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。

名称：E2412 – 23

标准操作规程
基于趋势的在用润滑油状态监测
傅里叶变换红外光谱分析
光谱法[1]

本标准以固定编号E2412发布；紧随该编号后的数字表示发布年份。
原始通过年份，或在修订情况下，末次修订年份。括号内数字表示末次再批准年份。
上标ε（ ‘）表示自上次修订或重新批准以来的编辑变更。

1. 范围*

1.1 该实践涵盖傅里叶变换红外光谱（FT-IR）技术在监测机械润滑剂、液压油及其他常规机械运行用流体中添加剂耗损、污染物积聚及基础油降解的应用。监测污染物包括水、烟尘、乙二醇、燃料及劣质油。通过监测基础油的氧化、硝化和磺化反应作为降解证据，该监测活动旨在根据油品中观察到的故障状况诊断设备运行状态。文中提供了测量与数据解读参数，使不同傅里叶变换红外光谱仪的操作人员能够采用相同技术进行结果比较。

1.2 该方法基于中红外吸收测量的趋势分析与响应分布分析。虽然通过校准生成物理浓度单位是可行的，但在多数情况下并不必要或不切实际。警告或报警限值（即建议或要求对被监测设备采取维护措施的临界点）可通过统计分析、同类设备历史数据、轮换测试或其他方法结合设备性能相关性来确定。这些警告或报警限值可以是用于单次测量对比的固定最大值或最小值，也可以基于响应变化率来设定（**1**）。[2]该实践描述了分布情况，但不排除使用变化率警告和警报。

注1—本实践并非旨在为任何机械设备建立或推荐正常、警示、警告或警戒限值。此类限值应结合机械设备制造商及维护团队的建议与指导来确定。

1.3 本文所展示的光谱与分布曲线仅用于说明目的，不应被解释为代表或确立润滑剂或机械的指导原则。

1.4 该检测方法是一种快速简便的光谱学检测手段，用于在役润滑剂的状态监测。通过测量中红外光谱中可观察到的特性（如水分、油品氧化等，详见1.1章节），可辅助判断机械设备的整体健康状况。该方法生成的红外数据通常需与其他检测手段结合使用。例如，红外光谱无法测定磨损金属含量或其他元素分析指标。本方法不适用于预测润滑剂物理特性（如粘度、总碱值、总酸值等），其设计初衷是用于在役润滑剂的监测，有助于判断设备整体健康状态，但不适用于润滑剂成分分析、润滑性能评估或添加剂配方研究。

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

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在使用前建立适当的安全、健康及环境实践，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。*

[1] 该实践由ASTM委员会D02负责石油产品、液体燃料和润滑剂，由分委员会D02.96.03负责与在用润滑剂相关的 FTIR 测试实践和技巧。

现行版本于2023年5月1日获批。发布于2023年5月。最初于2004年获批。上一版本最后于2018年以E2412-10（2018）编号获批。DOI:10.1520/E2412-23。

[2] 括号内加粗数字指本标准末尾的参考文献列表。

*本标准末尾设有变更摘要章节

版权所有 © ASTM International，地址：100 Barr Harbor Drive，邮政信箱 C700，West Conshohocken，PA 19428-2959，美国

2. 参考文献

2.1 *ASTM标准：*[3]

D445透明与不透明液体运动粘度的测试方法及动态粘度计算

D2896石油产品碱值测定方法电位法高氯酸滴定法

D4057石油及石油产品人工取样操作规程

D4175与石油产品、液体燃料和润滑油有关的术语

D5185用于多元素测定的用过的和未用过的润滑油和基础油的电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）

D6304通过库仑法卡尔费休滴定法测定石油产品、润滑油和添加剂中水分的试验方法

E131分子光谱学相关术语

E168红外定量分析通用技术规范

E1421傅里叶变换中红外光谱仪性能描述与测量的实践：零级和一级测试

E1655红外多变量定量分析

2.2 *ISO标准：*[4]

ISO 13372机器状态监测和诊断—词汇

3. 术语

3.1 *定义：*

3.1.1 本规范中所用术语的定义，参见术语表D4175。

3.1.2 本规范中涉及红外光谱学相关术语的定义，请参阅术语表E131。

3.1.3 *傅里叶变换红外（FT-IR）光谱法，n*—一种红外光谱分析方法，通过获取干涉图，再对干涉图进行傅里叶变换，从而获得振幅-波数（或波长）光谱。 **E131**

3.2 *本标准专用术语定义：*

3.2.1 *状态监测，n*—与操作机器相关的选定物理参数定期或连续地被感知、测量和记录的技术活动领域，其临时目的是减少、分析、比较和显示所获得的数据和信息，其最终目的是利用临时结果支持与机器操作和维护有关的决策（ISO 13372）。

3.2.2 *在用油，n*——*在本规范中所指*，是指在机器处于工作温度至少一小时后存在于机器中的润滑油。

3.2.2.1 *讨论*—在运行至少一小时后对在役油进行取样，可为后续趋势分析提供基准点测量。

3.2.2.2 *讨论*—任何后续添加的润滑剂（例如，补加）可能会改变趋势基线，从而导致错误的结论。

3.2.3 *机械健康，n*—机器子部件、部件或整机运行状态的定性表达，用于传达维护和运行建议或要求，以便继续运行、安排维护或立即采取维护行动。

3.2.4 *新油，n*—在加入机械之前从原制造商包装中取出的油。

3.2.5 *参考油，n*—参见*新油*。

3.2.6 *趋势分析，n*——*本实践应用中*，对测量参数在运行时间内的水平和变化率进行监测（**1**）。

4. 实践总结

4.1 定期从被监测的发动机或设备中采集样本。采集样品的红外吸收光谱，通常覆盖4000 cm^{-1}至550 cm^{-1}范围，其信噪比（S/N）足以测量目标吸收区域。具体数据采集参数因仪器制造商而异，但多数系统可在一分钟内采集出满足常规测量需求的吸收光谱。系统会测量并报告红外光谱中反映目标分子级组分（**1**、**2**）（如水、燃料、防冻液、添加剂、降解物等）的特征。随后可根据监测系统的水平及趋势触发状态警报与报警。

5. 意义与应用

5.1 长期以来，定期采样和分析润滑油一直被用作确定机械整体健康状况的一种手段。原子发射（AE）和原子吸收（AA）光谱常用于磨损金属分析（例如，测试方法D5185）。多项物理性能测试可补充磨损金属分析，并用于提供润滑剂状态信息（例如测试方法D445、D2896和D6304）。通过傅里叶变换红外光谱对润滑剂和液压油进行分子分析，可直接获取目标分子种类信息，包括添加剂、流体分解产物及外部污染物，从而补充磨损金属及其他状态监测计划中使用的分析方法（**1**、**2-6**）。

6. 装置

6.1 *所需组件：*

6.1.1 *傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）*——该仪器配置有光源、分束器及

[3] 如需参考ASTM标准，请访问ASTM网站www.astm.org，或联系ASTM客户服务部service@astm.org。如需*ASTM标准 年度汇编*卷信息，请参考ASTM网站上标准的文件摘要页面。

[4] 可从美国国家标准协会（ANSI）获取，地址：纽约州纽约市西43街25号4楼，邮编10036，http://www.ansi.org。

探测器需充分覆盖4000 cm^{-1}至550 cm^{-1}的中红外范围。目前大多数研究采用室温氘代三甘氨酸硫酸盐（DTGS）探测器、空气冷却源以及溴化钾（Ge/<|br>溴化钾）分束器上的锗涂层系统。覆盖该范围的替代源、分束器和探测器组合虽有市售产品，但尚未针对本实践进行研究。其他探测器可能适用，但需谨慎使用。特别是液氮冷却的碲化镉汞（MCT）探测器已知存在显著非线性。

6.1.2 *红外液体透射采样池*—采样池可由硒化锌（BaF_2）、溴化钾（BaF_2）、溴化钾（BaF_2）或其他合适的窗口材料制成，光程长度为0.1毫米（100 μm），平行（<0.5°方差）的池间隔物。可接受的光程长度范围为0.080毫米至0.120毫米。超出此范围时，可能会出现灵敏度差或数据非线性。对于本文件提供的数据，所使用的细胞为硒化锌、氯化钠或溴化钾，因为测量范围从4000 cm^{-1}到700 cm^{-1}。部分细胞材料信息如下所示。

传输材料	评论	范围，厘米⁻¹
硒化锌	参见6.1.2.1	4000 – 550
溴化钾	易受水损	4000 – 400
氯化钠	易受水损	4000 – 650
氟化钡	铵盐可造成损害	4000 – 850
氟化钙	铵盐可导致损伤	4000 – 1100

应将结果校正至0.100毫米光程长度，以校正细胞路径变异，并通过此方法提高与其他仪器数据的可比性。

6.1.2.1 由于红外光束从空气进入硒化锌窗口时折射率变化较大，因此需要进行条纹抑制以确保结果一致。对于硒化锌电池，条纹抑制可通过电子、光学或机械方式实现。更多说明请参见附录X1。在选择窗材料时需谨慎，以确保所需参数能在该材料的透射区域内测量，并与具体应用兼容；例如，盐窗（溴化钾、氯化钠、氯化钾）可用于且可能无需边缘校正，但易受油中水分污染的损害。Coates和Setti（**3**）指出，油硝化产物可与盐窗反应，沉积化合物可在后续样本中观察到。

6.1.3 *细胞冲洗/清洁溶剂*—用于样本间冲洗细胞以减少残留的理想溶剂，应在目标条件监测区域无明显吸收，并在系统通气时快速干燥。常见石油类及部分合成润滑剂的典型清洗溶剂为技术级轻质脂肪烃，如庚烷或环己烷。特殊合成润滑剂可能需要其他溶剂。关于这些溶剂的使用、储存及处置相关的健康与安全问题，本文不予讨论。应查阅当地法规及材料安全数据表（MSDS）。

6.2 *可选组分：*

6.2.1 *样品抽运系统*—该系统可将样品输送至传输池，完成样品间转移时的池体排空与冲洗操作。目前市面上多款商用泵体、管路及传输池组合可满足此类需求。需特别注意：若油样存放时间过长，可能导致成分不均。

6.2.2 *过滤器*—强烈建议使用颗粒过滤器（例如0.090 mm）捕获大颗粒，以防止使用泵送系统时发生细胞堵塞。如果未使用颗粒过滤器，则应定期对细胞进行反冲洗，以防止堵塞。

6.2.3 *密封样本舱*—系统配置应确保有害、易燃或易爆蒸气无法到达红外线源。

6.2.4 *烃类泄漏报警*—当使用抽样泵系统时，应使用独立的可燃性蒸气传感器和报警系统，以在管路、连接器或传输单元发生泄漏时提醒操作员。当使用泵送系统将样本及清洗溶剂泵入密闭区域时，强烈建议采用该报警系统。

6.2.5 *校准液*—校准液或质控液可根据实际需求进行分析，既可用于实验室内部质控及流程问题排查，也可与其他实验室进行比对。某红外光谱仪制造商曾采用庚烷作为校准样本。校准样本应选用能通过本规范附录所述方法获得稳定检测结果的材料。该质控液的主要作用是验证傅里叶变换红外光谱仪与透射池组合装置的正常运行状态，同时确保相关样品导入及清洁设备的性能达标。

7. 采样与样本处理

7.1 *样本采集*—采样的目的是获得代表全部数量的测试样本。因此，实验室样本应按照实践D4057中的说明进行采集。

7.2 *样品制备*—无需进行样品制备。应摇动或搅拌实验室样品，以确保从瓶中获取具有代表性的样品。

8. 仪器准备

8.1 *光谱采集参数：*

8.1.1 *光谱分辨率*—8 cm^{-1}或更高（数值越低越好）。

8.1.2 *数据点间距分辨率*—4厘米$^{-1}$或更高（数值越低越好）。

8.1.3 *典型范围*—4000 cm^{-1}至550 cm^{-1}（参见6.1.2）。

8.1.4 *光谱格式*—吸光度随波数变化的函数。

8.1.5 *其他光学、电子滤波及干涉图计算参数*—这些参数应遵循制造商建议或根据测量质量要求确定。具体参数设置因仪器品牌而异，但多数傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）可在一分钟内采集有效光谱。

注2—所有需进行趋势分析的样本应采用相同的扫描采集参数。

8.2 *背景收集：*

8.2.1 单光束背景采集（空系统参考扫描并存储于傅里叶变换红外光谱仪上）应频繁进行，以确保大气水蒸气水平及其他环境变化不会显著影响样品检测结果（参见操作规范E1421）。背景校验的频率应根据各实验室条件及采样技术确定；例如，当使用自动进样器时，应在每次运行完成后进行校验。

8.2.2 请注意，改变水蒸气水平将产生最强的影响，因为水蒸气是强红外吸收体。软件中可能包含水蒸气检测功能，用于监测单光束背景光谱中的水蒸气强度。例如，可将叠加在单光束光谱1540 cm^{-1}、1559 cm^{-1}和1652 cm^{-1}处的水蒸气谱带，相对于1609 cm^{-1}至1582 cm^{-1}处基线点的平均值进行测量。可设定可接受的操作限值；例如，由水蒸气叠加在单束背景上所测得的峰值不应超过单束强度的10%。

8.2.3 本方法开发过程中采用的大部分研发工作均使用至少每2小时采集一次的背景数据。具体参数和设置因仪器制造商而异，但大多数傅里叶变换红外光谱仪（FT-IR）应在1分钟内采集到足够的光谱。

8.3 *电池路径长度检查*—需要进行电池路径长度检查以验证电池路径长度的一致性。结果参照6.1.2中提到的0.100毫米。该检查对于水溶性盐电池窗口（例如溴化钾）尤为重要。对于使用固定流动池的系统，该检查可与背景收集同时进行。不同仪器制造商可能采用不同的技术进行电池路径长度检查，这些技术可能需要使用参考或校准液体。附录中讨论了基于条纹的电池路径长度测定方法。应考虑制造商的说明和建议。

9. 操作流程、计算与报告

9.1 *样品导入*—通过手动或自动泵送系统将代表性样品导入红外透射池。多家制造商提供可容纳不同规格油样容器的自动进样器。

9.2 *样品完整性检查*—为确保结果准确一致，需通过检测样品的红外光谱来确认池体是否完全充满，且数据采集过程中穿过的气泡不会影响结果。该流程存在多种自动化计算机化分析方法。基于3000 cm^{-1}至1090 cm^{-1}波数范围内吸光度强度测量的样品完整性检查适用于多种润滑剂类型。具体吸光度强度取决于光谱分辨率和光程长度。所使用的细胞。应考虑制造商的建议和推荐。

9.2.1 石油基润滑剂的最大吸收波长范围为3000 cm^{-1}至2800 cm^{-1}（或透射率值接近0%T）。

9.2.2 酯基润滑剂的最大吸收波长范围为1390 cm^{-1}至1090 cm^{-1}（或透射率值接近0%T）。

9.3 *样品系统清洁与检测流程*—为最大限度减少样品交叉污染或残留污染，可采取两种方式：一是冲洗下一组样品的最小体积，二是通过细胞冲洗挥发性溶剂并进行干燥处理。若进行干燥处理，需检测样品池中残留的前组样品吸光度或洗涤溶剂残留量。该检测采用与前述相同的光谱分析操作流程，最大吸光度强度应在监测区域（即石油基液体中的CH伸缩振动峰）预设阈值以下。对于大多数石油基润滑剂、合成润滑剂及洗涤溶剂，该强度值通常低于0.2吸光度单位。最佳阈值将取决于具体系统配置，因为某些系统设计为将残留油样与洗涤溶剂与下一批样品一同排出。应参考制造商的建议和推荐。

9.4 *数据处理*—所有光谱将以吸光度为单位进行处理，作为波数的函数。计算数据在报告前必须校正至0.100 mm的参考光程长度，以补偿市售比色皿中可见的光程长度变化。任何其他光谱数据处理应在从光谱计算结果之前进行。

9.4.1 光谱数据处理结果可直接从在役油谱中进行趋势分析（直接趋势分析）。光谱数据处理的唯一步骤是将光谱或结果校正至0.100毫米参考路径长度，并根据需要对光谱应用条纹减少算法。

9.4.2 光谱数据处理结果也可通过光谱减法处理获得，该方法需要参考光谱（光谱减法）。在采用光谱减法处理时，需从在役油样光谱中减去相应的新型油样参考光谱，生成差值光谱并进行后续处理。在进行减法操作前，必须将在役油样光谱和新型油样参考光谱均校正至0.100毫米的参考光程长度，并采用1:1的减法系数。减法处理后的光谱数据可进行趋势分析，其处理方式与直接红外趋势分析法采集的数据处理方法类似。

9.4.2.1 最常用的参考样本是新油。若条件允许，新油应与在用油来自同一生产批次和油桶。另一种可能获得更具代表性的参考方法是，在油达到工作温度一小时后取样。

9.4.3 分析后数据处理可采用简单乘数法及其他标度技术；例如，根据维护人员要求使用“数值×100”以方便评估和呈现（参见附录A1）。

9.5 *样品数据的光谱分析*——本方法针对不同润滑剂类型，测量并报告了包含状态监测相关信息的特定光谱区域。新油样参数可作为初始实施润滑剂类型分析流程时的趋势判断基准。附录中的统计分析还提供了具体示例。光谱分析流程的详细说明可参阅本规范的附录部分。

10. 油剂配方的影响

10.1 不同油品配方的差异可能影响附录A1中各项测量结果的报告。例如，图1展示了四种10W-30机油在羰基区域的光谱，该区域用于测量石油润滑油的氧化程度。在此示例中，未使用配方中的含羰基添加剂吸光度差异，导致直接趋势分析测得的氧化结果相差近两倍。

10.2 结果应为：

10.2.1 相对于同配方未使用油的实测值进行解释，或

10.2.2 直接从组件样本历史中趋势化。

10.3 通常不应将不同油配方的检测结果分布曲线合并，除非现场条件监测计划的经验数据能够提供合理依据。

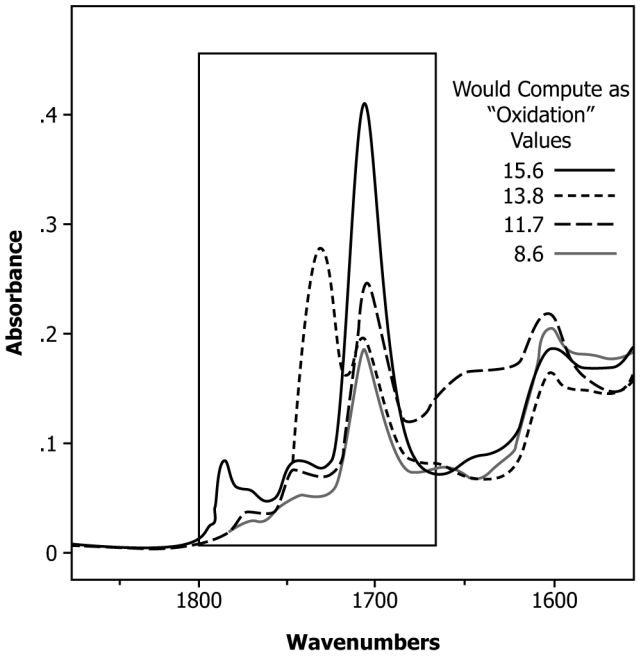


图1 新型油品配方中含羰基组分示例

11. 关键词

11.1 添加剂包装；基础库存降解；状态监测；污染；傅里叶变换红外光谱；FT-IR；燃料；乙二醇；红外线；IR；润滑油；硝化；氧化；石油基极压润滑剂；石油润滑剂；多元醇酯合成润滑剂；烟尘；硫酸盐；趋势分析；水

附录

（强制信息）

A1. 各系统分子参数的测量——直接趋势分析

A1.1 本附录并非旨在涵盖所有润滑剂类型。文中列出了石油润滑剂（如曲轴箱用）、极压石油润滑剂及多元醇酯的测量参数。随着数据的获取，其他润滑剂类型可被纳入本附录。

注A1.1—本规范无意为任何机械或流体建立或推荐正常、警示性、警告性或警戒性限值。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。

A1.2 *石油润滑油（典型柴油发动机）*——柴油机曲轴箱油监测是润滑油状态监测最常见的应用场景之一。这类系统的状态监测主要分为污染物监测（通常包括水、烟尘、燃料油、乙二醇）和油品劣化监测（主要涉及氧化与硝化反应）。虽然硫化劣化产物可能源自润滑油组分分解，但更多情况下是由含硫柴油燃料的副产品所导致。污染物监测主要通过以下方式实现：

汽油发动机同样适用，但应用范围相对有限，因为参与状态监测项目的汽油发动机数量较少。此外，还可监测添加剂包中基于二烷基二硫代磷酸锌（ZDDP）的抗磨成分。曲轴箱发动机最常用的傅里叶变换红外光谱（FT-IR）状态监测参数详见表A1.1，文中还提供了部分光谱测量示例，以指导带区的应用。在这些示例中，如实践E168中所述，优选使用积分波段面积，因为“发现其比峰高测量更准确，因为实际上是对多点数据进行平均。”

A1.2.1 *水：*

1.2.1.1通过测量表A1.1中给出的氢键OH伸缩区，监测柴油曲轴箱润滑油中的水分污染。图A1.1展示了不同水平水分污染的示例。在以下示例中（除烟尘外），红外光谱被下划线标出。

该基线图展示了积分吸光度面积的测量方法，通过可视化示例直观呈现测量过程。在大多数红外光谱仪厂商的软件中，采用计算机辅助技术测量这些波段面积是常规操作。以曲轴箱油中的水分测量为例，图中用阴影标出了3500 cm^{-1}至3150 cm^{-1}波长区间下的曲线下面积，具体展示了上述测量方法的实例。

1.2.1.2*水分干扰*——当柴油机内积碳浓度较高（约10% w/w固体）时，可能影响水分测量结果。但需注意的是，这种干扰现象通常仅在积碳浓度超过限值（即>3%至5% w/w固体）时才会显现。若系统已触发条件限值（积碳），则无论水分含量如何均需立即采取应对措施。由于存在多种红外干扰因素及不同积碳测量方法，精确测定积碳含量（即w/w百分比）存在较大难度。

A1.2.2*烟尘：*

1.2.2.1烟尘负荷从基线偏移2000厘米$^{-1}$处测量，如表A1.1所述。图A1.图2展示了显示低、中、高及极高烟尘负载水平（从1至5递增）的光谱示例。

1.2.2.2*烟尘干扰*—高水位会干扰内燃机曲轴箱中烟尘的测量。然而，这种干扰直到水位达到>5%（50 000 ppm）时才变得显著，水位达到该水平时，无论其他指标如何，润滑油都会立即失效，需要立即采取维护措施。

A1.2.3*氧化、硝化和硫酸化：*

1.2.3.1与前例不同，曲轴箱油中的氧化、硝化和硫酸化分解产物无法通过与纯化标准品直接对比进行量化。这类油品中会产生大量不同的氧化和硝化化合物，并在油液中逐渐积累。图A1.3展示了氧化和硝化产物积累监测的测量区域，而硫酸化区域则在图A1.4中进行了重点标注。

A 1.2.3.2*氧化、硝化和硫酸化*

干扰因素—与烟尘测量类似，过高的水分含量会引发氧化和硝化反应的假阳性结果。但如此高的水分含量会直接导致润滑剂失效。曲轴箱油中过高的乙二醇含量（>5%）可能开始干扰硫化物测量，但同样，这种程度的污染物浓度需要立即采取维护措施。各类添加剂组合（如清洁剂、分散剂、抗氧化剂、过碱添加剂等）也可能在关键监测区域产生显著吸光度。石油基润滑油与大量酯类混合（无论是基础油配方还是添加剂），会在氧化监测区域产生强烈吸光。这类润滑油目前暂不讨论。

A1.2.4*燃料污染：*

1.2.4.1通过测量810 cm^{-1}处的峰值，可指示柴油曲轴箱润滑油中燃料污染的可能性。柴油（图A1.5和图A1.6）及其他燃料的光谱特征见表A1。1已被发现

目前，研究团队正在其他红外测量领域及技术上开展工作。所列测量方法可作为参考依据，但并非唯一基于红外技术的燃料污染检测手段。为确认油品傅里叶变换红外光谱中燃料存在的迹象，可采用独立检测方法，例如粘度变化、闪点或气相色谱法。

A1.2.5*乙二醇防冻液污染：*

1.2.5.1通过测量碳氧伸缩区监测柴油曲轴箱润滑油中的乙二醇污染，如表A1.1所示。乙二醇污染的光谱特征如图A1.6所示。

1.2.5.2乙二醇会干扰水位的准确定量，因为它还含有羟基。然而，反之则不成立，因为乙二醇具有其他用于检测和定量的光谱特征。因此，当乙二醇存在时，虽然可以检测到水，但无法通过傅里叶变换红外光谱法（FT-IR）可靠地定量。由于乙二醇对发动机运行具有重要影响，因此不被视为问题。与燃料类似，乙二醇的存在可通过气相色谱法或比色法检测确认，更常见的是通过钠和硼的元素分析结果加以验证。

A1.3 *极压流体（EP）（通常指石油齿轮油或液压油）：*

A1.3.1 除上述曲轴箱油分析外，齿轮油与液压油的状态监测也得到广泛应用。在这些系统中，最常检测的参数包括水分污染及氧化分解。

石油，见表A1.2。A1.3.2*水：*

1.3.2.1由于水是曲轴箱油中最常见的污染物，因此也是变速箱和液压系统中最常见的污染物。然而，与曲轴箱油不同的是，在这些系统中，水与EP添加剂之间的相互作用改变了红外响应，因此水的测量方式与曲轴箱润滑油不同。图A1.7展示了水的这种不同响应。水污染表现为整个红外光谱的横向基线整体偏移。此处阴影部分表示代表3000 ppm（0.3%）水分的光谱积分区域。虽然该测量值成为EP液体系统中主要的水分指标，但当水分含量极高（超过2%）时，将开始显现与曲轴箱油中相似的氢键OH伸缩振动带。

1.3.2.2*水分干扰*——由于主要水分测量基于积分吸光度且未进行局部基线校正，烟尘、污垢及高浓度红外散射颗粒物会导致水分读数高于预期值。不过，典型变速箱和液压系统中的颗粒物含量通常不足以引起显著的基线偏移或倾斜。若齿轮和液压系统出现此类极端颗粒物水平，应通过磨损金属分析、颗粒计数或其他适用检测手段进行判定。

A1.3.3*氧化：*

1.3.3.1石油EP流体中图A1.8所示的氧化分解测量结果与A1.2.3.2中讨论的石油基曲轴箱流体相同。请注意，虽然图A1.8也显示了硫酸化副产物的增加，但并非所有EP系统都会出现这种效应。

A1.4*合成多元醇酯润滑剂（典型应用：航空衍生燃气轮机）：*

A1.4.1 高性能航空涡轮发动机的运行状态监测技术在军用和民用航空维修领域广泛应用。此外，许多航空衍生型燃气轮机还被用于发电、船舶运输等非航空领域。这些系统中使用的主润滑剂为合成多元醇酯，其产品规格涵盖多种军用标准，同时存在不同型号的商用产品描述和品牌名称。表A1.3详细列出了通过傅里叶变换红外光谱（FT-IR）检测的关键运行状态参数，包括各波段的测量面积及基线点坐标。

A1.4.2*水：*

A 1.4.2.1正如针对曲轴箱油和EP油配方中不同相互作用的红外测量进行了调整一样，多元醇酯也需要不同的水分测量区域。图A1.9展示了用于测定这些体系中水分污染的积分曲线下面积，其中标注了添加1000 ppm水分的样品测量结果。需要注意的是，这些体系中的水分会呈现为宽泛的频带，类似于曲轴箱油中观察到的水分现象，但其最强响应出现在比曲轴箱油更高的频率（多元醇酯对应约3700 cm^{-1}至3600 cm^{-1}，而曲轴箱油对应3500 cm^{-1}至3150 cm^{-1}）。

A 1.4.2.2*水干扰*—在水测定中发现的最显著干扰是多元醇酯润滑剂分解I的干扰（参见A1.4.3）。在润滑剂严重降解的条件下，该条带将开始重叠并贡献于综合水测量区域。然而，如下文图A1.10所示，这种效应仅在润滑剂已经严重降解时才会出现，这决定了无论实际水位如何，都必须对降解进行维护。

A1.4.3*酯基原料分解：*

1.4.3.1由于多元醇酯与石油基润滑剂属于不同的化学体系，多元醇酯润滑剂的降解会产生不同的分解产物。酯基润滑剂中最常见的降解途径是酯转化为有机酸和醇。

A 1.4.3.2*酯基原料分解 I*—生成的多元醇酯降解产物首先在3595 cm^{-1}和3500 cm^{-1}之间出现，该测量值在表A1.3中被记录为酯基原料分解 I 并以高亮显示图A1.10。由于该区域与水测量区域密切相关，因此在3595 cm^{-1}处设置的局部单点基线可对低水平积水进行校正（图A1.10）。

A 1.4.3.3*酯基基础油分解II区*——除了分解区I外，与传统OH伸缩（以曲轴箱油中的水测量）相关的第二个区域也会随着润滑剂的分解而增加。酯基基础油分解II区也被监测为多元醇酯润滑剂的降解指标。分解II区在图A1.10中也进行了标注。

1.4.3.4*酯基基础库存分解干扰*—如上文A1.4.2.2所述，当基础库存分解过多时会影响水测量结果，类似现象也出现在润滑剂分解测量中。水位过高可能导致润滑剂分解读数高于实际水平。然而，如此程度的水位将导致

无论实际磨损程度如何，均需使用润滑剂。A

1.4.4*抗磨部件：*

1.4.4.1虽然曲轴箱油和多元醇酯润滑剂中使用的抗磨化合物通常是不同的种类，但两种油中最常用的化合物都具有磷酸酯官能团。基于此，研究发现用于监测 ZDDP 含量及变化趋势的测量区域同样适用于磷酸三甲酯（TCP）的监测。图A1.11展示了不同浓度TCP掺入多元醇酯润滑剂后的变化情况。如前所述，当有纯品或制备标准品时，可以建立测量参数的校准曲线。但实际操作中无需进行校准，因为润滑剂状态监测仅需可靠且可重复的测量数据。此外，傅里叶变换红外光谱（FT-IR）测量结果与物理参数之间的相关性分析并非必要。

A1.4.5*燃料污染：*

1.4.5.1通过测量810 cm^{-1}处的峰值来监测多元醇酯润滑剂中的燃料污染，如第A1.2.4节所述。

A1.4.6*其他液体污染：*

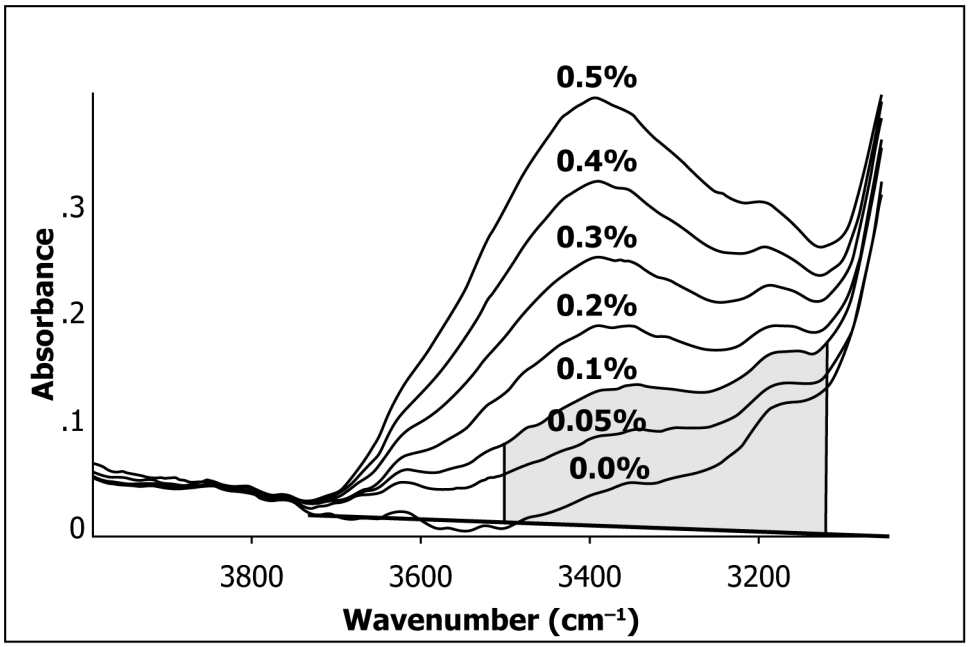
1.4.6.1除了燃料污染外，异物油和液压油也可能污染润滑油（例如，被石油基液体污染的多元醇酯）。在大多数情况下，只要确定存在异物油，就足以采取适当的维护措施。潜在污染物种类繁多，这意味着可能需要采用同样多样化的测量方法。此外，可能还需要多种频率分布，但此处未予说明。表A1.3中列出的测量区域，展示了用于检测石油类油品、磷酸酯油或聚α烯烃（PAO）/二酯混合油污染多元醇酯油的检测方法。图A1.12则展示了被聚α烯烃（PAO）/二酯混合油污染的多元醇酯油示例。

表A1.1 石油润滑剂（如曲轴箱）状态监测参数—直接趋势分析

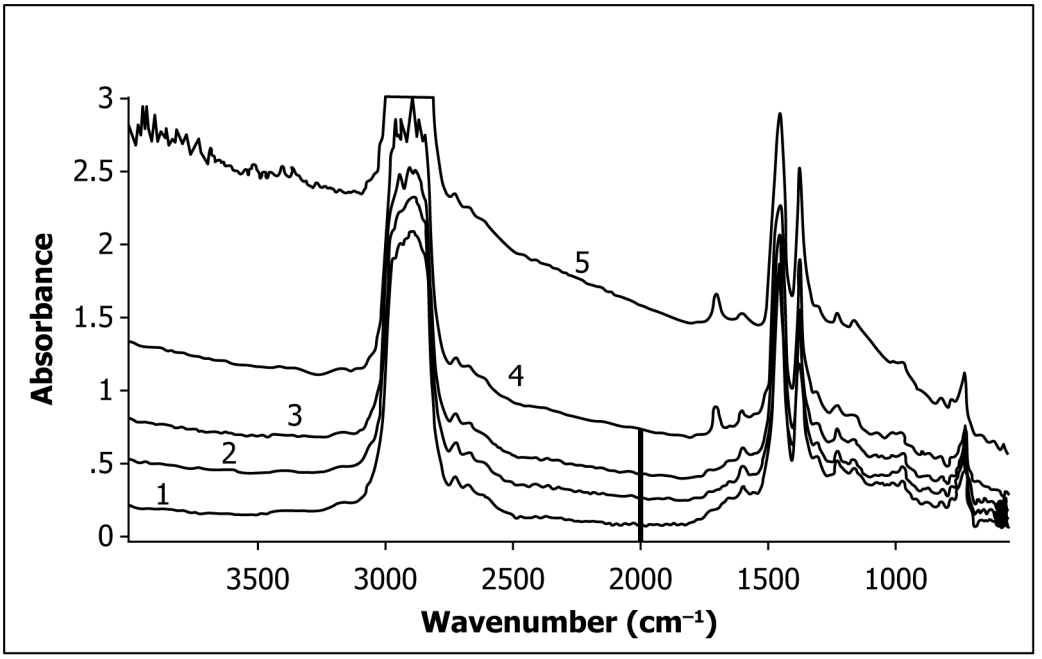
组件	测量面积，cm^{-1}	基线点(s)，$厘米^{-1}$	报告[A]
水	3500至3150区	最低值为4000至3680和2200至1900	按实测值报告数值
煤烟装载	2000处吸光度强度	没有一个	数值×100
氧化	1800至1670区	最低值2200至1900及650至550	按实测值报告数值
硝化	1650至1600年	最低值2200至1900及650至550	按实测值报告数值
抗磨部件（磷酸盐类，通常为 ZDDP）	区域1025至960	最低值2200至1900及650至550	按实测值报告数值
汽油	755区至745区	最低值为780至760及750至730	按实测值报告数值
柴油机（JP-5、JP-8）[B]	815区至805区	最低值835至825及805至795	（值 + 2）× 100
硫酸盐副产物	1180至1120区	最低值2200至1900及650至550	按实测值报告数值
乙二醇冷却剂	区域1100至1030	最低值为1130至1100及1030至1010	按实测值报告数值

[A]报告值以吸光度/0.1 mm表示（参见6.1.2）。

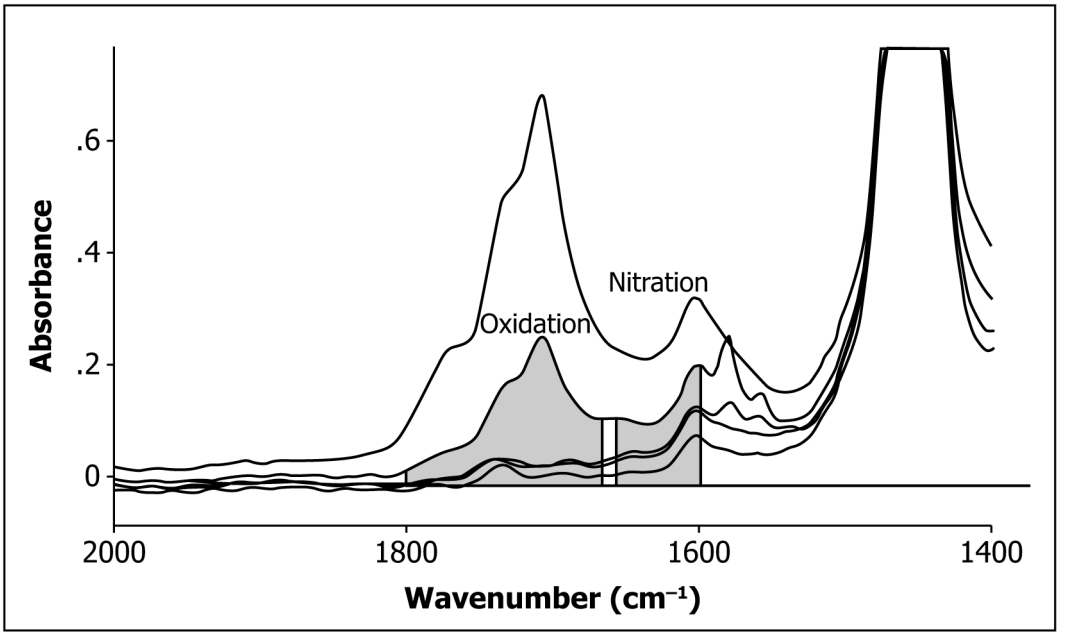
[B]研究发现柴油等燃料的光谱特征存在差异。目前其他红外测量领域及技术的研究工作正在推进。所列测量方法可作为参考依据，但并非唯一基于红外技术的燃料污染检测手段。建议通过检测可疑燃料来源来验证指示吸收带的存在。



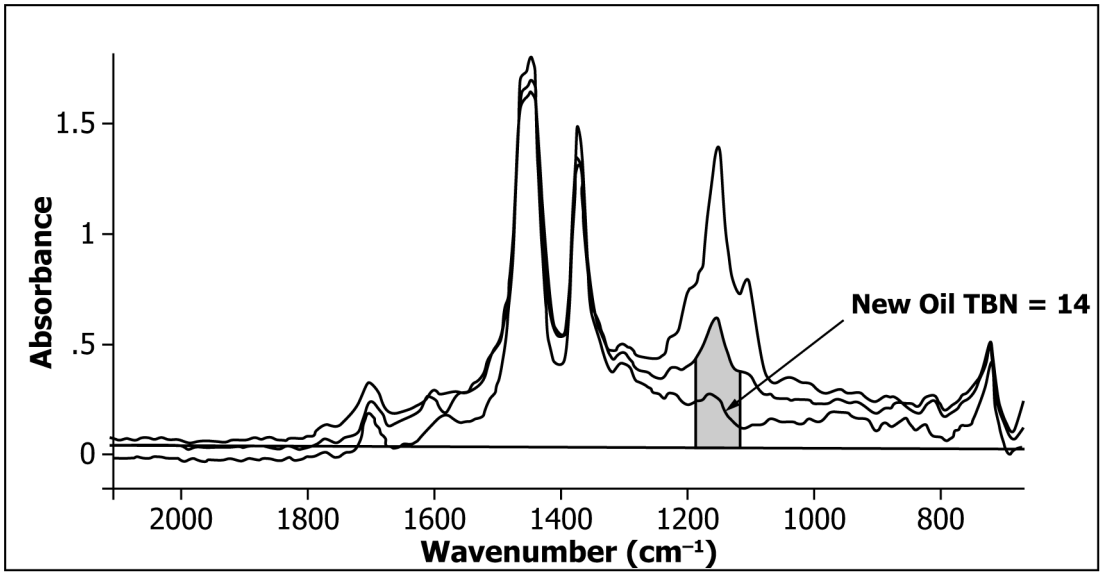
图A1.1 曲轴箱油中水分综合测量区域示例



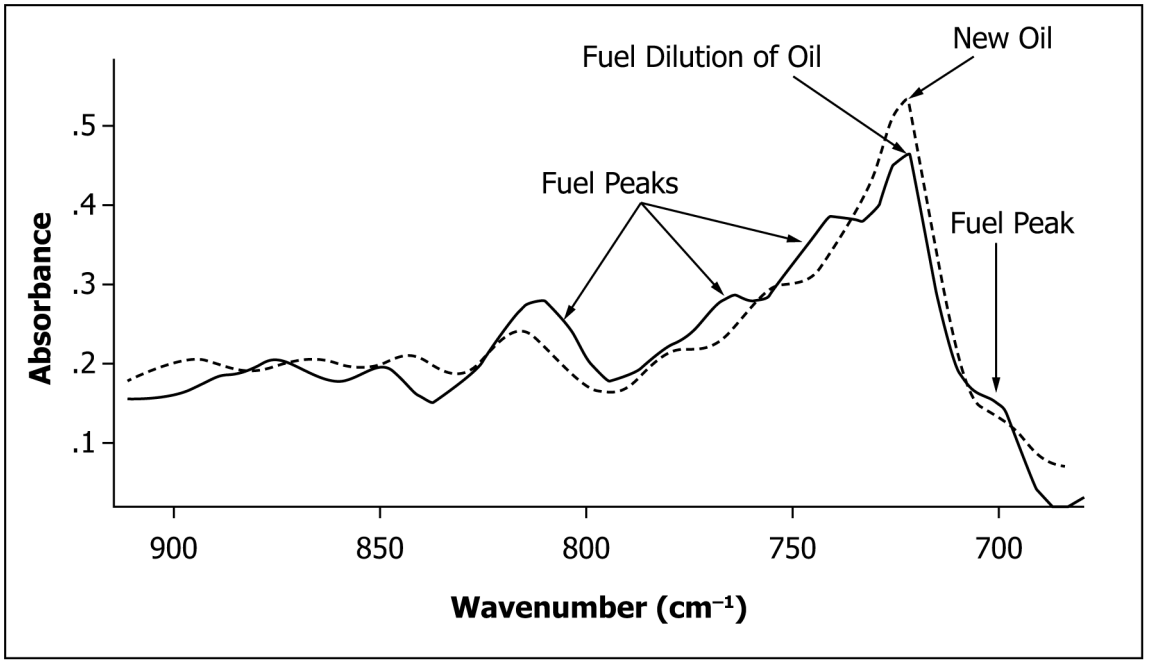
图A1.2 柴油曲轴箱油中的烟尘测量



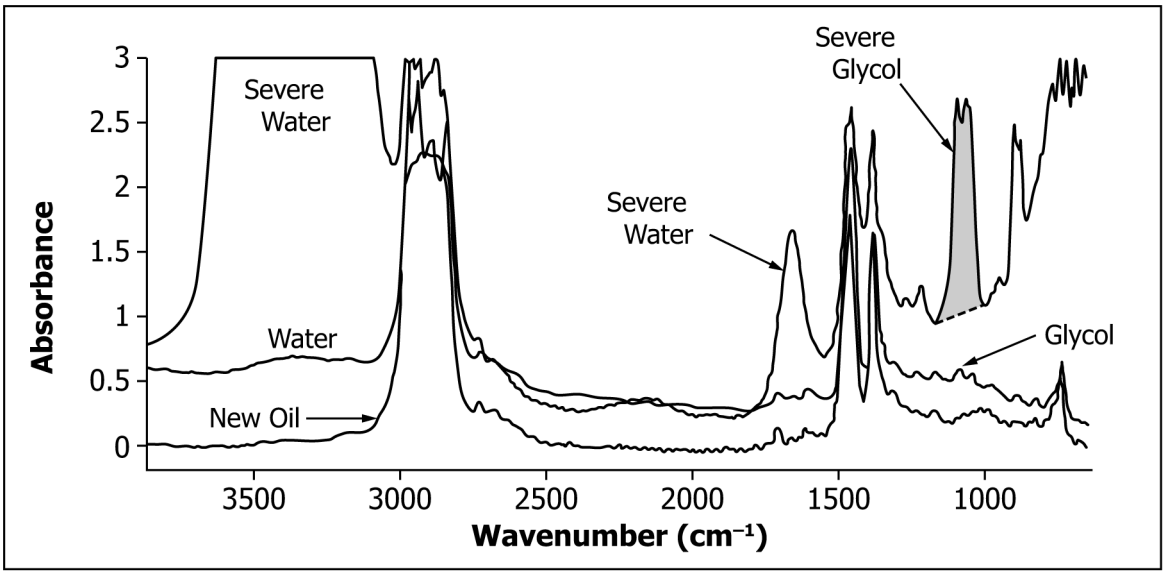
图A1.3 曲轴箱油氧化与硝化程度测定



图A1.4 曲轴箱油中硫酸化程度测定



图A1.5 曲轴箱油中的燃油测量

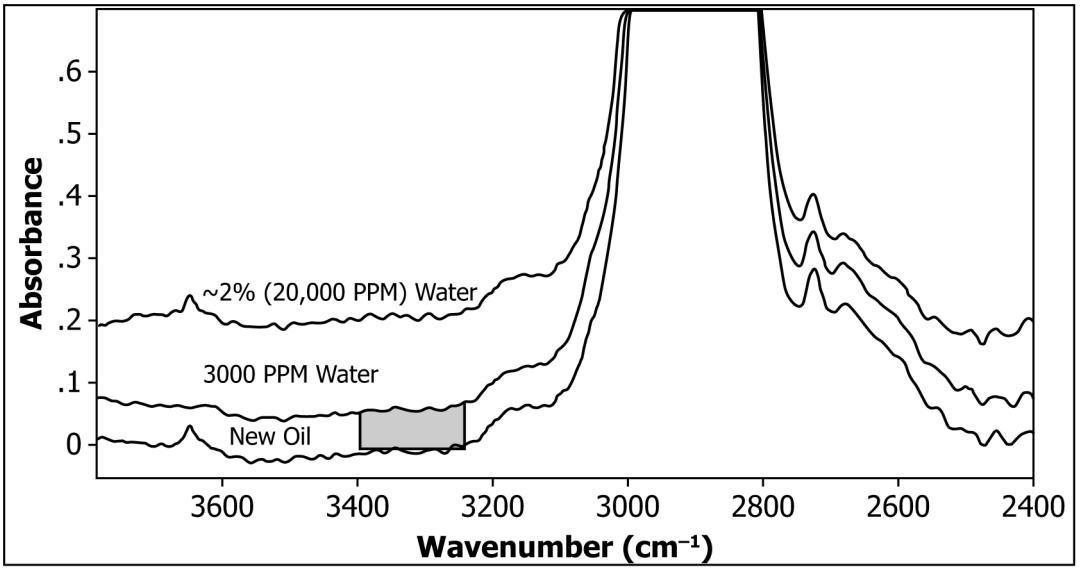


图A1.6 柴油机机油中乙二醇污染度测定

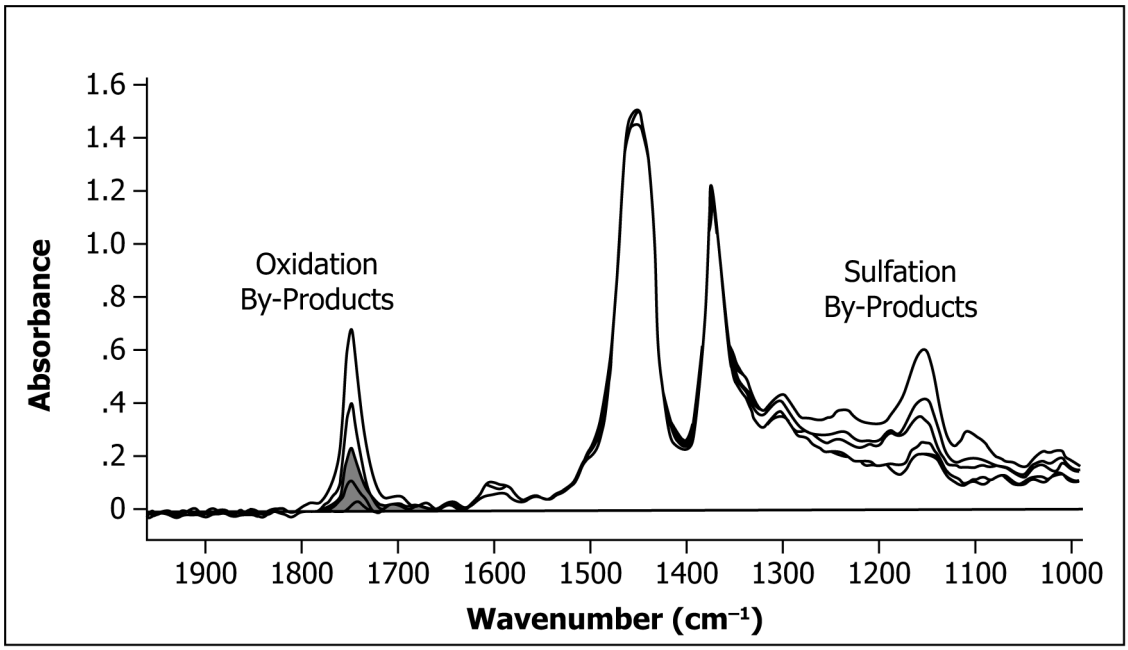
表A1.2 石油基EP流体状态监测参数—直接趋势分析

组件	测量面积，cm^{-1}	基线点(s)，$厘米^{-1}$	报告[A]
水氧化	3400至3250区	无基线	值 × 20
	1800至1670区	最低值2200至1800及650至550	按实测值报告数值

[A]报告值以吸光度/0.1 mm表示（参见6.1.2）。



图A1.7 EP流体中的水污染测量



图A1.8 EP流体中的氧化测量

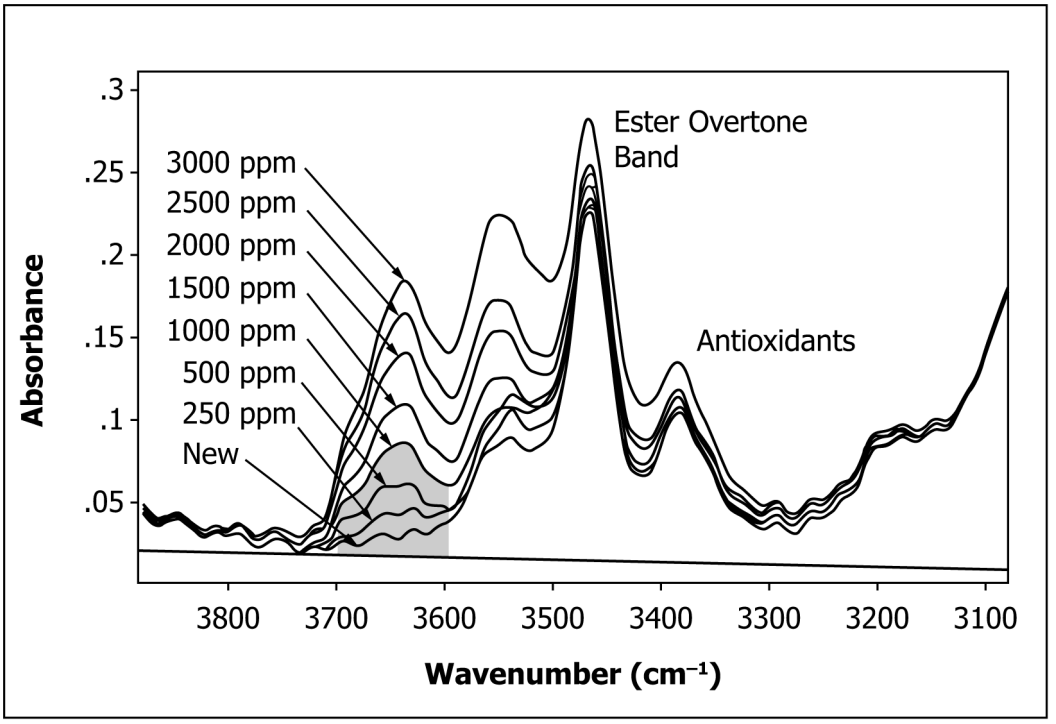
表A1.3 二醇酯流体状态监测参数—直接趋势分析

组件	测量面积 -1 厘米	基线点(s)，厘米-1	报告[A]
水	3700至3595区	最低值为3950至3770，以及2200至1900	数值×10
酯基-股分解I	3595至3500区	3595点单点	数值×10
酯基-股破 II	3330至3150区	最低值为3950至3770，以及2200至1900	数值×10
抗磨部件（通常为TCP）	区域1025至960	最低值2200至1900及650至550	按实测值报告数值
燃料（JP-4、JP-5、JP-8）[B]	815区至805区	最低值 835 至 825 以及805至795	（值+2）×100
多元醇酯合成物中的其他污染物 （例如：石油润滑剂与液压油）	1425至1390和1090至1030摄氏度	没有一个	按实测值报告数值

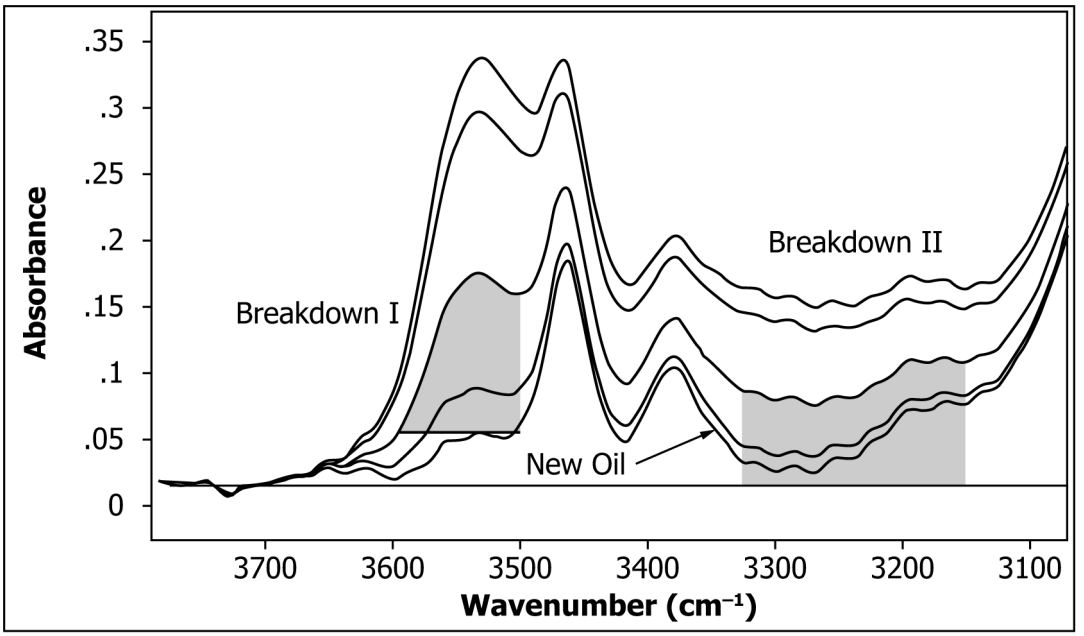
[A]报告值以吸光度/0.1 mm表示（参见6.1.2）。

[B]已发现上述燃料的光谱特性存在差异。目前其他红外测量领域及技术的研究工作正在进行中。所列测量值可作为参考依据，但并非唯一基于红外的燃料污染检测方法。建议通过检查可疑燃料源来验证指示吸收带的存在。

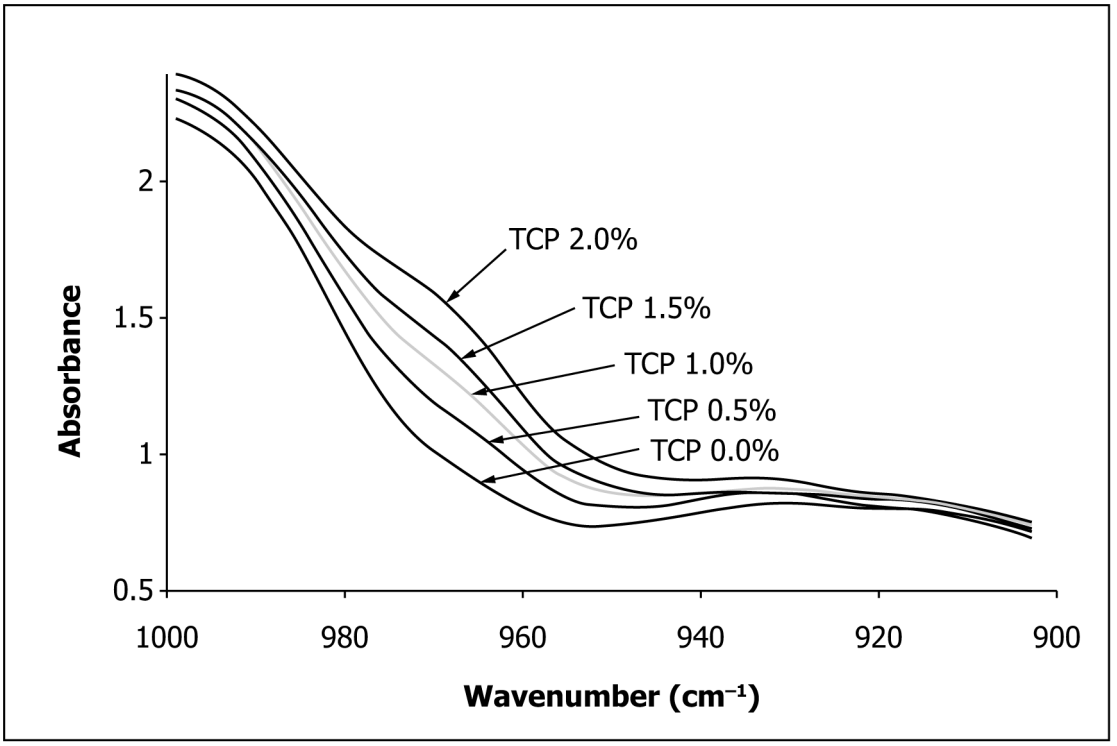
[C] 也可使用替代的多变量技术，如PCR、PLS和因子分析，如实践E1655中所述。



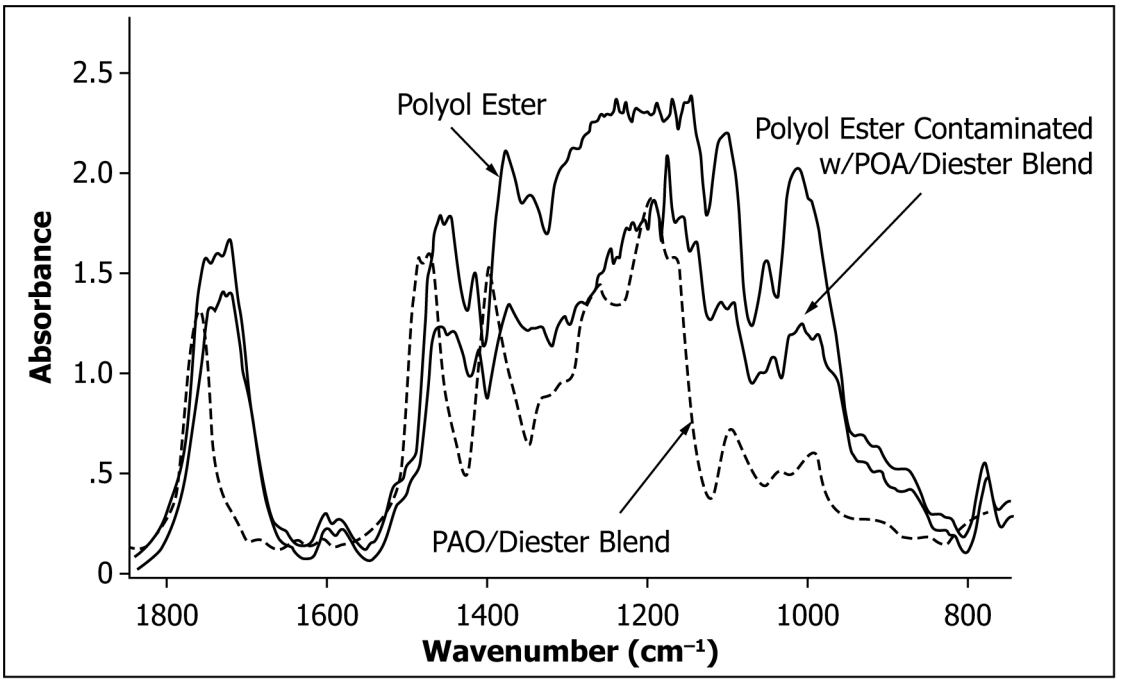
图A1.9 二醇酯润滑剂中的水污染测量



图A1.10 二醇酯润滑剂中酯基基础油的分解测量



图A1.11 聚醚润滑剂抗磨性能（TCP）测试



图A1.12 聚醚多元醇酯润滑剂被PAO/二酯油污染

A2. 各系统分子参数的测量——光谱减法

A2.1 本附录并非旨在讨论所有润滑剂类型。文中列出了石油润滑剂的测量参数。随着数据的获取，其他润滑剂类型可被添加至本附录中。

注A2.1—本规范无意为任何机械设备或流体建立或推荐正常、警示、警告或警戒限值。此类限值应结合机械设备制造商及维护团队的建议与指导来确定。

A2.1.1 不应采用通过光谱库检索最佳参考减法选择的方法。该方法会产生错误结果，尤其对于防冻液、燃油和水而言。若油品类型未知，建议选择润滑剂类型并保持一致使用。若无法获取合适的参考油品，则不应执行光谱减法。

A2.2 *石油基曲轴箱润滑油*——如附录A1所述，曲轴箱油的状况监测分为污染物监测和降解监测。光谱减法的分析参数与直接趋势分析法基本一致，但不同实验室在具体操作中会存在细微差异。这些方法在趋势分析中同样适用，但数值结果会有所不同。因此，不同应用场景需采用统一的分析方案。表A2.1列举了从在役油与新油差值光谱中提取数据的具体参数示例，本节后续内容将详细说明各项参数的使用方法。请务必仔细查阅表A2.1的脚注说明。

A2.2.1 *水污染：*

2.2.1.1水在红外波段具有两个特征吸收峰（3400 cm^{-1}和1640 cm^{-1}），这使得在约 0.05% 至 0.1% 重量水平上实现检测成为可能。虽然其灵敏度不及某些其他技术，但已达到曲轴箱中水分开始产生问题的水平。水的检测通过一个宽泛的特征峰实现，该特征峰以

-1

约3400 cm，这是由氢键羟基（-OH）基团的伸缩振动引起的。水的测量方法如图A2.1所示，采用3700 cm^{-1}的单点基线和3428 cm^{-1}的峰高。或者，水的最大值也可以相对于从3740 cm^{-1}到3120 cm^{-1}的两点基线进行测量。图中所示的浓度值为重量百分比（wt%）水。

2.2.1.2 *校准*—校准通常在0.05%至0.5%（重量百分比）范围内进行，但最高可达到1.0%（重量百分比）的水含量。超过此范围后，当通过红外光谱等光学测量技术检测润滑油中的水分时，其行为将呈现显著非线性特征。水标准品需通过向干油中加水的方式现场配制，且应确保新鲜配制并及时分析。为获得有效结果，必须充分混合——建议采用超声波处理或机械振荡至少15分钟。严禁使用塑料容器。

A 2.2.1.3 *干扰因素*——乙二醇会干扰水位的准确测量，因其含有羟基基团。但反过来说则不然，因为乙二醇具有其他用于检测和定量的光谱特征。因此当存在乙二醇时，虽然能检测到水的存在，但无法通过傅里叶变换红外光谱（FT-IR）可靠地进行定量。这并不构成问题，因为乙二醇的存在对发动机运行具有更重要的影响。

A2.2.2 *烟尘颗粒：*

2.2.2.1悬浮烟尘是燃料不完全燃烧产生的产物。虽然在柴油机中通常仅需考虑该现象，但其他燃油系统中可能提示化油器或喷油器存在故障。尽管烟尘在红外光谱中没有特定的吸收频率，但由于光的吸收和散射作用，会导致光谱基线发生偏移。由于1950 cm^{-1}波段区域内没有其他光谱特征，因此如图A2.2所示，该区域被用于评估样品中的烟尘含量。

A 2.2.2.2对于烟尘的情况，基线吸收率是在扣除参考油之前测量的。由于获得的烟尘吸收率是光谱基线倾斜程度的度量，如果在光路中不放置传输池的情况下进行背景测量，则应对数据进行校正以考虑传输池对基线倾斜的贡献。在硒化锌池的情况下，该值可能相当显著，如图中所示，当池中装有清洁油时，其值约为0.2吸收单位。由烟尘引起的基线偏移受烟尘含量和有效粒径的影响。有效粒径由燃烧系统的性质和油中的分散剂决定。这一事实使得直接评估或校准烟尘数量变得困难，因此必须与目标发动机和润滑油建立将烟尘量与红外吸收率值相关联的因素。

A2.2.3 *氧化（羰基氧化产物）：*

2.2.3.1以1730 cm^{-1}为中心的宽峰特征是由于油中含羰基的降解产物的存在所致。这些物质已被鉴定为内酯、酯类、醛类、酮类、羧酸及羧酸盐。该特征如图A2.3所示。羰基氧化测量的基线（称为氧化）设定在1950 cm^{-1}处，并确定1800 cm^{-1}至1650 cm^{-1}区间内的最大峰高。另一种方法是，部分实验室会测量最接近1709 cm^{-1}的峰相对于

-1

单点基线位于1900厘米处。

2.2.3.2对于酯基合成油而言，可将测量范围调整至1710 cm^{-1}至1660 cm^{-1}区间，以避开酯基油的显著羰基特征。峰宽的产生源于材料种类的多样性。随着油品及使用条件的变化，最大强度点会相应改变。当油品在发动机中运行时间增加时，其峰高随之上升的现象，对于测定与硫化值（TAN）和粘度相关的劣化程度具有重要意义。

A2.2.4*氮氧化物产物：*

2.2.4.1 1630 cm^{-1}处的尖锐特征是氮氧化物固定到油中的结果，如图A2.3所示。导致该特征的物质是硝酸酯。氮氧化物特征的测量通过选择1650 cm^{-1}至1610 cm^{-1}范围内的最大峰强度进行，基线单点设在1950 cm^{-1}或1900 cm^{-1}。

2.2.4.2由于金属皂类产品在同一区域内可能产生干扰，部分研究者更倾向于将尖锐特征作为宽泛基础特征的肩部来测量，以此作为硝化反应的更准确指标。氮固定产物的形成在汽油机、天然气发动机以及采用废气再循环技术的某些柴油系统中最为显著。

A2.2.5*硫氧化产物：*

2.2.5.1另一个宽谱特征，中心位于1150 cm^{-1}，如图A2所示。3，是硫酸盐化合物以及与氧化产物（羧酸盐）重叠的结果。基线点设为1950 cm^{-1}。

2.2.5.2硫酸盐物质是柴油燃料燃烧或汽油/天然气发动机基础油及添加剂中硫氧化所产生。该指标是过碱化添加剂消耗量的特异性测量方法，与发动机油的TBN测定直接相关。

A2.2.6*磷酸盐抗磨添加剂耗竭：*

2.2.6.1监测磷酸盐抗磨添加剂（通常为二烷基二硫代磷酸锌）的消耗情况，可有效识别异常磨损或极端工况。这类添加剂的消耗会在润滑油氧化加速前完成，因此其消耗趋势能有效预示润滑油的剩余使用寿命。该成分在差示光谱中表现为负峰，因为新油中的添加剂浓度通常高于使用中的油液。在此情况下，最大负峰位于1020 cm^{-1}至930 cm^{-1}范围内，基线点位于同一范围内，作为
如图A2.3所示。

A2.2.7*燃料残留物：*

2.2.7.1如前所述，无论采用何种方法，燃料残留物或原料燃料的检测都极具挑战性。燃料与基础油的主要区别在于分子量、沸程以及芳香物质的相对含量。燃料具有较低的沸程和较高的芳香物质比例。传统检测方法如气相色谱法或闪点法主要利用较低的沸程特性，而红外检测技术则通过分析芳香物质含量来判断燃料的存在。

2.2.7.2由817 cm^{-1}至804 cm^{-1}范围内芳香族谱带引起的光谱特征被用于此目的。该范围内的峰面积如图A2.4所示。该图显示随着风化柴油燃料的重量百分比增加，峰面积也随之增加。在某些情况下，尤其是冬季柴油燃料，燃料残留物的峰值比图A2.4所示的更宽。基线点的范围可以更宽，以获得更好的灵敏度，尽管这导致选择性降低。

2.2.7.3测量精度会受到校准仪器所用标准材料及发动机曲轴箱内燃油蒸发程度的显著影响。因此，校准系统时应使用风化燃油，且燃油校准需基于当地获取的燃料样本。此外，如前所述，必须正确匹配新油基准值。基油芳香烃含量的变化是导致基准值不匹配误差的主要因素。

2.2.7.4柴油的校准通常按重量百分比2%至10%进行，汽油则按重量百分比1%至10%进行。使用风化燃料作为标准材料。制备典型风化燃料的工艺流程可能有所不同，但以下步骤可作为参考指南：将柴油加热至约107℃并保持30分钟，此时燃料体积会减少约5%。汽油则需在低温下加热至蒸发量达到原体积的40%。（**警告—**制备过程中需格外谨慎，避免引发火灾或接触有害蒸气。）

2.2.7.5汽油污染检测比柴油污染检测问题更少，因为汽油的相对芳香烃含量更高。汽油定量检测采用734 cm^{-1}至721 cm^{-1}范围内的峰面积进行校准。

2.2.7.6可采用独立检测方法（如粘度变化、闪点或气相色谱法）来确认油品FT-IR光谱中燃料存在的迹象。

A2.2.8*乙二醇污染：*

2.2.8.1该污染物在红外光谱中具有特征吸收峰，使其在约0.1%水平下可被检测。虽然这种方法不如其他一些技术灵敏，但其灵敏度足以检测曲轴箱中这些污染物存在的问题。乙二醇具有与水相同的宽泛羟基（-OH）特征峰，位于3400 cm^{-1}处。然而，如图A2.5所示，乙二醇在880 cm^{-1}、1040 cm^{-1}和1080 cm^{-1}附近还具有其他可区分水的特征峰。

2.2.8.2由于883 cm^{-1}处的峰高不受1040 cm^{-1}和1080 cm^{-1}处谱带干扰的影响程度相同，因此采用以917 cm^{-1}为单点基线的883 cm^{-1}处峰高来定量乙二醇。通过观察图A2.5可发现这一效应，该图显示右侧肩部存在一个较大的硫酸盐谱带及乙二醇峰。尽管1040 cm^{-1}和1080 cm^{-1}处的峰高大于880 cm^{-1}处的峰高，但在其他油分解产物存在的情况下，难以对其进行准确测量。相反，1040 cm^{-1}和1080 cm^{-1}处的峰用于确认乙二醇的存在。

2.2.8.3实际上，可以使用二阶导数光谱来确定这些峰的正确位置，并使用吸光度强度限来触发是否出现乙二醇。图A2.5显示了乙二醇在浓度从0.05%到0.8%（重量百分比）范围内时，乙二醇谱带的强度增加情况。

2.2.8.4*干扰项*—甘醇会干扰水位的定量，但反之则不会

因此，当存在乙二醇时，无法通过傅里叶变换红外光谱（FT-IR）测量可靠地定量水分。由于乙二醇对发动机运行具有重要影响，这一问题并不被视为关键。与燃料类似，乙二醇的存在可通过气相色谱法或比色试验进行确认，更常见的是通过钠和硼的元素分析结果加以验证。

2.2.8.5乙二醇标准品的配制浓度范围为0.1%至0.5%（重量百分比），需使用乙二醇防冻液与水按50:50比例混合。计算时应以实际添加的乙二醇防冻液量为准，而非混合液总量。乙二醇标准品需新鲜配制并进行检测。为确保结果有效，必须充分混合。建议采用超声波处理或机械振荡至少15分钟的混合方式。切勿使用塑料容器。

A2.2.9*数据报告*—由于所含材料的性质，前文光谱扣除部分讨论的组分的红外光谱测定值以不同方式报告。某些组分未进行校准，包括氧化、硝化、硫酸化、烟尘和磷酸盐抗磨添加剂。其他组分已进行校准，包括柴油、汽油、水和乙二醇。校准程序的建议包括在附录A2的前几节中。

2.2.9.1氧化、硝化和硫酸化组分未以浓度值形式报告，因为形成多种不同化学化合物，这些化合物共同导致了测量吸光度。由于未形成单一产物，缺乏标准物质来生成将吸光度与浓度相关联所需的校准曲线。与样品厚度相关的吸光度值报告中使用的单位为每0.1毫米吸光度（abs/0.1 mm），该单位与在服役油品差示光谱中观察到的峰值强度直接相关。这些组分的信息在趋势分析中最为有用。

2.2.9.2形成烟尘的碳颗粒不会引起局部吸收。相反，由于光散射和吸收，可观察到光谱基线的偏移。该偏移量的大小由烟尘的粒径及其浓度决定。观测到的粒径受发动机类型和润滑油影响。报告了每0.1毫米的吸光度值（abs/0.1 mm）。

2.2.9.3磷酸盐抗磨添加剂（通常为曲轴箱油中的多种二烷基二硫代磷酸锌形式）的吸光度值（单位：吸光度/0.1毫米）与上述氧化组分相同。但该抗磨添加剂的数值为负值，因为在实际使用后的油样差示光谱中，由于添加剂相对于原始参考油的消耗，其峰值呈现负值。

2.2.9.4燃料、水、乙二醇和汽油的含量均以重量百分比形式报告，数据来源于标准品校准结果。需注意的是，针对柴油和汽油制定的校准标准可能无法准确反映全球特定地区的实际使用情况。因此，这些成分应采用当地生成的风化燃料标准品进行校准。由于制备和分析标准品存在困难，水和乙二醇不宜在本地进行常规校准。

A 2.2.9.实际操作中，针对未校准组分的吸光度值，通常采用监测其在发动机内部随时间变化的增加趋势。通过绘制吸光度随时间变化的曲线图或表格，可据此判断何时需要更换润滑油。

表A2.1 石油曲轴箱润滑油状态监测参数——光谱减法法

组件	测量（厘米-1）	基线（厘米-1）	报告 单位	脚注
水 - A	3428时高度	3700点1点	重量百分比（校正法）	9
水 - B	最大值接近3400	2点：3120、3740	校准法（A/cm或重量百分比、体积百分比）	1, 2, 3, 9
烟尘——A	1950年身高	无基线	Abs/0.1 mm	4
烟灰 - B	2000、1950或1900波长处的吸光度	无基线	A/cm或重量百分比（校准方法）	5, 9
氧化 - A	最大高度 1800 至 1660	1分：1950	Abs/0.1 mm	6
氧化-B	峰值1709，范围1685-1725	1分：1900	埃/厘米	
硝化	最大高度 1650 至 1610	1950年1点	Abs/0.1 mm	7
磷酸盐抗磨剂	最小高度 1020至930（负峰高）	2点1020和930	Abs/0.1 mm	8
汽油	734区至721区	2.734和721	重量百分比（校正法）	9, 10
柴油	817区至804区 验证峰： 883区至864区	2点817和804验证峰值： 883至864	重量百分比（校正法）	9, 10
硫酸化	1150时的身高	1950年1点	Abs/0.1 mm	
乙二醇	883时高度 验证峰： 最大热值 1098 至 1069 最大热值 1050 至 1030	901验证峰处1个点： 最小值 1110 至 1098 最小值 1063 至 1051 Min 1029至1023	重量百分比（校正法）	1, 9, 11, 12

如第9.4.2节所述，除烟尘外的所有组分均需先进行光谱扣除，随后在4000 cm^{-1}至650 cm^{-1}范围内进行倾斜校正。对于烟尘，需遵循表A2.1中的具体建议。完成烟尘计算后，进行扣除操作，并在4000至650 cm范围内应用光谱倾斜校正。

注1—水和乙二醇的校准方法是通过使用水或乙二醇的标准制剂在适当的废油基质中开发的。

注2—峰值最大值可通过二阶导数谱轻松识别。

注3—水的测量值可根据乙二醇含量进行调整。

注4—烟尘值根据未扣除的样品光谱计算得出。

注5—烟尘量根据扣除光谱计算得出，未进行倾斜校正。

注6—含二酯基础油的润滑剂混合物氧化区域可调节至1710至1660。

注7—建议采用硝化法替代方法以消除金属皂的贡献，其特征为1630处出现峰，基线最小值范围为1655至1640及1620至1595。

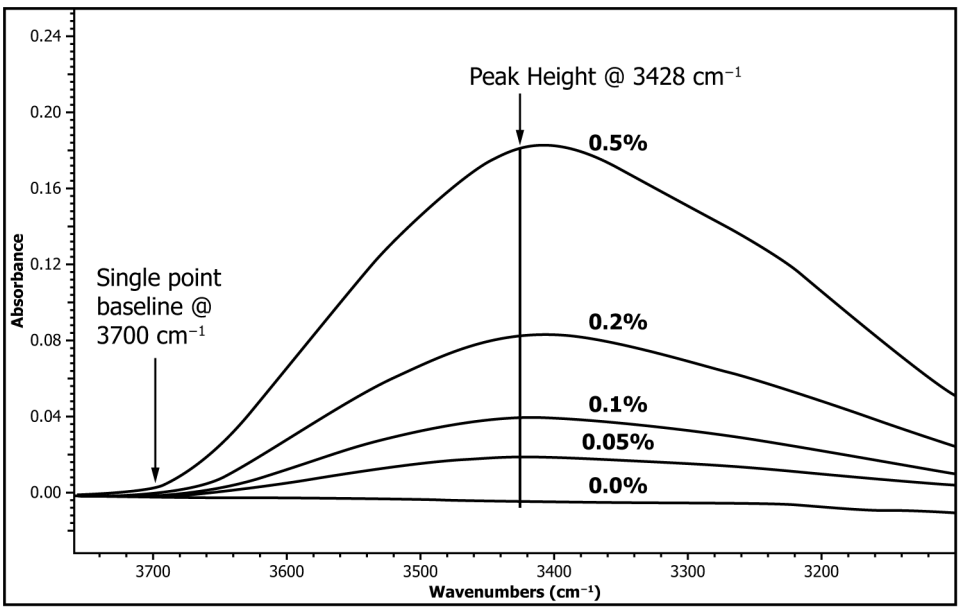
注8—磷酸盐抗磨剂表现为负峰高值，因其相较于新油具有添加剂消耗特性。

注9—校准方法基于标准线性回归模型。

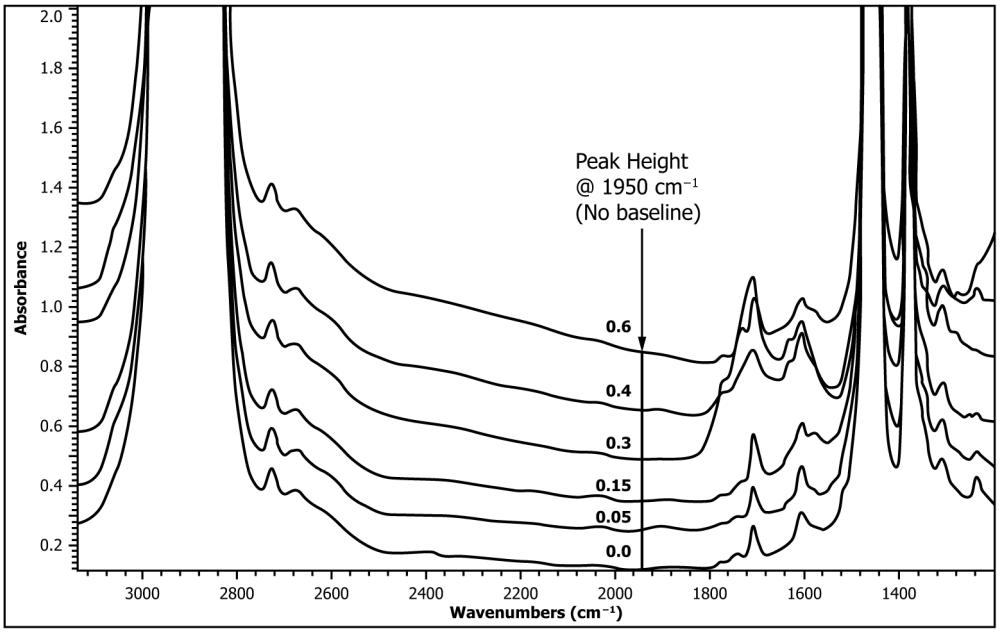
注10—燃料校准基于风化燃料，需根据当地燃料差异进行调整。

注11—基于50:50乙二醇:水混合物的乙二醇校准。

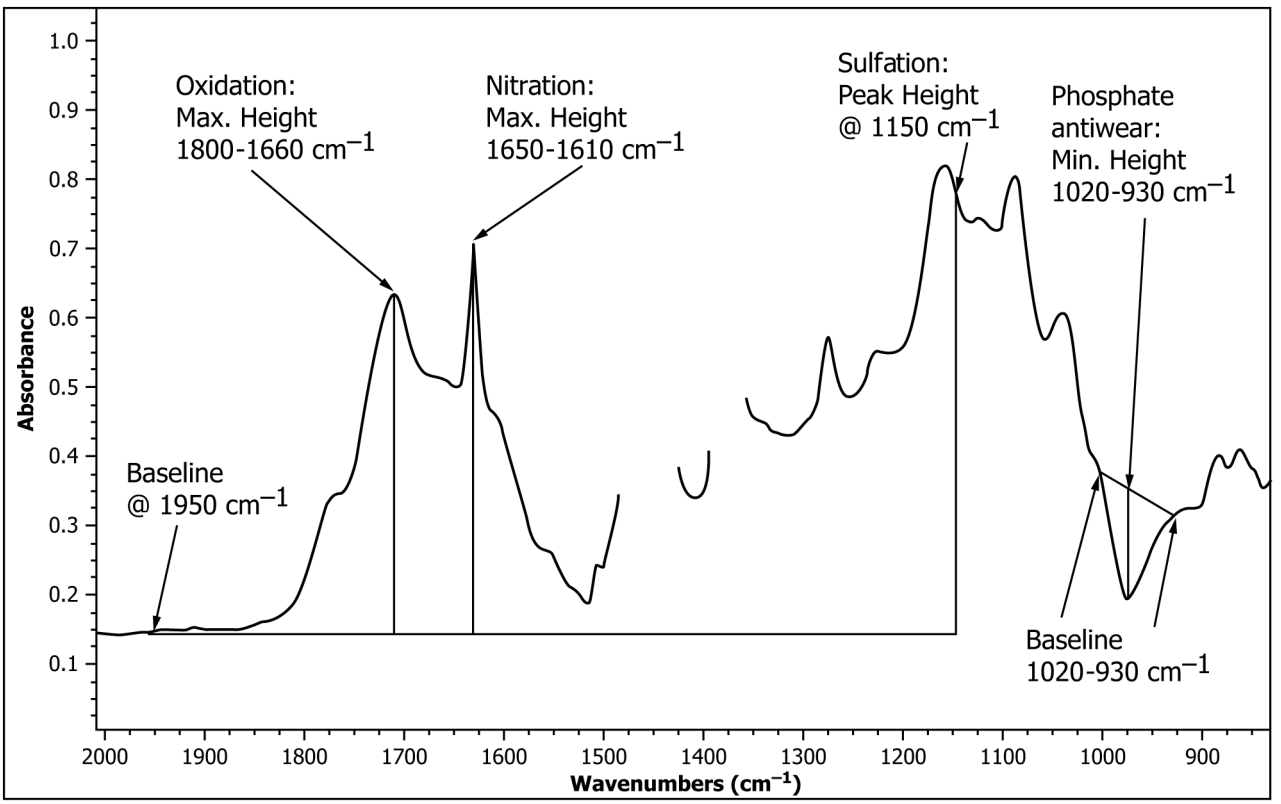
注12—乙二醇验证峰位的最佳推导方法可采用二阶导数谱图。



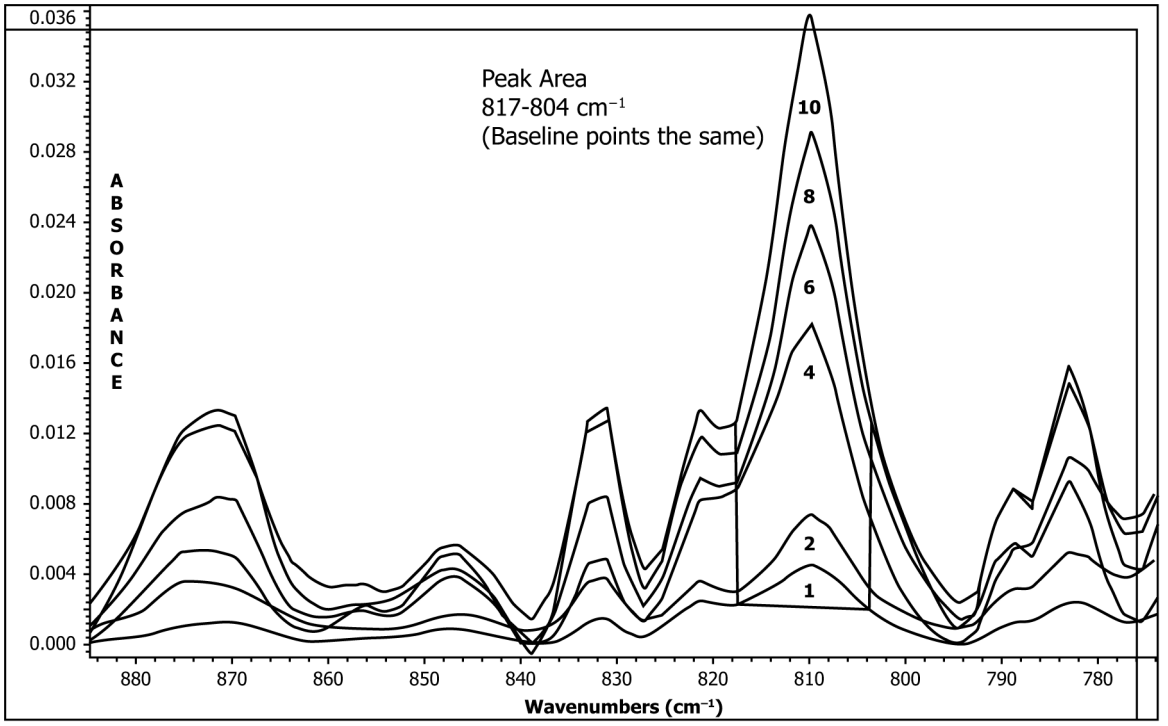
图A2.1 石油曲轴箱润滑油水质分析区域



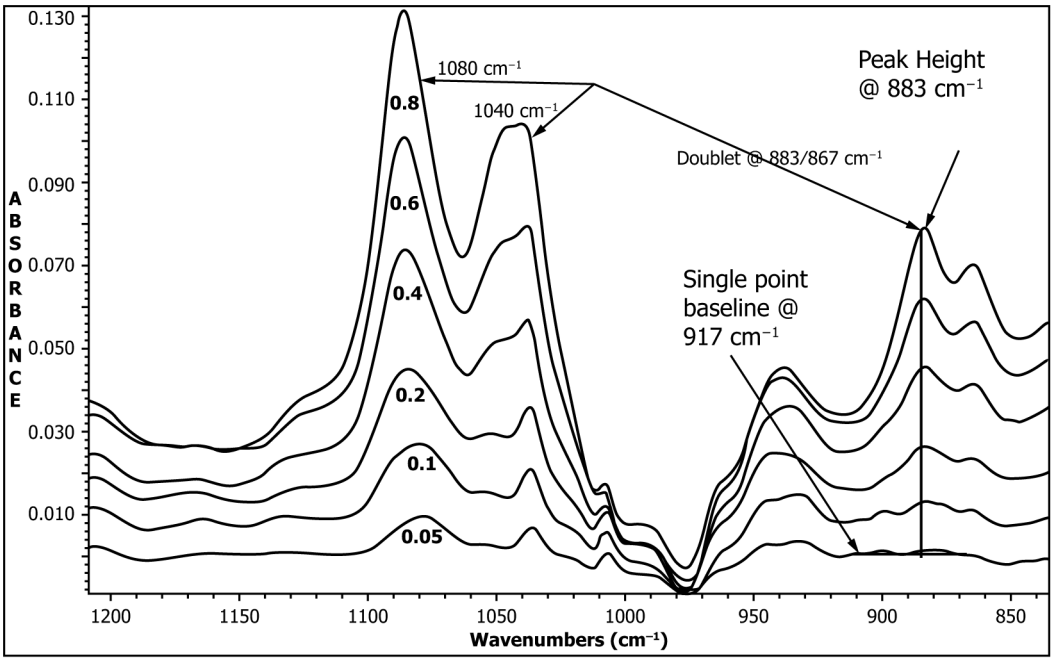
图A2.2 石油曲轴箱润滑油烟尘分析区域



图A2.3 氧化、硝化、硫酸化及磷酸盐抗磨添加剂分析区域



图A2.4 石油曲轴箱润滑油柴油燃料分析区域



图A2.5 石油曲轴箱润滑油的二醇分析区域

A3. 分布曲线与统计分析

A3.1 通过对足够大规模机械设备的历史数据进行统计分析，可以探索状态监测测试数据与设备故障模式之间的潜在关联。这类统计分析是制定状态监测测试报警限值的重要工具。关于分布特征分析与报警限值确定的详细讨论已超出本规范的范畴，本附录仅对相关用户进行分布特征分析的概述性说明。更详细的说明可参考文献**1**。

A3.2*频率分布图——直方图：*

A3.2.1 分布图是状态监测数据分析中常用的统计工具。该图横坐标表示测试数据结果，纵坐标表示特定结果在测试样本中的出现频率。图A3.1展示了典型分布图示例。本例数据来源于1910种柴油机油的测试样本，横坐标代表硝化反应综合结果。垂直柱状图用于表示测试结果位于两个横坐标值之间的油品数量。例如，最高柱状图表明约410个硝化值介于7 A/cm至8 A/cm之间。

A3.2.2 为从状态监测测试数据的统计分析中开发可靠的报警限，数据必须近似正态分布。直方图应大致呈钟形外观，且无多峰特征。图A3.1中的直方图显示近似正态分布。

A3.2.3 当FT-IR结果仅限于非负值，且分布的中位数接近零时，该分布将不会呈现正态分布（例如参见图A3.2）。虽然仍可计算均值和标准差，但用户应验证基于这些统计数据的报警限值是否能准确描述实际分布。例如，仅有约5%的数值应超过均值加两个标准差。

A3.2.4 多模态分布（图A3.3）与宽平分布（图A3.4) 不应用于统计分析。这两个示例均表明存在同一数据的多重来源、正常数据与故障数据比例过低或测量精度不足。

A3.3*采样注意事项：*

A3.3.1 统计分析所用数据应包含至少一种同类机器的历史记录大修周期。样本量应至少包含数百个结果以进行有意义的统计分析。若机器样本量非常大，则可能仅需一个大修周期即可满足需求。

A3.3.2 除非分析结果另有说明，应将不同机型及采用不同油品配方的设备检测结果分开分析。即使油底壳尺寸或金属成分不同的设备，也应先分别进行分析。若初步分析显示所有测试参数的限值相近，则可考虑合并结果。

A3.3.3 随机抽样未必能获得正态分布的结果。在大修周期内进行的连续抽样更可能产生正态分布的结果。

A3.3.4 所分析的群体必须包含所有与石油相关的失效模式示例，且需具有典型的失效率。若包含的失效模式示例过多，分布范围可能过宽，计算得出的限值可能过高；反之，若失效模式代表性不足，分布范围可能过窄，计算得出的限值可能过低。

A3.4*临时报警限值计算*——状态监测程序中使用的具体计算和限值是在机械制造商和维护小组的建议和指导下建立的。以下仅作为示例提供。

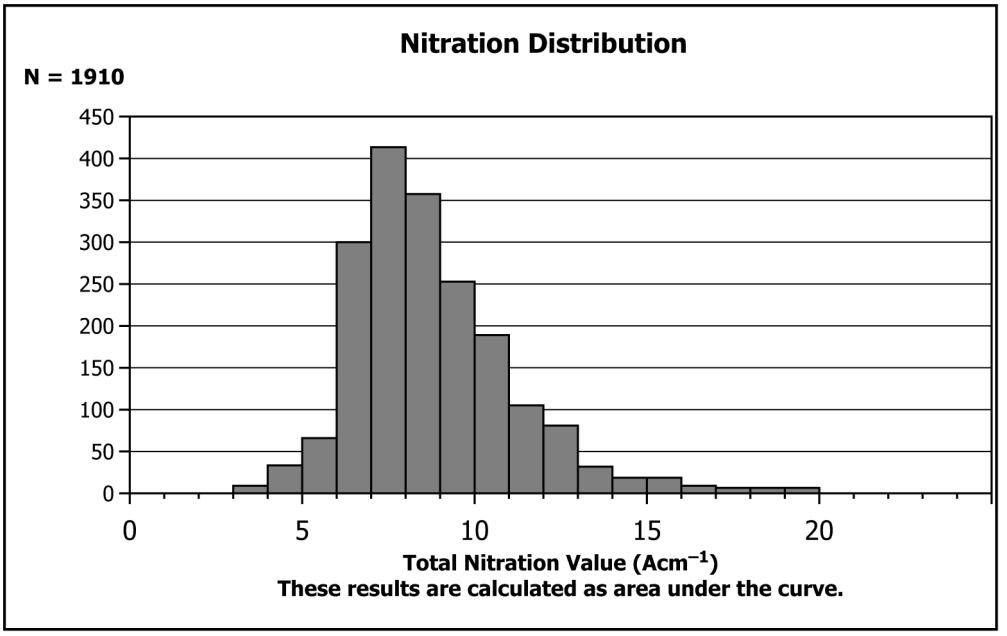
A3.4.1 用户需先建立测试等级与警报等级的分类体系。通常采用警告或提示等级作为潜在问题的早期预警，警报等级则用于提示需立即采取纠正措施。可增设更多等级，但会增加系统复杂度。

A3.4.2 将油品检测结果数据绘制为直方图，并标注与油品相关故障对应的数据。验证频率分布近似服从正态分布。

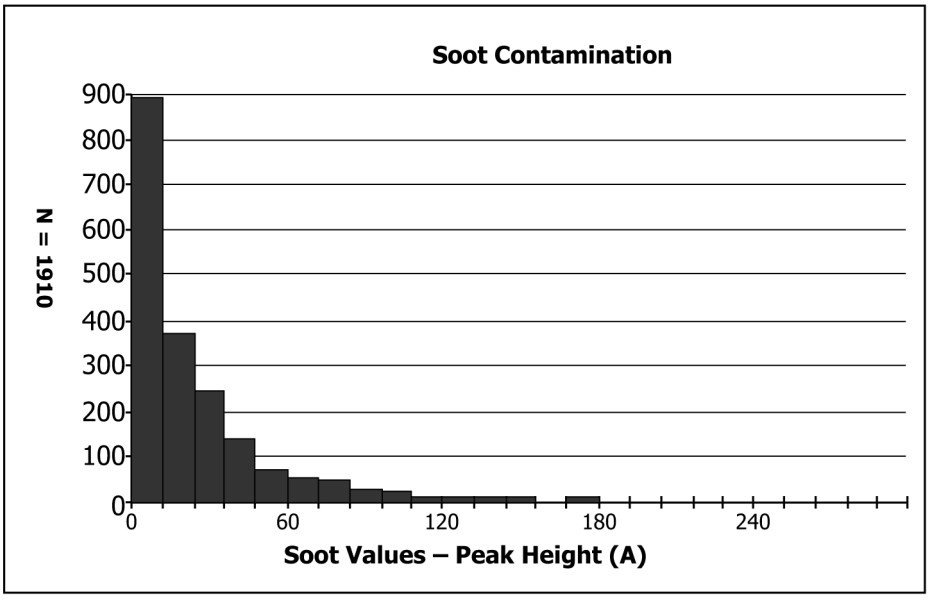
A3.4.3 根据油样测试结果的平均值和标准差计算暂定限值。

3.4.3.1计算暂定警报（警告）限值为平均值加两个标准差。这假设测试结果的数值随时间增加。对于数值随时间减少的结果，限值为平均值减去相应数量的标准差。

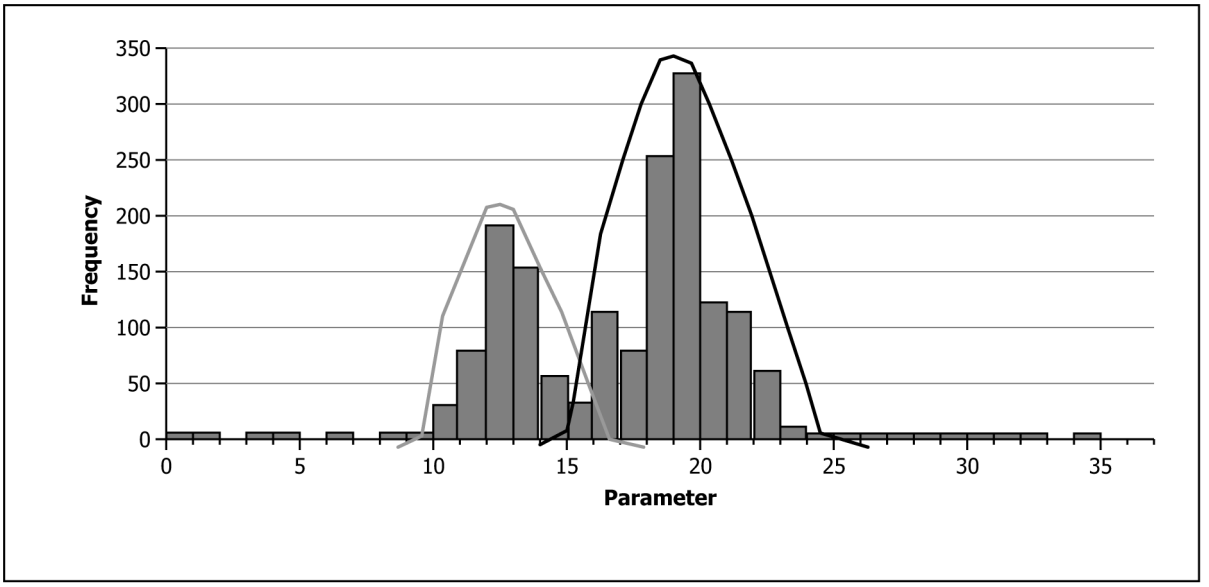
3.4.3.2计算暂定报警限值为平均值加四倍标准差。



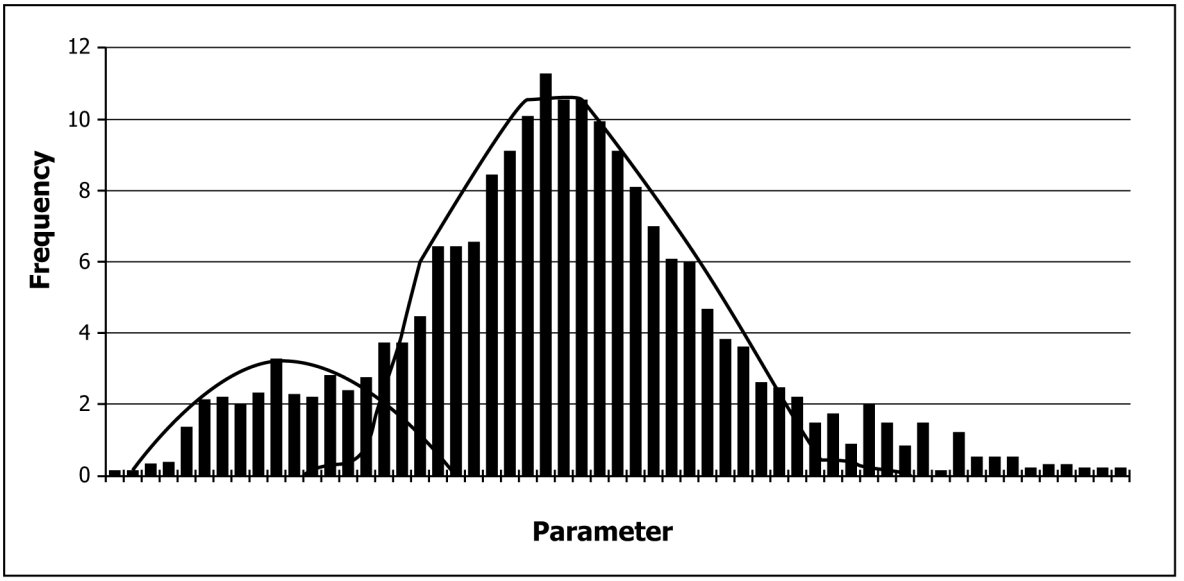
图A3.1 ~1900柴油机机油硝化值测量分布



图A3.2 约1900台柴油机烟尘排放测量数据分布



图A3.3 多模态分布示例



图A3.4 宽幅扁平分布示例

附录

（非强制性信息）

X1. 红外液体透射样品池中的边缘效应

X1.1 当光线从一种材料进入另一种材料时，由于遇到折射率的变化，其传播速度会发生改变。此外，除非折射率完全匹配，否则光线通过界面的透射率会低于100%，因为会产生部分反射。如果光线穿过薄膜材料（如薄聚合物片），则会遇到两个可能发生反射的界面。这种情况下，部分光线会光线穿过第二表面后，部分光线在薄膜两侧发生反射。此外，从第二表面反射的部分光线会再次被第一表面反射，随后沿原路径继续传播。这种多次内部反射的效应导致辐射在薄膜内的传播路径长度增加，最终透射光的相位相对于原始光束发生了延迟。这导致两束光发生干涉

（微弱地）相互干扰。这种干扰具有波长依赖性，其结果表现为在波数坐标系中绘制的光谱上叠加了一个规则的正弦波基线。

X1.2 当使用液体透射池时，也会观察到这种效应，因为两个窗口之间的空气间隙会产生与上述聚合物薄膜相同的干涉效应。这种光学效应可用于测量空池的厚度，无论是通过光谱条纹还是通过干涉图中观察到的相位延迟（参见实践E168）。在使用盐窗口的情况下，当油被引入池中时，条纹图案会变得非常微弱，因为盐窗口的折射率与油样品的折射率相对接近。因此，条纹图案基本上从光谱中消失了。在使用硒化锌窗口的情况下，当油被引入池中时通常仍能观察到显著的条纹图案，因为硒化锌的折射率远高于油样。如果使用空细胞来创建背景光谱，或者当使用具有完全平行窗口的硒化锌细胞来收集样品光谱时，这些条纹会出现在油的吸光光谱中。可以使用条纹减少技术来避免这个问题。一种常用的方法是在空细胞记录的干涉图中定位次级（相位延迟）中心峰，并通过计算机操作将其移除。转换后的单光束光谱仅显示极少量的条纹。其他基于计算机拟合和移除吸光光谱中规则正弦波模式的技术，例如使用具有抗反射涂层的细胞窗口，或略微“楔形化”细胞窗口（<0.5°方差），也被用于减少光谱中观察到的条纹效应。

参考文献

(1) Toms，L. A. 和 Toms，A. M.《*机械油分析：方法、自动化与效益*》，第3版， STLE，2008年。

(2) 卢卡斯，M.与安德森，D.合著的《实验室用油分析方法》，收录于E.布瑟主编的*CRC/ STLE 摩擦学数据手册*，CRC出版社1997年出版。

(3) 科茨，J. 和塞蒂，L.“红外光谱作为监测石油降解的工具”，*润滑剂氧化的各个方面，ASTM技术出版物916*，ASTM，1986年，第57-78页。

(4) 加里，M.，“FT-IR油品分析结果的应用性解读以改进预测性维护计划”，*会议论文集 1992年国际联合石油分析计划状态监测会议*，JOAP - TSC，1992年，第233-254页。

(5) Powell，J.与Compton，D.合著的《基于碳氢化合物的发动机油监测自动化 FTIR 光谱技术》，发表于《*润滑工程*》1993年3月第49卷第3期，第233-239页。

(6) Toms，A. 和 Powell，J.，《通过傅里叶变换红外光谱技术对润滑剂的分子分析》，*P/PM 技术*，10 卷，第 4 期，1997 年 8 月，第 58–64 页。

(7) Muster，D.，《机器状态监测与诊断：一个迈向标准化的新兴跨学科领域》，收录于*Condition Monitoring '94*（1994年），Jones，M. 主编，Pineridge Press出版，第3-17页。

变更摘要

D02.96分委会已确定自上一版本（E2412-10（2018））以来可能影响本标准应用的选定变更位置。（2023年5月1日批准）

(1) 在第2和3节中添加了术语D4175。

ASTM国际对本标准提及的任何项目所主张的专利权有效性不持立场。特此明确告知本标准使用者：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。

本标准可由相关技术委员会随时修订，且须每五年进行一次审查。若未及时修订，将面临重新批准或废止。诚邀您就本标准修订或新增标准提出意见，意见请寄至ASTM国际总部。相关意见将在技术委员会会议上认真审议，您可参与会议。若认为意见未获充分重视，可向ASTM标准委员会（地址见下文）反映诉求。

本标准由ASTM国际公司版权所有，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、传真610-832-9555、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申请授权，地址：马萨诸塞州丹弗斯市罗斯伍德大道222号，邮编01923，电话：（978）646-2600；访问http://www.copyright.com/。