

Wpływ cząstek stałych na tendencję oleju napędowego do blokowania filtrów

The impact of abrasive particles on the diesel fuel filter blocking tendency

Magdalena Żółty, Kornel Dybich

Institut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy

STRESZCZENIE: W niniejszym artykule przedstawiono wyniki pracy, której celem było przeprowadzenie szerokich badań w zakresie zawartości zanieczyszczeń olejów napędowych wraz z określeniem klasy czystości oraz tendencji do blokowania filtrów w różnych warunkach temperaturowych. Pozyskano 86 próbek oleju napędowego pobranych na stacjach paliw różnych producentów. Poboru dokonywano z dystrybutorów, ponieważ stanowią one ostatnie ogniwo w łańcuchu dystrybucyjnym, z którego paliwo bezpośrednio trafia do ostatecznego użytkownika, u którego mogą występować problemy związane z awarią układu wtryskowego. Zakres badań obejmował parametry ujęte w specyfikacji PN-EN 590, ze szczególnym uwzględnieniem całkowitej zawartości zanieczyszczeń, oraz badania dodatkowe, takie jak klasa czystości (parametr uwzględniony w Światowej Karcie Paliw), w zakresie cząstek 4, 6 i 14 μm , tendencja do blokowania filtrów w temperaturze pokojowej i w temperaturze -1°C , a także dla wytypowanych próbek – zawartości pierwiastków. Próbkę zostały pobrane w okresie od października 2018 roku do lipca 2019 roku. Obejmowały one zarówno okresy przejściowe, jak i letni oraz zimowy. Obecnie w TF (*task force*) działającej w ramach grupy roboczej WG 24 ds. olejów napędowych (*working group*) prowadzone są badania zmierzające do wypracowania stanowiska CEN w zakresie problemów związanych z obecnością cząstek stałych w oleju napędowym oraz do określenia limitu klasy czystości i metody oznaczania liczby cząstek celem wprowadzenia jej do specyfikacji EN 590. Analizie podlegają również korelacje pomiędzy liczbą cząstek a parametrami takimi jak tendencja do blokowania filtrów w temperaturze pokojowej i w obniżonej (3 lub -1°C), całkowita zawartość zanieczyszczeń, zawartość wody czy obecność takich pierwiastków jak Fe, Cu i Si. Analiza uzyskanych wyników badań wskazała, że problem zanieczyszczenia paliwa cząstkami stałymi dotyczy dużej grupy olejów napędowych dostępnych na rynku krajowym. Między innymi można wymienić tu zanieczyszczenie tych paliw cząstkami metalu, które dostają się do oleju na skutek zużywania powierzchni trących i wraz z zanieczyszczeniami pochodzącymi spoza układu.

Słowa kluczowe: cząstki stałe, twarde cząstki, klasa czystości, olej napędowy.

ABSTRACT: This article presents the results of the work, the purpose of which was to conduct extensive research on the content of diesel fuel impurities together with determining the purity class and the tendency to block filters in various temperature conditions. 86 diesel fuel samples of various manufacturers were obtained at gas stations. They were taken from distributors, since the latter constitute the last link in the distribution chain, from which the fuel directly goes to the end user, who may suffer problems related to the failure of the injection system. The scope of tests covered the parameters included in the PN-EN 590 specification, with particular emphasis on the total content of impurities, as well as additional tests, i.e. cleanliness class (parameter included in the World Fuels Card), in the range of particles 4, 6 and 14 μm , tendency to block filters at temperature at room temperature and at -1°C and, for selected samples, of elemental content. Samples were taken from October 2018 to July 2019. They covered both transitional periods as well as summer and winter periods. Currently, TF (Task Force) operating within the WG 24 Working Group on diesel fuels is conducting research aimed at developing the position of CEN on problems related to the presence of solid particles in diesel fuel and determining the purity class limit as well as method for determining the number of particles in order to introduce it into the EN 590 specification. Correlations between the number of particles and parameters such as the tendency to block filters at room temperature and at reduced temperatures (3 or -1°C), total impurities content, water content or the presence of such elements like Fe, Cu and Si are also analyzed. The analysis of the obtained test results allowed to conclude that the problem of particulate fuel pollution concerns a large group of diesel fuels available on the domestic market. Among other things, it can be mentioned that these fuels are contaminated with metal particles that get into the fuel as a result of wear of friction surfaces and together with impurities coming from outside the system.

Key words: abrassive particles, hard particles, cleanliness code, diesel fuel.

Autor do korespondencji: M. Żółty, e-mail: magdalena.zolty@inig.pl

Artykuł nadesłano do Redakcji: 19.11.2019 r. Zatwierdzono do druku: 21.02.2020 r.

Wprowadzenie

We współczesnych paliwach identyfikuje się trzy podstawowe obszary zanieczyszczeń, tj. wodę, zanieczyszczenia nieorganiczne (np. piasek, pył, rdza) oraz zanieczyszczenia organiczne (np. produkty degradacji paliwa, produkty skażenia mikrobiologicznego). Stanowią one większość zanieczyszczeń zwykle występujących w paliwie i oleju opałowym (Diesel Fuel Contamination).

Zanieczyszczenia nieorganiczne można łatwo zidentyfikować poprzez badanie czystości paliwa lub analizę zanieczyszczeń zatrzymanych na materiale, z którego wykonany jest filtr paliwa, a źródło ich pochodzenia można zazwyczaj wskazać po prześledzeniu, w jaki sposób i gdzie przechowywane było paliwo. Na szczęście większość tego typu osadów można łatwo usunąć dzięki odpowiednio dobranej filtracji i dobrych praktykach w zakresie przechowywania i transportu paliwa. Rzadko zdarza się, że zanieczyszczenia nieorganiczne są główną przyczyną przedwczesnego zatkania filtra (mniej niż 5% wszystkich skarg od klientów). Mikroskopijne, twarde cząstki nieorganiczne są jednak główną przyczyną uszkodzenia systemów wtrysku paliwa. Nawet gram lub mniej bardzo drobnej krzemionki w zbiorniku paliwa prowadzi do awarii wysokociśnieniowych układów wtryskowych (Racor News; CIMAC, 2015).

Zanieczyszczenia pochodzenia organicznego są to substancje o skomplikowanej budowie chemicznej, a ich pochodzenie w odróżnieniu od zanieczyszczeń nieorganicznych jest znacznie trudniejsze do zdefiniowania. W przeszłości problem ten dotyczył głównie związków parafinowych, które wydzielają się z oleju napędowego na skutek niskiej temperatury otoczenia, a osadzając się na filtrach paliwowych, szybko je blokowały. Dodatkowo niska jakość olejów napędowych, zwłaszcza zawierających biokomponenty (tj. FAME), również przyczyniała się do pogorszenia procesu filtracji. Obecnie większość nierozpuszczalnych, organicznych składników, które w przeszłości blokowały wtryskiwacze paliwa, zatrzymywana jest na filtrach paliwa (Racor News; CIMAC, 2015).

Oficjalna definicja twardych i miękkich cząstek nie istnieje, jednak biorąc pod uwagę ich potencjalny wpływ na uszkodzenie elementów wtrysku paliwa wykonanych ze stali, cząstki twarde jak stal lub nawet twardsze można sklasyfikować jako „twarde” (wartość referencyjna zgodnie ze skalą twardości 300 HV30), a cząstki o niższej twardości mogą być klasyfikowane jako „miękkie”.

Wprowadzenie oleju napędowego o ultraniskiej zawartości siarki (ULSD) w ciągu ostatnich dziesięciu lat było korzystne dla środowiska. Zapobiegnięto dostaniu się milionów ton związków siarki do atmosfery, co przyczyniło się do ograniczenia opadów tzw. kwaśnych deszczy. Obniżenie zawartości siarki spowodowało, że współczesne paliwa do silników

o zapłonie samoczynnym są bardziej podatne na rozwój w nich drobnoustrojów oraz kumulowanie się szlamów i wody (Diesel Fuel Contamination).

Zanieczyszczenia oleju napędowego to nie tylko te, które tworzą się na skutek jego niestabilności, ale również te, które dostają się do niego z zewnątrz. Zanieczyszczenia takie to najczęściej pył, rdza lub cząstki pochodzące ze zużywania się elementów trących. Dostają się one do oleju napędowego różnymi drogami, np. przez otwór wentylacyjny zbiornika magazynowego (Diesel Fuel Contamination).

W czasie produkcji, zanim olej napędowy zostanie zmagazynowany w zbiornikach na terminalach paliw, jego typowy poziom czystości wynosi (Wilfong et al., 2010):

- zawartość wody rozpuszczonej oznaczona zgodnie z ASTM D 1744 wynosi 0,01% (*m/m*);
- zawartość wody i osadu oznaczona zgodnie z ASTM D 2709 wynosi 0,01% (*V/V*) (specyfikacja dopuszcza poziom maksymalnie 0,05% (*V/V*));
- zawartość ciał stałych oznaczona zgodnie z ASTM D 2276 wynosi do 3 mg/l (sączenie oleju napędowego odbywa się przez sączonek o średniej średnicy porów 0,45 μm);
- klasa czystości oznaczona według ISO 4406 typowo wynosi około 16/22.

Od momentu transportu ze zbiornika w bazie paliwowej do zbiornika paliwa w samochodzie może dojść do zanieczyszczenia, którego potencjalnymi źródłami są (Wilfong et al., 2010):

- pył – pochodzący ze środowiska zewnętrznego, który dostaje się do paliwa poprzez odpowietrzenie zbiornika magazynowego i odpowietrzenie zbiornika paliwa w pojeździe;
- woda – pochodząca z kondensacji pary wodnej, dostająca się do zbiorników przez odpowietrzacze;
- osad – powstały w wyniku działania grzybów i bakterii żyjących w warstwie wodnej zbiornika;
- rdza – pochodząca z wewnętrznych powierzchni ścian zbiorników.

Głównymi źródłami zanieczyszczeń stałych są zanieczyszczenia przedostające się do układu paliwowego w trakcie transportu poprzez nieszczelności lub powstałe na skutek procesów utleniania, wynikające z tarcia, oddziaływania wysokiego ciśnienia oraz kontaktu z uszczelnieniami (Sacha, 2010; Oleksiak i Żółty, 2012).

W celu poprawy czystości oleju napędowego w samochodzie między zbiornikiem paliwa a wtryskiwaczem montowane są filtry cząstek:

- filtr główny, który jest pułapką i koalescerem, usuwającym wodę i cząstki o wielkości 10 μm i większe;
- filtr wtórny, który usuwa mniejsze cząstki, o rozmiarach powyżej 2 μm.

Można podjąć następujące kroki, aby wspomagać systemy filtracji paliwa w pojazdach oraz chronić wyposażenie (Wilfong et al., 2010):

- 1) zbiorniki paliwa i zbiorniki magazynowe należy chronić przed zapyleniem. W tym celu montuje się 2-mikrometrowe filtry, które mają za zadanie zmniejszenie zanieczyszczenia paliwa cząstkami stałymi. Należy usuwać z nich wodę (dostającą się do paliwa na skutek kondensacji pary wodnej) poprzez codzienne jej spuszczenie. Proces ten należy prowadzić do momentu, aż nie będzie ona widoczna, a paliwo powinno być klarowne. Zbiorniki należy regularnie napełniać paliwem do odpowiedniego poziomu w celu ograniczenia procesów korozyjnych;
- 2) w pojazdach i zbiornikach w bazach magazynowych należy pamiętać o regularnej wymianie filtrów, aby zapewnić ich prawidłową pracę.

Bez względu na to, jakiego typu filtr cząstek stałych jest używany, badania to jedyny sposób, aby dowiedzieć się, jak bardzo zanieczyszczone jest paliwo. Wyniki badań czystości są wyrażone przez kody określone w normie ISO 4406. Mianowicie (Donaldson Company, 2014):

- ISO 22/21/18 – typowa czystość po wyprodukowaniu ULSD (rzeczywista czystość różni się znacznie w zależności od regionu i infrastruktury);
- ISO 18/16/13 – minimalny poziom czystości zalecany przez Światową Kartę Paliw ponad 10 lat temu;
- ISO 14/13/11 – zalecana obecnie czystość oleju napędowego podczas dozowania do urządzeń.

Poziomy czystości paliwa określane przez producentów silników i w WWFC (Worldwide Fuel Charter, 2013) nie zmieniły się od ich powstania w 1998 r. pomimo ogromnego postępu w technologii układów wtrysku paliwa. Zależność tę najlepiej obrazuje tabela 1, która przedstawia stopień zaawansowania w zakresie systemów wtrysku paliwa, jednocześnie podkreślając, że wymagania nie zmieniły się w ślad za postępem technologicznym (AXI International).

Tabela 1. Wymagania dotyczące czystości oleju napędowego (AXI International)

Table 1. Requirements for diesel fuel purity (AXI International)

Kategoria oleju napędowego według WWFC	Wymagany poziom czystości paliwa	Metoda badawcza
1	10 mg/kg	EN 12662
2	ISO 18/16/13	ISO 4406
3	ISO 18/16/13	ISO 4406
4	ISO 18/16/13	ISO 4406

W tabelach 2 i 3 przedstawiono, że z czasem krytyczne odstępstwa wtryskiwacza paliwa zmniejszyły się o połowę, a ciśnienie

Tabela 2. Rodzaje układu wtrysku paliwa a wymagania klasy czystości (AXI International)

Table 2. Types of fuel injection system and purity class requirements (AXI International)

Rodzaj układu wtrysku paliwa	Ciśnienie [psj]	Lepkość kinematyczna [mm^2/s]	Wielkość filtrów [μm]	Klasa czystości
EUI	16,000	1–4	5–8	18/16/13
HPCR	36,000	1–4	1–4	18/16/13

Tabela 3. Wymagania odnośnie do poziomu czystości oleju napędowego (AXI International)

Table 3. Requirements for the level of diesel fuel purity (AXI International)

Wymagania	Poziom czystości			
	kod	>4 μm	>6 μm	>14 μm
WWFC	18/16/13	1300–2500	320–640	40–80
Producenci silników	18/16/13	1300–2500	320–640	40–80
Producenci układów wtryskowych	12/9/6	20–40	2,5–5	poniżej 0,64

paliwa podwoiło się, jednak określony poziom czystości paliwa pomimo tego się nie zmienił. W rzeczywistości te same poziomy czystości, określone w 2000 r., są nadal stosowane mimo postępu technologicznego.

Metoda ASTM D 7619 wykorzystuje specjalny automatyczny licznik cząstek, działający na zasadzie przesłaniania światła laserowego, do liczenia i pomiaru wielkości rozproszonych cząstek pyłu, kropeł wody i innych cząstek w lekkich i średnich destylatach paliwowych oraz biopaliwach, takich jak biodiesel, w ogólnym zakresie wielkości cząstek od $\geq 4 \mu\text{m}$, $\geq 6 \mu\text{m}$ i $\geq 14 \mu\text{m}$. Wyniki zliczania można następnie wyrazić jako kody ISO przy użyciu normy ISO 4406.

Liczne badania wykazały, że liczniki cząstek nie są w stanie odróżnić wolnej wody od zanieczyszczenia cząstkami stałymi, jednak technologia ta okazała się przydatna w monitorowaniu jakości paliwa pod kątem całkowitego zanieczyszczenia, bez informacji o składzie zanieczyszczeń (Schmitgal, 2015).

Kilka zainteresowanych stron, zarówno komercyjnych, jak i wojskowych, zaproponowało wprowadzenie limitów opartych na ISO 4406:1999 (wyszczególniono je w tabeli 4). W wyniku badań laboratoryjnych amerykańska armia zaproponowała limit czystości roboczej (modyfikacja ISO 4406) 19/17/14/13, wykorzystujący zakres 4 $\mu\text{m}/6 \mu\text{m}/14 \mu\text{m}/30 \mu\text{m}$. Rozmiar 30 μm odpowiada obecności wolnej wody w paliwie. Proponowane limity kodu ISO wynoszą 19/17/14/13 przy dopuszczalnych poziomach stężenia 1,0 mg/L dla pyłów testowych oraz 5 mg/kg dla wolnej wody (Schmitgal, 2015).

Przeprowadzono liczne badania, które wskazują na to, że cząstki znacznie mniejsze niż 4 μm są odpowiedzialne za uszkodzenia systemu wtryskowego paliwa. Licznik cząstek jest jedyną

Tabela 4. Proponowane limity klasy czystości (Schmitigal, 2015)

Table 4. Proposed limits of purity class (Schmitigal, 2015)

	Standard	Zbiornik paliwa pojazdu	Wtryskiwacz paliwa
paliwo lotnicze			
DEF (AUST) 5695B		18/16/13	
Parker	18/16/13	14/10/7	
Pamas/Parker/Particle Solutions	19/17/12		
U.S. DOD	19/17/14/13*		
olej napędowy			
Światowa Karta Paliw		18/16/13	
DEF (AUST) 5695B		18/16/13	
Caterpillar		18/16/13	
Detroit Diesel		18/16/13	
MTU		18/17/14	
Bosch/Cummins		18/16/13	
Donaldson	22/21/18	14/13/11	12/9/6
Pall	17/15/12	15/14/11	12/9/6 11/8/7

* Dodatkowa klasa dla cząstek 30 µm zaproponowana przez U.S. Army do oznaczania wolnej wody.

statystyczną metodą na rynku pozwalającą na określenie liczby cząstek o średnicy 4 µm. Wyniki otrzymane z licznika cząstek w rzeczywistości mogą mieć niewielką korelację z liczbą cząstek 1 µm, 2 µm czy 3 µm, które są obecne w dowolnej próbce paliwa, podobnie jak zliczanie tylko liczby cząstek w zakresie 6 µm nie daje dokładnego obrazu liczby cząstek w zakresie 4 µm. Cząstki mniejsze niż 4 µm są odpowiedzialne za uszkodzenia układów wtryskowych i dlatego logiczne jest, aby określać, jak czystość paliwa w zakresie co najmniej 2 µm albo 1 µm może na nie wpływać. Niestety na rynku światowym dla tych wielkości cząstek nie istnieją jeszcze aparaty badawcze ani pyły wzorcowe do ich kalibracji (Block et al., 2014).

Obecnie w grupie roboczej CEN WG 24 została zgłoszona potrzeba opracowania metodyki pomiaru oraz zaprojektowania

i skonstruowania stanowiska badawczego, które będzie odróżniać cząstki twarde od miękkich i pozwoli na określenie zawartości cząstek o wielkości 2 µm lub nawet 1 µm.

Część doświadczalna

Realizacja niniejszej pracy badawczej miała na celu przeprowadzenie szerokich badań w zakresie określenia klasy czystości oraz tendencji do blokowania filtrów w różnych warunkach temperaturowych próbek olejów napędowych pochodzących z rynku krajowego. Wszystkie próbki były pobierane ze stacji paliw różnych producentów obecnych na polskim rynku.

Analiza uzyskanych wyników badań pozwoliła na określenie, czy problem zanieczyszczenia paliwa cząstkami stałymi dotyczy naszego kraju oraz czy ich wielkość i ilość mają wpływ na tendencję do blokowania filtrów paliwa oraz na spełnienie wymagań ujętych w specyfikacji oleju napędowego.

Zakres badań

W ramach prowadzonych prac przebadano populację 86 próbek oleju napędowego pochodzących ze stacji paliw od różnych producentów. Zakres badań obejmował takie parametry jak: klasa czystości, całkowita zawartość zanieczyszczeń, tendencja do blokowania filtra FBT, tendencja do blokowania filtra w obniżonych warunkach temperaturowych CSFBT(-1), zawartość pierwiastków i zawartość cząstek ferromagnetycznych (PQ indeks). Dodatkowo wszystkie próbki zostały przebadane na zgodność z normą PN-EN 590. W tym zakresie nie stwierdzono niedotrzymania przyjętych limitów.

Tabela 5. Właściwości oleju napędowego oznaczone uzupełniająco w INiG – PIB

Table 5. Diesel fuel properties additionally marked at INiG – PIB

Parametr	Metoda badania	Jednostka	Wymaganie
Zawartość pierwiastków	ASTM D 7111-06	mg/kg	–
Tendencja do blokowania filtra (FBT)	ASTM D 2068-17	–	max. 1,6 (WWFC, wydanie 6 z 2019 r. dla kategorii 3, 4, 5)
Tendencja do blokowania filtra po wychłodzeniu (CSFBT(-1))	IP PM-ES/16	–	–
Klasa czystości	PN-ISO 4406:2005	–	18/16/13
Zawartość cząstek stałych w zakresie >4 µm, >6 µm, >14 µm	ASTM D 7619-17	–	(WWFC, wydanie 6 z 2019 r. dla kategorii 3, 4, 5)
Zawartość cząstek ferromagnetycznych	Metoda własna INIG-6-2012	–	–

Zakres badań próbek oleju napędowego został dobrany tak, aby było możliwe potwierdzenie informacji z rynku związanych z problemem zanieczyszczenia oleju napędowego cząstkami stałymi mogącymi spowodować uszkodzenie układu wtryskowego, których pochodzenie nie jest dokładnie rozpoznane.

W tym celu pozyskane próbki przebadano w pełnym zakresie normy PN-EN 590 oraz w zakresie dodatkowych parametrów umożliwiających rozeznanie problemu na rynku polskim. Zakres przeprowadzonych badań zestawiono w tabeli 5.

Wszystkie podane w artykule wyniki są średnią przynajmniej dwóch pomiarów.

Wyniki badań

W zakresie dotychczas prowadzonych prac dotyczących cząstek stałych podejmuje się próbę wyjaśnienia ich pochodzenia w oleju napędowym. Już na etapie rafinerii producenci przyznają, że mają problem z dotrzymaniem umownych limitów. Część badań wskazuje na korelację pomiędzy cząstkami stałymi a całkowitą zawartością zanieczyszczeń, inne na korelację z FBT i CSFBT. Niektórzy badacze zauważają również związek z właściwościami niskotemperaturowymi. W dalszej części pracy podjęto próbę określenia tych korelacji.

Parametr tendencji do blokowania filtrów FBT nie jest uwzględniony w specyfikacji oleju napędowego PN-EN 590. W Wielkiej Brytanii został on uwzględniony w załączniku krajowym BS-EN 590, w którym limit ustalono na poziomie maksymalnie 2,52. W szóstym, najnowszym wydaniu Światowej Karty Paliw dla kategorii 3, 4 i 5 olejów napędowych maksymalny dopuszczalny poziom FBT wynosi 1,6. W starym wydaniu normy brytyjskiej specyfikacji wojskowej oleju napędowego Defence Standard 91-4 (Fuel, Naval Distillate, NATO Code: F-76, Joint Service Designation: DIESO F-76 issue 9) limit dla FBT początkowo wynosił 2,24 (co odpowiada 150 ml przesączu na 300 ml próbki) (Defence Standard 91-91). Obecnie specyfikacja ta była w rewizji, której celem było zastrzeżenie tego kryterium do poziomu maksymalnie 1,56

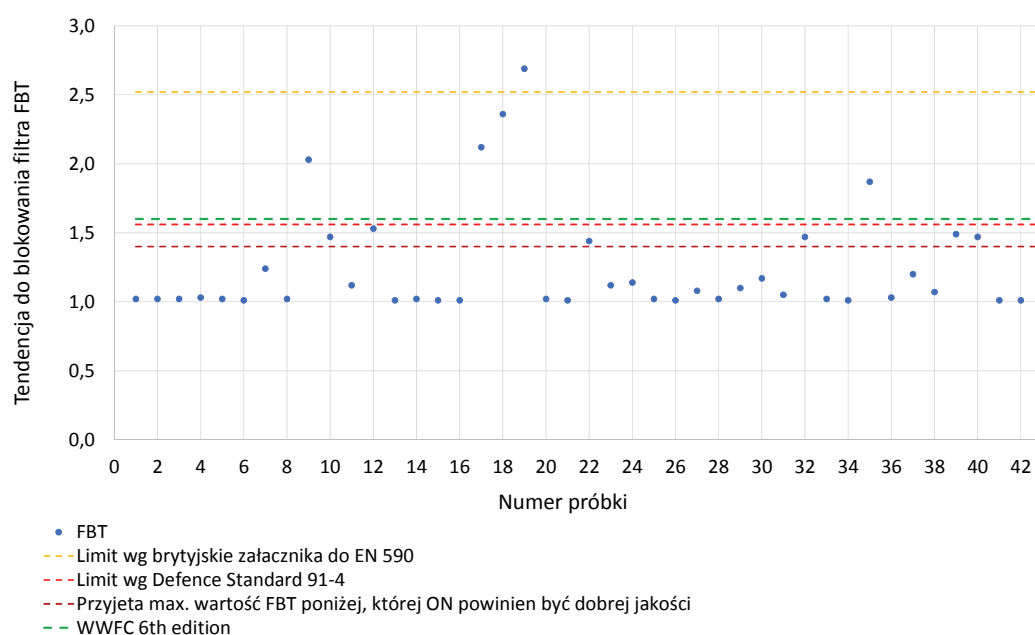
(co odpowiada 250 ml przesączu na 300 ml próbki). Ogólnie przyjmuje się, że olej napędowy dobrej jakości powinien charakteryzować się FBT na poziomie poniżej 1,4 (CEN/TC/WG 24 N 591 CL). Paliwa z FBT na poziomie powyżej 2,0 są paliwami niskiej jakości i przyczyniają się do skrócenia żywotności filtrów paliwa.

Na rysunkach 1 i 2 przedstawiono wyniki oznaczenia FBT dla badanych próbek olejów napędowych.

Na podstawie wyników przedstawionych na rysunkach 1 i 2 można zauważyć, że w grupie przebadanych próbek 1 próbka (około 1,2%) nie spełniła brytyjskiego limitu wprowadzonego do specyfikacji oleju napędowego BS-EN 590 (maksymalnie 2,52). Około 14% (tj. 12) próbek przekroczyło wartość określoną w brytyjskiej specyfikacji wojskowej oleju napędowego Defence Standard 91-4. Próbkę oleju napędowego o dobrej jakości, czyli takiej, dla której wartość FBT oznaczono na poziomie poniżej 1,4, stanowiły około 71% (tj. 61 próbek). Natomiast w przypadku żadnej z próbek nie oznaczono FBT na poziomie poniżej 1,0, co według informacji z CEN WG 24 jest powszechne na europejskim rynku olejów napędowych.

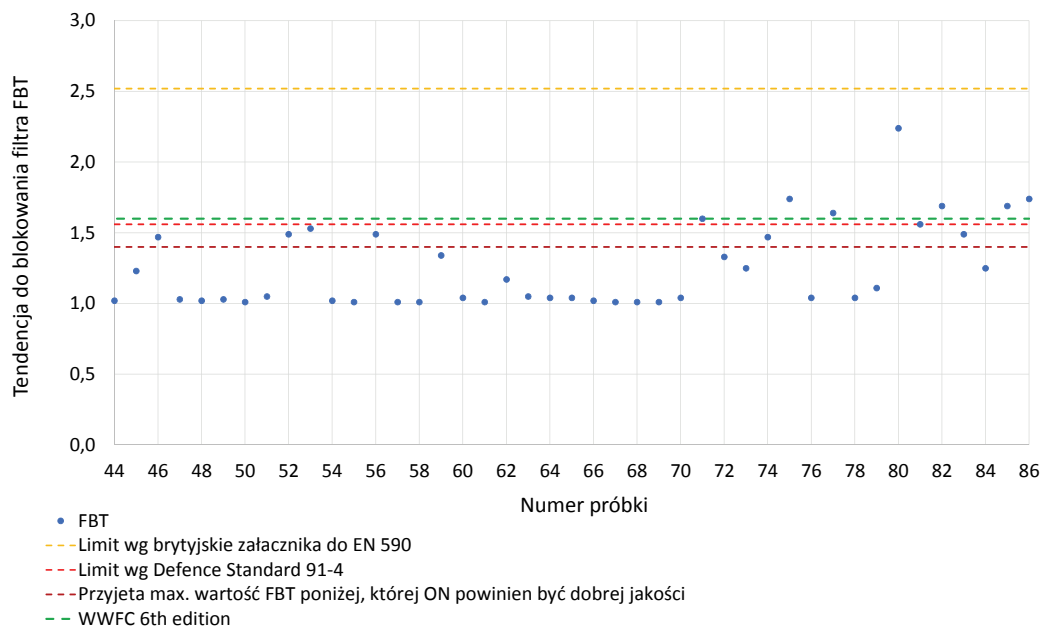
Również i w tym przypadku podjęto próbę określenia korelacji pomiędzy tendencją do blokowania filtra (FBT) a klasą czystości oznaczoną dla poszczególnych zakresów (rys. 3–5).

Uzyskane wyniki badań FBT i liczby cząstek w zakresach $>4 \mu\text{m}$, $>6 \mu\text{m}$ i $>14 \mu\text{m}$ nie potwierdzają informacji literaturowych (CEN/TC 19/WG 24 N 588) na temat korelacji pomiędzy tymi dwoma parametrami. Najlepszą zbieżność wyników uzyskano dla cząstek z zakresu powyżej $4 \mu\text{m}$ i $6 \mu\text{m}$, ale jest ona nieznaczna.



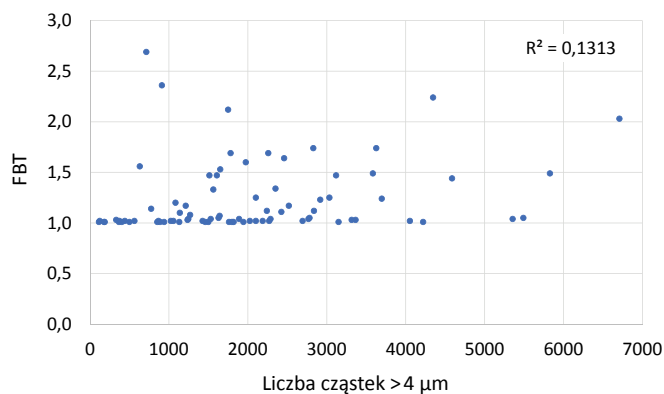
Rys. 1. Wykres tendencji do blokowania filtrów (FBT) oznaczonej dla próbek od 1 do 43

Fig. 1. Graph of filter blocking tendency (FBT) marked for samples 1 to 43



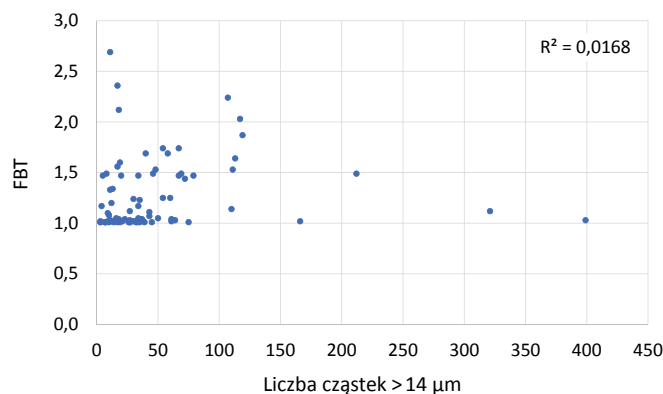
Rys. 2. Wykres tendencji do blokowania filtrów (FBT) oznaczonej dla próbek od 44 do 86

Fig. 2. Graph of filter blocking tendency (FBT) marked for samples 44 to 86



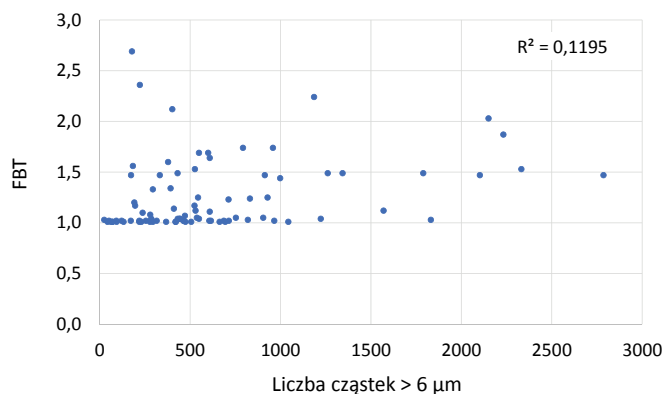
Rys. 3. Wykres tendencji do blokowania filtrów (FBT) od zawartości cząstek stałych powyżej 4 μm

Fig. 3. Graph of the filter blocking tendency (FBT) from the content of solid particles above 4 μm



Rys. 5. Wykres tendencji do blokowania filtrów (FBT) od zawartości cząstek stałych powyżej 14 μm

Fig. 5. Graph of the filter blocking tendency (FBT) from the content of solid particles above 14 μm



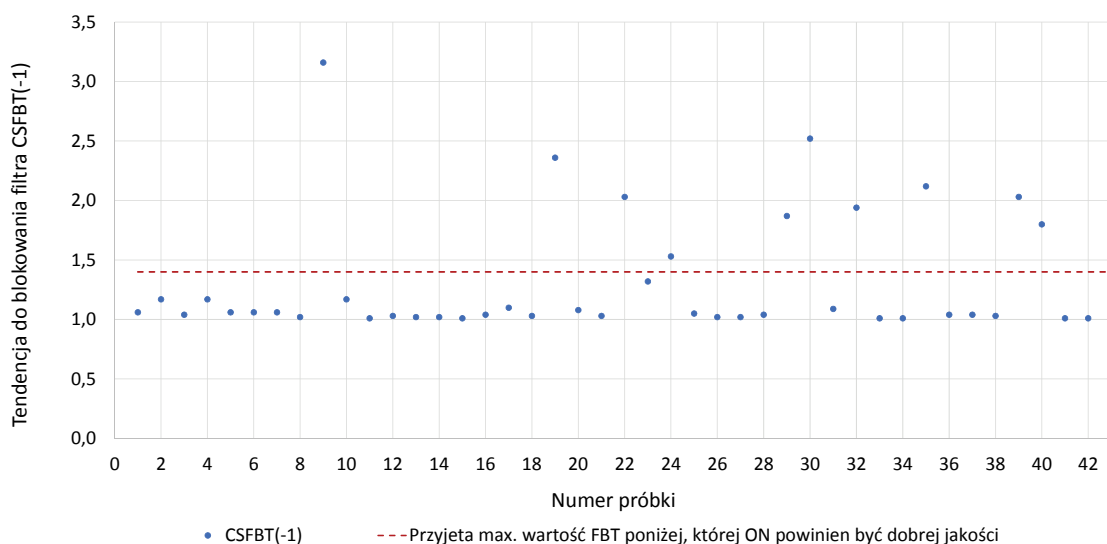
Rys. 4. Wykres tendencji do blokowania filtrów (FBT) od zawartości cząstek stałych powyżej 6 μm

Fig. 4. Graph of the filter blocking tendency (FBT) from the content of solid particles above 6 μm

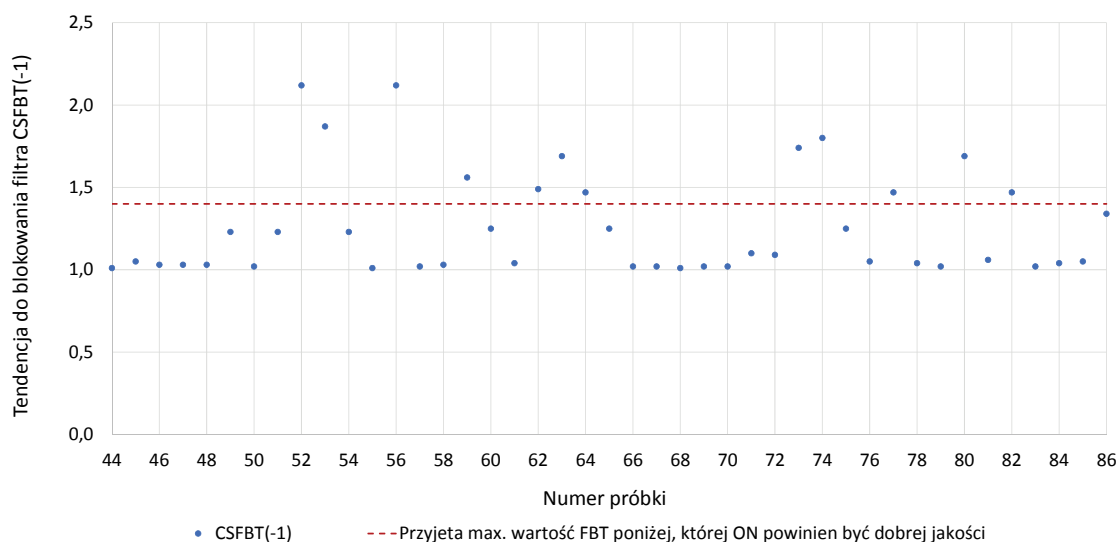
Dotychczas nie wypracowano zdania w zakresie limitów dla tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze. Badanie tego parametru można wykonywać w temperaturze 3°C lub -1°C. W celu zaobserwowania największego efektu badanie prowadzono w temperaturze -1°C. Na potrzeby niniejszej analizy przyjęto, że próbki oleju napędowego o dobrej jakości spełniają limit poniżej 1,4 CSFBT(-1).

Na rysunkach 6 i 7 przedstawiono wyniki oznaczenia CSFBT(-1) dla badanych próbek olejów napędowych.

Na podstawie powyższej analizy można zauważyć, że w zakresie CSFBT(-1) 34 próbki nie spełniają przyjętego limitu wynoszącego maksymalnie 1,4. Jedną z prawdopodobnych przyczyn podwyższenia tej liczby (25 próbek nie spełniły tego wymagania dla FBT) jest wytrącanie się parafin z oleju napędowego, które powodują szybsze zatykanie sączka



Rys. 6. Wykres tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze (CSFBT(-1)) oznaczonej dla próbek od 1 do 43
Fig. 6. Graph of filter blocking tendency at reduced temperature (CSFBT(-1)) determined for samples from 1 to 43



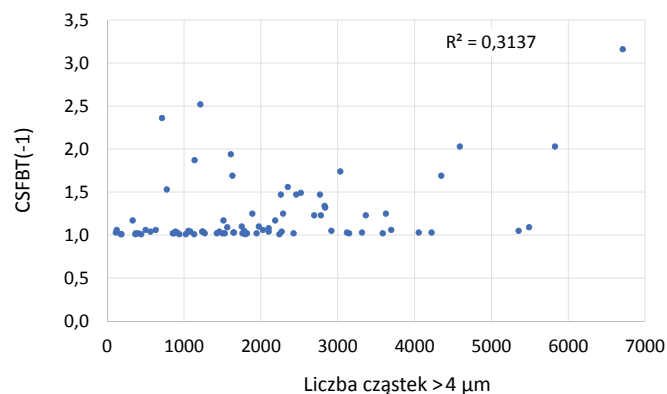
Rys. 7. Wykres tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze (CSFBT(-1)) oznaczonej dla próbek od 44 do 86
Fig. 7. Graph of filter blocking tendency at reduced temperature (CSFBT(-1)) determined for samples from 44 to 86

membranowego w czasie wykonywania oznaczenia w obniżonych warunkach temperaturowych. Gdyby przyjąć limit dla CSFBT(-1) na poziomie maksymalnie 2,52, wówczas liczba próbek niespełniających tego wymagania znacznie by się obniżyła i tylko 1 próbka byłaby poza zakresem.

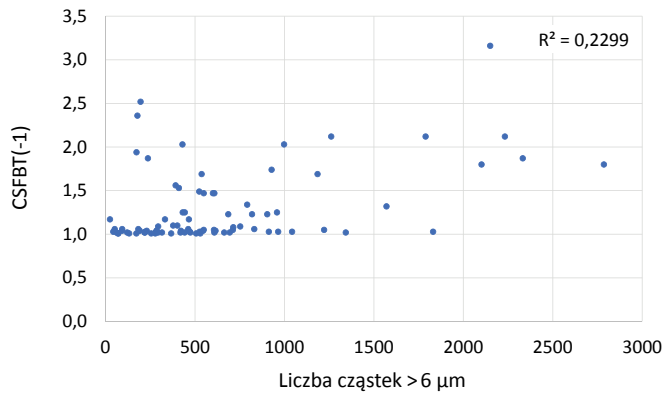
Podobnie jak w przypadku FBT dla żadnej z przebadanych próbek nie oznaczono CSFBT(-1) na poziomie poniżej 1,0. Brakuje jednak danych literaturowych dotyczących wartości tego parametru dla próbek z rynku europejskiego.

W następnym kroku prześledzono wyniki CSFBT(-1) pod kątem ich korelacji z oznaczoną liczbą cząstek (rys. 8–10).

Najlepszą, lecz nadal bardzo słabą korelację pomiędzy CSFBT(-1) a liczbą cząstek zaobserwowano dla zakresu powyżej 4 μm i powyżej 6 μm . Dla cząstek z zakresu powyżej 14 μm nie można mówić o żadnej korelacji.



Rys. 8. Wykres tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze (CSFBT(-1)) od zawartości cząstek stałych powyżej 4 μm
Fig. 8. Graph of filter blocking tendency at reduced temperature (CSFBT(-1)) from solids content above 4 μm

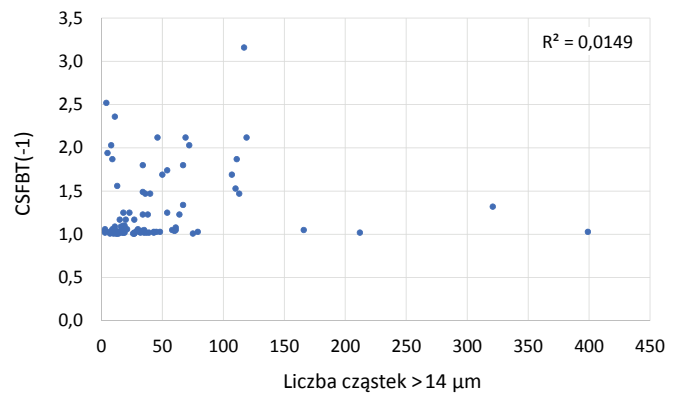


Rys. 9. Wykres tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze (CSFBT(-1)) od zawartości cząstek stałych powyżej 6 μm

Fig. 9. Graph of filter blocking tendency at reduced temperature (CSFBT(-1)) from solids content above 6 μm

Podsumowując, na podstawie wyników oznaczenia FBT i CSFBT(-1) można stwierdzić, że większość próbek olejów napędowych pozyskanych z rynku polskiego wykazuje dobre właściwości w zakresie powyższych parametrów, co gwarantuje dobrą jakość tych paliw. Nie można natomiast potwierdzić związku pomiędzy parametrami FBT i CSFBT(-1) a liczbą cząstek obecnych w badanych próbkach. Pozostaje to w sprzeczności z wynikami otrzymanymi przez BSi Cold Filter Blocking Task Force (CEN/TC 19/WG 24 N 588).

Jednym z czynników odpowiedzialnych za zwiększenie klasy czystości mogą być pierwiastki, wśród których najczęściej wymienia się Cu, Fe oraz Si. Głównym ich źródłem najczęściej są procesy zużywania ruchomych części wykonanych z tych metali, zanieczyszczenia zewnętrzne lub dodatki mające tendencję do wypadania z formulacji paliwa. Dlatego spośród grupy przebadanych próbek olejów napędowych niespełniających limitu klasy czystości zgodnie ze Światową Kartą Paliw wytypowano 25 próbek (w taki sposób, aby oznaczone zakresy wielkości cząstek przekraczały limit ujęty w Światowej Karcie Paliw), dla których oznaczono zawartość wybranych pierwiastków zgodnie z normą ASTM D 7111 oraz zawartość cząstek ferromagnetycznych (wielkość bezwymiarowa, która w próbkach niezanieczyszczonych



Rys. 10. Wykres tendencji do blokowania filtrów w obniżonej temperaturze (CSFBT(-1)) od zawartości cząstek stałych powyżej 14 μm

Fig. 10. Graph of filter blocking tendency at reduced temperature (CSFBT(-1)) from solids content above 14 μm

cząstkami ferromagnetycznymi powinna kształtować się na poziomie od 0 do 30) zgodnie z własną procedurą badawczą INIG-6-2012 (PQ indeks). W tabeli 6 zestawiono uzyskane wyniki badań.

Tabela 6. Zawartość pierwiastków oraz cząstek ferromagnetycznych

Table 6. Content of ferromagnetic elements and particles

Numer próbki	Zawartość pierwiastków wg ASTM D 7111 [mg/kg]									PQ indeks	
	Al	Ca	Cr	Cu	Fe	Mo	Ni	Si	Sn		Zn
7				< 0,11				0,30 ± 0,11			0
22				< 0,11				< 0,17			5
26				< 0,11				0,32 ± 0,11			5
31				< 0,11				< 0,17			0
35				< 0,11				< 0,17			5
39				< 0,11				< 0,17			5
40				0,23 ± 0,02				0,36 ± 0,11			5
45				< 0,11				< 0,17			5
46				< 0,11				< 0,17			0
48				< 0,11				< 0,17			0
49				< 0,11				< 0,17			0
51				< 0,11				0,29 ± 0,10			5
52	< 0,13	< 0,10	< 0,11	< 0,11	< 0,11	< 0,11	< 0,20	< 0,17	< 0,38	< 0,09	0
53				< 0,11				< 0,17			0
54				< 0,11				0,37 ± 0,12			0
55				< 0,11				< 0,17			5
56				< 0,11				< 0,17			0
58				< 0,11				< 0,17			0
67				< 0,11				< 0,17			0
75				< 0,11				< 0,17			5
76				< 0,11				0,45 ± 0,12			6
77				< 0,11				< 0,17			5
80				< 0,11				0,60 ± 0,14			5
83				< 0,11				< 0,17			0
86				< 0,11				0,27 ± 0,10			0

Na 25 badanych próbek jedynie w 8 stwierdzono obecność głównie krzemu, a w jednym przypadku miedzi. Krzem w tych próbkach kształtował się na poziomie około 0,30 mg/kg, w dwóch badanych próbkach był on wyższy i wynosił 0,45 mg/kg oraz 0,60 mg/kg. Miedź oznaczono na poziomie 0,23 mg/kg. Dodatkowo oznaczona zawartość cząstek ferromagnetycznych kształtuje się na bardzo niskim poziomie – w zakresie od 0 do 6.

Na podstawie badań można stwierdzić, że przekroczenia liczby cząstek w poszczególnych badanych zakresach wielkości nie zawsze są związane z zawartością zanieczyszczeń w postaci ścieru metalicznego, przedostawaniem się zanieczyszczeń z zewnątrz układu czy wytrącaniem się dodatków uszlachetniających. Niemniej jednak mogą to być jedne z czynników przyczyniających się do uszkodzeń precyzyjnego układu wtryskowego paliwa.

Omówienie wyników badań

Na podstawie wyników pomiaru tendencji do blokowania filtrów FBT zauważono, że w grupie przebadanych próbek brytyjskiego limitu (maksymalnie 2,52) nie spełniła tylko 1 próbka (około 1,2%). Około 14% (tj. 12) próbek przekroczyło wartość określoną w brytyjskiej specyfikacji wojskowej oleju napędowego Defence Standard 91-4. Próbkę oleju napędowego o dobrej jakości, czyli takiej, dla której wartość FBT oznaczono na poziomie poniżej 1,4, stanowiły około 71% (tj. 61 próbek).

Uzyskane wyniki badań FBT i liczby cząstek w zakresach $> 4 \mu\text{m}$, $> 6 \mu\text{m}$ i $> 14 \mu\text{m}$ nie potwierdzają informacji literaturowych na temat korelacji pomiędzy tymi dwoma parametrami. Najlepszą korelację wyników uzyskano w przypadku cząstek z zakresu powyżej $4 \mu\text{m}$ i $6 \mu\text{m}$, ale kształtuje się ona na poziomie jedynie kilkunastu procent.

W zakresie CSFBT(-1) przyjętego limitu wynoszącego maksymalnie 1,4 nie spełniają 34 próbki. Jedną z prawdopodobnych przyczyn podwyższenia tej liczby (25 próbek nie spełniło tego wymagania dla FBT) jest wytrącanie się z oleju napędowego parafin, które powodują szybsze zatykania sączka membranowego w czasie wykonywania oznaczenia w obniżonych warunkach temperaturowych. Gdyby przyjąć limit dla CSFBT(-1) na poziomie maksymalnie 2,52, wówczas liczba próbek niespełniających tego wymagania znacznie by się obniżyła i tylko 1 próbka byłaby poza zakresem.

Najlepszą korelację pomiędzy CSFBT(-1) a liczbą cząstek zaobserwowano dla zakresu powyżej $4 \mu\text{m}$ (na poziomie około 30%) i powyżej $6 \mu\text{m}$. Dla cząstek z zakresu powyżej $14 \mu\text{m}$ nie można mówić o żadnej korelacji (kształtuje się ona jedynie na poziomie około 1%).

Podsumowując, na podstawie wyników oznaczenia FBT i CSFBT(-1) można stwierdzić, że większość próbek olejów napędowych pozyskanych z rynku polskiego wykazuje dobre właściwości w zakresie powyższych parametrów, co gwarantuje dobrą jakość tych paliw. Nie można natomiast potwierdzić związku pomiędzy parametrami FBT i CSFBT(-1) a liczbą cząstek obecnych w badanych próbkach. Pozostaje to w sprzeczności z niektórymi źródłami przytoczonymi w części literaturowej (CEN/TC 19/WG 24 N 588).

Jednym z czynników odpowiedzialnych za zwiększenie klasy czystości mogą być pierwiastki, wśród których najczęściej wymienia się Cu, Fe oraz Si. Spośród grupy przebadanych próbek olejów napędowych niespełniających limitu klasy czystości zgodnie ze Światową Kartą Paliw wytypowano 25 próbek, dla których oznaczono zawartość wybranych pierwiastków zgodnie z normą ASTM D 7111 oraz zawartość cząstek ferromagnetycznych zgodnie z własną procedurą badawczą INIG-6-2012 (PQ indeks).

Wyniki wskazują, że nie we wszystkich próbkach badanych w zakresie zawartości pierwiastków stwierdzono ich obecność. Jedynie w 8 próbkach oznaczono pierwiastki, głównie krzem, a w jednym przypadku miedź. Krzem w tych próbkach kształtował się na poziomie około 0,30 mg/kg, a w dwóch badanych próbkach był wyższy i wynosił 0,45 mg/kg oraz 0,60 mg/kg. Miedź oznaczono na poziomie 0,23 mg/kg. Dodatkowo oznaczona zawartość cząstek ferromagnetycznych kształtuje się na bardzo niskim poziomie – w zakresie od 0 do 6.

Na podstawie badań można stwierdzić, że przekroczenia liczby cząstek w poszczególnych zakresach wielkości nie zawsze są związane z zawartością zanieczyszczeń w postaci ścieru metalicznego, z zanieczyszczeniami spoza układu czy z wytrącaniem się dodatków uszlachetniających. Niemniej jednak mogą to być jedne z czynników przyczyniających się do uszkodzeń precyzyjnego układu wtryskowego paliwa.

Wnioski

Niemal wszystkie próbki olejów napędowych przebadane w zakresie tendencji do blokowania filtrów FBT w temperaturze pokojowej mieściły się w dotychczas tylko umownie przyjętym limicie, a wprowadzonym do załącznika krajowego brytyjskiej specyfikacji BS-EN 590, wynoszącym 2,52. Z kolei 86% z tych próbek spełniło znacznie ostrzejsze kryterium, określone w brytyjskiej specyfikacji wojskowej, wynoszące 1,56. Na podstawie analizy wyników FBT stwierdzono również, że 71% badanych próbek wykazuje bardzo dobrą jakość, ponieważ wartość kształtuje się poniżej 1,4.

1. Prawie wszystkie próbki przebadane w zakresie tendencji do blokowania filtra w obniżonej temperaturze

- CSFBT(-1) wykazały wartość tego parametru na poziomie poniżej 2,52.
- Przekroczenia poszczególnych zakresów zawartości cząstek mogą wynikać z obecności zanieczyszczeń twardych, pochodzących na przykład ze zużywania się współpracujących części, rdzy, zanieczyszczeń dostających się do układu z zewnątrz lub na skutek „wypadania” niektórych dodatków uszlachetniających z formułacji paliwa. Zawartość tego typu cząstek można monitorować przy użyciu metody ICP-OES (ASTM D 7111), która pozwala na oznaczenie pierwiastków takich jak Cu, Fe czy Si (w formie rozpuszczonej).
 - Przed wprowadzeniem wymagania klasy czystości do specyfikacji EN 590 należy zastanowić się nad:
 - zakresem cząstek, które mają podlegać ocenie;
 - sposobem rozróżniania cząstek twardych i miękkich, ponieważ tylko te pierwsze w głównej mierze w świetle licznych badań są odpowiedzialne za uszkodzenia układów wtrysku paliwa;
 - sposobem i etapem dystrybucji, na którym ma być dokonywany pobór próbki do badań;
 - zaleceniami dotyczącymi stosowania odpowiednich procedur zapewniających ochronę jakości paliwa na różnych etapach jego dystrybucji;
 - zaleceniami dotyczącymi stosowanych filtrów paliw, np. na stacjach paliw.

- CIMAC, 2015. CIMAC Guideline: Filter treatment of residual fuel oils. <https://www.cimac.com/cms/upload/workinggroups/WG7/CIMAC_WG07_2015_Dec_Guideline_Filter_Treatment_Residual_Fuel_Oils.pdf> (dostęp: 28.10.2019).
- Defence Standard 91-4 (Fuel, Naval Distillate, NATO Code: F-76, Joint Service Designation: DIESO F-76 issue 9).
- Defence Standard 91-91, Issue 7, Turbine Fuel, Kerosine Type, Jet A-1, NATO Code: F-35, 2.02.2015.
- Diesel Fuel Contamination. <<http://www.bellperformance.com/fuel-and-tank-services/diesel-fuel-contamination>> (dostęp: 17.06.2019).
- Donaldson Company, 2014. Comparing Fuel Filters and Micron (μ) Ratings. *Brochure No. F111540 ENG (9/14)*. <<http://www.donaldson.com/content/dam/donaldson/engine-hydraulics-bulk/literature/north-america/bulk-fluids/F111540-ENG/Comparing-Micron-Ratings-Technical-Sheet.pdf>> (dostęp: 17.06.2019).
- Oleksiak S., Żółty M., 2012. Wybrane metody badań do monitoringu środków smarowych. *Nafta-Gaz*, 11: 834–841.
- Racor News. <<http://www.racornews.com/#!Hard-and-Soft-Particle-Contamination-in-Diesel-Fuel/c1m98/921C92CA-65B3-47DA-8D34-3524857E72C9>> (dostęp: 17.06.2019).
- Sacha D., 2010. Zawartość zanieczyszczeń stałych w paliwach do silników Diesla, w aspekcie wymagań stawianych przez Światową Kartę Paliw. *Nafta-Gaz*, 4: 302–306.
- Schmitgal J., 2015. Light obscuration particle counter fuel contamination limits. *IASH 2015. 14th International Symposium on Stability, Handling and Use of Liquid Fuels, Charleston, South Carolina*.
- Wilfong D., Dallas A., Yang C., Johnson P., Viswanathan K., Madsen M., Tucker B., Hacker J., 2010. Emerging Challenges of Fuel Filtration. *Filtration*, 10(2): 105–115.
- Worldwide Fuel Charter, 2013, wydanie 5.

Artykuł powstał na pracy statutowej pt.: *Wpływ różnej wielkości cząstek stałych na tendencję oleju napędowego do blokowania filtrów* – praca INiG – PIB na zlecenie MNiSW; nr zlecenia: 0010/TE/2019, nr archiwalny: DK-4100-0002/2019.

Literatura

- AXI International. Diesel Fuel Cleanliness Standards. <<http://www.axi-international.com/diesel-fuel-cleanliness-standards/>> (dostęp: 17.06.2019).
- Block J., Doyle J., Grossbauer S., Grove B., Johnson P., Klick P., 2014. Fuel Filtration Reality Check. *Brochure No. 14IH002 (03/14)*. <<http://www.mycleandiesel.com/Resources/Fuel%20Filtration%20Reality%20Check.pdf>> (dostęp: 27.06.2019).
- CEN/TC 19/WG 24 N 588, Report TF abrasive particles version 2, 7.11.2018.
- CEN/TC/WG 24 N 591 CL Abrasive Particle Draft Guidance for National Standardisation Bodies, 19.11.2018.



Dr inż. Magdalena ŻÓŁTY
Adiunkt w Zakładzie Oceny Właściwości Eksploatacyjnych; kierownik Laboratorium Badań Właściwości Użytkowych
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy
ul. Lubicz 25 A, 31-503 Kraków
E-mail: magdalena.zolty@inig.pl



Mgr inż. Kornel DYBICH
Starszy specjalista badawczo-techniczny w Zakładzie Oceny Właściwości Eksploatacyjnych.
Instytut Nafty i Gazu – Państwowy Instytut Badawczy
ul. Lubicz 25 A
31-503 Kraków
E-mail: kornel.dybich@inig.pl