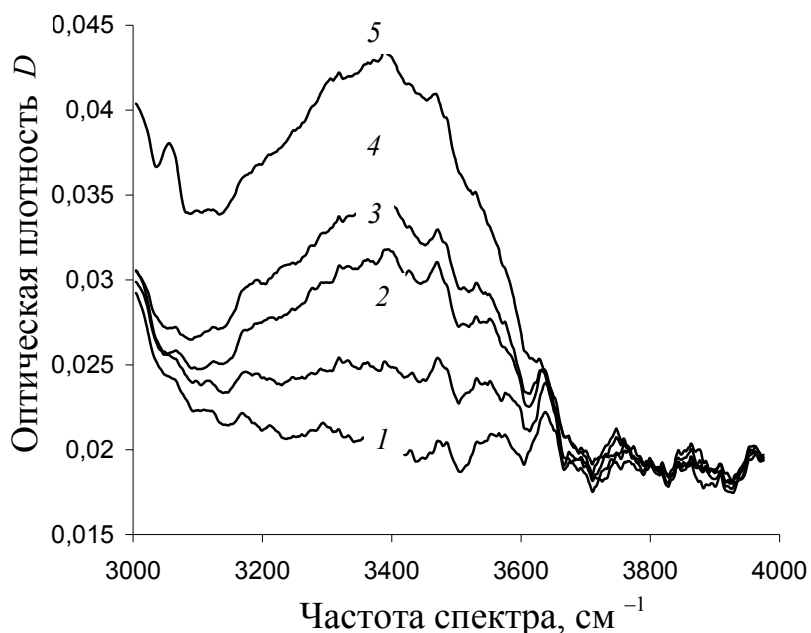


Рис. 1. ИК-спектры в интервале частот 3000–4000  $cm^{-1}$  для ПС:  
1 – ПС + 0 мас. % воды; 2 – ПС + 1 мас. % воды; 3 – ПС + 2 мас. % воды;  
4 – ПС + 3 мас. % воды; 5 – ПС + 5 мас. % воды

Как видно из спектров, полученных при помощи ИКФ-спектроскопии, оптическая активность спектров пластичных смазочных материалов с различным содержанием воды отличается. При анализе спектра пластичной смазки без добавления в нее воды в процессе варки (рис. 1, спектр 1) на частоте  $3388,4 \text{ см}^{-1}$  оптическая активность ( $D$ ) этих спектров практически одинаковая и составляет около 0,02. При этом при определении воды в данных образцах по ГОСТированной методике содержание воды в этих образцах составило около 0,3–0,5 мас. %. Такое количество воды выделяется в результате нейтрализации высших жирных кислот гидроокисями металлов (щелочами) при получении мыла в пластичных смазках. При этом на рис. 1 спектр 5 на той же частоте имеет значение оптической активности 0,043, данный спектр соответствует пластичной смазке с концентрацией воды 5 мас. %.

Исходя из полученных спектров образцов пластичных смазок, а также с учетом того, что в процессе варки смазки без добавления в нее воды выделяется дополнительное количество воды (0,3–0,5 мас. %), была получена реальная зависимость оптической плотности на частоте  $3388,4 \text{ см}^{-1}$  от содержания стабилизационной воды в пластичных смазках (рис. 2), т. е. пики спектров показывают добавленное количество воды, однако при 0 мас. % воды зависимость оптической плотности от содержания воды составляет 0,5 мас. % воды. Таким образом, исследуя зависимость оптической плотности ( $D$ ) пластичной смазки от концентрации в них воды ( $C$ ), было получено уравнение  $D = 0,0045 \cdot C + 0,00004$  при достоверности аппроксимации 0,925. Судя по величине достоверности аппроксимации, экспериментальные данные хорошо описываются полученными уравнениями. Отсюда очевидно, что зависимость оптической плотности от концентрации воды для пластичной смазки носит практически линейный характер (рис. 2). Полученные результаты свидетельствуют об эффективности разработанного метода, поскольку с достаточной точностью представляют результаты [4].

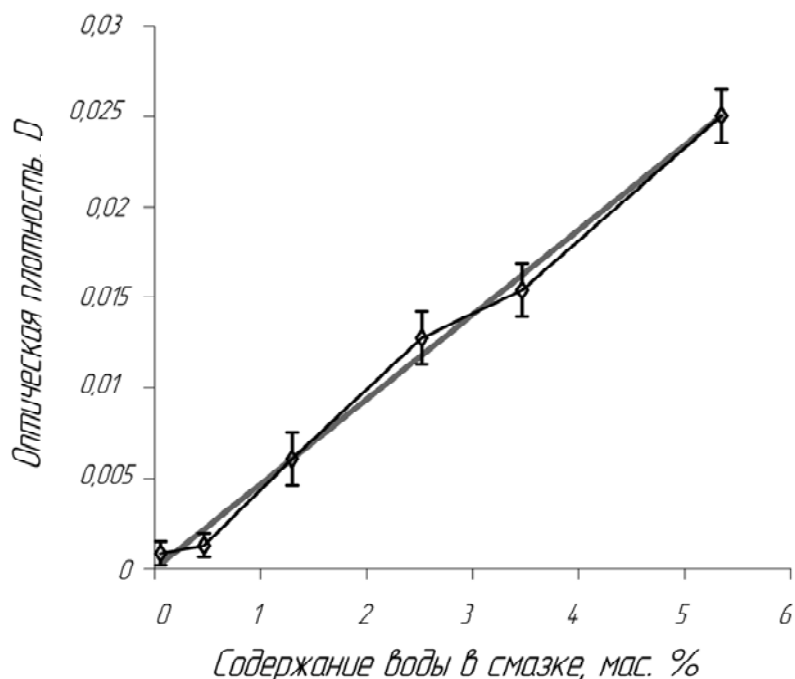


Рис. 2. Зависимости оптической плотности на частоте  $3388,4 \text{ см}^{-1}$  от содержания стабилизационной воды

Кроме этого количественное определение таким методом стабилизационной воды в пластичных смазках занимает около пяти минут, что имеет большое значение

при контроле выходных параметров в процессе варки. Сравнивая разработанную методику и метод, регламентированный ГОСТом 1547–84, можно выделить следующие преимущества:

– разработанный метод позволяет существенно снизить время анализа пробы пластичной смазки (с 60 до 5 мин);

– для данного метода необходимо микроскопическое количество – около 1 г – пластичной смазки, а для ГОСТированного – 100 г продукта для определения воды в пластичной смазке;

– при использовании ИКФ-спектроскопии не нужны вспомогательные вещества, в которых необходимо растворять пластичную смазку для выявления количественного содержания воды в пластичной смазке;

– разработанный метод является менее дорогостоящим.

### **Заключение**

Предлагаемый метод, основанный на ИКФ-спектроскопии, является достаточно эффективным, поскольку позволяет с большой точностью (величина достоверности аппроксимации 0,995) определять количественное содержание воды в пластичных смазочных материалах, загущенных мыльными загустителями. Показано, что, по сравнению с традиционным, данный метод определения воды в пластичных смазках имеет ряд существенных преимуществ, благодаря которым является более предпочтительным и рекомендуется для анализа как готовой продукции, так и в процессе производства пластичных смазок на предприятиях, производящих данный вид продукции.

### **Литература**

1. Синицын, В. В. Пластичные смазки в СССР : справочник / В. В. Синицын. – М. : Химия, 1984. – 192 с.
2. Масла и смазки. Методы определения наличия воды : ГОСТ 1547–84. – Взамен ГОСТ 1547–74 ; введ. 19.12.84. – М. : Изд-во стандартов. – 8 с.
3. Контроль содержания воды в смазочном материале как метод трибодиагностики / Л. В. Маркова [и др.] // Трение и износ. – 2004. – Т. 25, № 6. – С. 602–611.
4. Антифрикционные пластичные смазки на основе промежуточных продуктов переработки нефти и жидкокристаллических соединений // С. Ф. Ермаков [и др.] // Трение и износ. – 2008. – Т. 29, № 1. – С. 92–102.

*Получено 15.12.2016 г.*