本国际标准是根据《关于标准化原则的决定》所确立的国际公认标准化原则制定的。
世界贸易组织技术性贸易壁垒（TBT）委员会发布的国际标准、指南和建议的制定。

编号：D7686-19

标准测试方法
基于现场的固定滤光片红外（IR）Instrument[1] 监测在用润滑油中烟尘含量

本标准以固定编号D7686发布；紧随编号后的数字表示原始采用年份，若为修订版本则表示最近一次修订年份。括号内数字表示最近一次重新评估年份。上标ε(e)表示自上次修订或重新评估以来的编辑变更。

1. 范围*

1.1 本试验方法适用于柴油曲轴箱机油及其他可能因燃料不完全燃烧导致吹气污染润滑油的发动机油中积碳的现场监测。 适用于烟尘含量高达12%（质量百分比）的油品。

1.2 本测试方法采用基于滤光片的红外技术，用于监测在役石油基和烃基润滑油在正常机械运行过程中产生的积碳情况。当废气再循环导致积碳颗粒污染机油时，发动机油中的积碳含量会随之上升。该测试方法旨在通过快速、简便且适用于现场的光谱检测技术，对在役烃基润滑油中的积碳进行检测，从而帮助根据机油积碳水平诊断设备的运行状态。

1.3本测试方法仅适用于现场测试，应视为此类用途。关键应用应采用实验室方法，例如测试方法D5967附录A4中所述的热重分析（TGA）。

1.4 本试验方法描述了使用固定滤光片红外光谱仪对在用油品和润滑油样品进行烟尘测量的光谱数据采集方法，并描述了与制备烟尘标准品的校准方法。

注1—本测试方法无意建立或推荐任何机械的正常限值、警示限值、警告限值或警戒限值。 此类限制应与机械制造商及维护团队的建议和指导共同制定。

1.5 以国际单位制（SI）表示的数值应视为标准值。本标准不包含其他计量单位。

1.6 本标准并不声称涵盖其使用过程中可能涉及的所有安全问题（如有）。 本标准使用者有责任建立在使用之前，应了解有关安全性，健康和环境的操作规范，并确定监管限制的适用性.

1.7本国际标准依据世界贸易组织技术性贸易壁垒（TBT）委员会发布的《国际标准、指南和建议制定原则决定》中确立的国际公认标准化原则制定。

2. 参考文献

2.1 ASTM标准： [2]

D5967 T-8柴油机用柴油机油评价试验方法
D6299 应用统计质量保证与控制图技术评估分析方法的实践
测量系统性能
D7418在役油傅里叶变换红外光谱仪的安装与操作规程
状态监测
E131 分子光谱学相关术语
E177 ASTM试验方法中“精度”与“偏倚”术语的使用规范
E691 实验室间研究实施规范——用于测定检测方法精密度
E2412 基于傅里叶变换趋势分析的在用润滑油状态监测方法
红外光谱（FT-IR）

3. 术语

3.1 定义——关于本测试方法中使用的红外光谱学相关术语的定义，请参阅术语E131。

3.2 定义——有关在役油液状态监测相关术语的定义，请参阅实践标准D7418。

4. 测试方法概述

4.1 本测试方法采用基于滤光片的红外光谱技术，用于监测在役石油设备中的烟尘含量。

[1] 本测试方法由ASTMD02委员会（石油产品、液体燃料和润滑剂）管辖，具体由D02.96.03分委员会（FTIR 测试实践与技术——在用润滑剂相关）负责。

现行版本于2019年7月15日批准。首次发布于2019年9月。最初于2011年批准。上一版本最后批准于2011年，编号为D7686-11。 DOI:10.1520/D7686-19。

[2] For ASTM标准，请访问ASTM官网www.astm.org。 如需获取ASTM年度出版物，请联系ASTM客户服务部，邮箱：service@astm.org 标准量信息 提及 请访问ASTM官网标准的文档摘要页面。

本标准末尾设有“变更摘要”章节

版权所有 OASTM International，地址：宾夕法尼亚州西康肖霍肯市巴尔港大道100号，邮政信箱C700，邮编19428-2959，美国

碳氢化合物基润滑剂。该测试方法旨在作为现场检测手段，用于指示烟尘浓度。将均匀混合的油样滴加至水平衰减全反射（HATR）晶体上。红外光经 HATR 晶体全内反射后，通过中心波长为3. 9μm 的宽带红外滤光片。通过将到达检测器的红外光量与仪器对不同烟尘标准品响应生成的校准曲线进行比对，即可转换为烟尘浓度值。

5. 意义与应用

5.1 本测试方法为工业及军事领域中燃烧发动机、机械设备在役润滑剂的烟尘状态监测提供了一种简便的现场检测技术。关键应用场景应采用实验室测试方法，例如测试方法D5967附录A4所述的热重分析法（TGA）。红外光谱法是评估润滑剂烟尘含量的成熟实验室检测手段。本方法可用于监测润滑剂中的烟尘沉积情况，并能判断烟尘是否已积累到可能显著降低油品性能的程度。高烟尘含量会损害润滑剂性能，导致滤芯和油路堵塞。应结合实践E2412所述的其他状态监测数据，综合考虑烟尘浓度，以确定是否需要更换油品，从而最大限度减少机械磨损或故障的发生。

6. 干扰

6.1某些类型的污垢或磨损碎屑可能导致正偏。在大多数情况下，偏移量较小，且可能如测试方法D5967所述，同样影响热重分析（TGA）。

6.2 油样中大量游离水可能导致正偏。

7. 装置

7.1 基于滤光片的红外光谱仪：

7.1.1 红外光谱仪——适用于本试验方法的仪器类型包括：钨光源、4反射立方氧化锆水平衰减全反射池、与热释电探测器配对的红外滤光片、A/D转换器以及能够存储内部校准数据并将仪器响应转换为烟尘浓度的微处理器。

7.1.2红外滤光片规格——应使用带宽宽的红外滤光片，其峰值波长集中在3. 9μ m至4.0 μm 之间，滤光片半宽度为 0. 15μm ±0. 05μm 。

7.1.3 其他光谱仪配置可能提供更优结果；但本测试方法所列精度与偏倚数据均基于该仪器规格采集。任何改装可能导致实际精度或偏倚与本测试方法所列数值存在差异。

8. 试剂与材料

*8.1校准标准——校准标准应由未使用且无烟尘的15w-40柴油机油组成，掺入不同浓度的亚微米颗粒、高结构炭黑，并充分混合。所得烟尘浓度应通过热重分析（TGA）测定，方法参照D5967测试方法。需准备五种标准品，其烟尘含量均匀覆盖约0%至12%（质量百分比）的范围。*依据测试方法D5967进行的热重分析（TGA）精确信息详见附录X1。

9. 采样、测试样本与测试单元

9.1 一般要求：

9.1.1 建议采用实践D7418中规定的程序，对本测试方法拟分析的在役冰油或润滑剂样本进行取样。

9.1.2 测试前需保护样本免受过热影响。

9.1.3 禁止对储存在有泄漏容器中的样本进行检测。如发现泄漏，应弃用该样本并获取新样本。

9.2 使用本试验方法分析样品时，应剧烈振荡样品直至充分均质化，且容器底部或侧壁无沉淀物附着。

10. 装置的准备

10.1 使用前，需按照第11节所述程序对仪器进行校准。该校准可由仪器制造商在将仪器交付最终用户前完成。

10.2 在分析样品前，应使仪器预热至少1小时，以确保分析仪稳定。

10.3 使用前，应通过运行由已知烟尘浓度（按测试方法D5967测定）构成的质量控制检查样本对仪器进行校准，这些样本需覆盖仪器校准范围。样本应包含至少三个区域：范围下三分之一、中三分之一和上三分之一各取一个样本。按照实践D6299所述的控制图表程序，确认分析仪处于统计控制状态。若发现系统超出统计控制范围，则必须查明并纠正失控的根本原因后方可使用。

11. 校准与标准化

11.1 校准标准——校准标准描述参见第8.1节。

11.2校准：

11.2.1 分析前将所有样品平衡至实验室温度（15℃至27℃）。

11.2.2 在尝试校准前，需使仪器预热至少1小时。

11.2.3 校准标准应按随机顺序进行。

11.2.4清洁 HATR 样品晶体时，需先在晶体表面涂抹约1毫升未使用且无烟灰的油，然后用一次性擦拭布单向擦拭。切勿来回擦拭，以免重新污染晶体。

11.2.5 向仪器中加入约1mL未使用、无烟尘的待测油品同类型样品，确保晶体完全被样品覆盖。必要时清除样品中的气泡。

11.2.6 按照制造商说明，在晶体上放置未使用过的油样以获取基线检测器响应（零值）。首次使用前应获取零值，仪器使用期间每2小时需获取一次。

11.2.7 采样完成后，使用一次性擦拭布擦拭样本。

11.2.8 振动第一校准标准直至样品充分均质化，且容器底部或侧面无沉积物附着。

11.2.9 向仪器中加入约1 mL第一校准标准品，确保晶体完全被样品覆盖。如需去除样品中的气泡，可用样品涂抹器刺破气泡。

11.2.10 按照制造商说明书获取红外探测器响应值，并将其除以基线探测器响应值。 该比率可由仪器内部计算得出。为减少样品沉降导致的误差，应在将样品置于晶体表面后10秒内启动探测器响应采集。

11.2.11 记录所得响应值，以供后续确定校准曲线。

11.2.12 用一次性擦拭布擦拭样品，随后在晶体表面涂抹约1 mL未使用且无烟灰的油，再用一次性擦拭布沿单一方向擦拭晶体，以清除残留烟灰。避免来回摩擦，以免重新污染晶体。

11.2.13 对于每个校准标准品，重复执行11.2.7-11.2.11步骤。标准品应按随机顺序运行。

11.2.14 重复步骤11.2.3-11.2.12两次，使每个校准标准品运行三次。计算每个校准标准品三次仪器响应的平均值，并计算三次响应均值的差值。 若某次响应值与该标准品平均响应值的差异超过0.1×2 mAU（其中x为特定仪器响应值），则该值应作为异常值排除，并在该浓度水平下重新进行标准品运行。

11.2.15 去除异常值后，计算各浓度水平的平均响应值。这些浓度与响应值应确定一条点对点曲线，并在相邻点间进行线性拟合。该曲线应用于将仪器响应值转换为重量百分比烟尘。 该点对点曲线可由仪器微处理器生成。

12. 程序

12.1 分析前将样品平衡于15℃至27℃之间。

12.2清洁 HATR 样品晶体上的残留油或其他污染物，方法是向晶体上涂抹约1毫升未使用且无烟灰的油，然后用一次性擦拭布沿单一方向擦拭。避免来回擦拭，以免重新污染晶体。

12.3 向仪器中加入约1 mL未使用、无烟灰的同类型待分析油样，确保晶体完全被样品覆盖。如需去除样品中的气泡，可用样品涂抹器刺破气泡。

12.4 按照制造商说明书，在晶体上放置未使用过的油样以获取基线检测器响应（零值）。应在首次使用前获取零值，且每两小时使用仪器时需重新获取一次零值。

12.5 采样完成后，使用一次性擦拭布清除样本。

12.6 将未知样品剧烈振荡直至充分均质化，且无沉淀物附着于容器底部或侧壁。

12.7 向仪器中加入约1mL未知样品，确保整个晶体表面均被样品覆盖。如需去除样品气泡，可用样品涂抹器刺穿气泡。

12.8 根据制造商说明获取红外探测器响应，并将其除以基线探测器响应。 该仪器可内部计算该比值。为减少样品沉降导致的误差，应在将样品置于晶体上后10秒内启动探测器响应的采集。

12.9 根据第11节生成的点对点校准结果确定烟尘浓度。该计算可由仪器微处理器自动完成。

12.10 使用一次性擦拭布擦拭样品，随后在晶体表面涂抹约1 mL未使用且无烟灰的油，并用一次性擦拭布沿单一方向擦拭晶体以清除所有烟灰残留。避免来回擦拭，因此举可能导致晶体再次污染。

13. 报告

13.1 报告以下信息：

13.1.1 烟尘按D7686方法测定，以质量计，精确至0.1%。

14. 精度与偏倚

14.1该检测方法的精密度基于2016至2018年间开展的实验室间研究。七家实验室对12种不同材料进行了测试。每个“测试结果”代表一次独立测定。每家实验室需提交每种材料由同一操作员完成的两次重复测试结果。数据设计与分析遵循实践E691规范，具体细节参见ASTM研究报告编号RR:D02-1905。[3]

3支持性数据已提交至ASTM国际总部，可通过索取研究报告RR:D02-1905获取。联系ASTM客户服务部：service@astm.org。

14.1.1 重复性限值(r)——在重复性条件下，两次独立测试结果之间的绝对差值低于该值的概率约为0.95（95%）。

14.1.1.1 重复性限值由以下公式估算得出：

$$r=0.0167x^2-0.0321x+0.2083 \quad (1)$$

在哪里

x=两次检测结果的平均值。

14.1.2 重现性限值(R)——在重现性条件下获得的两次检测结果之间绝对差值低于该值的概率约为0.95（95%）。

14.1.2.1 可重复性 限值由以下方程估算得出：

$$R=0.0273x^2+0.1739x+0.2838 \quad (2)$$

在哪里

x = 两个 测试 结果 的 平均值 .

14.1.3 上述术语（重复性限值与再现性限值）的使用应符合实践规范E177的规定。

14.1.4 根据第14.1.1和14.1.2条款作出的任何判断，其正确概率约为95%。

14.2 偏倚——本研究未检测任何已知的参考物质，因此目前无法对偏倚作出评估。

15. 关键词

15.1 状态监测；柴油发动机油；碳氢基润滑剂；红外线；在役石油润滑剂；红外；润滑剂；油类；烟尘

附录

(Nonmandatory Informatio n)

X1. 测试方法 D5967 烟尘精度数据

X1.1测试方法D5967中的热重分析（TGA）目前未包含任何精密度数据。为便于使用该测试方法对校准标准品进行定量分析，表X1.1中的精密度数据由卡内基梅隆大学ASTM测试监测中心提供，地址：美国宾夕法尼亚州匹兹堡市佩恩大道6555号，邮编15206，官网：http://www.astmtmc.cmu.edu。

表X1.1 测试方法 D5967 TGA 烟尘统计

日期	样品	身	平	烟尘，	r	R
马尔-95		二氧化氮		0.1	0.11	0.25
		二		4.8	0.14	0.18
		氧化		4.3	0.09	0.16
		铀		0.1	0.14	0.33
6-95		U03		4.0	0.19	0.26
		二氧		3.9	0.11	0.28
		化氮		0.1	0.05	0.22
95年9月		U04		4.3	0.09	0.22
		U05		5.0	0.14	0.27
		二氧		0.1	0.13	0.27
1995年12月		化氮		4.5	0.11	0.29
		U06		3.8	0.08	0.21
		U07		0.1	0.11	0.30
马-96		二氧		4.1	0.10	0.22
		化氮		4.2	0.09	0.19
		U08		0.1	0.13	0.26
6月96日		U09		4.6	0.14	0.24
		二氧		4.2	0.17	0.26
1996年9月		化氮		0.1	0.17	0.30
		U010		4.6	0.09	0.29
		U011		0.2	0.10	0.33
1996年12月		二氧		4.3	0.12	0.33
		化氮		3.850	0.18	0.31
		U012		0.2	0.10	0.30
1997年4月		U013		3.7	0.13	0.28
		二氧		5.0	0.13	0.30
1997年		化氮		4.8	0.09	0.34
		U014		5.8	0.10	0.20
10月-		二氧		1.8	0.26	0.36
1998年		化氮		2.0	0.10	0.23
		U015		5.1	0.18	0.28
1月		U016		3.8	0.08	0.19
1998年5月		二氧		4.9	0.12	0.29
		化氮		2.3	0.10	0.22
1998年7月		U017		4.4	0.08	0.14
		U018		2.5	0.11	0.24
1998年11月		U021		4.1	0.14	0.23
		U022		1.8	0.12	0.23
马尔-99		U023		5.1	0.11	0.13
		U024		3.7	0.10	0.25
6月99日		U025		4.4	0.12	0.21
		U016		4.0	0.13	0.33
1999年9月		U018		2.5	0.13	0.39
		U026		7.2	0.10	0.27
1999年12月		U027		6.6	0.12	0.27
		U028		5.3	0.07	0.18
7月00日		U029		9.0	0.08	0.24
		U030		6.0	0.12	0.21
1月1日		U031		5.6	0.11	0.20
		U017		6.8	0.11	0.22
		U027		5.6	0.10	0.26
		U019		6.0	0.11	0.25
3月2日		U028		4.6	0.13	0.26
		U032		6.2	0.15	0.29
		U033		6.5	0.13	0.27
		U034		6.5	0.15	0.35
10月2日		U037			r	R
		U038			0.12	0.26
		U039				
Averages[4]		U040				
		U041				
		U042				
		U043				
		U044				
		U045				
		U046				

值得注意的是，未观察到浓度水平对r或R的影响。

变更摘要

D02.96分委会已确定自上次发布（D7686-11）以来可能影响本标准使用的选定变更位置。（批准日期：2019年7月15日）

(1)修订第14节，精度与偏倚。
(2)质量百分比的修正表达式。
(3)修订后的强制性附件将变为非强制性附录。

ASTM International 对本标准中提及的任何项目所主张的专利权的有效性不持任何立场。 本标准使用者须知悉，任何此类专利权的有效性判定及侵权风险均由使用者自行承担。

本标准可由负责的技术委员会随时修订，且须每五年进行一次审查，若未修订，则需重新批准或撤销。 欢迎就本标准的修订或新增标准提出意见，相关意见请发送至ASTM国际总部。 您的意见将在负责的技术委员会会议上得到认真考虑，您可参加该会议。若您认为所提意见未获公正审议，应将您的观点提交至ASTM标准委员会，地址如下所示。

本标准由美国材料与试验协会（ASTM International）版权所有，地址：美国宾夕法尼亚州西康肖霍肯市巴尔港大道100号，邮政信箱C700，邮编19428-2959。如需获取本标准的单次或多次复制副本，可通过以下方式联系ASTM：上述地址、电话610-832-9585（电话）、传真610-832-9555（传真）、电子邮件service@astm.org；或访问ASTM官方网站（www.astm.org）。如需复印本标准，亦可向版权许可中心（Copyright Clearance Center）申请授权，地址：222 马萨诸塞州丹弗斯市罗斯伍德大道01923，Tel:（978）646-2600；http://www.copyright.com/