

ICS 75.080

**Flüssige Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung der Partikelanzahl und Partikelgröße in Ölen**

Liquide petroleum products –
Determination of particle number and particle size in oils

Produits pétroliers liquides –
Détermination du nombre et de la taille des particules dans le pétrole

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:
Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln einer Vornorm erstellt.

Gesamtumfang 18 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Prüfeinrichtung	5
4.1 Lichtmikroskop für die automatisierte Partikelzählung	5
4.2 Laborgeräte	5
5 Chemikalien	6
6 Probenahme	6
7 Kalibrierung	6
8 Validierung der Prüfeinrichtung	6
9 Einstellen des Lichtmikroskops	6
10 Vorbereitung	6
11 Probenpräparation (Filtration)	7
12 Durchführung	7
13 Blindwert	9
14 Auswertung	10
15 Angabe der Ergebnisse	10
16 Präzision	10
17 Prüfbericht	10
Anhang A (informativ) Beispiel für einen Entwurf eines Partikelnormals und Auflösungs- Standards zur mikroskopischen Bestimmung von Ölreinheit	11
A.1 Allgemeines	11
A.2 Überprüfung der Anforderungen an Systeme zur Bestimmung der Ölsauberkeit	12
A.2.1 Ausrichtung Kamera	12
A.2.2 Kalibrierung des Systems und Ermittlung des Auflösungsvermögens	12
A.2.3 Bildanalyse an Einzelbildern	12
A.2.4 Statistische Partikelzählung ab einer Partikelgröße 5 µm	12
A.3 Beschreibung der Elemente aus Bild A.1 im Einzelnen	12
A.3.1 Elemente 2, 3 und 4: Kreis mit Durchmesser 15 mm	12
A.3.2 Vertikaler Maßstab (Bild A.1, 5) und Horizontaler Maßstab (Bild A.1, 6)	15
A.3.3 Partikelfelder (7)	16
Anhang B (informativ) Die Klassifizierung der Partikelanzahl in einer Partikelklasse	17
Literaturhinweise	18

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtoluntersuchung“ 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.

Eine DIN SPEC nach dem Vornorm-Verfahren ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens von DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird.

Erfahrungen mit dieser DIN SPEC sind erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter <http://www.din.de/stellungnahme> abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Materialprüfung (NMP), Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für frische Mineralöle und synthetische Öle mit Zusätzen und ohne Zusätze. 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.

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Partikelanzahl und Partikelgröße in Ölen fest. Lichtmikroskope eignen sich grundsätzlich, Partikelbelegungen auf Filtermembranen zu erfassen und zu analysieren.

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 Dokument, 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, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 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 codierte Werte nach ISO 4406.

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.

4 Prüfeinrichtung

4.1 Lichtmikroskop für die automatisierte Partikelzählung

Zur Bildanalyse wird ein Auflichtmikroskop verwendet, das die folgenden Komponenten aufweist und 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 8);
 - Hellfeld;
 - gekreuzte Polarisatoren;
- ANMERKUNG Bei nicht ideal gekreuzten Polarisationsrichtungen können Minderbefunde auftreten.
- Analyse an Graustufenbildern: Der Einsatz einer Farbkamera ist zulässig, 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;
 - die parallele Ausrichtung des Kamerasensors zu dem Fahrweg des Probetisches ist eine notwendige Voraussetzung für eine korrekte Messung. Doppelauswertungen von Partikeln und Auslassungen von Filterbereichen sind nicht zulässig;
 - Filter muss über die Filterhalterung möglichst planar gespannt und auf dem Probetisch fixiert sein. Die automatische Fokussierung muss sicherstellen, dass jede Bildaufnahme scharfgestellt ist.

4.2 Laborgeräte

4.2.1 Vakuumfiltrationsanlage, bestehend aus einem Glasaufsatz (Volumen min. 250 ml), Glasfritte in Träger passend zum 0,8- μm -Cellulosenitrat-Membranfilter (4.2.4), 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 $\geq 1 \text{ l}$ und ein Glasaufsatz mit einem unteren Innendurchmesser von mindestens 37 mm. Die Vakuumquelle muss durch ihre Bauart geeignet sein, einen Absolutdruck von 2 kPa oder weniger zu erreichen und lösemittelresistent sein.

4.2.2 Mischzylinder mit Schliff und Stopfen.

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

4.2.4 0,8- μm -Cellulosenitrat-Membranfilter, Durchmesser 47 mm oder 50 mm. Soweit vom Hersteller nicht anders vorgeschrieben, ist bei der Entnahme des Filters aus der Verpackung darauf zu achten, dass der Filter so wie entnommen in die Filtrationsvorrichtung eingelegt wird.

4.2.5 0,45- μm -Cellulosenitrat-Membranfilter, für die Filtration des Lösemittels.

4.2.6 Spritzflasche, vorgereinigt (Partikelabgabe ist durch Blindwertbestimmungen zu überprüfen) und geeignet für das Lösemittel.

4.2.7 Petrischalen mit Deckel.

5 Chemikalien

5.1 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.

6 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.

7 Kalibrierung

Die Grundkalibrierung der Prüfeinrichtung ist nach den Angaben des Herstellers mit einem geeigneten Objektmikrometer durchzuführen und regelmäßig zu kontrollieren (mindestens einmal jährlich).

8 Validierung der Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung ist in angemessenen Abständen, mindestens einmal pro Jahr, mit einem geeigneten Partikelnormal zu überprüfen. Nach Systemänderungen oder Wartungen ist eine Validierung der Prüfeinrichtung zwingend erforderlich.

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

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

9 Einstellen des Lichtmikroskops

Das Lichtmikroskop wird nach der Betriebsanleitung des Herstellers in Betrieb genommen. Es ist auf eine schwingungsarme und abgedunkelte Messumgebung zu achten.

10 Vorbereitung

10.1 Das Lösemittel wird über einen 0,45-µm-Cellulosenitrat-Membranfilter (4.2.5) filtriert.

10.2 Der Mischzylinder (4.2.2) und die Vakuumfiltrationsanlage (4.2.1) werden mehrfach mit dem filtrierten Lösemittel gespült.