本国际标准是根据《关于标准化原则的决定》中确立的国际公认标准化原则制定的。制定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。

编号：D7414-18

标准测试方法
基于趋势分析的在用石油及烃基润滑剂氧化状态监测傅里叶变换红外光谱（FT-IR）Spectrometry[1]

本标准采用固定编号D7414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复审年份。上标ε(e)表示自上次修订或复审以来的编辑变更。

1. 范围*

1.1 本试验方法适用于在役石油基和烃基润滑油（如柴油机曲轴箱油、发动机油、液压油、齿轮油及压缩机油）的氧化监测，同时也适用于其他易氧化的润滑油类型。

1.2 本测试方法采用傅里叶变换红外光谱（FT-IR）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氧化产物的生成情况。石油基和烃基润滑油会与空气中的氧气发生反应，生成多种不同化学物质，包括醛类、酮类、酯类和羧酸类。该测试方法设计为一种快速简便的光谱检测手段，通过测量润滑油中的氧化程度，帮助诊断机械设备的运行状态，从而实现对在役石油基和烃基润滑油氧化过程的监测。

1.3 在D7418《石油产品氧化性能试验方法》中，对在役油品和润滑油样品氧化性能的FT-IR光谱数据的采集进行了描述。 该方法中，对直接趋势分析和差分（光谱减法）趋势分析两种氧化性能测量方法的测量参数和数据判读参数进行了介绍。

1.4本测试方法基于在役石油及烃基润滑剂氧化过程中光谱变化的趋势。警告或报警限值可基于单次测量的固定最小值设定，或根据响应值的变化率设定，参见参考文献(1)。[2]

1.4.1 直接趋势分析时，数值直接记录于吸收光谱中，并以每0.1毫米光程吸光度为单位进行报告。

1.4.2 差分趋势分析时，数值取自差分光谱（即通过从服役油吸收光谱中减去参考油吸收光谱获得的光谱），单位为每0.1毫米光程100吸光度（或等效的每百分米吸光度单位）。

1.4.3 无论何种情况，维护行动限值均需通过统计分析、同类设备历史数据、轮换测试或其他方法，并结合氧化变化与设备性能的相关性来确定。

注1—本测试方法无意为任何机械设备建立或推荐正常限值、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 本试验方法适用于石油及烃类基础润滑油，不适用于酯类基础油（包括多元醇酯或磷酸酯）。

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

1.6.1例外情况——波数的单位为cm^{-1}。

1.7 本标准不声称涵盖其使用过程中可能涉及的所有安全问题（如有）。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。

1.8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《国际标准制定原则、指南和建议》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：[3]

本测试方法由ASTMD02委员会（石油产品、液体燃料及润滑剂）管辖，具体由其下属的D02.96.03小组委员会（FTIR 测试实践与技术相关）直接负责。

在用润滑剂

现行版本于2018年1月1日批准。2018年3月发布。最初于2009年批准。上一版本最后批准于2009年，编号D7414-09。DOI:10.1520/D7414-18。

2 括号内加粗数字指代本标准末尾的参考文献列表。

如需 [3]For ASTM标准，请访问ASTM官方网站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

D445 透明和不透明液体运动粘度的测定方法（及动态粘度的计算）
D664 电位滴定法测定石油产品酸值的试验方法
D974 酸碱度比色测试方法
指示剂滴定
D2896 石油产品碱值测定方法
通过电位法测定的甲酸滴定法
D4739 电位法盐酸滴定法测定碱度的试验方法
D5185 多元素测定方法
已使用与未使用润滑油及基础油的分类
电感耦合等离子体原子发射光谱仪
etry (ICP-AES)
D6304 石油产品、润滑油及添加剂中水分测定方法
卡尔费休比色滴定法
D7412 基于傅里叶变换趋势分析的在用石油及碳氢基润滑剂中磷酸盐抗磨添加剂状态监测方法
变换红外光谱法
D7415 通过傅里叶变换趋势分析法对在用石油及烃基润滑剂中硫酸盐副产物进行状态监测的测试方法
红外光谱法
D7418在役油用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 精度与偏倚术语使用规范
ASTM测试方法
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——本测试方法中涉及的红外光谱学相关术语定义，参见术语E131。关于在役油液状态监测相关术语的定义，参见实践D7418。

3.2 机械健康（Machinery Health）——用于描述机器子部件、部件或整机运行状态的定性表述，通过传达维护与操作建议或要求，以确保持续运行、安排维护或立即采取维护措施。

4. 测试方法概述

4.1 本试验方法采用傅里叶变换红外光谱（FT-IR）技术监测在役石油及烃基润滑剂的氧化程度。根据D7418标准中直接趋势分析或差异趋势分析的实验方案，采集在役油样的FT-IR光谱，并通过本文所述的峰高或峰面积测量法测定氧化程度。

5. 意义与应用

5.1 油品与大气中的氧气发生反应时，会产生大量化合物，如醛类、酮类、酯类和羧酸类。氧化程度可通过1800至1670cm⁻¹处的特征吸收峰进行检测，该峰由大多数氧化产物中羰基的吸收引起。这些氧化产物可能导致粘度增加（引发油品变稠问题）、酸性增强（导致酸性腐蚀）以及泥浆和漆膜形成（造成滤网堵塞、关键油路间隙污染和阀门摩擦）。因此，氧化产物监测是评估设备整体健康状况的重要参数，应结合其他测试数据综合考量，例如用于磨损金属分析的原子发射光谱（AE）和原子吸收光谱（AA）（测试方法D5185）、物理性能测试（测试方法D445和D6304）、碱值测试（测试方法D289 6 和D4739）、酸值测试（测试方法D664和D974）以及其他用于硝化反应的FT-IR油品分析方法（实践E2412）、硫酸盐副产物检测（测试方法D74 15 ）以及添加剂消耗监测（测试方法D7412）。 分解产物与外部污染物（实践E2412），该方法同时评估油品状态要素，参见参考文献（1-6）。

6. 干扰

6.1 各种添加剂组合（尤其是含有酯类和羧酸的配方），例如某些粘度指数改进剂、倾点降低剂和防锈剂，都可能对氧化测试产生假阳性结果。此外，任何与合成酯基油品混合的油品也会导致氧化值异常偏高。建议将使用中的机油与新油进行对比分析，以识别这些干扰因素。某些油品中添加剂组合与合成酯基油品的贡献值可能过高，导致氧化值无法可靠测量。

6.2 水分污染和烟尘含量过高也会干扰氧化测量。

7. 装置

7.1 带有样品池、滤光片（可选）及抽气系统（可选）的傅里叶变换红外光谱仪，其配置应符合D7418标准要求。

7.2FT-IR光谱采集参数—根据实践D7418中的说明设置FT-IR光谱采集参数。

8. 采样

8.1 按照实践D7418中描述的方案，获取运行中油样和参考油样（仅用于不同趋势分析时需提供）。

九、仪器的准备与维护

9.1 按照实践D7418中的说明，对样品池、进样管路及进样过滤器进行冲洗、冲洗和清洁。

9.2 按照实践D7418中的规定监测细胞路径长度。

10. 程序

10.1 按照实践D7418中规定的程序采集背景光谱。

10.2 差分趋势分析 仅需按照D7418标准规定的程序，采集参考油样的吸收光谱。

10.3 按照D7418标准规定的操作流程，采集在役油样的吸收光谱。

10.4 数据处理——所有数据均按照D7418标准规定的程序进行标准化处理，以0.100毫米为基准长度。

11. 计算

11.1 氧化值的计算：

11.1.1 程序A（直接趋势分析法）——采用表1所列测量区域和基线点，通过油样光谱计算氧化程度。图1展示了柴油曲轴箱油光谱中氧化测量所用的面积。

11.1.2 差分趋势分析法（B程序）——该方法通过表1所列的测量峰值与基线点，从差分光谱中计算氧化程度。图2展示了柴油曲轴箱油差分光谱中用于氧化测量的波段。

11.2 样品残留——为确保样品间交叉污染或残留量降至最低，应使用后续样品的最小体积或溶剂冲洗来清除前次样品。可通过连续分析低氧化水平（或零氧化水平）的油样（例如新鲜油样L1）和高氧化水平的使用油样（H1），随后进行低氧化水平油样（L2）的二次分析，计算残留百分比（PC）如下。计算得出的PC应低于5%。

$$PC=[(L2-L1)/H1]\times 100 \quad (1)$$

在哪里

L1、H1和L2为按指定顺序运行的样品在氧化过程中测得的数值（使用表1中给出的参数）。

12. 报告

12.1 程序A（直接趋势分析）——数值以吸光度/0.100 mm为单位报告。

12.2 程序B（差异趋势分析）——数值以吸光度百分比每厘米（Abs/cm）为单位报告，计算方法如下：

氧化度（单位：Abs/cm²）

=氧化在Abs/0.100 mm*100

表1 在役设备氧化测量参数
石油和烃类润滑剂

方法	测量值，厘米	基线点(s)，cm1
A程序（直接趋势分析）	面积从 1800至1670	最小值 2200 至 1900 以及650至550
程序B（差异趋势分析）	最大高度 1800至1660	1950年单点

12.3 趋势分析——润滑油在使用周期内需按预设时间间隔记录并报告数据。理想情况下，应将氧化值与新配方油进行对比，并绘制氧化值随时间变化的曲线图，以直观呈现氧化程度的相对变化，从而判断何时需要更换机油（尽管其他参数可能更早提示更换时机）。氧化值的采样与报告时间间隔需根据机械设备类型及其历史数据来确定。

12.4 统计分析与报警限值——关于统计分析及报警限值的设定，请参阅实践E2412附录A3《分布曲线与统计分析》。

12.5 油品配方的影响——不同油品配方的组成可能对氧化值报告结果产生影响，因此不应比较两种不同油品配方的数值。结果应参照同配方未使用油品的实测值或直接根据样品历史趋势进行解读。

13. 精密 andBias[4]

13.1本检测方法的精密度基于2016年开展的实验室间研究。11个实验室对18种不同材料进行了测试。每个“测试结果”代表一次独立测定。要求各实验室为每种材料提交两名操作员的重复测试结果。数据设计与分析遵循实践E691，具体细节参见ASTM研究报告RR:D02-1883。[5]

13.1.1 重复性限值(r)——在重复性条件下获得的两个独立测试结果之间的绝对差值低于该值时，预计出现的概率约为0.95（95%）。

13.1.1.1 重复性限值通过以下公式估算：

$$r=0.0028x^2-0.014x+0.6947 \quad (3)$$

在哪里

X = 2次检测结果的平均值。

13.1.2 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%）。

13.1.2.1 重现性限值通过以下公式估算：

$$R=0.0074x^2-0.0571x+3.0259 \quad (4)$$

在哪里

X = 2次检测结果的平均值。

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

[4] Supporting 数据已提交至ASTM国际总部，可通过索取研究报告RR:D02-1668获取。联系ASTM客服：service@astm.org。

5支持性数据已提交至ASTM国际总部，可通过索取研究报告RR:D02-1883获取。联系ASTM客服：service@astm.org。

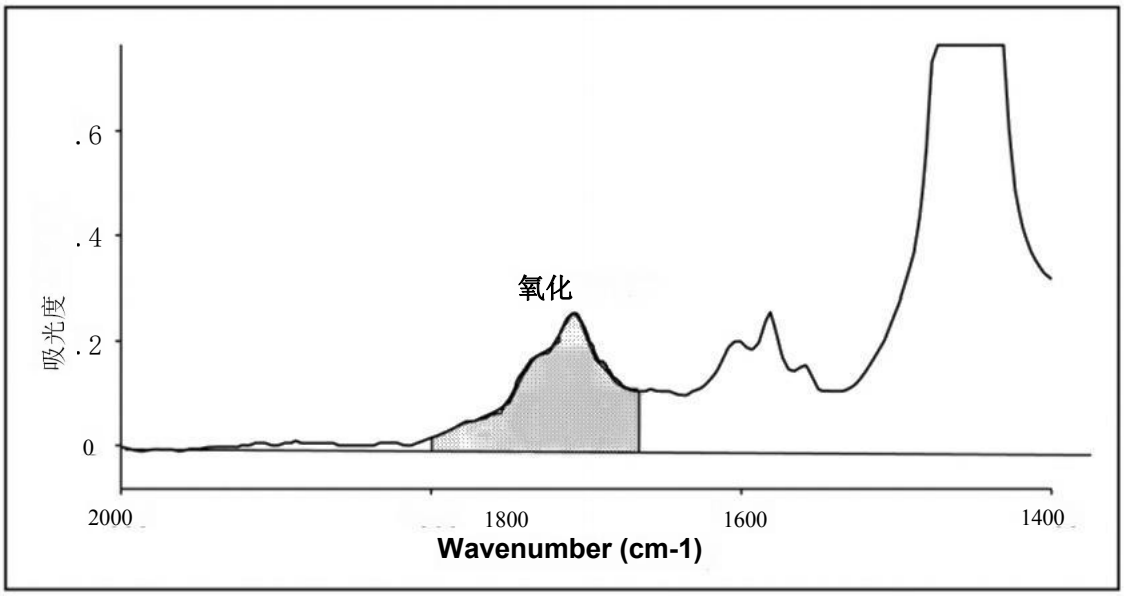


图1 柴油曲轴箱油氧化测量光谱用于直接趋势分析（程序A）

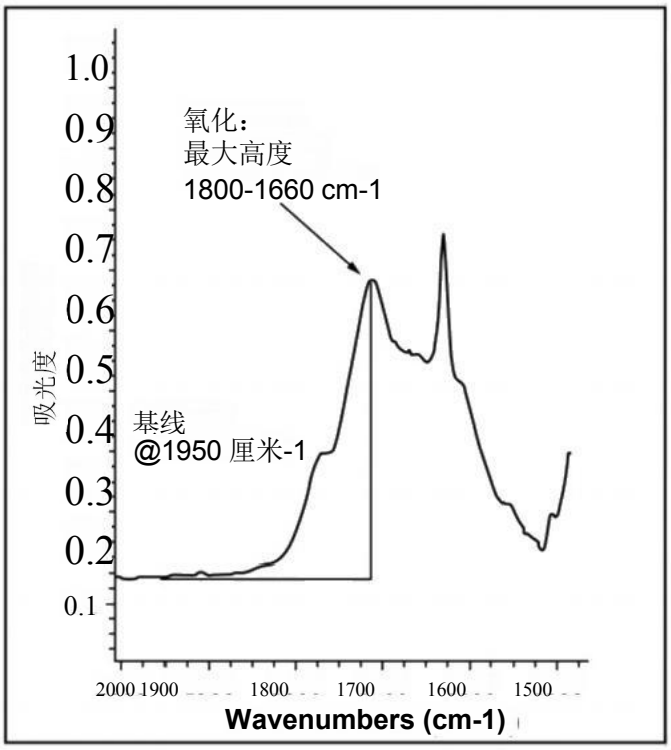


图2 石油曲轴箱润滑油氧化测量的差示光谱分析（程序B）

13.1.4 根据第13.1.1条所述的任何判断，其正确概率约为95%。

13.2 偏倚——本测试方法中用于测量氧化的程序不存在偏倚，因为氧化值仅根据测试方法定义。

14. 关键词

14.1 状态监测；差异趋势分析；直接趋势分析；傅里叶变换红外光谱；傅里叶变换红外光谱（FT-IR）；碳氢基润滑剂；在役石油润滑剂；红外光谱；红外光谱（IR）；润滑剂；润滑油；氧化

参考文献

(1)汤姆斯，L.A.与汤姆斯，A.M.合著，《机械油分析：方法、自动化与效益》，第三版， STLE，2008年。
(2) Coates，J. 和 Setti，L.《红外光谱技术在石油降解监测中的应用》，《润滑剂氧化研究》，ASTM 特别技术出版物 916，ASTM International，1986，第57-78.
(3)Garry，M.，《应用FT-IR油品分析结果的解释以改进预测性维护计划》，《会议录》
1992年国际联合石油分析计划的状况监测
会议， JOAP - TSC，1992年，第233-254页。
(4)Powell，J.与Compton，D.合著的《基于碳氢化合物的发动机油自动 FTIR 光谱监测技术》，载于《润滑工程》1993年第49卷第3期，第233-239页。
(5)Toms，A.与Powell，J.合著的《傅里叶变换红外光谱法对润滑油的分子分析》发表于1997年8月第10卷第4期《粉末冶金技术》杂志，第58-64页。
(6)Lukas，M.与Anderson，D.合著的《实验室用油分析方法》，收录于E.Booser主编的CRC/ STLE 摩擦学数据手册，CRC出版社1997年出版。

变更摘要

D02.96分委会已确定自上次发布（D7414-09）以来可能影响本标准应用的选定变更位置。（批准日期：2018年1月1日）

(1)修订第13条。

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，每五年进行一次审查，未修订的应重新批准或撤销。 欢迎就本标准或补充标准提出修改意见，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。若认为您的意见未获公正对待，应将观点提交至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克肯市巴尔港大道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：上述地址或电话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，亦可向版权清算中心（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/