

Н.В. Хміль¹, В.Г. Колесніков¹, С.І. Хміль²¹ Інститут радіофізики та електроніки ім. О.Я. Усикова НАН України
12, вул. Акад. Проскури, Харків, 61085, Україна² ПАТ «Харківський підшипниковий завод "ХАРП"»
3, просп. Індустріальний, Харків, 61089, Україна
E-mail: khmilnatali@gmail.com

Експериментальне дослідження діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу мастильно-охолоджувальних рідин при барботуванні

Предмет і мета роботи. Підтримання фізико-хімічних властивостей та біологічної стабільності мастильно-охолоджувальних рідин (МОР) при довготривалому простой на виробництві є однією із нагальних проблем у металообробній промисловості. Барботування сприяє перемішуванню МОР, насиченню емульсії киснем та інактивації анаеробної мікрофлори. Методи хімічного та біологічного контролю якості МОР у процесі та після барботування пролонговані в часі та потребують уточнень. Метою роботи було експериментальне дослідження діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу синтетичної, напівсинтетичної та органічної емульсії при барботуванні за допомогою методу мікрохвильової діелектрометрії надвисокочастотного діапазону.

Методи і методологія роботи. Об'єктами дослідження були водорозчинні емульсії концентрацією 5,7 %. Вимірювання діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу МОР проводилося на частоті $f = 37,7$ ГГц. На виході 8-мм хвилеводу розміщувалася п'єзоковета, яка в sweer-режимі модулювалася частотами акустичного діапазону ($f = 20...25$ 000 Гц).

Результати роботи. Виявлено залежність діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу МОР від фізико-хімічних характеристик, які вони набули при одномісячному простой, а також при 10-, 20- та 30-хвилинному барботуванні. За параметрами діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу показано, що барботування покращує мастильні властивості всіх досліджених емульсій, причому для напівсинтетичної МОР достатньо 10 хв експозиції, для синтетичної та органічної МОР необхідне барботування упродовж 20 хв.

Висновок. Метод мікрохвильової діелектрометрії в поєднанні зі sweer-режимом акустичних частот може бути застосований у металообробній промисловості як допоміжний засіб контролю якості МОР у процесі зберігання. Іл. 1. Табл. 1. Бібліогр.: 11 назв.

Ключові слова: мастильно-охолоджувальна рідина, барботування, мікрохвильова діелектрометрія, діелектрична проникність, динамічний поверхневий натяг.

Наразі, в умовах пандемії, викликаній вірусом SARS-CoV-2, та карантинних обмежень, запроваджених на території України, частково або повністю призупинено виробничу діяльність у різних сферах. Металообробна промисловість не є виключенням: вимушені довготривалі простой виробництва негативно впливають на якість великого об'єму мастильно-охолоджувальних рідин (МОР), які забезпечують ефективність прецизійних токарних, шліфуваль-

них операцій на етапах виготовлення підшипникової продукції [1]. Контамінація мікрофлорою (ціанобактерії, зелені мікроводорості та бактерії родів *Citrobacter freundii*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Desulfovibrio desulfuricans*), її інтенсивний розвиток за рахунок активного використання компонентів МОР в якості джерел енергії неминуче приводять до необхідності часткової або повної заміни МОР у резервуарах [2]. Підтримка належного рівня концентрації МОР,

збереження фізико-хімічних властивостей та біологічної стійкості забезпечуються, в першу чергу, хімічними методами ревіталізації із залученням біоцидів, біологічних добавок та антибіотиків [3], хоча, згідно з даними дослідно-експериментальних виробництв, ці речовини негативно впливають на здоров'я заводського персоналу та погіршують екологічний стан навколишнього середовища. З іншого боку, сучасні дослідження Інституту матеріалознавства та лабораторії прецизійної обробки при Бременському університеті показали, що часткове пригнічення життєдіяльності мікрофлори МОР або повне її знищення приводить до погіршення тертя на границі контакту деталей та робочого інструменту та сприяє швидкому зношуванню поверхні інструменту [4].

Механічне диспергування газової фази в дисперсійному середовищі — флотація та аерація рідини — є традиційними методами перемішування металообробних емульсій з метою стерилізації, емульгування та гомогенізації складових МОР. При цьому, завдяки утворенню порівняно великих пухирців газу, підтримуються належні властивості емульсій протягом часу. Серед цих методів барботування відрізняється більш ефективним диспергуванням з утворенням мікропухирців повітря діаметром від одиниць до сотень мікрометрів, при цьому емульсія набуває характерних гідрофізичних та акустичних властивостей [5]. За деякими даними [6], присутність у робочому середовищі МОР хімічно активних елементів, зокрема кисню, вуглецю, хлору та ін., сприяє «консервуванню» мікрофлори, запобігає хімічним перетворенням органічної складової металообробної емульсії, покращує мастильні та трибологічні властивості зносостійких поверхневих шарів виробу та інструменту.

Як показали попередні дослідження, санація металообробних емульсій може здійснюватися за допомогою лазерного випромінення терагерцового діапазону; при цьому надійний контроль технологічних характеристик МОР забезпечувався методом мікрохвильової діелектрометрії з одночасним впливом частот акустичного діапазону [7]. Підвищення частоти електромагнітного сигналу системи «МОР—мікрофлора» у *sweep*-режимі акустичних частот, особливо в області $f = 1\ 500 \dots 1\ 700$ Гц, в серед-

ньому на 2 дБ та зміщення частоти електромагнітного сигналу дослідних зразків порівняно з контрольними на 10 Гц забезпечили експеримент інформативними маркерами оцінки рівня біологічного зараження МОР — діелектричною проникністю та динамічним поверхневим натягом. Необхідність регулювати та контролювати участь біологічної системи при барботуванні продиктована складними механізмами взаємодії компонентів МОР з мікрофлорою, тому надійний добір фізичних критеріїв оцінки якості різних видів МОР на різних режимах барботування дозволить своєчасно скорегувати концентрацію, *pH*, біологічну контамінацію металообробної емульсії на період простою.

За мету цієї роботи ставилося експериментальне дослідження діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу напівсинтетичної, синтетичної та органічної МОР при барботуванні за допомогою методу мікрохвильової діелектрометрії на частотах γ -дисперсії діелектричної проникності вільної води.

1. Матеріали та методи. Досліджувалися металообробні емульсії трьох типів – напівсинтетична (№ 1), синтетична (№ 2), органічна (№ 3), які використовуються на етапах змащення та охолодження металу і робочого інструменту в процесі виготовлення підшипникових виробів. Концентрати МОР розводили водою до отримання стійких емульсій концентрацією 5,7 %. Присутність у складі МОР 10...30 % мінерального масла забезпечувало високу охолоджувальну здатність, низьку корозійну активність та високу біологічну стабільність.

Процес барботування забезпечувався повітряним електромагнітним мембранним двоканальним мікрокомпресором АЕН-4 (максимальна потужність 3,0 Вт, максимальна швидкість потоку 80 л/год). Тиск повітряної помпи $p = 2 \cdot 10^4$ Па забезпечив через абразивний розпилювач генерацію пухирців мікророзміру (об'єм емульсії для барботування $V = 50$ мл, питома витрата 0,05 мл/с). Відсутність повітряних пухирців після барботування контролювалася з точністю $\pm 0,5$ мг з використанням вагових характеристик та методом мікроскопії на покривному склі при збільшенні $\times 300$.

Вимірювання параметрів ϵ' та σ здійснювалося за допомогою двох окремих кювет з робочим об'ємом 10 мкл та 174 мкл, відповідно.

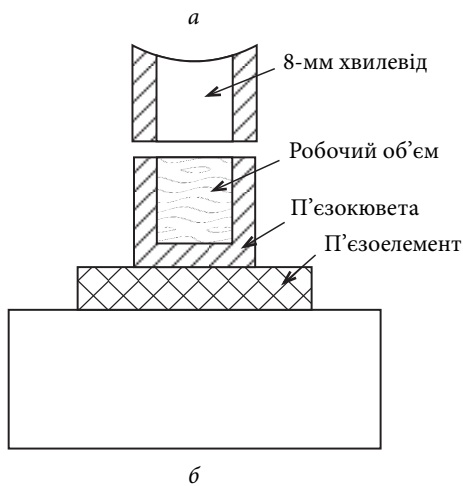
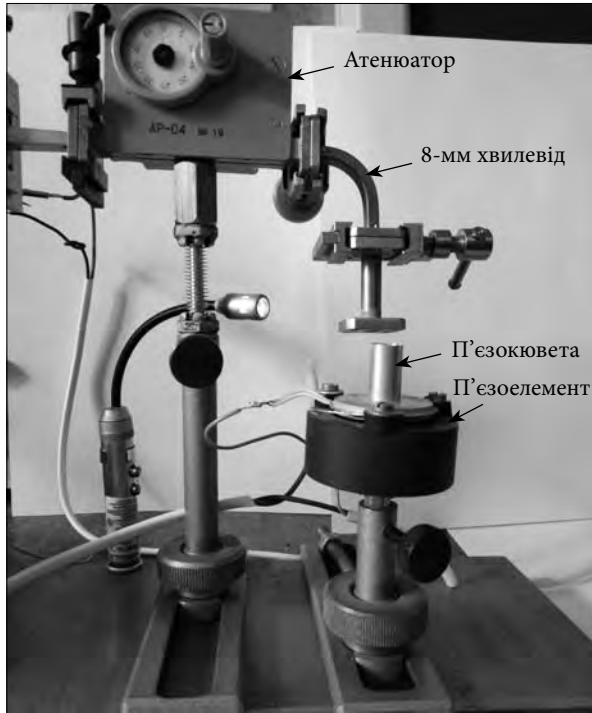


Рис. 1. Робочий вузол (а) та ескіз п'єзоекювета для вимірювання динамічного поверхневого натягу рідин (б)

Для вимірювання діелектричної проникності МОР був використаний апаратурно-реєструючий комплекс на базі хвилевідної НВЧ-діелектрометрії міліметрового діапазону радіохвиль. Блок-схема комплексу та розрахунок параметрів вимірювальної кювети детально представлені в роботах [8, 9]. Фіксована частота генерації міліметрових хвиль забезпечувалася роботою діода Гана і становила $f = 37,7$ ГГц.

Для контролю динамічного поверхневого натягу МОР на виході 8-мм хвилеводу була розміщена вимірювальна п'єзоекювета. У *sweep*-режимі п'єзоекювета піддавалася впливу час-

тот акустичного діапазону ($f = 20 \dots 25\ 000$ Гц), які викликають хвильові коливання різних мод на робочій поверхні досліджуваної рідини. Одночасно зі *sweep*-режимом у вимірювальну п'єзоекювету з досліджуваною емульсією об'ємом $V = 174 \pm 5$ мкл вводилося міліметрове випромінювання (рис. 1). Вимірювальний сигнал надходив з детектора хвилевідної лінії Р1-39 на підсилювач, на виході якого, через аналого-цифровий перетворювач, подавався на персональний комп'ютер. Реєстрація електромагнітного сигналу від металообробної емульсії здійснювалася за допомогою програмного забезпечення з використанням методу швидкого перетворення Фур'є; аналізувалися спектри електромагнітного сигналу, зображення графічно виводилося на монітор комп'ютера. Частота дискретизації становила 96 кГц 16-розрядного двійкового коду. Обсяг масиву даних — до 42 Мб. Калібрування робочого діапазону динамічного поверхневого натягу проводилося за першою модою акустичних частот $f = 5 \dots 60$ Гц водно-спиртових розчинів різної концентрації відповідно до даних [10]. За результатами калібрування була побудована номограма «частота-концентрація» (концентрація $c = 0\%$ відповідає дистильованій воді).

Апаратурно-реєструючий комплекс дозволив паралельно вимірювати параметр реальної частини комплексної діелектричної проникності ϵ' і параметр динамічного поверхневого натягу σ контрольних (зразки МОР в стані простою один місяць) і дослідних зразків МОР (зразки МОР після 10-, 20-, 30-хвилинного барботування). Відносна похибка визначення ϵ' склала $\pm 0,7\%$. Абсолютна похибка визначення ϵ' , після відповідної обробки з застосуванням програм накопичення і фільтрації, склала $\pm 1,73 \cdot 10^{-12}$ Ф/м. Відносна похибка визначення σ склала $\pm 0,1$ мН/м.

2. Аналіз результатів досліджень. Експериментальне дослідження діелектричної проникності та динамічного поверхневого натягу контрольних зразків МОР показало залежність цих параметрів від фізико-хімічних характеристик МОР, яких вони набули після одномісячного простою. Напівсинтетичний зразок (МОР № 1) відрізнявся істотно більшою кількістю зв'язаної води порівняно з синтетичним (МОР № 2) та органічним (МОР № 3) зразками. Синтетич-

на металообробна емульсія характеризувалася найбільшою кількістю вільної води: за параметром ϵ' вона наблизилася до дистильованої води та склала $2,032 \cdot 10^{-10}$ Ф/м. Параметр σ також відрізнявся для різних типів МОР: найбільше значення σ реєстрували в контрольних зразках синтетичної емульсії, органічна МОР показала найменший серед інших показник σ (див. табл.).

У ході експерименту реєстрували залежність параметрів ϵ' та σ від часу барботування для всіх типів МОР. Відносно контрольних зразків показано, що для напівсинтетичної емульсії було характерне збільшення параметра ϵ' при 10-хвилинному барботуванні. Для напівсинтетичної та синтетичної емульсій реєстрували мінімальне значення ϵ' при 20-хвилинному барботуванні, суттєве збільшення параметра ϵ' після 30-хвилинного барботування з поступовим виходом на плато та наближенням ϵ' до значень ϵ' при експозиції упродовж 20 хв, які зберігалися приблизно до 8 год. Електромагнітний сигнал від органічної емульсії був дещо іншим: мінімальне значення ϵ' реєстрували при барботуванні упродовж 10 хв, хоча ϵ' при 20-хвилинній експозиції було близьким до мінімального.

Динамічний поверхневий натяг контрольних зразків МОР відрізнявся залежно від типу емульсії. Показано, що органічна МОР характеризувалася найменшими значеннями σ , хоча процес барботування протягом часу забезпечив різницю порівняно з контрольними зразками всього на $\Delta\sigma = 0,6$ мН/м. Контрольні зразки напівсинтетичної та синтетичної емульсій характеризувались вищими значеннями σ порівняно з органічною МОР. При цьому барботування суттєвіше зменшило σ в обох випадках, особливо в синтетичній МОР при 20-хвилинній експозиції, і забезпечило $\Delta\sigma = 2,3$ мН/м (див. табл.).

Відомо, що металообробні емульсії — це багатокомпонентні хімічні системи, які складаються з органічних і неорганічних речовин, серед яких вода, емульгатори, електроліти, біоциди, інгібітори корозії мають поверхнево-активні властивості. Поверхневий натяг характеризує диспергування МОР, при цьому лінійна залежність параметра σ від розміру крапель емульсії, за певного режиму барботування, вказуватиме на стабільність системи. Металообробна емульсія при барботуванні — це двофазна система «газ—рідина», в якій дисперсна газова фаза розподілена в суцільній фазі рідини. За наявності певних факторів збурення в системі МОР (зокрема, спонтанної міжфазної конвекції або впливу поверхнево-активних речовин) зменшиться швидкість руху міжфазної поверхні пухирців газу, зміняться динамічний поверхневий натяг МОР та, в цілому, гідродинамічні характеристики емульсії. Теоретичні основи математичного моделювання перенесення маси компонентів, в тому числі в металообробних емульсіях, при різних режимах барботування з використанням технічних приладів барботажного типу докладно розглянуто в роботі [11].

У нашому дослідженні представлено залежність параметра σ від часу барботування. Присутність у синтетичній та напівсинтетичній емульсіях високоатомних спиртів, талових масел, триетаноламіну та водорозчинних полімерів, які забезпечують низьку в'язкість цих типів МОР, можливо, є однією з причин суттєвого зменшення σ в процесі барботування, що привело до покращення мастильних властивостей емульсій. На користь цього припущення вказувало збільшення кількості зв'язаної води, що супроводжувалося зменшенням параметра ϵ' , особливо при 20-хвилинній експозиції. У діапазоні γ -дисперсії діелектричної проникності вільної води параметр ϵ' також інтегрально ві-

Дійсна частина комплексної діелектричної проникності ($\epsilon' \cdot 10^{-10}$ Ф/м) та динамічний поверхневий натяг (σ , мН/м) залежно від часу барботування

№ зразка МОР	Контроль		Час, хв					
			10		20		30	
	ϵ'	σ	ϵ'	σ	ϵ'	σ	ϵ'	σ
1	1,915	52,2	2,074	50,8	1,825	51,6	1,875	51,4
2	2,032	52,48	2,005	51,06	1,949	50,26	2,032	50,66
3	1,979	49,8	1,945	49,8	1,960	49,24	1,994	49,6

дображає зміну кількісного та якісного складу поверхнево-активних речовин в емульсіях, яка є причиною контамінації МОР мікрофлорою на період простою навіть без експлуатаційного навантаження.

Значному зменшенню σ в системі МОР на органічній основі при барботуванні відносно до контрольних зразків перешкоджає присутність в її складі органічної кислоти. Кислота структурно організовує оболонку емульгатора, орієнтуючись вуглеводневими радикалами в бік часток масла, а карбоксильною групою — в бік молекул води, що унеможлиблює суттєве розшарування двофазної системи МОР у процесі барботуванні. Збільшення кількості зв'язаної води в органічній МОР при 10- та 20-хвилинному барботуванні супроводжує ці процеси, хоча не виключається і контамінація мікрофлорою за рахунок вуглеводневих джерел енергії в складі МОР.

Висновки. Метод мікрохвильової діелектрометрії в поєднанні зі *sweep*-режимом акустичних частот може бути застосований у металобробній промисловості як допоміжний засіб контролю якості МОР у процесі зберігання та відновлення робочих властивостей МОР після простою виробництва. Дані дослідження підтверджують, що барботування дозволяє продовжити строки зберігання та ефективного відновлення МОР при вимушених простоях виробництва.

Роботу виконано в рамках договору про науково-практичне співробітництво між ІРЕ ім. О.Я. Усикова НАН України та ПАТ «Харківський підшипниковий завод "ХАРП"». Автори висловлюють вдячність колективу хіміко-технологічної лабораторії за методичну допомогу у проведенні дослідження та конструктивні поради щодо змісту роботи.

БІБЛІОГРАФІЧНИЙ СПИСОК

1. Brinksmeier E., Meyer D. Huesmann-Cordes A.G., Herrmann C. Metalworking fluids — mechanisms and performance. *CIRP Ann.* 2015. Vol. 64, Iss. 2. P. 605–628. DOI: 10.1016/j.cirp.2015.05.003.
2. Liu H.-M., Lin Y.H., Tsai M.-Y., Lin W.-H. Occurrence and characterization of cultureable bacteria and fungi in metalworking environments. *Aerobiologia.* 2010. Vol. 26, Iss. 4. P. 339–350. DOI: 10.1007/s10453-010-9169-8.
3. *Lubricant additives: chemistry and application.* Edited by L.R. Rudnick. Boca Raton, CRC Press, 2003, P. 429–451. DOI: 10.1201/9780824747404.
4. Redetzky M., Rabenstein A., Palmowski B., Brinksmeier E. Microorganisms as a replacement for metal working fluids. *Adv. Mat. Res.* 2014. Vols. 966–967. P. 357–364. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.966-967.357.
5. Бошнятов Б.В. Гидродинамика микропузырьковых газожидкостных сред. *Известия Томского политехнического университета.* 2005. Т. 308, № 6. С. 156–160. URL: <https://core.ac.uk/download/pdf/53064989.pdf>
6. Тихонович В.В. Влияние активных элементов смазочно-охлаждающих жидкостей на формирование и свойства износостойких ультрадисперсных и наноструктурных слоёв трения сталей. *Металлофизика и новейшие технологии.* 2015. Т. 37, № 6. С. 817–837.
7. Хмель Н.В. Эффективность применения терагерцевого излучения при контаминации микрофлорой смазочно-охлаждающих жидкостей. *Ученые записки Таврического нац. ун-та им. В.И. Вернадского. Сер. Биология, химия.* 2014. Т. 27(66), № 2. С. 165–171.
8. Зубец М.В., Щеголева Т.Ю., Колесников В.Г. *Применение волн миллиметрового диапазона в сельском хозяйстве.* Киев: Аграрна наука, 1996. 162 с.
9. Щеголева Т.Ю., Колесников В.Г., Васильева Е.В., Васильев Ю.М., Алтухов А.Л. *Применение миллиметрового диапазона радиоволн в медицине.* Харьков: ХИМБ, 1999. 233 с.
10. Харин С.Е., Целинская В.И. Поверхностное натяжение водно-спиртрово-сахарных растворов. *Изв. вузов. Пищевая технология.* 1963. № 3. С. 63–64.
11. Лаптева Е.А., Лаптев А.Г. *Гидродинамика барботажных аппаратов.* Казань: Центр инновационных технологий, 2017. 190 с.

Стаття надійшла 13.07.2021

REFERENCES

1. Brinksmeier, E., Meyer, D., Huesmann-Cordes, A.G., Herrmann, C., 2015. Metalworking fluids — mechanisms and performance. *CIRP Ann.*, **64**(2), pp. 605–628. DOI: 10.1016/j.cirp.2015.05.003.
2. Liu, H.-M., Lin, Y.H., Tsai, M.-Y., Lin, W.-H., 2010. Occurrence and characterization of cultureable bacteria and fungi in metalworking environments. *Aerobiologia*, **26**(4), pp. 339–350. DOI: 10.1007/s10453-010-9169-8.
3. Rudnick, L.R. ed., 2003. *Lubricant additives: chemistry and application.* Boca Raton, CRC Press. P. 429–451. DOI: 10.1201/9780824747404.

4. Redetzky, M., Rabenstein, A., Palmowski, B., Brinksmeier, E., 2014. Microorganisms as a replacement for metal working fluids. *Adv. Mat. Res.*, **966–967**, pp. 357–364. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.966-967.357.
5. Boshenjatov, B.V., 2005. Hydrodynamics of micro-bubble gas-liquid environments. *Bull. TPU* [pdf]. **308(6)**, pp. 156–160 (in Russian). Available from: <https://core.ac.uk/download/pdf/53064989.pdf>
6. Tihonovich, V.V., 2015. Effect of active chemical elements of lubricating fluids on forming and characteristics of wear-resistant superdispersed and nanostructured surface friction layers of steels. *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **37(6)**, pp. 817–837 (in Russian). DOI: <https://doi.org/10.15407/mfint.37.06.0817>.
7. Khmil, N.V., 2014. Efficiency of application of terahertz radiation at contamination by the microflora of lubricant and cooling liquids. *Scientific notes of Taurida National V.I. Vernadsky University. Ser. "Biology and Chemistry"*, **27(66)(2)**, pp. 165–171 (in Russian).
8. Zubets, M.V., Schegoleva, T.Yu., Kolesnikov, V.G., 1996. *Application of waves of millimetric range in agriculture*. Kyiv: Agrarian science Publ. (in Russian).
9. Schegoleva, T.Yu., Kolesnikov, V.G., Vasileva, E.V., Vasilev, Yu.M., Altukhov, A.L., 1999. *Application of millimetric range of radio waves in medicine*. Kharkiv: KhIMB Publ. (in Russian).
10. Harin, S.E., Tselinskaya, V.I., 1963. Surface-tension of aqueous-alcoholic-saccharine solutions. *Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Pishchevaya tekhnologiya*, **3**, p. 63–64 (in Russian).
11. Lapteva, E.A., Laptev, A.G., 2017. *Hydrodynamics of bubbling vehicles*. Kazan: Center of innovative technologies Publ. (in Russian).

Received 13.07.2021

N.V. Khmil¹, V.G. Kolesnikov¹, S.I. Khmil²

¹ O.Ya. Usikov Institute for Radiophysics and Electronics of the NASU
12, Acad. Proskury St., Kharkiv, 61085, Ukraine

² Kharkiv Bearing Plant "HARP"
3, Industrialna Ave., Kharkiv, 61089, Ukraine

EXAMINATION OF DIELECTRIC CONSTANT AND DYNAMIC SURFACE TENSION OF LUBRICOOLANTS DURING THE BUBBLING

Subject and Purpose. The maintenance of physical and chemical properties and biological stability of lubricoolants during downtimes, which are bound to happen sometimes and last long, is a hot problem in metalworking industry. The procedure of bubbling for the lubricoolant mixing, saturation with oxygen and inactivation of anaerobic microflora calls for chemical and biological techniques to monitor the lubricoolant condition during the bubbling and after it. Yet the standard methods lack responsiveness and accuracy of the analysis, implying the further refinement of the output values. In the present work, microwave super-high frequency (SHF) dielectrometry is employed for the examination of the dielectric constant and dynamic surface tension of synthetic, semi-synthetic and organic emulsions during the bubbling.

Methods and Methodology. The dielectric constant and dynamic surface tension of 5.7 % water-soluble emulsions are measured at frequency $f = 37.7$ GHz. A frequency sweep in the acoustic frequency range $f = 20 \dots 25000$ Hz is used, for which purpose the end of the 8-mm waveguide is supplied with a piezo cell.

Results. It has been revealed that the dielectric constant and dynamic surface tension of lubricoolants depend on the physicochemical characteristics that the lubricoolants acquire during a month-long downtime and after 10-, 20-, and 30-minute bubbings. The dielectric constant and dynamic surface tension demonstrate that the bubbling improves lubricating properties of all the emulsions examined. For this, a 10-minute bubbling is enough for semi-synthetic lubricoolants, and a 20-minute bubbling is needed for synthetic and organic lubricoolants.

Conclusion. The microwave dielectrometry method with a frequency sweep in the acoustic frequency range can be used in metalworking industry as an aid to lubricoolant quality control during the downtime or storage.

Key words: lubricoolant liquid, bubbling, microwave dielectrometry, dielectric constant, dynamic surface tension.