

Stanisław Oleksiak
Instytut Nafty i Gazu, Kraków

Walidacja rozszerzonego zakresu stosowania metody HFRR do oceny smarności olejów napędowych z biokomponentami

Wprowadzenie

Negatywny wpływ radykalnego obniżenia zawartości siarki w olejach napędowych na trwałość pomp wtryskowych zaobserwowano na początku lat dziewięćdziesiątych ubiegłego stulecia w Szwecji, a także w USA i Kanadzie. Produkcję paliw niskosiarkowych typu City, przeznaczonych do stosowania przede wszystkim w dużych aglomeracjach, rozpoczęto w Szwecji, w 1991 roku. Już w początkowym okresie eksploatacji tego paliwa wystąpiły poważne problemy, wynikające z niedostatecznych właściwości przeciwzużyciowych paliw nowej formuły. Pogorszenie właściwości smarnych oleju napędowego City powodowało uszkodzenia pomp wtryskowych paliwa, a zwłaszcza rotacyjnych (rozdzielaczowych) pomp wtryskowych stosowanych głównie w silnikach samochodów osobowych. W Szwecji zaobserwowano to przede wszystkim w pojazdach zasilanych paliwem lżejszym, City 1. Uszkodzenia występowały już po przejechaniu 3000÷15000 km, przy czym niektóre z pomp ulegały całkowitemu zniszczeniu.

Wraz z wystąpieniem problemu niedostatecznych właściwości smarnych paliwa City pojawiła się potrzeba szybkiego opracowania lub zaadaptowania odpowiednich metod badawczych, które pozwoliłyby na ocenę skuteczności wprowadzanych dodatków przeciwzużyciowych i dawałyby gwarancje bezpiecznego użytkowania paliwa. W drugiej połowie lat dziewięćdziesiątych ub. wieku laboratoryjna metoda badawcza z zastosowaniem aparatu HFRR (*high frequency reciprocating rig*) została znormalizowana, a wśród standardowych parametrów olejów napędowych pojawiła się smarność oceniana zgodnie z równoważnymi

normami CEC F-06-96, ISO 12156-1 oraz ASTM D6079 [1, 3, 8].

Zakład Oceny Właściwości Eksploatacyjnych Instytutu Nafty i Gazu od kilkunastu lat posiada akredytację na metody badania olejów napędowych według CEC F-06-96 i ISO 12156. Zgodnie z zapisem w normach, precyzja metody określona została dla wyników mieszczących się w zakresie 360÷600 μm . Paliwa rynkowe od kilku lat zawierają biokomponenty – głównie estry metylowe kwasów tłuszczowych (FAME) – co powoduje, że większość otrzymywanych wyników wykracza poza dolny zakres stosowania metody, uniemożliwiając powoływanie się na certyfikat akredytacji. Aktualna norma określająca jakość paliw do silników Diesla w Europie PN-EN 590 dopuszcza zawartość FAME do 7% objętości paliwa, a rozważana jest również możliwość zwiększenia udziału FAME do 10%. W 2010 roku grupa robocza CEC nadzorująca metodę badania CEC F-06-96 została rozwiązana, a w 2011 roku Europejski Komitet Normalizacyjny (grupa robocza CEN TC 19/WG 24), odpowiadający za rozwój metody HFRR według ISO 12156, zaproponował wprowadzenie do tej normy procedury pomiaru wielkości śladu użycia przy zastosowaniu mikroskopu i kamery cyfrowej, zgodnie z ASTM D6079. Celem tych działań jest potwierdzenie przez ASTM w badaniach międzylaboratoryjnych poprawa precyzji metody. Propozycję CEN poddano głosowaniu w sierpniu 2012 roku. 16 z 22 krajów biorących udział w głosowaniu opowiedziało się za utworzeniem nowej grupy roboczej pod kierownictwem CEN, odpowiedzialnej za dalszy rozwój metody badania HFRR.

Opis stanowiska i procedury badawczej

Dla przybliżenia procedury badawczej przedstawiono krótki opis aparatu HFRR i warunków prowadzenia badania.

Oryginalna metoda oceny właściwości smarnych olejów napędowych, opracowana przez firmę Paramins i Imperial College w Anglii, przedstawiona została na spotkaniu grupy roboczej CEC PF 26 we wrześniu 1992 roku. W 1994 roku CEC (Europejska Rada Koordynacyjna ds. Rozwoju Metod Badań Paliw, Smarów i Cieczy Eksploatacyjnych dla Środków Transportu) wspólnie z ISO przeprowadziła badania międzylaboratoryjne obejmujące pomiary smarności paliw w temperaturach 25°C i 60°C. Wyniki tych badań pozwoliły na ostateczny wybór stanowiskowej metody badawczej. W grudniu 1994 roku metoda badawcza HFRR w temperaturze 60°C została zaakceptowana przez Komitet Techniczny CEC, a procedura badawcza otrzymała oznaczenie CEC F-06-T-94 oraz ISO/DIS 12156-1 [7].

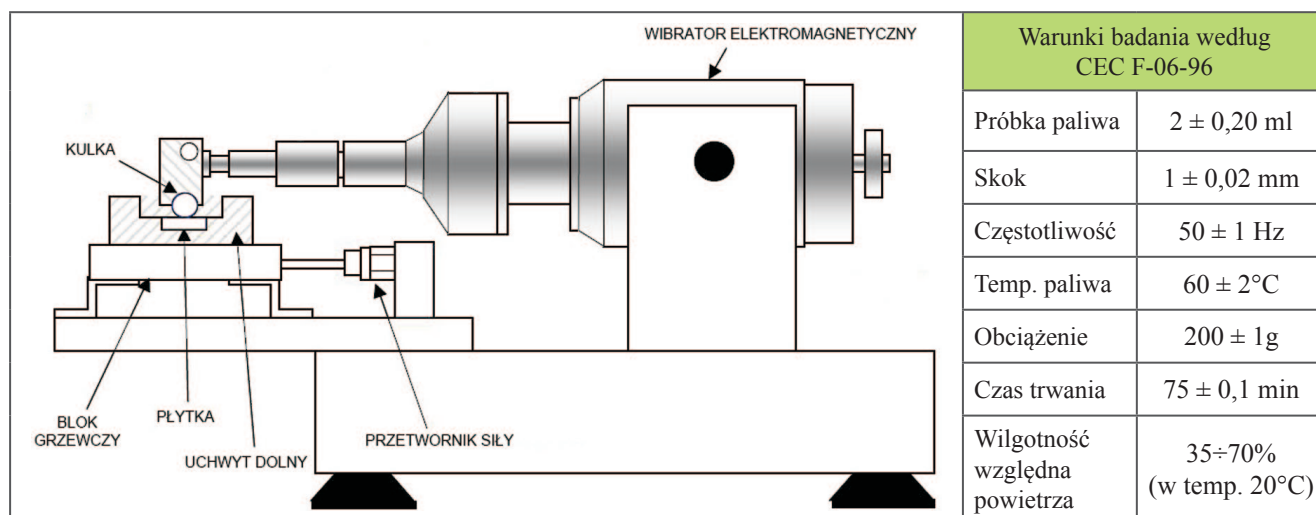
Na początku 1995 roku możliwe stało się przeprowadzenie testów HFRR z zastosowaniem sprawdzonego w eksploatacji oleju napędowego o zawartości siarki 0,05%. Wykazały one, że istniejąca metoda badawcza HFRR w pewnych przypadkach nie jest w stanie rozróżnić właściwości smarnych paliw w takim samym stopniu jak badania eksploatacyjne i konieczne jest dopracowanie metody. W 1995 roku poprawki oryginalnej metody (zwiększenie wielkości próbki i wprowadzenie ograniczeń odnośnie wilgotności powietrza) znalazły miejsce również w projektach procedur badawczych ASTM i ISO. Obecnie ocena własności smarnych przy zastosowaniu aparatu HFRR przebiega zgodnie ze znormalizowaną procedurą badania CEC F-06-96 lub ISO 12156-1, w warunkach podanych na rysunku 1 [3].

Węzeł tarcia aparatu HFRR, którego schemat przedstawiono na rysunku 1, składa się z uchwytu górnego elementu testowego (kulki), sztywno zamocowanego do źródła wymuszającego prosty ruch harmoniczny, i podgrzewanego uchwytu dolnego elementu testowego (płytki), stanowiącego zarazem podgrzewany zbiorniczek paliwa.

Górny element testowy w czasie trwania testu obciążony jest siłą 1,96 N, poprzez zawieszony na ramieniu obciążającym ciężarek o masie 200 g. Temperatura zbiorniczka paliwa i w następstwie zawartego w nim badanego paliwa osiągnięta jest przy pomocy regulowanego, elektrycznego grzejnika podstawy, do której jest on sztywno przykręcony. Zespół wibratora i przyrządów do pomiaru parametrów testu sterowany jest przez elektroniczny panel, który zbiera i przetwarza dane.

Miarą właściwości smarnych paliwa jest średnica śladu zużycia na kulce, mierzona z dokładnością do 1 mikrometra. Do określenia wymiarów śladu zużycia według CEC F-06-96 i ISO 12156 stosowany jest mikroskop warsztatowy lub metalurgiczny o powiększeniu 100×, umożliwiając pomiar z wymaganą dokładnością. Norma ASTM D6079 wprowadziła obowiązek wyposażenia mikroskopu w kamerę cyfrową, co znacznie ułatwiło pomiar i wpłynęło na poprawę precyzji metody.

Obecnie poza sposobem pomiaru wielkości śladu zużycia (stosowanie kamery i brak korekcji wilgotności) i nieco lepszymi wynikami precyzji metody ASTM wszystkie trzy metody badań są prawie identyczne. Zakres stosowania metody ASTM D6079 (produkty, do których może być stosowana) obejmuje średnie destylaty naftowe i paliwa zawierające estry metylowe kwasów tłuszczowych. Nor-



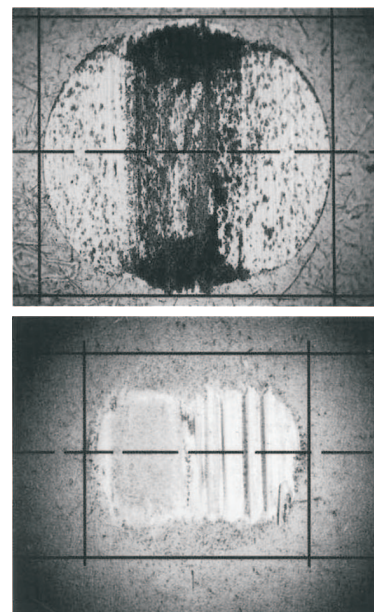
Rys. 1. Schemat aparatu HFRR i warunki badania

Tablica 1. Zestawienie głównych wymagań różnych procedur oceny smarności metodą HFRR [1, 3, 8]

	CEC F-06-96	ASTM D6079	ISO 12156-1
Parametr	skorygowana średnica śladu zużycia na kulce	średnica śladu zużycia na kulce	skorygowana średnica śladu zużycia na kulce
Temperatura próbki	60°C	60°C	60°C
Objętość próbki	2 ml	2 ml	2 ml
Warunki środowiskowe	dla $17,0^{\circ}\text{C} \leq T < 23,5^{\circ}\text{C}$ absolutna wilgotność $\geq 0,8$ kPa, RH $\leq 70\%$ dla $23,5^{\circ}\text{C} \leq T \leq 28^{\circ}\text{C}$ $0,8$ kPa \leq absolutna wilgotność $\leq 2,0$ kPa	$30\% \leq \text{RH} \leq 85\%$	dla $17,0^{\circ}\text{C} \leq T < 23,5^{\circ}\text{C}$ absolutna wilgotność $\geq 0,8$ kPa, RH $\leq 70\%$ dla $23,5^{\circ}\text{C} \leq T \leq 28^{\circ}\text{C}$ $0,8$ kPa \leq absolutna wilgotność $\leq 2,0$ kPa
Obciążenie	200 g	200 g	200 g
Czas testu	75 min	75 min	75 min
Kulka:	ruch posuwisto-zwrotny 50 Hz/1 mm skok	ruch posuwisto-zwrotny 50 Hz/1 mm skok	ruch posuwisto-zwrotny 50 Hz/1 mm skok
– średnica	6 mm	6 mm	6 mm
– materiał	AISI E-52100 stal stopowa chromowa	SAE-AMS 6440 (ISO 3290) stal stopowa chromowa	AISI E-52100 stal stopowa chromowa
– chropowatość powierzchni	$Ra < 0,05 \mu\text{m}$	$Ra < 0,05 \mu\text{m}$	$Ra < 0,05 \mu\text{m}$
– twardość	HRC 58÷66	HRC 58÷66	HRC 58÷66
Dolny el. testowy:	plytka, nieruchoma	plytka, nieruchoma	plytka, nieruchoma
– wymiar (średnica)	10 mm	10 mm	10 mm
– materiał	AISI E-52100 stal stopowa chromowa	SAE-AMS 6440 stal stopowa chromowa	AISI E-52100 stal stopowa chromowa
– chropowatość powierzchni	$Ra < 0,02 \mu\text{m}$	$Ra < 0,02 \mu\text{m}$	$Ra < 0,02 \mu\text{m}$
– twardość	„HV 30”: 190÷210	Vickers „HV 30”: 190÷210	Vickers „HV 30”: 190÷210
– prędkość	średnio 0,1 m/s, ruch posuwisto-zwrotny	0,1 m/s, ruch posuwisto-zwrotny	średnio 0,1 m/s, ruch posuwisto-zwrotny
Kontakt	powierzchnia kontaktu zanurzona	powierzchnia kontaktu zanurzona	powierzchnia kontaktu zanurzona
Zakres wyników o ustalonej precyzji	$360 \div 600 \mu\text{m}$ w temp. 60°C	dla średnich destylatów naftowych i paliw zawierających FAME (B5) – bez precyzowania zakresu wyników	$360 \div 600 \mu\text{m}$ w temp. 60°C
Powtarzalność	$r = 139 - 0,1688 \times WS 1,4$ gdzie: WS 1,4 jest skorygowaną średnicą śladu zużycia	50 μm w temp. 60°C	63 μm w temp. 60°C
Odtwarzalność	$R = 203 - 0,2219 \times WS 1,4$ gdzie: WS 1,4 jest skorygowaną średnicą śladu zużycia	80 μm w temp. 60°C	102 μm w temp. 60°C



Fot. 1. Widok aparatu HFRR i przykładowe ślady zużycia na kulce [3]



my CEC i ISO liczbowo określają zakres stosowania metod – precyzja określona jest dla wyników w przedziale od 360 μm do 600 μm i w rezultacie większość wyników badania paliw rynkowych wykracza poza ten zakres. Podczas ostatniego audytu PCA i próby rozszerzenia zakresu

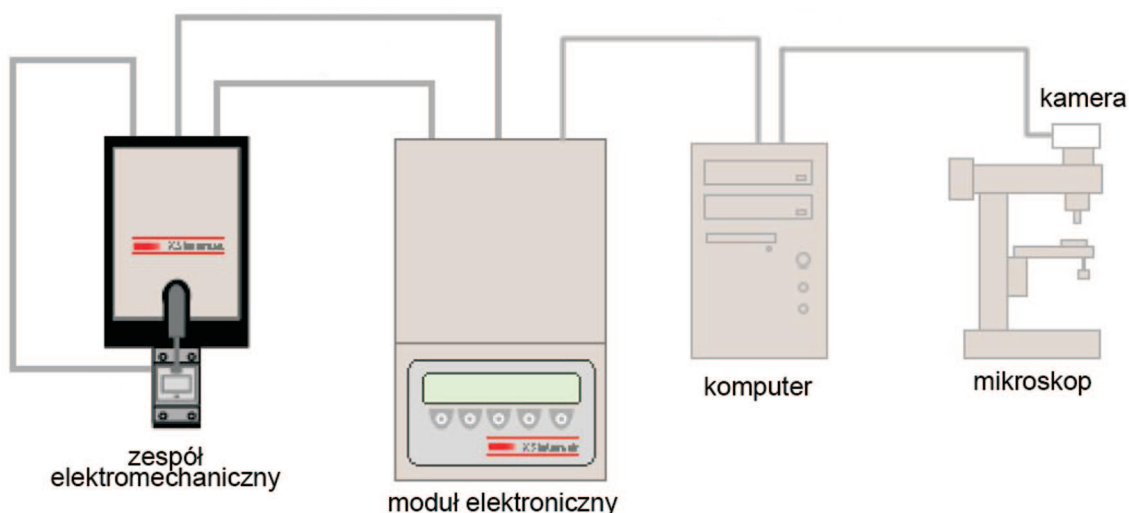
stosowania metody audytor zażądał udokumentowania jej walidacji dla wyników poniżej 360 μm , co uwzględniono w dalszej części artykułu.

W tabelicy 1 zestawiono parametry metod badawczych CEC F-06-96, ISO 12156 i ASTM D6079.

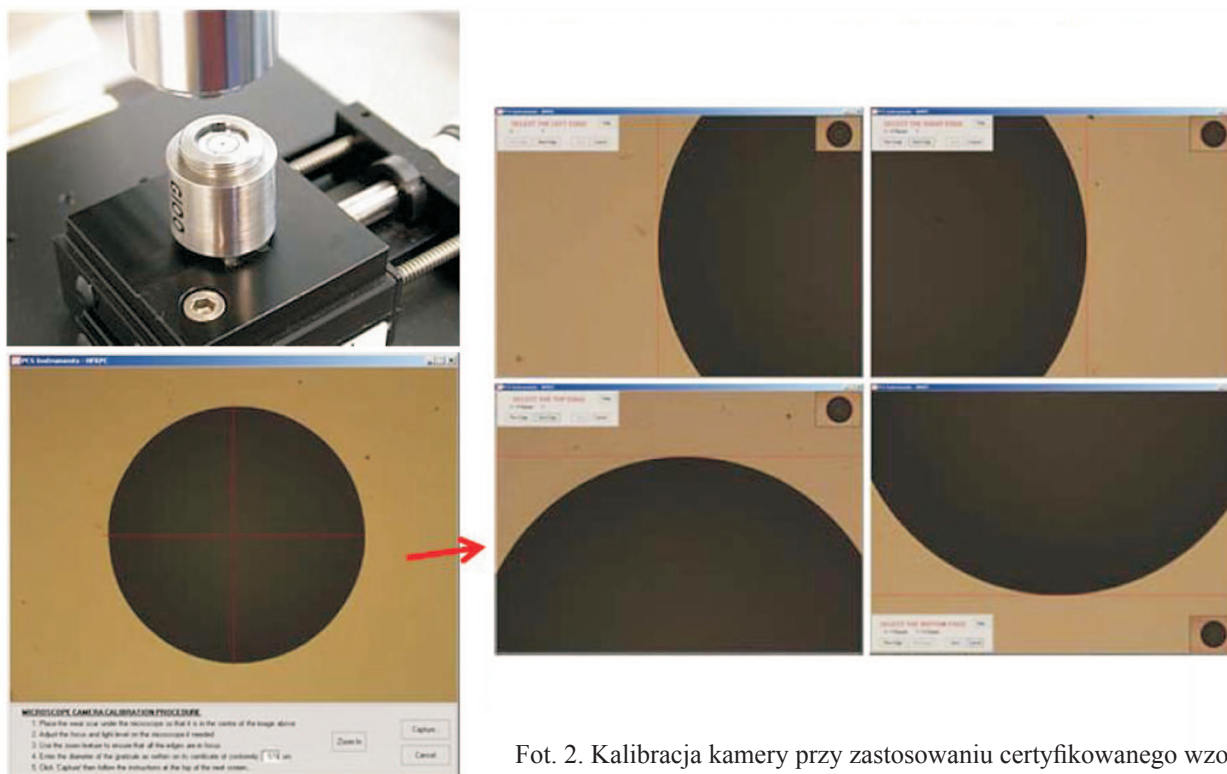
Modyfikacja stanowiska badawczego według wymagań ASTM D6079

W listopadzie 2011 roku Laboratorium Badań Silnikowych i Trybologicznych Zakładu Oceny Właściwości Eksploatacyjnych INiG zakupiło aparaturę pomiarową zgodną z wymaganiami ASTM D6079, obejmującą mikroskop i odpowiednią kamerę cyfrową o rozdzielczości min. 2048 \times 1536 pikseli. Na rysunku 2 pokazano schemat stanowiska badawczego HFRR wyposażonego w mikroskop z kamerą cyfrową [9].

Zastosowanie kamery umożliwia wyświetlenie na ekranie monitora powiększonego obrazu śladu zużycia, znacznie ułatwiając jednoznaczne ustalenie jego krawędzi. Pomiar sprowadza się jedynie do przesunięcia czerwonej kreski na krawędź śladu zużycia w czterech położeniach. Uproszczona jest także procedura kalibracji mikroskopu z kamerą przy zastosowaniu certyfikowanego wzorca – fotografia 2 [9].



Rys. 2. Schemat stanowiska badawczego HFRR



Fot. 2. Kalibracja kamery przy zastosowaniu certyfikowanego wzorca

Walidacja rozszerzonego zakresu metody HFRR

Walidacja jest potwierdzeniem – przez zbadanie i przedstawienie obiektywnego dowodu – że zostały spełnione wymagania dotyczące zamierzonego zastosowania i że dana metoda jest przydatna do rozwiązania określonego problemu. W praktyce walidacja oznacza sprawdzenie danej metody pod kątem jej wiarygodności i takiego jej zastosowania, aby spełniała wymagania klienta.

Obydwie europejskie metody badań – CEC F-06-96 i ISO 12156-1 – podają precyzję oznaczeń (powtarzalność – r , odtwarzalność – R) dla zakresu wyników $360 \div 600 \mu\text{m}$. Ponieważ współczesne paliwa do silników o zapłonie samoczynnym zawierają biokomponen-

ty (FAME), większość uzyskiwanych obecnie wyników smarności jest znacznie niższa niż $360 \mu\text{m}$.

Obydwie procedury są znormalizowane i wielokrotnie były kontrolowane w badaniach międzylaboratoryjnych z wykorzystaniem paliw rynkowych zawierających biokomponenty. Nie wpłynęło to jednak na zmiany zapisu odnośnie zakresu wyników o określonej precyzji.

Jak wspomniano, podczas audytu PCA i próby rozszerzenia zakresu stosowania akredytowanej metody audytor zażądał udokumentowania jej walidacji dla wyników poniżej $360 \mu\text{m}$, co przeprowadzono poniżej, wykorzystując dane z wcześniejszych badań międzylaboratoryjnych.

Oszacowania niepewności na podstawie wyników zaczerpniętych z wcześniejszych raportów

Szerokie badania międzylaboratoryjne z zastosowaniem paliw charakteryzujących się zróżnicowanym poziomem smarności w zakresie $190 \div 705 \mu\text{m}$ prowadzone były w ostatnich latach przez grupę roboczą CEC SG-006, Institute for Interlaboratory Studies i komitet D02 ASTM.

Wyniki badań międzylaboratoryjnych przeprowadzonych w 2006 roku przez grupę roboczą CEC SG-006 obejmowały ocenę 12 paliw, wśród których 7 zawierało biokomponenty (do 5% FAME) i dawało wyniki poniżej $360 \mu\text{m}$ [5, 6]. W badaniach uczestniczyło 21 laborato-

riów, wykonujących po 2 oznaczenia dla każdego z paliw. Wyniki poddano obróbce statystycznej, która pozwoliła na obliczenie dla każdego z paliw powtarzalności i odtwarzalności wyników.

W tabelicy 2 zestawiono wyniki badań smarności (dla wybranych siedmiu paliw oznaczonych kodami od 01 do 07) uzyskanych przez Laboratorium Badań Silnikowych i Trybologicznych Zakładu Oceny Właściwości Eksploatacyjnych INiG oraz wynik średni dla całej grupy roboczej z podaniem powtarzalności i odtwarzalności. Na

Tablica 2. Wyniki badań międzylaboratoryjnych HFRR – CEC RR 2006 (wybrane wyniki dla zakresu poniżej 360 μm) [9]

Badane paliwo	Wyniki INiG			Wyniki badań międzylaboratoryjnych RR 2006 r.			Różnica wyników
	nr w komputerze	skorygowana średnica śladu zużycia (WS 1,4) [μm]	rozstęp [μm]	średnia [μm]	r (powtarzalność) [μm]	R (odtwarzalność) [μm]	średnia – wynik INiG (WS-1,4) [μm]
01	03-07	225	22	191	36	79	34
01 (powt.)	26-07	203					12
02	05-07	227	3	202	44	76	25
02 (powt.)	24-07	224					22
03	09-07	302	21	319	57	103	17
03 (powt.)	20-07	323					4
04	10-07	287	1	275	38	92	12
04 (powt.)	19-07	288					13
05	11-07	204	5	223	38	89	19
05 (powt.)	18-07	199					24
06	12-07	219	1	231	51	80	12
06 (powt.)	17-07	218					13
07	14-07	225	11	207	29	53	18
07 (powt.)	15-07	236					29
Średni wynik badań międzylaboratoryjnych dla zakresu poniżej 360 μm					42	82	

uwagę zasługuje fakt, że wszystkie wyniki INiG mieszczą się z dużym zapasem w granicach powtarzalności i odtwarzalności wyników badań międzylaboratoryjnych.

W tablicy 3 zestawiono wyniki powtarzalności i odtwarzalności dla rezultatów uzyskanych w badaniach międzylaboratoryjnych oraz wartości tych parametrów, obliczo-

Tablica 3. Porównanie powtarzalności uzyskanej w badaniach międzylaboratoryjnych HFRR – CEC RR 2006 dla paliw o poziomie smarności poniżej 360 μm w odniesieniu do precyzji podanej w normach CEC F-06-96 i ISO 12156-1 dla zakresu 360÷600 μm

Paliwo	Wyniki badań międzylaboratoryjnych RR 2006			Obliczone dla WSD według wzoru dla zakresu 360÷600 μm		Stałe dla całego zakresu	
				$139 - 0,1688 \times \text{WSD}$	$203 - 0,2219 \times \text{WSD}$	360÷600 μm	
	średnia średnica śladu zużycia (WSD) [μm]	r (powtarzalność) [μm]	R (odtwarzalność) [μm]	r^* [μm]	R^* [μm]	r [μm]	R [μm]
01	191	36	79	107	161	63	102
02	202	44	76	105	158	63	102
03	319	57	103	85	132	63	102
04	275	38	92	93	142	63	102
05	223	38	89	101	154	63	102
06	231	51	80	100	152	63	102
07	207	29	53	104	157	63	102

* W przypadku normy CEC F-06-96 najniższy wynik, dla którego określono precyzję, wynosi 360 μm – wtedy $r = 78 \mu\text{m}$, $R = 123 \mu\text{m}$

ne według zasad podanych w normach CEC F-06-96 (według wzorów będących funkcją poziomu wyniku) i ISO 12156 (stałe wartości dla całego zakresu). Przy założeniu, że wzory do obliczania precyzji w normie CEC F-06-96 można wykorzystać również dla zakresu poniżej 360 μm , łatwo zauważyć, że wartości oszacowanej powtarzalności i odtwarzalności (parametry r i R) dla wyników badań międzylaboratoryjnych są w każdym przypadku niższe niż obliczone. Przy założeniu stałych wartości r i R , zgodnie z normą ISO, tylko w przypadku jednego paliwa parametr R dla wyników doświadczalnych przekroczony jest o 1 μm w porównaniu do precyzji podanej w normie.

W 2011 roku Zakład Oceny Właściwości Eksploatacyjnych INiG wykonał oznaczenie smarności według ISO 12156 dla paliwa B 10 (olej napędowy zawierający 10% FAME) w ramach badań międzylaboratoryjnych organizowanych przez Institute for Interlaboratory Studies [4]. Uzyskany wynik – 235 μm , przy średniej z badań (38 wyników) wynoszącej 193 μm ($R_{oblicz} = 51,48$, $s = 18,384$, $Z = 1,15$) – potwierdza, że precyzja metody dla zakresu poniżej 360 μm nie przekracza wartości podanej w normie ISO 12156 oraz w normie CEC F-06-96 dla najniż-

szego wyniku z zakresu 360÷600 μm . Podsumowując, można stwierdzić na podstawie badań międzylaboratoryjnych, że najniższy poziom precyzji dla wyników uzyskanych w przedziale 191÷319 μm wynosi:

- $r = 57 \mu\text{m}$, przy średniej z badań na poziomie 42 μm ,
- $R = 103 \mu\text{m}$, przy średniej z badań na poziomie 82 μm .

Ponieważ wyniki doświadczalne nie są gorsze od wyników obliczonych według CEC F-06 dla dolnej granicy zakresu, tj. wartości równej 360 μm , zakładając najniższe wartości w oparciu o dane z norm, można z dużym zapasem bezpieczeństwa przyjąć dla zakresu 190÷359 μm następujące stałe wartości powtarzalności i odtwarzalności dla CEC F-06-96 oraz ISO 12156:

$$r = 78 \mu\text{m},$$

$$R = 123 \mu\text{m}.$$

ASTM przeprowadziło w latach 2010–2011 szerokie badania międzylaboratoryjne obejmujące ocenę smarności paliw o różnym poziomie wyników w zakresie 204÷705 μm i oszacowało precyzję dla metody ASTM D7688 (metoda HFRR z użyciem mikroskopu) i dla metody ASTM D6079 (metoda HFRR z użyciem kamery cyfrowej). Na podstawie

Tablica 4. Wyniki badań międzylaboratoryjnych ASTM dla paliwa 01

Lab.	Powtórzenie	Pomiar średnicy śladu zużycia przy zastosowaniu:			
		kamery cyfrowej		mikroskopu	
		pojedyncze pomiary [μm]	średnia z dwóch pomiarów [μm]	pojedyncze pomiary [μm]	średnia z dwóch pomiarów [μm]
A	1	230	205,5	242	222,5
	2	181		203	
B	1	253	239,5	224	224
	2	226		224	
C	1	214	223	209	210
	2	232		211	
D/E	1	187,5	199,8	153,5	143,3
	2	212		133	
F	1	200	210	230	235
	2	220		240	
G	1	244	240,3	208	206
	2	227		204	
H	1	266,5	246,8	175	176,5
	2	214		178	
Średnia			222		210
Odchylenie standardowe odtwarzalności S_R			17,0		19,33
Odtwarzalność R			47,60		54,11

Tablica 5. Wyniki badań międzylaboratoryjnych ASTM dla paliwa 02

Lab.	Powtórzenie	Pomiar średnicy śladu zużycia przy zastosowaniu:			
		kamery cyfrowej		mikroskopu	
		pojedyncze pomiary [μm]	średnia z dwóch pomiarów [μm]	pojedyncze pomiary [μm]	średnia z dwóch pomiarów [μm]
A	1	370	356,5	364	348
	2	343		332	
B	1	330	333	315	336
	2	336		357	
C	1	364	364	362	365
	2	364		368	
D/E	1	336	345,5	237	302
	2	355		367	
F	1	330	280	250	290
	2	230		330	
G	1	334	331	302	306,5
	2	328		311	
H	1	383	369,5	378	363,5
	2	355,5		349	
Średnia			340		330
Odchylenie standardowe odtwarzalności S_R			30,2		30,67
Odtwarzalność R			84,50		85,87

analizy statystycznej rezultatów badania sześciu paliw przez 10 laboratoriów określono następujące poziomy precyzji [2]:

Metoda	Powtarzalność	Odtwarzalność
ASTM D6079 (kamera) [μm]	50	82
ASTM D7688 (mikroskop) [μm]	72	92

Zastosowanie kamery cyfrowej wyraźnie poprawiło precyzję metody badań. Ponieważ dla potrzeb walidacji szczególnie interesujące są wyniki dla zakresu poniżej 360 μm, z raportu wybrano dane dla dwóch paliw oznaczonych dalej jako paliwo 01 – tablica 4 i paliwo 02 – tablica 5 (niektóre wyniki trzech laboratoriów zostały odrzucone przez organizatorów badań). Na podstawie tych wyników obliczono odtwarzalność dla poszczególnych paliw 01 i 02 oraz średnią dla obu paliw o poziomie smarności poniżej 360 μm.

Średnia odtwarzalność dla wyników poniżej 360 μm wynosi zatem 66 μm w przypadku stosowania kamery cyfrowej i 70 μm w przypadku stosowania mikroskopu.

Ostatecznie w przypadku normy ASTM D6079-11 komitet ASTM DO2 określił średnią precyzję dla wszystkich wyników na następującym poziomie:

$$r = 50 \mu\text{m}$$

$$R = 80 \mu\text{m}$$

Dla sprawdzenia w dłuższym okresie, jak kształtuje się powtarzalność wyników uzyskiwanych w Laboratorium Badań Silnikowych i Trybologicznych Zakładu Oceny Właściwości Eksploatacyjnych INiG, dokonano analizy rozstępu dla wyników uzyskanych w okresie kwiecień–październik 2012 r. Pomiary wykonano według CEC F-06-96 dla różnego poziomu właściwości smarnych badanych paliw, ze szczególnym uwzględnieniem paliw rynkowych zawierających FAME. Dla wartości poniżej 360 μm przyjęto stały poziom powtarzalności obliczony dla wyniku 360 μm, tj. $r = 78 \mu\text{m}$. Dla wartości powyżej 360 μm powtarzalność obliczano dla średniej arytmetycznej każdej pary wyników, zgodnie ze wzorem podanym w normie CEC F-06-96. Wyniki zestawiono w tablicy 6 i przedstawiono graficznie na rysunku 3.

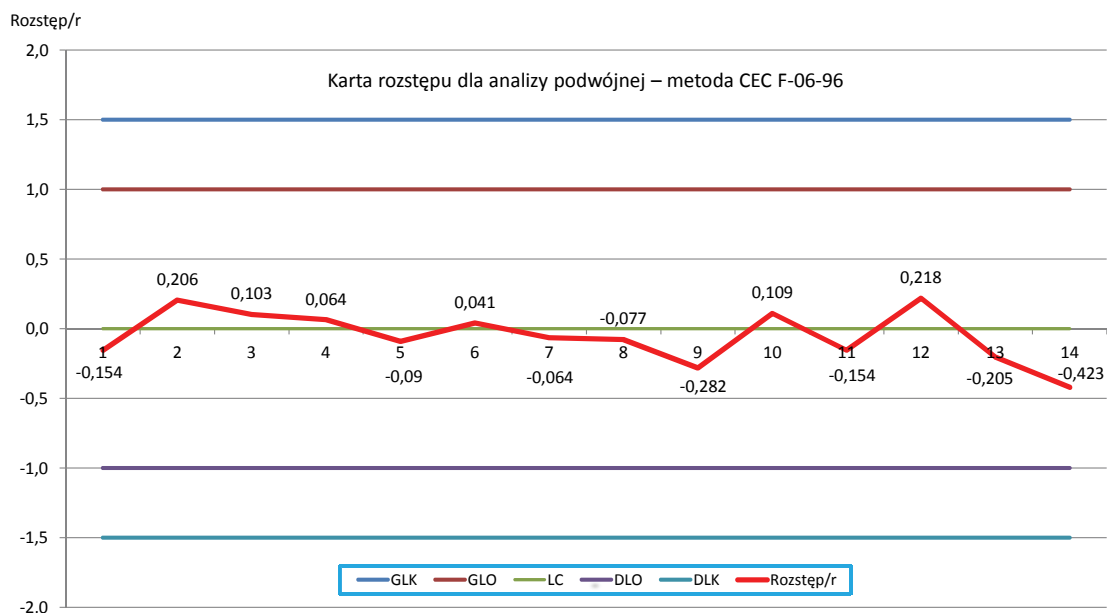
Na podstawie uzyskanych wyników rozstępu moż-

na stwierdzić, że w żadnym przypadku rutynowe pomiary smarności HFRR nie przekroczyły założonych warto-

ści powtarzalności – zarówno dla wyników w zakresie 190÷359 μm , jak i powyżej 360 μm .

Tablica 6. Zestawienie wyników HFRR według CEC F-06-96 dla wybranych paliw w okresie kwiecień–październik 2012 r.

Pomiar 1			Pomiar 2			Powtarzalność r [μm]	Rozstęp/ r
Średnica śladu zużycia [μm]	Data testu	Nr testu	Średnica śladu zużycia [μm]	Data testu	Nr testu		
340	20.04.2012	97-12	352	20.04.2012	98-12	78	-0,154
624	15.05.2012	103-12	617	16.05.2012	108-12	34	0,206
205	27.07.2012	135-12	197	27.07.2012	136-12	78	0,103
177	24.08.2012	152-12	172	24.08.2012	153-12	78	0,064
309	24.08.2012	151-12	316	24.08.2012	154-12	78	-0,09
384	17.09.2012	168-12	381	18.09.2012	169-12	74	0,041
191	19.09.2012	170-12	196	19.09.2012	171-12	78	-0,064
171	19.09.2012	172-12	177	19.09.2012	173-12	78	-0,077
347	20.09.2012	174-12	369	20.09.2012	175-12	78	-0,282
554	20.09.2012	176-12	549	20.09.2012	177-12	46	0,109
187	21.09.2012	178-12	199	21.09.2012	179-12	78	-0,154
339	4.10.2012	188-12	322	4.10.2012	189-12	78	0,218
185	4.10.2012	190-12	201	4.10.2012	191-12	78	-0,205
197	4.10.2012	192-12	230	4.10.2012	193-12	78	-0,423



Rys. 3. Karta rozstępu dla podwójnych pomiarów smarności HFRR w okresie kwiecień–październik 2012 r.

Podsumowanie

Przeprowadzone rozważania i obliczenia potwierdzają, że ocena właściwości smarnych w rozszerzonym zakresie stosowania metody (dla wyników poniżej 360 μm) przy zastosowaniu aparatu HFRR według metod CEC F-06-96

i ISO 12156 charakteryzuje się precyzją porównywalną do określonej w normach dla zakresu wyników 360÷600 μm .

Ponieważ wyniki precyzji uzyskane doświadczalnie nie są gorsze od wyników obliczonych wg CEC F-06-96

dla dolnej granicy zakresu, tj. wartości równej 360 μm , można z dużym zapasem bezpieczeństwa przyjąć dla zakresu 190÷359 μm dla metody CEC F-06-96 stałe wartości precyzji obliczone zgodnie z normą dla najniższego wyniku o potwierdzonej precyzji (360 μm), tj. powtarzalności na poziomie 78 μm i odtwarzalności na poziomie 123 μm .

Podsumowując, można uznać, że walidacja dla potrzeb laboratorium zakończona została wynikiem pozytywnym i z założoną precyzją, potwierdzoną w badaniach między-

laboratoryjnych, zatem metoda badania HFRR może być stosowana w rozszerzonym dolnym zakresie od 190 μm .

Planowane przez CEN TC 19 działania obejmujące powołanie nowej grupy roboczej i przeprowadzenie badań międzylaboratoryjnych HFRR z zastosowaniem kamery cyfrowej z pewnością pozwolą zweryfikować dotychczasowe wyniki precyzji i określić jej poziom dla rozszerzonego zakresu wyników drogą formalnego zapisu w odpowiednich procedurach badawczych.

Literatura

- [1] ASTM D6079 *Standard Test Method for Evaluating Lubricity of Diesel Fuels by the High-Frequency Reciprocating Rig (HFRR)*.
- [2] ASTM RR:D02-1718 *Interlaboratory Study to Establish Precision Statements for ASTM D6079-11, Standard Test Method for Evaluating Lubricity of Diesel Fuels by the High Frequency Reciprocating Rig (HFRR), ASTM 2011*.
- [3] CEC F-06-A-96 *Measurement of Diesel Fuel Lubricity*.
- [4] Kwinta M., Kowalska M.: *Przeprowadzenie badań próbek paliw płynnych w ramach uczestnictwa w międzynarodowych badaniach okrężnych organizowanych przez ILS dla E10, B10 i B100*. Dokumentacja INiG nr DK-4100-53/2011.
- [5] Oleksiak S.: *Monitorowanie precyzji metody badania smarowości olejów napędowych według CEC F-06-A-96 (HFRR) prowadzone w ramach badań międzylaboratoryjnych Grupy Roboczej CEC SG-F-006*. Dokumentacja INiG nr DK-4100-79/2008.
- [6] Oleksiak S.: *Nadzór nad procedurą CEC F-06-96 (HFRR) i monitoring precyzji metody w ramach prac Grupy Roboczej CEC SG-F-006*. Dokumentacja INiG nr DK-4100-11/2010.
- [7] Oleksiak S., Skręt I.: *Opracowanie metody oceny smarnych i przeciwzużyciowych własności olejów napędowych w oparciu o testy stosowane w krajach zachodnioeuropejskich*. Dokumentacja ITN nr 2862/1996.
- [8] PN-ISO 12156-1 *Oleje napędowe – Ocena smarności przy zastosowaniu aparatu o ruchu posuwisto-zwrotnym wysokiej częstotliwości (HFRR)*.
- [9] www.pcs-instruments.com/pdf/hfr/HFRR_Wear_Scar_Camera.pdf, dostęp: październik 2012 r.



Dr inż. Stanisław OLEKSIĄK – absolwent Wydziału Samochodów i Maszyn Roboczych Politechniki Warszawskiej. Adiunkt, kierownik Zakładu Oceny Właściwości Eksploatacyjnych Instytutu Nafty i Gazu w Krakowie. Realizuje prace badawcze z zakresu oceny właściwości użytkowych paliw silnikowych i środków smarowych. Autor około 80 publikacji.