

DIN 51455



ICS 75.080

Ersatz für
DIN SPEC 51455:2018-09**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Partikelanzahl und Partikelgröße in Ölen**Liquid petroleum products –
Determination of particle number and particle size in oilsProduits pétroliers liquides –
Détermination du nombre et de la taille des particules dans le pétrole

Gesamtumfang 21 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prüfeinrichtung	6
5.1 Lichtmikroskop für die automatisierte Partikelzählung	6
5.2 Laborgeräte	6
6 Chemikalien	7
7 Probenahme	7
8 Kalibrierung	7
9 Validierung der Prüfeinrichtung	7
10 Einstellen des Lichtmikroskops	8
11 Probenvorbereitung (Filtration)	8
12 Durchführung	8
13 Blindwert	10
14 Auswertung	11
15 Angabe der Ergebnisse	11
16 Präzision	12
16.1 Allgemeines	12
16.2 Vergleichbarkeit, R	12
17 Prüfbericht	12
Anhang A (informativ) Beispiel für einen Entwurf eines Partikelnormal und Auflösungs-Standards zur mikroskopischen Bestimmung von Ölreinheit	13
A.1 Allgemeines	13
A.2 Elemente 2, 3 und 4 innerhalb des Kreises mit Durchmesser 15 mm	14
A.3 Überprüfung der Anforderungen an Systeme zur Bestimmung der Ölsauberkeit	15
A.3.1 Ausrichtung Kamera	15
A.3.2 Kalibrierung des Systems und Ermittlung des Auflösungsvermögens	15
A.3.3 Bildanalyse an Einzelbildern	15
A.3.4 Statistische Partikelzählung ab einer Partikelgröße 5 μm	15
A.3.5 Vertikaler Maßstab (Bild A.1, 5) und Horizontaler Maßstab (Bild A.1, 6)	17
A.3.6 Partikelfelder (Bild A.1, 7)	17
Anhang B (normativ) Die Klassifizierung der Partikelanzahl in einer Partikelklasse	19
Literaturhinweise	21

Bilder

Bild 1 — Beispielhistogramm mit einem Relativschwellwert von 70 % (B) des Maximums des Histogramms	9
Bild 2 — Beispielhistogramm mit einem Relativschwellwert von 85 % (C) des Maximums des Histogramms	10
Bild A.1 — Überblick Partikelnormal mit Auflösungsstandard	13
Bild A.2 — Partikelnummerierung	14
Bild A.3 — Partikel innerhalb eines 15-mm-Außendurchmessers	16
Bild A.4 — 5-mm-Maßstab mit 0,1-mm-Unterteilung und Gabelungen	17
Bild A.5 — Partikelfelder	18

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Werte für den Blindwert bei 120 ml Lösemittel	11
Tabelle 2 — Beispiel Partikelanzahl	11
Tabelle A.1 — Partikelgrößen innerhalb eines Kreisdurchmessers von 8 mm	14
Tabelle A.2 — Partikelgrößen innerhalb eines Kreisdurchmessers von 15 mm	16
Tabelle A.3 — Detailfigur aus Partikelfeld	18
Tabelle B.1 — Reinheitsklassen für 100 ml Probenvolumen	19

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöluntersuchung“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können, DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN SPEC 51455:2018-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Präzisierung des Anwendungsbereichs, bezogen auf die Partikelgrößen;
- b) Präzisierung der Durchführung (z. B. im Fall der Randabschattung);
- c) Abschätzung der Präzision des Prüfverfahrens ergänzt;
- d) Anpassung der Veröffentlichungsform und Überführung der DIN SPEC 51455 in eine DIN-Norm.

Frühere Ausgaben

DIN SPEC 51455: 2018-09

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein lichtmikroskopisches Verfahren zur Bestimmung des Partikelgehalts von Ölen bzw. der Reinheitsklasse nach ISO 4406 fest.

Dieses Dokument ist anzuwenden auf frische Mineralöle und synthetische Öle, mit und ohne Additive, der Reinheitsklassen ab ISO 13/11, bezogen auf die Partikelgrößen $\geq 5 \mu\text{m}$ und $\geq 15 \mu\text{m}$. Sofern sich eine adäquate Probenmenge über einen Membranfilter abfiltrieren lässt und die Rückstände mit Lösemittel ölfrei gewaschen werden können, lässt sich dieses Dokument auch auf gebrauchte Öle anwenden.

ANMERKUNG Es handelt sich um eine kumulierende Zählweise; Partikel mit einer Größe $\geq 15 \mu\text{m}$ gehen auch in die Partikelanzahl der Partikelgröße $\geq 5 \mu\text{m}$ ein.

Das Prüfverfahren ist auch anwendbar auf Öle mit niedrigerem Partikelgehalt; die Präzision wurde allerdings nur für die o. g. Klassen ermittelt.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor dessen Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 51574, *Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen*

DIN 51635, *Spezialbenzine — FAM-Normalbenzin — Anforderungen*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 8655-2, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Kolbenhubpipetten*

ISO 4406, *Hydraulic fluid power — Fluids — Method for coding the level of contamination by solid particles*

ISO 16232-7, *Road vehicles — Cleanliness of components of fluid circuits — Part 7: Particle sizing and counting by microscopic analysis*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term/>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Kurzbeschreibung

Ein Teil der Ölprobe wird über einen Membranfilter abfiltriert und der Rückstand auf dem Filter mit Lösemittel ölfrei gewaschen. Die Partikel auf dem Filter werden mit einem automatisierten Lichtmikroskop nach Anzahl und Größe bestimmt. Die Angabe der Partikelanzahlen erfolgt getrennt für Partikelgrößen $\geq 5 \mu\text{m}$ und für Partikelgrößen $\geq 15 \mu\text{m}$ als Absolutwerte und als codierte Werte nach ISO 4406.

5 Prüfeinrichtung

5.1 Lichtmikroskop für die automatisierte Partikelzählung

Zur Bildanalyse wird ein Auflichtmikroskop verwendet, das die folgenden Komponenten aufweist und folgende technischen Anforderungen erfüllen muss:

- Pixelauflösung $\leq 1 \mu\text{m}/\text{Pixel}$: Die Auflösung muss mit einem geeigneten Standardnormal in regelmäßigen Abständen mindestens einmal jährlich, sowie bei Geräteänderungen überprüft werden (siehe Abschnitt 9);
- Hellfeld;
- gekreuzte Polarisatoren;

ANMERKUNG Bei nicht ideal gekreuzten Polarisationsrichtungen können Minderbefunde auftreten.

- Analyse an Graustufenbildern: Eine Farbkamera darf eingesetzt werden, allerdings müssen alle in diesem Abschnitt genannten Rahmenbedingungen erfüllt sein und die Analyse muss in Graustufen erfolgen;
- Hintergrund-Helligkeitsausgleich (Shading-Korrektur) zur Korrektur von auftretenden Randabschattungseffekten muss möglich sein;
- für eine korrekte Messung muss der Kamerasensor parallel zu dem Fahrweg des Probetisches ausgerichtet werden;
- Partikel dürfen nicht doppelt ausgewertet und Filterbereiche dürfen nicht ausgelassen werden;
- Filter muss über die Filterhalterung möglichst planar gespannt und auf dem Probetisch fixiert sein. Die automatische Fokussierung muss sicherstellen, dass jede Bildaufnahme scharfgestellt ist.

5.2 Laborgeräte

5.2.1 Vakuumfiltrationsanlage, bestehend aus

- Glasaufsatz (Volumen mindestens 250 ml),
- Glasfritte in Träger passend zum 0,8- μm -Cellulosenitrat-Membranfilter (5.2.4),
- Glasunterteil,
- geerdeter Klemme,
- vakuumfester Filtratflasche mit Schlauchansatz,
- Woulffscher Flasche mit Zweiwegehahn, und
- lösemittelresistenten Vakuumschläuchen.

Das Volumen der Filtratflasche muss mindestens 250 ml betragen, empfohlen wird ein Volumen von ≥ 1 l und ein Glasaufsatz mit einem unteren Innendurchmesser von mindestens 37 mm. Die Vakuumpumpe muss durch ihre Bauart geeignet sein, einen Absolutdruck von 2 kPa oder weniger zu erreichen und muss lösemittelresistent sein.

5.2.2 Mischzylinder mit Schliff und Stopfen.

5.2.3 Dosierhilfen, für Kleinmengen mit geeigneter Präzision nach DIN EN ISO 8655-2.

5.2.4 0,8- μ m-Cellulosenitrat-Membranfilter, Durchmesser 47 mm oder 50 mm. Soweit vom Hersteller nicht anders vorgeschrieben, muss bei der Entnahme des Filters aus der Verpackung darauf geachtet werden, dass der Filter so wie entnommen in die Filtrationsvorrichtung eingelegt wird.

5.2.5 0,45- μ m-Cellulosenitrat-Membranfilter, für die Filtration des Lösemittels.

5.2.6 Spritzflasche, vorgereinigt (Partikelabgabe muss durch Blindwertbestimmungen überprüft werden) und geeignet für das Lösemittel.

5.2.7 Petrischalen mit Deckel.

6 Chemikalien

6.1 Lösemittel, FAM-Normalbenzin nach DIN 51635 hat sich in Ringversuchen als geeignet erwiesen. Sofern ihre Eignung zuvor erprobt wurde, dürfen alternativ auch andere Lösemittel verwendet werden z. B. Petroleumbenzin 40/60.

Das Lösemittel wird über einen 0,45- μ m-Cellulosenitrat-Membranfilter (5.2.5) filtriert.

7 Probenahme

Die Probenahme muss nach DIN EN ISO 3170 oder nach DIN 51574 durchgeführt werden. Mögliche Kontaminationsquellen, die zu Überbefunden führen können, sind z. B. Probengefäße, Absperrhähne, Gewinde, Probenahmegeräte und Umwelteinflüsse.

ANMERKUNG Die Probenahme hat einen entscheidenden Einfluss auf die Partikelanzahl in den Proben.

8 Kalibrierung

Die Grundkalibrierung der Prüfeinrichtung muss nach den Angaben des Herstellers mit einem geeigneten Objektmikrometer durchgeführt und regelmäßig, mindestens einmal jährlich, kontrolliert werden.

9 Validierung der Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung muss in angemessenen Abständen, mindestens einmal jährlich, mit einem geeigneten Partikelnormals überprüft werden. Nach Systemänderungen oder Wartungen muss eine Validierung der Prüfeinrichtung zwingend durchgeführt werden.

Bei der Validierung werden die optische Auflösung des Systems, die Kalibrierung, die Zählstatistik und die Ausrichtung der Kamera zum Verfahrensweg der Filtermembran überprüft.

Beispiele für Inhalte eines möglichen Partikelnormals für die regelmäßige Validierung sind im Anhang A beschrieben.