

## OCENA WŁAŚCIWOŚCI OCHRONNYCH BIODEGRADOWALNYCH SMARÓW PLASTYCZNYCH PRZED KOROZJĄ

*W artykule omówione zostały testy służące do oceny właściwości ochronnych smarów plastycznych oraz wady i zalety tych testów. Przedstawiono wyniki badań właściwości ochronnych biodegradowalnych smarów plastycznych z wariantową ilością inhibitorów korozji różnego rodzaju. Dokonano omówienia otrzymanych wyników badań.*

### WSTĘP

Zabezpieczenie smarowanej powierzchni przed korozją jest jedną z właściwości, którą powinny charakteryzować się smary plastyczne. Od dłuższego czasu można zauważyć tendencje do wydłużania okresów eksploatacji smarów plastycznych. Dotyczy np. smarów, które stosowane są w łożyskach bezobsługowych. W tym przypadku pomiar właściwości ochronnych smarów w realnym czasie eksploatacji stał się praktycznie niemożliwy. Dlatego też wprowadzono przyspieszone testy stanowiskowe, które zapewniają technologom i użytkownikom smarów możliwość oceny właściwości przeciwkorozyjnych w trakcie ich eksploatacji [1].

Do oceny właściwości ochronnych smarów powszechnie stosuje się w Stanach Zjednoczonych test wg normy ASTM D 1743-13 „Standard Test Method for Determining Corrosion Preventive Properties of Lubricating Greases” [2]. Natomiast w Europie powszechnie stosowanym testem jest test wg normy ISO 11007 (w Polsce PN-ISO 11007:2010) powszechnie zwany testem „EMCOR”. Badanie właściwości przeciwkorozyjnych smarów plastycznych metoda dynamiczną [3].

Testy te różnią się między sobą urządzeniami badawczymi, warunkami prowadzenia badania oraz ośrodkami korozyjnymi w których prowadzone jest badanie. Ogólnie można stwierdzić, że procedura ASTM jest procedurą badania właściwości ochronnych w warunkach statycznych a procedura ISO jest procedurą badania tych właściwości w warunkach dynamicznych.

### 1. METODY BADAŃ WŁAŚCIWOŚCI OCHRONNYCH SMARÓW PLASTYCZNYCH

#### 1.1. Procedura badania wg ASTM D 1743-13 [2]

W teście tym trzy nowe badawcze łożyska stożkowe napelnione zostają badanym smarem a następnie obracane pod niskim obciążeniem w celu równomiernego rozprowadzenia smaru na bieżni łożyska.



**Rys. 1.** Widok aparatu do oceny właściwości ochronnych smarów plastycznych wg ASTM D 1743 (ITWL)

Tak przygotowane łożyska przetrzymywane są w atmosferze 100 % wilgotności przez 48 godzin w temperaturze 52 °C. Po zakończeniu testu, przygotowane w sposób określony w normie, bieżnie łożysk poddaje się ocenie. Procedura przewiduje podawanie wyniku jako „wytrzymuje” lub „nie wytrzymuje”. Jeżeli na dwóch bieżniach łożysk występują ślady korozji o średnicy przekraczającej 1 [mm] to wynik podawany jest jako „nie wytrzymuje”.

#### 1.2. Procedura badania wg PN-ISO 11007:2010 [3]

W teście tym wykorzystywane są badawcze łożyska kulkowe wahlowe (samonastawne). W urządzeniu testowym łożyska obracają się z prędkością 80 [1/min] bez obciążenia w obecności wody dejonizowanej. Test może być prowadzony również w innych ośrodkach np. roztworze NaCl o stężeniu od 1 % (m/m) do 3 % (m/m). Badanie prowadzi się przez okres jednego tygodnia dla następujących po sobie okresów pracy i postoju łożysk testowych.

Po zakończeniu testu i oczyszczeniu łożysk badawczych według procedury określonej w normie, bieżnie łożysk zostają poddane ocenie na wystąpienie ognisk korozji. Ocena dokonywana jest według stopnia „porażenia” korozyjnego powierzchni wewnętrznych bieżni łożyska. Ocena stopni korozji przedstawiono w Tab. 1.

**Tab. 1.** Stopnie korozji dla testu PN-C 11007

Stopień korozji	Opis
0	Brak korozji
1	Nie więcej niż trzy plamki korozyjne widoczne gołym okiem
2	Małe skorodowane obszary pokrywające mniej niż 1 % powierzchni bieżni łożyska
3	Skorodowane obszary pokrywające więcej niż 1 % ale mniej niż 5 % powierzchni bieżni łożyska
4	Skorodowane obszary pokrywające więcej niż 5 % ale mniej niż 10 % powierzchni bieżni łożyska
5	Skorodowane obszary pokrywają więcej niż 10 % powierzchni bieżni łożyska

W trakcie badania można jednocześnie testować osiem łożysk. Dla jednego badania wykorzystuje się dwa łożyska co pozwala na jednoczesne testowanie czterech kompozycji smarów.



**Rys. 2.** Widok aparatu do oceny właściwości ochronnych smarów plastycznych w warunkach dynamicznych wg PN-ISO 11007 (ITWL)

## 2. WYKONANIE EKSPERYMENTU

Biodegradowalne smary plastyczne stosowane do testów właściwości ochronnych zostały otrzymane według technologii opracowanej w wyniku realizacji Programu Badań Stosowanych pt. „Badania nad technologią wytwarzania biodegradowalnych smarów o zwiększonej odporności na utlenianie i polepszonych właściwościach niskotemperaturowych” [4, s. 121-122].

W ramach realizacji pierwszego etapu eksperymentu przeprowadzono badania właściwości ochronnych smaru bazowego (bez dodatków). Wyniki badań właściwości fizykochemicznych biodegradowalnego smaru bazowego przedstawiono w Tab. 2.

**Tab. 2.** Właściwości fizykochemiczne biodegradowalnego smaru bazowego [4, s. 83-87]

Rodzaj wymagania	Wynik badania	Jednostka miary	Metoda badania
Rodzaj smaru	litowy	---	---
Rodzaj zagęszczacza	12-hydroksystearynowy	---	---
Olej bazowy – lepkość kinematyczna w temperaturze 40 °C	154,32	mm <sup>2</sup> /s	PN-EN ISO 3104
Klasa konsystencji	2	1/10 mm	PN-C-04144
Temperatura kroplenia	208	°C	ASTM D 2265
Odporność na utlenianie w temperaturze 99 °C, spadek ciśnienia po 4 h	599	kPa	PN-C-04143
Właściwości smarne, wskaźnik zużycia pod obciążeniem, I <sub>h</sub>	0,30	kN	PN-C-04147
Właściwości przeciwdrożdżycowe średnia średnica skaz, d	0,44	mm	MB-MPS-002
Przeciwkorozyjne właściwości ochronne w środowisku: - woda dejonizowana - 1 % roztwór NaCl - 3 % roztwór NaCl	Nie wytrzymuje Nie wytrzymuje Nie wytrzymuje	---	ASTM D 1743
Właściwości ochronne w warunkach dynamicznych w środowisku: - woda dejonizowana - 1 % roztwór NaCl - 3 % roztwór NaCl	2-2 3-4 Powyżej 5-5	Stopień korozji	PN-ISO 11007

Do badań wytypowano dostępne w handlu dodatki uszlachetniające:

1. Alkilobenzosulfonian baru (ABS - Ba).
2. Alkilobenzosulfonian wapnia (ABS - Ca).
3. Dinonylnaphtylsulfonian baru (DNNS – Ba).
4. Dinonylnaphtylsulfonian wapnia (DNNS – Ca).
5. Dinonylnaphtylsulfonian Zn (DNNS – Zn)
6. Pakiet dodatków dla smarów plastycznych (PDS) – mieszanina dialkiloditiofosforanu cynku, FAME i tolyltriazolu (MCFT).

W drugim etapie realizacji eksperymentu przeprowadzono badania właściwości ochronnych oleju bazowego z wytypowanymi dodatkami uszlachetniającymi. Zastosowano stężenie dodatków uszlachetniających rekomendowane przez producentów.

Właściwości ochronne oleju bazowego z dodatkami poddano ocenie według:

1. ASTM D 1748 Standard Test Method for Rust protection by Metal Preservatives in the Humidity Cabinet.
2. PN-ISO 7120 Przetwory naftowe – Badanie właściwości ochronnych metalu w komorze wilgotnościowej.

Wyniki badania właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkami uszlachetniającymi przedstawiono w Tab. 3 i Tab. 4.

**Tab. 3.** Wyniki badania właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkami uszlachetniającymi w komorze wilgotnościowej w atmosferze wilgoci wg ASTM D 1748

Nazwa dodatku uszlachetniającego	Wynik badania	Stężenie dodatków % (m/m)
ABS-Ba	Po 168 h brak korozji	1 %
ABS-Ca	Po 168 h niewielki nalot korozyjny na całej powierzchni płytek	1 %
DNNS-Ba	Po 168 h brak korozji	1 %
DNNS-Ca	Po 168 h niewielki nalot korozyjny na całej powierzchni płytek	1 %
DNNS-Zn	Po 168 h pełna korozja	1 %

**Tab. 4.** Wyniki badania właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkami uszlachetniającymi w mieszaninie oleju i roztworu soli organicznych wg PN-ISO 7120

Nazwa dodatku uszlachetniającego	Wynik badania	Stężenie dodatków % (m/m)
ABS-Ba	Wytrzymuje	1 %
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	1 %
DNNS-Ba	Wytrzymuje	1 %
DNNS-Ca	Nie wytrzymuje	1 %
DNNS-Zn	Wytrzymuje	1 %

Wygląd płytek testowych po badaniu właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkiem DNNS-Zn przedstawiono na Rys. 3.



**Rys. 3.** Widok płytek testowych przed i po badaniu właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkiem DNNS-Zn wg ASTM D 1748 (ITWL)

Wygląd trzpieni testowych po badaniu właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkiem DNNS-Ca przedstawiono na Rys. 4.



**Rys. 4.** Widok trzpieni testowych przed i po badaniu właściwości ochronnych oleju bazowego z dodatkiem DNNS-Ca wg PN-ISO 7120 (ITWL)

W etapie trzecim realizacji projektu do smaru bazowego dodawano, według rekomendacji producenta, pakiet dodatków uszlachetniających (MCFT) w ilości od 4,0 % (m/m) do 4,5 % (m/m). Dla ilości pakietu dodatków (MCFT) 4,5 % (m/m) otrzymano biodegradowalny smar, który spełniał wymagania zawarte w Projekcie [4]. Wyniki podstawowych właściwości fizykochemicznych smaru biodegradowalnego z pakietem dodatków (MCFT) przedstawiono w Tab. 5.

**Tab. 5. Właściwości fizykochemiczne biodegradowalnego smaru bazowego z pakietem dodatków (MCFT) [1, s. 115-116]**

Rodzaj wymagania	Wynik badania	Jednostka miary	Metoda badania
Rodzaj smaru	litowy	---	---
Rodzaj zagęszczacza	12-hydroksystearynowy	---	---
Olej bazowy – lepkość kinematyczna w temperaturze 40 °C	154,32	mm <sup>2</sup> /s	PN-EN ISO 3104
Klasa konsystencji	2	1/10 mm	PN-C-04144
Temperatura kroplenia	200	°C	ASTM D 2265
Odporność na utlenianie w temperaturze 99 °C, spadek ciśnienia po 100 h	45,0	kPa	PN-C-04143
Właściwości smarne, wskaźnik zużycia pod obciążeniem, I <sub>h</sub>	0,59	kN	PN-C-04147
Właściwości przeciwdrożdżyciowe średnia średnica skaz, d	0,67	mm	MB-MPS-002
Przeciwkorozyjne właściwości ochronne w środowisku: - woda dejonizowanej - 1 % roztwór NaCl - 3 % roztwór NaCl	Nie wytrzymuje Nie wytrzymuje Nie wytrzymuje	---	ASTM D 1743
Właściwości ochronne w warunkach dynamicznych w środowisku: - woda dejonizowana - 1 % roztwór NaCl - 3 % roztwór NaCl	1-1 3-3 5-5	Stopień korozyjny	PN-ISO 11007

Na podstawie otrzymanych wyników badań stwierdzono konieczność dozowania inhibitora korozji do smaru bazowego z pakietem dodatków (MCFT).

Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnych smarów plastycznych w środowisku wody dejonizowanej przedstawiono w Tab. 6 [4, s. 116-118].

**Tab. 6. Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnego smaru plastycznego z pakietem dodatków oraz inhibitorem korozji w środowisku wody dejonizowanej**

Rodzaj inhibitora korozji	Wyniki badania właściwości ochronnych dla różnych stężeń inhibitora korozji	
	ASTM D 1743	PN-ISO 11007
Stężenie dodatków % [m/m]	4,5 % MCFT +0,5 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Nie wytrzymuje	1-1
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	1-1
DNNS-Ba	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Wytrzymuje	0-0
Stężenie dodatków % [m/m]	4,5 % MCFT +1,0 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Wytrzymuje	0-0
ABS-Ca	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ba	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Wytrzymuje	0-0

Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnych smarów plastycznych w środowisku 1% (m/m) roztworu NaCl przedstawiono w Tab. 7 [4, s. 116-118].

**Tab. 7. Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnego smaru plastycznego z pakietem dodatków oraz inhibitorem korozji w środowisku 1 % (m/m) roztworu NaCl**

Rodzaj inhibitora korozji	Wyniki badania właściwości ochronnych dla różnych stężeń inhibitora korozji	
	ASTM D 1743	PN-ISO 11007
Stężenie dodatków % (m/m)	4,5 % MCFT +0,5 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Nie wytrzymuje	2-2
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	2-2
DNNS-Ba	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Nie wytrzymuje	0-0
Stężenie dodatków % (m/m)	4,5 % MCFT +1,0 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Nie wytrzymuje	1-0
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	1-1
DNNS-Ba	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Nie wytrzymuje	0-0

Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnych smarów plastycznych w środowisku 3 % (m/m) roztworu NaCl przedstawiono w Tab. 8 [1, s. 116-118].

**Tab. 8. Wyniki badania właściwości ochronnych biodegradowalnego smaru plastycznego z pakietem dodatków oraz inhibitorem korozji w środowisku 3 % (m/m) roztworu NaCl**

Rodzaj inhibitora korozji	Wyniki badania właściwości ochronnych dla różnych stężeń inhibitora korozji	
	ASTM D 1743	PN-ISO 11007
Stężenie dodatków % (m/m)	4,5 % MCFT +0,5 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Nie wytrzymuje	3-3
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	3-3
DNNS-Ba	Nie wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Nie wytrzymuje	0-0
Stężenie dodatków % (m/m)	4,5 % MCFT +1,0 % Inhibitor korozji	
ABS-Ba	Nie wytrzymuje	2-1
ABS-Ca	Nie wytrzymuje	2-2
DNNS-Ba	Wytrzymuje	0-0
DNNS-Ca	Nie wytrzymuje	0-0

Widok pierścieni łożysk testowych wg ASTM D 1743 po badaniu w środowisku wody dejonizowanej przy zawartości 0,5 % (m/m) inhibitora korozji typu ABS-Ca przedstawiono na Rys. 5.



**Rys. 5. Widok pierścieni łożysk testowych wg ASTM D 1743 po badaniu w środowisku wody dejonizowanej przy zawartości 0,5 % (m/m) inhibitora korozji typu ABS-Ca (ITWL)**

Na podstawie uzyskanych wyników badań można stwierdzić, że w środowisku wody dejonizowanej dodatek inhibitora korozji w ilości 1 % (m/m) zapewnił wynik pozytywny w przypadku obydwu testów. Dla inhibitorów korozji ABS-Ca i ABS-Ba w ilości 0,5 % (m/m) otrzymano wyniki testów negatywne.

W przypadku prowadzenia testów w środowisku 1 % (m/m) lub 3 % (m/m) roztworu NaCl tylko inhibitory typu DNNS-Ba i DNNS-Ca w ilości 1 % (m/m) zapewniają pozytywne wyniki testu w warunkach dynamicznych.

Natomiast żaden z inhibitorów korozji typu ABS przy dozowaniu w ilości 0,5 % (m/m) nie zapewnia pozytywnych wyników testów prowadzonych w warunkach statycznych wg ASTM D 1743 oraz w warunkach dynamicznych wg PN-ISO 11007.

Jednocześnie inhibitor korozji typu DNNS-Ca daje pozytywny wynik testu w PN-ISO 11007 przy ilości 1 % (m/m) i jest on

sprzeczny z wynikiem otrzymanym wg testu ASTM D 1743, ale pozwala to stwierdzić, że wyniki testu prowadzonego w warunkach statycznych i dynamicznych nie są porównywalne.

## PODSUMOWANIE

Na podstawie uzyskanych wyników badań z ponad 30 badań różnych kompozycji biodegradowalnych smarów w tym dla smaru bazowego, które prowadzone były w warunkach statycznych wg normy ASTM D 11743 oraz w warunkach dynamicznych wg normy PN-ISO 11007 można stwierdzić, że nie istnieje korelacja pomiędzy tymi testami.

Z przeprowadzonych badań wynika, że test oceny właściwości ochronnych w warunkach dynamicznych wg PN-ISO 11007 jest testem, który pozwala w większym stopniu „rozdzielić” rodzaje inhibitorów korozji oraz wymagany, minimalny ich poziom dozowania.

## BIBLIOGRAFIA

1. Bater R.F, *A companson of rust inhibitors in ASTM D 1743 and IP 220 tests, 60th Annual Meeting of the NLGI, October 26 1993.*

2. Norma ASTM D 1743-13 *Standard Test Method for Determining Corrosion Preventive Propertis of Lubricating Greases.*
3. Norma PN-ISO 11007:2010) *Badanie właściwości przeciwkorozyjnych smarów plastycznych metoda dynamiczną.*
4. Gołębiowski T., *Badania nad technologią wytwarzania biodegradowalnych środków smarowych o zwiększonej odporności na utlenianie i polepszonych właściwościach niskotemperaturowych, Sprawozdanie ITWL Nr 6/JCW/85/2017, Warszawa 2017.*

### Assessment of protective biodegradable grease before the corrosion

*The article describes tests for assessing the protective properties of biodegradable lubricants and the advantages and disadvantages of these tests. The results of research of protective properties of biodegradable lubricants with varying amounts of corrosion inhibitors. The results of the study.*

Autorzy:

dr inż. **Tomasz Gołębiowski** – Instytut Techniczny Wojsk Lotniczych, e-mail: [tomasz.golebiowski@itwl.pl](mailto:tomasz.golebiowski@itwl.pl)