

中华人民共和国国家标准

GB/T —×××××

道路车辆-零部件和系统的清洁度

Road vehicles-cleanliness of components and systems

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

××××—××—××发布

××××—××—××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目录

前 言	III
引 言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 符号和缩写术语	14
5 清洁度检测原则	15
5.1 概述	15
5.2 选择检测方法	17
5.3 初始参数	18
5.4 提取设备参数	19
5.5 员工技能	19
6 合格性试验及空白水平	19
6.1 概述	19
6.2 合格性试验	20
6.3 空白水平	22
6.4 特例	24
7 提取方法	24
7.1 原则	24
7.2 提取设备的一般要求	24
7.3 测试零部件的预处理和后处理	25
7.4 溶液清洗	26
7.5 空气提取	36
8 分析过滤	40
8.1 原则	40
8.2 分析滤膜的特性及选择	40
8.3 关于滤膜的操作	41
8.4 材料与设备	42
8.5 操作步骤	42
8.6 检测滤膜上颗粒分布	43
9 分析方法	44
9.1 原则	44
9.2 标准分析	44
9.3 深入分析	58
10 文档	73
10.1 概述	73
10.2 基本信息	74
10.3 关于测试零部件的信息	75
10.4 关于准备步骤的信息	75
10.5 提取方法信息	75
10.6 过滤信息	80
10.7 分析说明	80

10.8	检查结果的报告	82
10.9	各种文件内容说明	88
11	测试零部件的必要条件	89
11.1	原则	89
11.2	制定措施	89
11.3	排除检测-无效检测	90
12	指定	91
附录 A	(资料性附录) 污染物提取和分析程序的选择	92
附录 B	(资料性附录) 合格性试验和空白水平	101
附录 C	(资料性附录) 回收测试颗粒	105
附录 D	(资料性附录) 提取	106
附录 E	(资料性附录) 过滤	119
附录 F	(资料性附录) 分析方法	124
附录 G	(资料性附录) 文档	135
附录 H	(资料性附录) 清洁度规范	139
附录 I	(资料性附录) 技术清洁度-解释和反馈	147
附录 J	(资料性附录) 员工培训	148
附录 K	(资料性附录) 职业安全与环境保护	149
附录 L	(资料性附录) 此标准中包含的更新摘要	153
参考文献		154

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准等同采用 ISO 16232: 2018 《道路车辆-零部件和系统的清洁度》。

本标准由中华人民共和国工业和信息化部提出。

本标准由全国汽车标准化技术委员会（SAC/TC114）归口。

本标准主要起草单位： 上海明兴开城超音波科技有限公司、上海素盈清洁科技发展有限公司、上海交通大学机械与动力工程学院、阅美测量系统（上海）有限公司。

本标准主要起草人： 钟建成、刘波、连凤麒、徐群慧、张秋红、张执南、王磊。

本标准为首次发布。

引 言

为了实现零部件和系统的可靠性能，必须控制在制造阶段产生的颗粒数量，颗粒污染物数量的检测是控制污染物的基础。

基于全球范围内技术清洁度的不断优化和持续发展，本标准旨在进一步提高清洁检测结果的可比性，包括新的提取和分析技术，以及提供有关如何定义清洁度规范的信息，并说明了在超出清洁度限值时如何应对的方法。

本标准旨在满足汽车工业的要求，因为现代汽车零部件和系统的功能及性能对单个或几个临界尺寸颗粒的存在非常敏感。因此，本标准涉及使用批准的提取方法对提取液的总体积和收集的所有污染物进行分析。

为了能够比较检测结果，应使用相同的提取程序、相同的提取液以及对分析仪器设置相同的参数。

本标准以ISO/TC 131/SC 6等现行国际标准为基础，这些标准经过了扩展、修改和发展，形成了一套全面的国际标准，以衡量和报告安装在道路车辆上的零部件和系统的清洁度。

道路车辆-零部件和系统的清洁度

1 范围

警告：使用本标准可能涉及危险材料、操作方法和设备使用。本标准并非旨在解决与其使用相关的所有安全问题。本标准的使用者有责任建立适当的安全和健康规范，并在使用前确定任何其他限制措施的适用性。

本标准规定了道路车辆零部件和系统上的颗粒物检测方法的应用和记录要求。

清洁度检测是构成技术清洁度评估的基础，例如，在以下情况下进行：

- 初步检测和评估；
- 进出库零部件的检测；
- 与清洁度相关的制造过程的质量控制或监控（例如清洁、表面处理和装配过程）。

本标准旨在提高测试结果的信息质量和可比性。它还定义了汽车行业质量链中清洁度规范和清洁度测试结果的标准化表达。

本标准不适用于以下内容：

- 检测薄膜污染（油脂、油等）；
- 在测试零部件上应用不可量化的颗粒检测方法（例如目视评估、用洁净布擦拭测试等）；
- 工作流体（燃料、滑油、冷却剂、制动液等）。

本标准没有为特定的零部件或系统定义任何清洁度限制值。特定零部件或系统所需的清洁度取决于许多高度独立的因素。清洁度规范只能由不仅了解相关零部件，而且还了解其内置系统、后期使用条件、技术上可行的做法以及制造过程和供应链可能产生的后果的专家来承担。求极限值的指南见附录H。

2 规范性引用文件

本标准没有规范性引用文件。

3 术语和定义

下列术语和定义适用本标准。

3.1

主动零部件 active component

在运行期间可使流体运动或由流体激活的零部件。

示例：泵、气缸分配器、喷射器、阀门调节器。

3.2

气雾形成 aerosol formation

一小滴液体的雾化，例如通过一个喷头喷出或喷流在同一表面相遇。

3.3

凝聚物 agglomerate

聚集固体物质到较大的形状。

3.4

搅动 agitation

内部表面实现的提取方法。

注：其清洁效果基于零部件内部测试液方向的湍流变化。

3.5

空气清洁度等级 air cleanliness class

空气质量的规范，以空气中一定体积内的颗粒浓度为基础。

3.6

分析天平 analysis balance

具有高（ 10^{-4} g）至极高（ 10^{-6} g）分辨率的天平，能够称重微量颗粒残留物。

3.7

分析滤膜 analysis filter

过滤膜 filter membrane

薄膜无论是网状的还是泡沫状的，具有一定的沉积特性，可在过滤过程中保留特定尺寸的颗粒。

3.8

分析参数 analysis parameters

分析步骤中使用的分析系统（3.9）上的设置。

3.9

分析系统 analysis system

计量采集或对颗粒定性的装置。

3.10

自动颗粒计数器 automatic particle counter

APC

基于消光原理的计数系统。

3.11

背散射电子探测器 back-scattered electron detector

BSE 探测器 BSE detector

具有高反光材料对比度的扫描电子显微镜（SEM）图像的装置，用于检测滤膜上的颗粒。

3.12

空白水平 blank level

空白值 blank value

从测试零部件以外掉落的颗粒数量值，来源于清洗装置、环境或人员。

3.13

空白水平标准 blank level criterion

在进行衰减实验时不能超过的最大值，即最大不能超过所需或预期清洁度值的10%。

3.14

空白水平测试 blank level test

在与测试零部件相同的操作条件下进行的分析，但没有测试零部件。

注：空白测试可量化除测试成分以外的其他来源（例如试剂、玻璃器皿、测试单元的准备工作和环境）引入的污染。

3.15

空腔 cavity

检测物的空腔，由于存在气体而不能被测试液润湿。

3.16

洁净 clean

符合规定清洁度等级的零部件或液体的清洁度（3.18）。

3.17

清洗 cleaning

使液体、物体或提取装置按要求清洁。

3.18

清洁度 cleanliness

零部件清洗后在其表面上不允许残留的颗粒污染物的限量值。

3.19

清洁度检测 cleanliness inspection

颗粒污染物的提取和分析，包括出具检测报告。

3.20

清洁度等级 cleanliness level

Q

存在于受控表面上或受控体积中的污染物的数量或性质。

注：本术语可适用于假定、规定或测定范围的污染物。

3.21

清洁度规范 cleanliness specification

允许零部件上存在颗粒物种类和数量的文件。

3.22

清洁度状态 cleanliness state

零部件清洁度 component cleanliness

清洁度值（3.23）或由于零部件受外部影响而可能随时间变化的清洁度值。

3.23

清洁度值 cleanliness value

单个零部件指定的清洁度，例如残留质量、最长颗粒或颗粒数量。

3.24

洁净房间 cleanroom

空气中悬浮颗粒浓度受控的房间，该房间的构造和使用方法要尽可能地减少颗粒的导入、产生和滞留。

注1：规定了空气中颗粒浓度等级。

注2：还可指定和控制其他清洁度属性的水平，例如空气中的化学、活性或纳米级浓度，以及颗粒、纳米级、化学和活性浓度方面的表面清洁度。

注3：其他有关的物理参数也可根据需要加以控制，例如：温度、湿度、压力、振动和静电。

【来源：ISO 14644-1:2015, 3.1.1】

3.25

重合 coincidence

通过光学颗粒计数器或显微镜检测时，颗粒聚集在一起，因此不能判断为单个颗粒。

3.26

收集设备 collection equipment

尺寸和形状适合用于收集从测试零部件中排出所有提取液的装置（例如锥形烧瓶、烧杯、托盘、漏斗、提取柜的收集面）。

3.27

零部件 component

用于道路车辆的零部件或由几个零部件组成的组件。

注：这个定义与 ISO 5598 中相同术语的定义不同。

3. 28

零部件清洁度代码 component cleanliness code

CCC

测量得出或根据颗粒污染物的粒径分布规定的零部件（3. 27）清洁度等级（3. 20）的字母-数字表达式。

3. 29

零部件污染 component contamination

通过适用的测量方法，对从零部件（3. 27）湿润或受控表面提取的污染物进行分析得到的颗粒污染物数量或类型。

3. 30

前置条件 conditioning

在称重分析滤膜（3. 7）的皮重之前，对其进行压力冲洗、干燥和防潮的过程。

3. 31

污染物 contaminant

悬浮在流体、零件或零部件受控表面（3. 33）中的不需要的固体物质。

注：就本标准而言，污染物是3. 77中定义的颗粒。此定义与ISO 5598的不同之处在于不包括液体和气体。

3. 32

污染 contamination

流体、系统或零部件上的所有污染物。

3. 33

受控表面 controlled surface

有清洁度要求的零部件表面。

3. 34

受控体积 controlled volume

有清洁度要求的零部件体积。

3. 35

临界颗粒 critical particle

几何尺寸或化学物理性质可能导致零部件（3. 27）损坏的颗粒。

注：颗粒类别中一种会导致零部件立即失效的颗粒，就是所谓的“杀手”颗粒。

3. 36

衰减 decline

在对同一测试零部件重复提取颗粒时颗粒污染程度的降低。

3. 37

衰减标准 declining criterion

评估提取条件适宜性的阈值。

3. 38

衰减试验 declining test

对一种测试零部件用相同6次的清洗，确定提取参数的有效性和适宜性。

3. 39

衰减实验值 declining value

D_n

某次清洁度值除以该次测试值和之前所有测量过的清洁度值之和的商。

注：以百分数表示。

3. 40

溶解液 dissolving liquid

提取用测试介质或其他溶解作用较强的液体，在提取过程中加速溶解步骤，与测试零部件和提取设备兼容。

3. 41

重复检查 double inspection

进行两个相同提取步骤以确认合格提取参数的有效性和适用性的程序。

注：在此情况下，衰减标准设置为 30%，而不是适用于衰减测试的 10%。

3. 42

有效过滤面积 effective filter surface area

分析过滤膜的区域。在过滤步骤中，提取液通过该区域流动。

3. 43

元素分析 element analysis**EDX 分析 EDX analyses**

能量色散X射线光谱，通过可定义的光谱分析元素特征。

3. 44

提取 extraction

采样 sampling

将受控体积或受控表面积上存在的尽可能多的污染物转移到测试介质中，并将其收集到的分析液用于后续分析所需的操作。

3. 45**提取曲线 extraction curve****衰减曲线 declining curve**

提取液的清洁程度随提取次数变化的过程曲线。

注：这与提取时间或通过测试零部件或通过测试零部件的提取液的体积有关。

3. 46**提取介质 extraction liquid****分析液 analysis liquid****提取液 extraction fluid****抽气 extraction air**

从测试零部件中提取污染物的测试介质。

3. 47**提取方法 extraction method**

从测试零部件中分离颗粒的技术。

3. 48**提取参数 extraction parameters**

所有影响提取的物理参数的总和，这些物理参数可在提取设备中设置或从提取设备中计算出来。

3. 49**提取程序 extraction procedure**

完成所有提取步骤的顺序。

3. 50**提取装置 extraction setup****提取设备 extraction device**

用于进行提取的设备。

3. 51**提取步骤 extraction step****抽样步骤 sampling step**

在衰减试验（3. 38）中或在提取多个受控表面时执行的提取程序（3. 49）的单个工作步骤。

3.52

提取量 extraction volume

用于从零部件中提取污染物的提取液总体积。

3.53

纤维 fibre

细长结构，拉伸长度和最大内圆直径比值大于20，宽度测量通过最大内切圆直径低于或等于50 μm。

注1：通常用于描述一种纺织纤维（柔软、柔韧、由有机材料制成）并将其与致密颗粒区分开来。

3.54

过滤背景 filter background

分析滤膜的颜色。

3.55

过滤器壳体 filter housing

由流入和流出以及支撑物组成的上下壳体，并能装入过滤滤膜（3.7）。

3.56

滤膜覆盖率 filter occupancy

被颗粒覆盖的分析滤膜（3.7）的表面积与整个分析过滤面积之比。

3.57

过滤孔径 filter pore size

〈网格滤膜〉标称网格宽度。

3.58

过滤孔径 filter pore size

〈泡沫滤膜〉通过泡点测试测量的等效网眼宽度。

3.59

过滤 filtration

颗粒沉积在分析滤膜上的过程。

3.60

最终清洗 final rinsing

使用流体去除提取设备相关部件表面的所有颗粒残留物，并将其沉积在分析滤膜上。

注：使用喷雾方法将液体施加到提取设备相关部件表面，进行“最终清洗”，液体在没有任何压力的情况下流过提取设备相关部件。在提取之后实施该步骤，以去除所有由于再沉降而可能轻微粘附到提取设备的一个或多个部件上的颗粒，并将收集到的液体并入提取液中进行后续分析。

3. 61

最终清洗液 final rinsing liquid

提取步骤后使用的液体，用于去除提取装置表面所有颗粒残留物，并将颗粒污染物沉积在分析滤膜上。

3. 62

固定剂 fixative

用于将颗粒固定在分析滤膜（3.7）上的液体，以防止它们由于存在静电而丢失。

3. 63

扇形喷嘴 fan nozzle

扁平喷嘴 flat jet nozzle

喷嘴在光滑表面上产生线性射流。

注：参数包括喷射宽度和等效孔径。

3. 64

功能试验台 functional test bench

能够承受压力或提供类似于被测试零部件最终使用条件下的运行功能而安装的测试介质的闭合回路。

3. 65

重量分析法 gravimetry

可通过称重差对颗粒质量记录的分析方法。

3. 66

检测流程 inspection procedure

检测方法 inspection method

在颗粒物检测过程中进行的所有工作步骤的完整顺序，包括准备步骤、提取、过滤、分析（3.19）。

3. 67

检测报告 inspection report

包含清晰、概括的一般信息以及测试零部件的详细信息，有关提取、过滤和分析步骤的信息以及检测结果表示的文档。

3. 68

检测规范 inspection specification

检测文档 inspection document

检测过程的细节性描述（3.66）。

注：在适当的情况下，还可包括插图以提供帮助。

3.69

内部清洗 internal rinsing

一种具有清洗效果的提取方法，该方法是基于零部件内液体的湍流。

3.70

内部清洗装置 internal rinsing apparatus

技术结构包括介质供应和集成测试零部件的装置。

注：它只能用于执行内部清洗提取步骤，例如适用于液压零部件的试验台。

3.71

隔离 isolation

筛选不构成受控表面一部分并且不应与测试介质接触的测试零部件区域。

注：密封或遮盖是隔离的典型方法。

3.72

极限值 limit value

残余物质量、颗粒尺寸（长、宽、高）或颗粒数量不能超过的最大允许值。

3.73

材料分析 material analysis

用于化学、光谱、机械或金相方法对材料的精确分析。

3.74

材料分类 material classification

基于所识别的各个元素的百分比将元素组成分配给材料类。

3.75

显微镜 microscope

用于放大和可视化小物体的装置，通常包含一个带图像处理的集成摄像系统。

注：材料显微镜、立体显微镜和变焦显微镜之间有区别。

3.76

监测 monitoring

定期检查清洁度，以评估与清洁度相关的工艺。

3.77

颗粒 particle

由固体有机物或无机物形成的微小结构。

3.78

颗粒计数 particle count

按颗粒大小或其他特征计数的颗粒数量。

3.79

颗粒载荷 particle load

表面或液体中所有颗粒的总和。

3.80

颗粒重叠 particle overlap

颗粒相互叠加，他们会被光学记录为单个颗粒。

3.81

颗粒的尺寸 particle size

清洁度规范中规定的颗粒的几何特征。

注：如果没有说明，颗粒对应最长尺寸（ $Feret_{max}$ ）。

3.82

颗粒等级 particle size class

尺寸等级 size class

颗粒的尺寸范围具有上限和下限。

3.83

颗粒尺寸分布 particle size distribution

颗粒数按颗粒尺寸大小分类（3.82）。

3.84

颗粒标块 particle standard

带有已知形状和大小可用于对光学分析系统检测和校正的物体。

3.85

被动零部件 passive component

不使流体运动且不由流体驱动的零部件。

示例：连接器、管、罐等。

3.86

准备步骤 preparatory steps

在零部件交付之后和提取程序执行之前所采取的所有措施的总和，以便在提取步骤中分离仅存在于控制表面上的所有颗粒，例如拆卸、退磁、隔离、预清洗。

3.87

压力冲洗 pressure-rinsing

具有清洁效果的提取方法，该方法由开放射流的动能（脉冲）产生。

3.88

资质报告 qualification report

合格试验文件，包括衰减试验和常规检验程序的引入。

3.89

合格性试验 qualification test

对性能下降的试验所进行的例行检查。

3.90

残留物质量 residue mass

颗粒物的质量是用重量分析法测定所得的质量差。

3.91

例行检查 routine inspection

使用合格的提取参数进行的经常性清洁度检查。

3.92

扫描电子显微镜 scanning electron microscope

SEM

高分辨率显微镜，通过用聚焦电子束扫描样品对样品成像。

3.93

初始参数 start parameters

推荐的提取方法的参数（例如内部清洗），用以开始合格性试验，以便提高提取程序的可比性，并最终提高清洁度检查结果的可比性。

3.94

测试零部件 test component

测试对象 test object

试件 test piece

用于检查的零件、零部件或系统的清洁度。

3.95

测试条件 test conditions

进行清洁检查的环境。

3.96

测试介质 test liquid

测试液 test fluid

测试空气 test air

用于从零部件中提取污染物的特定特征的介质（例如粘度、沸点、清洁度水平和溶解能力）。

3.97

测试批次 test lot

在清洁度检查中测量构成颗粒载荷的所有试验零部件。

3.98

测试批量 test lot size

包含测试批次的测试零部件数量（3.97）。

3.99

湍流 turbulent flow

由涡流产生的具有清洁效果的流体流动，用于从零部件内部几何结构中提取污染物。

3.100

超声波槽 ultrasonic bath

用来进行超声波清洗的一个工业设备。

3.101

超声振动 ultrasonic vibration

具有清洗效果的提取方法，其基础是由高声压引起的气泡（空化）的形成和随后的破裂。

注：频率范围为 20 kHz 至 400 kHz（在某些情况下可达 1 GHz）。

3.102

真空清洗 vacuum rinsing

真空冲洗 vacuum flushing

用真空使测试介质流过测试零部件的污染物提取方法。

3. 103

验证 validation

一种用来评估污染物去除过程能力的测试方法。

3. 104

体积测量 volumetric measurement

流量由测量液体的体积和将容器填满到特定水平所需的时间决定。

3. 105

湿表面 wetted surface

A_c

暴露于系统流体的零部件表面积。

3. 106

湿体积 wetted volume

V_c

暴露于系统流体中的零部件体积。

4 符号和缩写术语

下列符号和缩略语适用本标准

A	每1000cm ² 对CCC说明的相关参数
ATR	衰减全反射
APC	自动颗粒计数器
A_c	测试批次中所有测试零部件的受控表面
BSE detector	背散射电子探测器
CCC	零部件清洁度代码
CCD	电荷耦合设备
CT	计算机断层扫描
C_i	清洁度值
D_n	重复提取步骤n时的衰减
d	管内径
EDX	X 射线能量色散光谱仪
Feret _{max}	在接触颗粒的两条平行线之间测量最大可能垂直距离 [μ m]
FT-IR	傅里叶转换红外光谱仪
m_c	颗粒负荷质量与测试的零部件数量有关
m_A	与受控表面相关的颗粒荷载质量
m_V	与控制体积相关的颗粒荷载质量
H_A	被润湿表面的颗粒总数

H	检测批次的颗粒总数
H	被润湿体积的颗粒总数
H	频率（每秒移动次数） $[1/s]$
h	绝对颗粒数
IR	红外线
ISO-MTD	ISO-灰尘检测
λ	波长
LIBS	激光诱导击穿光谱仪
m	颗粒集残留重量
m_1	分析滤膜重量
m_2	包括颗粒的分析滤膜总质量
N	对CCC说明每零部件的相关参数
nA	数值孔径
n	数量或测试批量
η	动态粘度 $[ns/m^2]$
ν	运动粘度 $[m^2/s]$
PET	聚对苯二甲酸乙二醇酯
Re	雷诺数, $Re=W*d/\nu$
SEM	扫描电子显微镜
SE detector	次级电子探测器
U/S	超声波
V	每 $100cm^3$ 对CCC说明相关参数
V_c	在一批次中被润湿体积的所有检测目标
w	液体速度 $[m/s]$
x	颗粒大小可变量, 例如 $150\mu m \leq x < 200\mu m$
z	颗粒高度 $[\mu m]$

5 清洁度检测原则

5.1 概述

清洁度检测的目的是检测存在于测试零部件的相关表面上的颗粒污染物。

技术清洁检测是一种间接检测,不同于可直接在检测对象上执行的其他检测,如目视或触觉(接触),技术清洁检测需要一个提取步骤。汽车关键零部件的相关区域往往位于线路、管道、壳体、水箱、水泵的内部,阀及类似流体推动构件,该流体可能会传输污染颗粒到敏感区。这种内表面通常无法直接进行检测,例如目视检测。此外,由于其材料成分、粗糙度或与颗粒污染缺乏对比,许多表面不适合进行目视检查。

由于上述原因技术清洁度的分析首要步骤是提取或采样。颗粒首先通过实验室清洗步骤从测试零部件上清洗下来(见图1)。接着将全部测试介质和分离的颗粒用滤膜过滤,然后对滤膜进行分析。

这也意味着,不可能在同一测试零部件上重复进行清洁度的检测,因为该试验(提取)本身改变了测试零部件的清洁度特征。

在某些情况下,单个颗粒可能在功能上非常关键,因此要尽可能完全从功能面上提取可脱落的颗粒。由于不存在已知污染程度的测试零部件来验证提取过程的有效性,清洁度检查提取条件的影响需要根据以下内容进行调查:

- 提取过程的验证（合格性试验）**：通过对测试零部件进行合格性试验确定适宜的提取工艺。相应的要求在本标准中有所规定。他们的作用是确保尽可能多的污染物颗粒从测试零部件中去除。最后记录所选提取程序的鉴定结果、要求和参数；
- 空白水平**：被测试零部件越洁净（即清洁度检测得到的颗粒越少），由于检测引入的外部颗粒导致检测结果失效的风险越大。本标准中陈述了试验中允许的外在颗粒数量。空白水平与被测试零部件的清洁度要求相关。

清洁度检测（见图1）由以下步骤组成：

- a) 提供测试零部件；
- b) 获取测试零部件上的颗粒（提取）；
- c) 颗粒过滤（简化分析除外）；
- d) 颗粒计量分析；
- e) 检测过程和结果记录。

实施清洁度检测，需要配备专用设备、合适的场所和合格及经验丰富的人员。

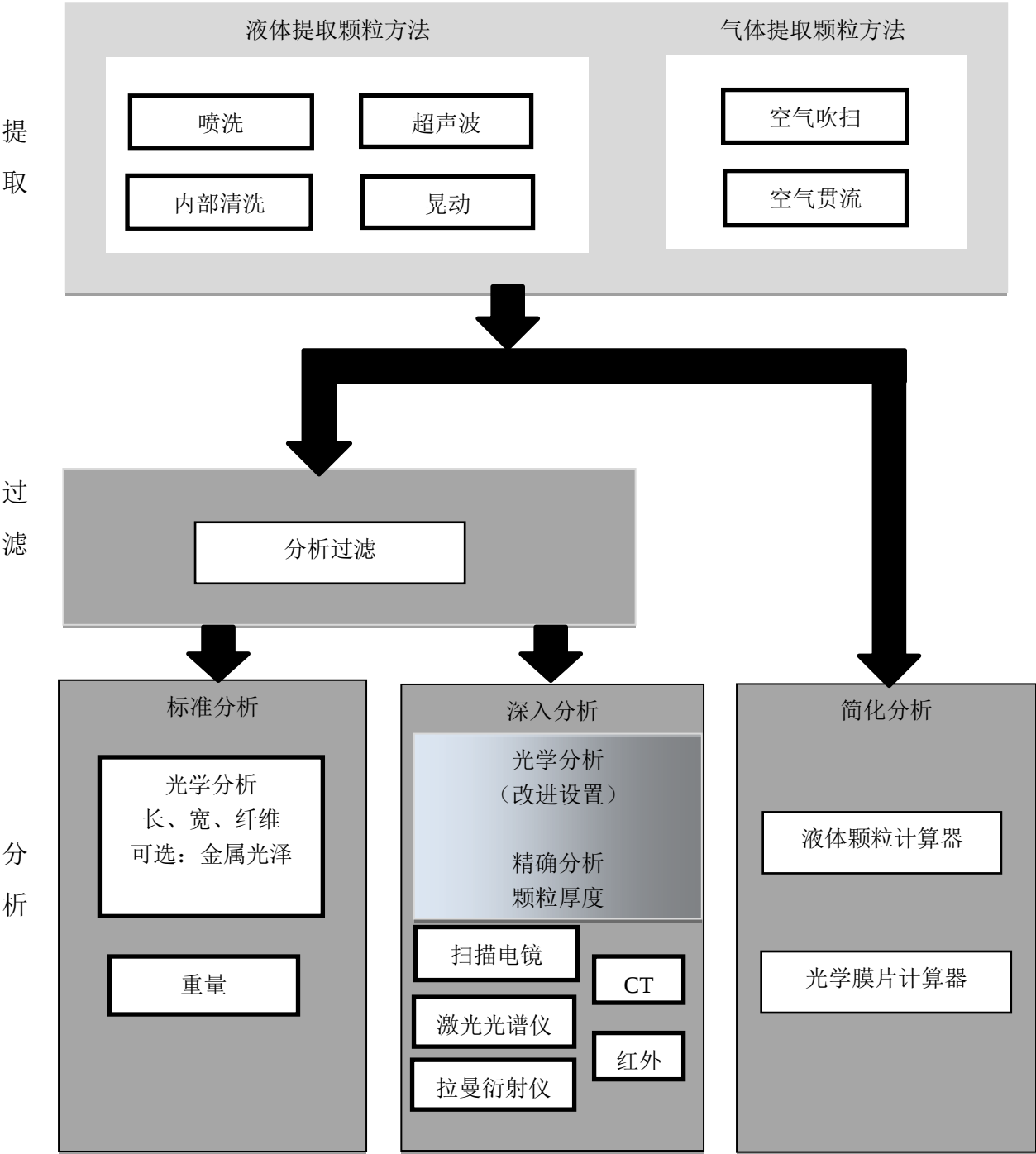


图1 检测方法

为了能够比较检测结果，应采用相同的测试介质、相同的提取程序以及相同的分析仪器参数设置。附录I描述了当清洁度检查结果超过清洁度规范中规定的允许值时可能采取的程序。

5.2 选择检测方法

关于图1，应考虑以下内容。

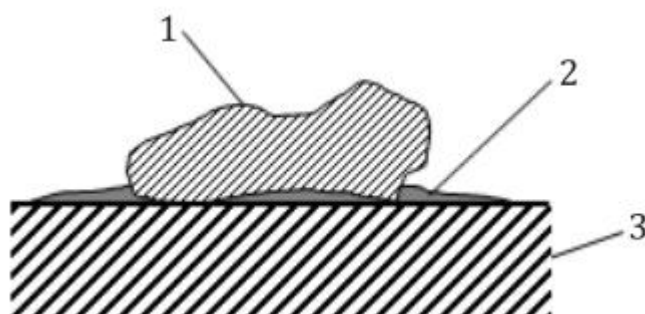
- 提取颗粒：在清洗过程中，通过测试介质从零部件表面分离颗粒。颗粒提取方式是基于测试零部件的特征制定，例如控制区域的大小、形状和与提取介质是否兼容。以及零部件的材料和需要去除的颗粒的类型和附着力（见第7条）；
- 颗粒过滤：用于分析的相关大小的颗粒经由滤膜过滤沉积在滤膜上。根据清洁度规范中要求进行分析的颗粒大小和数量选择分析滤膜类型（见第8条）；
- 颗粒分析：颗粒根据清洁度规范的相关特性要求进行分析，根据不同的特性要求需要进行分析的特征包括尺寸和数量以及材料或颗粒的特殊性质等，没有要求特殊性分析，则应采用标准分析程序（见9.2）。

注1：对于简化分析（见图1）取消了过滤工序，在使用测试介质剥离颗粒后直接进行分析，例如，用液体颗粒计数器。

提取方法的选择，参数确定和流程制定过程中需要关注清洗过程的优化和调整。以下参数对于提取结果具有影响（见图A.2）：

- 测试液（清洗液成分）；
- 清洗温度；
- 提取设备（带参数的清洗过程）；
- 清洗时间（清洗过程作用于零部件表面的有效时间）。

通过粘附力附着在零部件表面上颗粒的清洗。例如，图2中的颗粒可能由于范德华力而粘附，或由于空气湿度或加工助剂（冷却剂、润滑剂或防腐蚀剂）形成的毛细作用。提取方法的目的是克服这些力并分离颗粒。



注释：

- 1 颗粒
- 2 粘附力强化层（空气湿度、加工助剂）
- 3 零部件

图2 颗粒通过粘附力附着在零部件表面

注2：在提取过程中，毛刺可能会从零部件上脱落，然后也会包含在清洁度检查中。

5.3 初始参数

提取方法主要是由零部件尺寸、形状、材料和控制面的位置确定，选择提取方法后，特定参数的选择如喷嘴直径、流量、超声波频率等还具有很大的选择空间。为了尽可能的提高颗粒清洗过程及其分析结果的可比性，建议使用各种方法推荐的初始参数开始合格性试验（见第7条）。

注：可调整初始参数来优化与特定零部件相适应的颗粒提取过程，例如颗粒分离（不会损坏相关零部件表面）或提取时间，建议可修改初始参数，只要这些参数有适当的文档记录。

5.4 提取设备参数

提取效果及对零部件表面的损坏概率主要取决于对零部件产生机械作用的提取方法的参数。为了选择合适的参数，可能需要对测试零部件及其制造和后续的使用有充分的了解。但是，如果没有已知的要求或经验用于证明实现特定提取参数是合理的，则应使用本标准建议的各种提取方法推荐的对应初始参数。

有关更多信息，见附录A。

5.5 员工技能

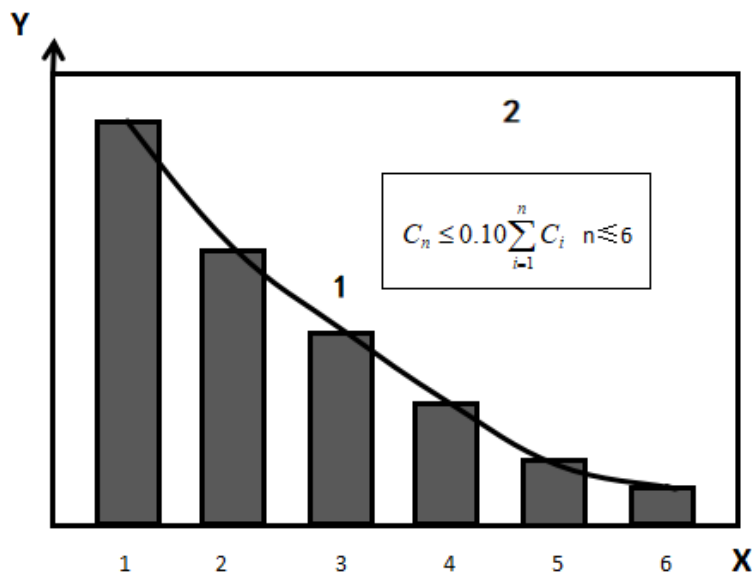
清洁度检测是一项非常复杂的任务，包括对清洁度标准的理解，选择和仔细执行提取程序、精确分析和准确的文档记录。因此，业务能力和责任心强的工作人员是关键因素（另见附录J）。

6 合格性试验及空白水平

6.1 概述

进行合格性试验目的在于确定常规检查的适当提取方法，是附录A中开始的选择检测方法的最终步骤。因此，合格性试验是图A. 2所示辛钠圆的第四要素（时间）。如图3的衰减曲线所示，通过衰减测试进行合格性试验。必须按照6. 2、6. 3和附录B中的描述进行评估和空白水平测试。

合格性试验和清洁度检测是不同的任务，需要单独测试批次。为了进行初始清洁度检测，至少需要2个试验批次，一个用于合格性试验，一个用于后续的例行检查。



注释：
X 连续提取步骤 n
Y 清洁值 Ci
1 提取曲线
2 衰减实验标准

图3 通过对零部件重复提取步骤确定的清洁度值（衰减曲线）

确定空白水平和满足允许的空白水平限值确保了清洁度检测是在充分洁净的检测环境条件下进行的。因此，可确保检测过程中引入的非出自测试零部件本身的污染不会影响检测结果。

为了验证在提取、提取设备的最终清洗、滤膜处理和干燥以及分析的各个步骤中没有颗粒丢失，可选择性的进行检测颗粒的验证，验证颗粒回收率。

在客户与供应商协商清洁度控制规范时，应根据本标准对提取条件进行限定。

任何形式的分析都需要有效且有代表性的提取程序，即使在深入分析的情况下，特别是对于显微镜分析，合格性试验也是必需的。

6.2 合格性试验

6.2.1 原则

有效的提取方法是正确评估零部件清洁度的基础，因为对污染物颗粒的几何形状、材料、数量和附着力而言，包括所有与清洁相关的汽车零部件，根本不存在“标准污染”产品（即处于可再现的污染状态），没有绝对的方法能确定实际存在的颗粒数量。所以应对提取方法的有效性进行衰减试验，证明采用的清洗过程能够尽可能的把全部可脱落的污染物颗粒都得到了提取。

衰减试验是用来确定适合于某个零部件或类似零部件检测的必需条件，应将该检测条件作为“检测规范”使用。

通过对同一零部件的重复清洗，确定可脱落的颗粒数量是否逐次减小，并以此判断颗粒提取过程是否合适（见附录B）。颗粒是否充分脱落并被提取收集，需要通过衰减曲线来确定（见图3）。按要求确定衰减曲线上特定点，在该点上的数值除以试验中获得的所有值的总和，如果获得值小于或等于10%，则说明提取过程合适。

在进行衰减试验清洗过程中，不能出现由于腐蚀零部件所造成颗粒脱落的现象。否则脱落的颗粒会混入颗粒物中（另见B.2），例如毛刺、涂层或零部件材料。

至少要对一个零部件或组件确认一个适用的常规检测方法，在零部件受到结构改动或其制造工艺发生变化时，可能会存在原检测方法不能保证达到同样的提取程度的风险（由于不同的零部件外形或污染物类型、数量或附着力的改变），此时要重新进行衰减检测以验证方法是否适当。

对已经分析过的零部件，不得重复进行合格性试验。

确认检测方法适当性的过程包括以下步骤（见图B.1）：

- a) 衰减试验（见6.2.3、图B.1）；
- b) 开展制定例行检查程序（6.2.3）；
- c) 可选：通过重复试验来验证例行检查程序；
- d) 检测空白水平（见6.3）；
- e) 可选：测试颗粒回收（见6.2.3.2）。

如果空白水平和衰减曲线符合第6条中描述的要求，则确定的检测过程作为适当的检测规范用于常规检测。

注：在确定类似零部件（几何形状、材料、涂层等类似）的检测规范时，可将确定检测过程简化为步骤c)和步骤d)。

6.2.2 材料和设备器具

提取过程的提取设备、测试介质、温度、过滤和分析方法如5.2所述。

衰减试验方法也可用于验证检测规范（例如重量分析法和光学分析法）。

在衰减检测开始时，应设置相应的提取方法的初始参数（见第7条）或使用论证过的更合适的参数。

如果需要重复进行衰减试验，需要准备相同的零部件（同一类型和同一制造批次）。

确保按照第11条的规定将测试零部件交付至检测实验室。

6.2.3 操作步骤

6.2.3.1 衰减试验

图3显示了使用合适的提取程序获得的衰减曲线的示例。

- a) 确定更加适当的测试零部件数量；
- b) 按要求清洗提取设备，进行空白水平检测并符合要求；

由于在这个阶段上还处于摸索检测方法的初始阶段，后续的循环检测方法尚未确定，空白水平的检测方法就不能采用后期的循环检测确定的测试介质容量和清洗时间。用于确定这个“暂时”的空白水平检测的参数由检测人员确定，确定的依据由各个实验的初始参数以及操作者对提取设备使用的经验。另外，设备空白水平通常是已知的，即可使用定义的程序和液体体积或时间段通过提取设置获得空白水平。如果设备空白水平用作合格性试验的“临时”空白水平，则还应满足空白水平标准。

- c) 同样的零部件或组件采用初始参数连续进行6次清洗，每次清洗得到一个颗粒量 C_i 。每次清洗步骤完成后都要对提取设备采用有效的冲洗过程进行清洗；
- d) 衰减值等于本次清洁度值与包括本次清洁度值在内所有已得到的清洁度值总和的比率。使用公式(1)计算衰减试验第 n 次步骤的衰减值；

$$\frac{C_n}{\sum_{i=1}^n C_i} = D_n \dots\dots\dots (1)$$

- e) 如果衰减值 $D_n \leq 0.10$ (10%)，则已达到衰减标准；

$$C_n \leq 0.10 \sum_{i=1}^n C_i \quad n \leq 6$$

- f) 达到衰减标准，就能确定常规检查程序（即检测规范）（见6.2.3.2）；
- g) 如果在6次提取步骤后未达到衰减的要求，则提取参数需要进行适当的调整或选择其它提取方法，并使用新零部件或测试批次重复衰减试验。如果测试零部件的材料在清洗过程中遭到腐蚀或破坏，则有必要降低萃取过程的强度。对于颗粒载荷非常少的测试零部件，可能难以验证颗粒衰减曲线。在这种情况下，建议增加测试批次零部件的数量；
- h) 如果重复优化清洗过程参数都不能满足衰减要求，该例子即为特例（见6.4）；

各提取步骤得到的6个清洁度 C_i 值可用图表示为衰减曲线，如图3所示。

B.2中列出了在衰减试验过程中可能得到的一系列曲线形状，并描述了解释这些形状的方法。

为了确定衰减值及衰减值是否满足衰减要求d)和e)，使用了零部件清洁度规范中规定的清洁度值 C_i 。即：

- 用于质量描述时，是指清洗得到的残余颗粒质量；
- 用于光学显微镜或其它的过程来确定颗粒大小分布时，是指某个分布级别的颗粒数量。为了简化和便于计算机展示衰减效果，可对清洁度要求的所有颗粒等级的颗粒数量进行累加，尽管如此仍要注意在所有颗粒大小等级范围内要确保具有衰减的效果。

除纤维外的所有颗粒都包括在衰减检测范围内。

如果纤维是清洁度规范的一部分，纤维数量应该包括在衰减检测中。

当没有清洁度要求的情况下，或只定义了一个最大颗粒尺寸时，例如，允许颗粒大小不得 $> x \mu m$ ，则采用特定光学分析方法以及选择特定放大倍数和像素分辨率条件下可有效测得的所有颗粒，颗粒大小等级都要包括在衰减检测的范围内（见9.2.3）。

注1：在某些情况下，可考虑对清洁度规范未做要求的颗粒等级进行评估，方法是选择至少有20个数量的对应清洁度等级。

注2：为了获得更多的信息，可在多个颗粒等级下进行评估。

6.2.3.2 开展例行检查

从6.2.3.1的结果中，推导出相应提取方法的常规检测条件。

- 喷洗：在给定压力下确定喷洗时间、流量及喷洗使用液体的体积；
- 超声波：超声波清洗中所需的时间；
- 内部清洗：在给定压力下确定喷洗时间、流量及喷洗使用液体的体积；
- 晃动：所需的晃动时间以及基于晃动频率计算的摇晃的次数；
- 空气吹扫：吹扫测试零部件所需的时间；
- 空气贯流：空气贯流通过测试零部件所需的时间。

如果衰减试验需要 n 次提取才能达到10%的标准，至少需在 $n-1$ 提取次数下进行，经过 n 次提取后，至少能从测试零部件上提取90%的可分离污染物，说明该提取次数是符合要求的。

从提取设备中去除残留颗粒的最终清洗程序保持不变，该过程中所用的液体量以及最终清洗时间与测试零部件的清洗无关，因此不必乘以 $(n-1)$ 。冲洗过程是否有效可通过重复冲洗或投放带有明显特征的检测颗粒来检测（见附录C）。

衰减试验一旦合格并得到确认，则使用常规检测（见图B.3）从零部件中提取颗粒，以验证零部件的清洁度，从而验证客户与供应商之间定义的清洁度规范。

6.2.3.3 例行检查、重复检查的验证（参考）

为了进一步验证日常检测程序的可靠性，可通过重复检测进行验证。

- 如前一节所述的常规检测，连续检测两次，应用于同一个未经清洁度检测过的零部件并记录2次检测得到的颗粒量 G_1 和 G_2 ；
- 如果第二个清洁度值小于或等于两个清洁度值之和的30%，则所述的常规检测是合适的并作为检测规范确定下来；

$$G_2 \leq 0.30 (G_1 + G_2)$$

- 如果条件不满足，则应考虑寻找更适当的提取参数。

6.3 空白水平

6.3.1 原则

外部颗粒的侵入将影响零部件清洁度检测结果。如果外部颗粒的侵入的比例过高，则可能会导致误判。空白水平代表了非来源于测试零部件的污染物总值，这些污染物颗粒可能来源于：

- 测验介质；
- 提取设备（水槽、水池、管道、阀门等）；
- 所有与零部件和测试介质接触的物体；
- 准备、提取和分析操作过程；
- 环境和工作人员。

检测环境的清洁度等级必须适合测试零部件所需的清洁度状态。

如果未达到要求的空白水平，应在上述影响因素中调查原因。

注：参考[8]中介绍的优化环境清洁适用性，也可运用在清洁实验室。

为了确认空白水平对于检测结果无决定性的影响。

- 应确认空白水平是采用适当的方式确定的；
- 空白水平不得超过测试零部件清洁度要求值或检测值的一定比例。

在每次日常检测之前，不必强制进行空白水平测试。但是，如果存在提取设备的清洁状态不合适或存在未知的风险，则应进行空白水平测试，例如：

- 如果提取设备长时间未使用，如在一夜之间、周末或更长时间内停止使用；
- 当检测一个有较多颗粒的测试零部件更换为检测一个较为洁净的测试零部件时，存在将颗粒转移到洁净测试零部件上的风险。

6.3.2 推导空白水平

通过计算基于所述零部件的清洁度值确定允许的空白水平。

空白水平不能超过对该零部件所要求的预期清洁度值的10%。允许的最大颗粒尺寸适用空白水平条件（见表1）。

如果零部件的清洁度值未知，例如，第一次检测时只有在进行合格性试验后才能达到空白水平。

表1 空白水平标准和示例

清洁度规范	空白级别标准	示例			
		清洁度规范		空白级别推导	
质量分析	允许或测量的残留物质量的 10% ^a	7 mg		0.7 mg	
颗粒大小分布 (CCC)	每个尺寸等级中允许或测量颗粒数量的 10%（小数点后数值省略不计）	尺寸范围 (μ m)	允许数量	尺寸范围 (μ m)	空白级别允许的数 量
		100≤x<150	90	100≤x<150	9
		150≤x<200	28	150≤x<200	2
		200≤x<400	12	200≤x<400	1
		400≤x<600	0	400≤x<600	0
允许最大颗粒	最大允许颗粒减半，按照所在区间的下限值确定	不允许颗粒>500 μ m		500 μ m/2=250 μ m 尺寸等级为 H 200 μ m≤x<400 μ m 空白等级不允许有≥200 μ m 的颗粒	
无明确 要求时	不允许>50 μ m 的颗粒 ^b	---		不允许存在>50 μ m 的颗粒	
^a 注意天平的分辨率，更多细节见 9.2.2;					
^b 仅适用于没有资料、没有洁净规格、没有测试零部件的分析结果，具有相似零件经验的情况下。					

空白等级与具体的零部件检测相关，为了计算可靠的空白水平，必须先给定的单位面积或体积清洁度限值或分级代码的清洁度规范条件下计算所分析的测试零部件的最大允许污染量。

如果清洁度规范规定了多种特性，如残留物质量和颗粒大小分布，则空白水平计算要符合各个特性。

当存在两种可能的空白水平时，例如，具有指定的颗粒尺寸分布和最大允许的颗粒，应满足两个空白水平。

验证清洁度规范时，不允许从零部件清洁度检测的分析结果中扣除测定的空白水平。

6.3.3 材料和设施

在测定空白水平时，应按照被测零部件检测规范中的规定，使用完全相同的设备、装置、材料、参数进行提取、过滤和分析。

6.3.4 操作步骤

- a) 根据清洁度规范或 6.2.3 中确定的清洁度值计算允许的空白水平；
- b) 完整执行 6.2.3 中规定的衰减检测过程，无需检测零部件，测定空白水平；
- c) 判断达到的空白水平是否在允许的限值范围内。

如果不满足空白水平要求，则设备或环境不合格，必须整改。

未能达到空白水平的另一个原因可能是由于最后的清洗步骤不充分，导致颗粒在检测设备中残留并进入空白水平检测结果。

6.4 特例

如果反复调整和优化后的检测条件还达不到衰减检测或空白水平的要求，可在客户与供应商协议内商议采用最佳检测过程作为常规检测程序。

在判定零部件的清洁度检测属于特例之前，首先要仔细检测和排除所有错误可能，例如操作不当、非相关零部件区域的颗粒侵入等。

下列情况可能认定为特例。

- 在提取过程中需要操作的主动零部件（如阀门、泵、喷油器等）。在这种情况下，分离的污染物颗粒和磨合过程中产生的颗粒可能相互重叠，从而导致颗粒污染的衰减不能单独观察；
- 自身会释放颗粒的零部件，例如从材料或涂层中产生颗粒的零部件；
- 虽然增加了测试批量并优化了空白水平，但非常洁净的零部件仍无法符合要求。

更多详情见附录B。

7 提取方法

7.1 原则

由于几何结构和表面特性，通常无法直接检查汽车系统中相关功能零部件是否存在颗粒（如采用光学或显微镜直接检测方法）。在这种情况下，通过提取或取样从零部件中去除颗粒。

其目的不仅是检测具有代表性的颗粒数量，还需确保尽可能完整采集可剥离颗粒的数据，包括单个关键颗粒的安全剥离。确认和验证该要求的程序与第6条所述的程序相同。

根据检测零部件的特性，必要时需要应用多种清洗方法。可能还需要对零部件的组成部分进行机械处理，以便对相关的检测表面进行检测。

典型情况是将零部件的包装涵盖在清洁度检测范围内。

零部件的检测表面可能有不同的清洁度参数要求，需进行单独的检测。

在采用液体或气体（另见5.2）将颗粒从检测表面上剥离之后，需收集在分析滤膜上，滤膜随后进行标准分析或深入分析。采用简化分析时，取消过滤过程，同时直接在介质中进行颗粒分析采集。

由于清洁度检测的结果在很大程度上取决于操作者提取程序是否规范，因此检查人员必须接受良好的培训。检测规范应包含提取程序的详细说明。为了设计和开发适用的提取程序，应考虑附录D中描述的主要设备和配置。

7.2 提取设备的一般要求

提取设备所有与测试介质有接触的区域必须保持清洁，避免影响零部件清洁度检测的结果，确保不会超过所允许的空白水平，在设计和操作时应考虑下列几点：

- 适宜的表面粗糙度；
- 化学和机械耐受性；

- 无积聚污物的死角或咬边；
- 充分清洁；
- 无磁性；
- 无静电；
- 收集设备的斜角排放口，包括从收集容器至分析过滤的管道尽可能短；
- 装置不会释放任何颗粒或只释放与零部件检查无关的颗粒，包括被激活、移动或驱动时。

为便于达到和符合空白水平，在测试介质、清洗滤膜与分析过滤之间，应确保提取设备与测试介质有接触的表面仅可能小，且几何结构应尽可能简单。

7.3 测试零部件的预处理和后处理

7.3.1 概述

尽管准备步骤应在测试环境附近进行，但如果在准备清洁度检测的零部件时存在产生或释放颗粒的风险，则应在不同的合适工作场所进行。

7.3.2 拆除包装

零部件发送用于检测时应保持清洁，在许多情况下需采用合适的包装。零部件从相应的制造步骤中取出那一刻起，直至到达清洁度检测实验室，包装需保护测试零部件在储存或运输过程中不受二次污染。

打开包装并将测试零部件取出时，注意该过程不得有污物从包装的外侧进入至零部件的检测表面。对此，适宜的措施包括：

- 打开包装前清洗包装外侧；
- 在打开包装和拆卸测试零部件之间更换手套；
- 打开包装的操作与取出测试零部件的操作由不同的人员执行；
- 洋葱皮原理(采用能密封的双层包装)。

7.3.3 检测表面说明

并非零部件的全部表面与清洁度相关或需要符合清洁度规范。很多情况下，仅零部件上的部分区域需要满足清洁度要求，如电子元件外壳盖的内侧，或在零部件内有清洁度要求不同的多个区域，例如滤清的机油进油口和机油回流，需要指定以下内容：

- 检测表面的准确位置，用于确定拆解或准备工作等其他步骤，并计划提取策略（如各个提取步骤的顺序、压力冲洗程序等）；
- 检测表面的精确尺寸，该数值非常重要，清洁度参数采用标准形式或代码形式表示，如每 $1\,000\text{cm}^2$ 或 100cm^3 。此种情况下，测试零部件的允许污染量是根据被检测表面的实际尺寸计算得出，并由此得出检测所允许的空白水平。另外，在进行衰减检测时应根据初始参数确定检测液的所需量。

7.3.4 准备条件

若检测表面不是整个零部件或零部件有不同清洁度参数的多个检测表面(另见7.3.3)，则需要对不同的零部件区域进行隔离。这样可避免对检测表面进行检测时有测试介质意外进入另一受控表面，导致不相关的颗粒转移到另一受控表面。

不需要检测的区域应予以隔离，例如通过塞子、喷漆、遮盖、密封或标记等方式。隔离措施应以适当的清洁方式进行，使用的材料不应影响清洁检测结果。

隔离件的设计和材料应保持清洁。

如果测试零部件的非相关区域不需要预清洁,则应注意确保没有颗粒或其他物质转移到相关的受控表面或从中移除。

对于清洗过程,还需要将测试零部件固定在安装、提升或取样装置中,或使用适配装置用于检测,例如使用冲洗管路、驱动装置或电气接口。这也可能导致颗粒产生或脱落。因此,应遵守7.3.5“拆解”所述的建议。

在某些情况下,需要为零部件安装颜色醒目的适配装置,若该颜色的颗粒出现在分析中,则颗粒来源于适配装置,而不是由于测试零部件的清洁度水平不够。

7.3.5 拆解

在某些情况下,进行清洁度检测前需要全部或部分拆解检测零部件,以便能够使测试介质进入与清洁度相关的功能区域,执行清洗过程。

在拆解时,接缝、连接等部位存在产生和释放颗粒的较高风险。为避免这些拆解颗粒进入零部件的检测表面,拆解操作应谨慎计划,执行时应符合清洁度要求。拆解产生的颗粒应在产生或释放时立即清除(如通过抽吸或擦除)。所有工具和辅助设备必须保持清洁、避免摩擦。

另外,拆解时颗粒还可能从与清洁度无关的外部区域进入对清洁度要求较高的内表面。对此,应在拆解前清洁外表面避免此类情况的发生。

拆解流程对检测表面的清洁度状态会产生影响,因此需对拆解步骤详细记录,或制定一份精确的拆解作业指导书。

7.3.6 退磁

磁性使可磁化颗粒更牢固地粘附到零部件上。因此,应检测零部件的剩磁,必要时在开始测试前进行消磁。

示例:针对柴油直喷系统与介质有接触的零部件的非临界剩磁值为2.5高斯或200A/m。

生产过程中的加工流程可能导致零部件产生磁性,必须说明消磁的必要性。零部件与功能相关的特性可能会因消磁操作而失效。

由于技术条件限制不得进行消磁的零部件,通常属于检测技术方面的特殊情况,必须在客户与供应商协议中说明。使用液体或气体进行的清洗操作,多数情况下仅适于特定的条件,因此都采用与特定零部件相关的颗粒剥离方法,本标准未涉及此类方法。

7.3.7 后处理

应记录检测后是否应将废弃的试验零部件报废或退回生产线。规定后处理步骤,如去除残留测试介质、干燥或涂抹防腐剂。

7.4 溶液清洗

7.4.1 概述

如附录A中所述,汽车行业中大量与功能相关的零部件适合采用液体进行清洗。

7.4.2 测试介质

清洗和最终清洗所用的介质必须与零部件及提取和过滤设备兼容,包括所用的密封件和滤膜。

就清洗效果而言,测试介质的选择主要取决于成分材料和预期污染物的特性,以及合适的运动粘度,例如, $\nu \leq 5 \text{ mm}^2/\text{s}$ 。其中,这些取决于零部件及其制造工艺的过程(见D.1)。例如,与检测有关的颗粒可用装配润滑脂或防腐剂粘合。

若所使用的测试介质清洁度不符合要求，应进行清洁过滤。

警告：对于水基测试介质，介质中存在的表面活性剂可能会被过滤器去除。

清洗和最终清洗所用的溶液总量必须全部用于分析。

再次应用时（如回路系统内），必须对测试介质进行处理，确保检测结果不会受到影响，应考虑以下几点：

- 物理或化学清洁影响不会受到限制，如除垢剂损失或消耗化学物质；
- 不得添加任何可能损害检查结果物质，例如润滑脂或防腐剂；
- 不得添加任何可能损坏提取设备或零部件的物质，例如水、酸、碱；
- 混合液体的粘度在使用过程中可能会发生变化。

附录K考虑了在实验室中执行任务的风险评估，特别是在提取过程中使用易燃清洁剂。

7.4.3 喷洗

7.4.3.1 原理

通过测试介质射流到测试零部件上实现喷洗，清洁效果主要受到射流的动量传递影响。通常测试介质从检测零部件中流出时也会产生漂洗效果。

该方法适合于测试零部件外部和可接触的内部结构的清洁。在使用时，通过采用粗网框或过滤筛，也可对简单几何形状的小零部件进行单独清洗或同时清洗（见图D.2）。

大多数情况下可应用圆形横截面的全射流喷嘴。但根据测试零部件的几何结构也可采用其他类型的喷嘴（见图D.1）。

喷射设备（喷嘴）当它们被放置在孔或管道上时也可用于清洗测试零部件的内部，要求测试零部件内部区域得到完整的灌装且内表面区域完全连接。清洗效果不再受射流影响而是与冲洗效果相关，因为测试零部件表面不再受到射流冲击（见7.4.5）。

喷洗过程的关键影响参数有：

- 测试介质的特性；
- 喷嘴的流量；
- 喷嘴和喷枪的几何形状；
- 与测试零部件的距离和喷射角度；
- 对测试零部件各个表面的清洗顺序；
- 单位面积清洗时间或测试介质用量；
- 每个控制表面的重复次数。

注：喷射压力只能有限的表征喷洗对于颗粒提取的作用，尽管喷嘴的流量在给定喷嘴直径的条件下正比于喷嘴处的压力，但是直接在喷嘴处测量压力是非常困难的。在其它位置处（如压力罐处或泵后）测量的压力值可能严重偏离喷嘴处压力，因此不适合作为描述系统的参数。但是液体流量，独立于测量点的位置始终是相同的，即使流速不是由液体流动系统中的传感器测得的，也能方便地通过体积测量来确定（例如液体注满玻璃烧杯的速度），因此非常适合作为描述系统的参数。

当系统采用圆形出口横截面的喷嘴和不加宽圆柱形射流，或系统内具有多个这样的喷嘴时，射流的清洗效果受到测试零部件与喷嘴之间距离的影响显著较少，比加宽喷嘴（扇形喷嘴）小得多。这样使得测试零部件的特定颗粒清洗和提取易于进行（见D.2，图D.1 a）、d）和e））。

颗粒提取的效果尤其受各个清洗过程步骤的影响，这些步骤通常是人工手动操作。应在测试规范中规定与测试零部件相适应的喷洗过程。

如果喷洗时采用了溶剂作为测试介质，可能会导致气雾的形成。即使在测试介质闪点远高于试验温度或室温的情况下，这些气雾也可能形成可燃混合物。如果存在形成气雾的风险，应在不包含任何潜在火源的合适提取柜中进行提取。

关于什么时候会产生气雾的问题，见图D. 4。

图D. 4可用作确定喷嘴直径和流速组合的指导，这可能导致气雾形成。该图仅适用于圆形喷嘴，对于扩大的雾化射流和平行喷嘴（扇形喷嘴）或其他喷嘴来说，普遍会导致气雾的形成，因此必须遵守所有相关的工作安全指令。

7.4.3.2 初始参数

喷洗初始参数的设置：既要产生尽可能有效的清洗射流（见5.3），同时又要保证不产生气雾（见表2），这样可使得提取设备的适用范围尽可能的广泛。

表2 喷洗的初始参数

参数	初始值/条件
喷嘴形状	圆形喷嘴
喷嘴直径	2.5mm
流量	1.5 升/分钟
与零部件的距离	最大 15cm
射流体积/零件面积	5 ml/cm ²
为了减少颗粒提取时间的耗费，在进行大面积清洗时可采用多个射流喷嘴。应注意，每个喷嘴打开时都要满足上述参数。 如果采用了简易的提取设备，当其结构可能会导致操作者遭受从零部件上反射回来液体的迸溅危险或清洗下来的颗粒可能会丢失，可修改现有参数将喷洗流量减小到 1.0 升/分钟。	

建议在清洗散装小零部件时，每次采用足够数量的零部件，使得批量零部件的清洗区域总面积达到200cm²或更多（见图D.2 c））。

在验证试验或衰减检测（见第6条）特定清洗步骤后满足衰减检测要求时，可得到一个用于常规检测的单位面积上应用的测试介质的体积。如果使用这些初始参数无法达到衰减标准，或者如果其他参数更合适，并且有严格的记录，则可以修改这些初始参数。

7.4.3.3 材料和设备

用于清洗和提取步骤中使用的材料和设备应符合7.2所述提取设备的一般要求。

- a) 测试介质，运动粘度 $\nu \leq 5\text{mm}^2/\text{s}$;
- b) 提取零部件：例如底座、镊子或单个测试零部件的固定器；盛放小零部件的粗格网篮；夹取大型零部件的机械臂；
- c) 提取设备包括：
 - 喷射工具（多个）：例如喷嘴，可通过人工手动操作喷嘴进行清洗过程和提取装置的最终清洗过程，用于清洗零部件内部区域的喷枪等；
 - 用于供应测试介质的容器、过滤装置、泵或压力源。
- d) 收集设备：例如压力冲洗柜、漏斗或容器收集提取液；
- e) 抽取装置（可选）：从零部件内腔除去残留的液体；

- f) 用于容量测量的容器,例如烧杯或量筒以及用于控制清洗时间的计时器或喷洗时通过校准确定流体体积的计时器。

因无法达到规定且稳定的压力冲洗参数,实验室清洗喷瓶不得用于零部件污染物的提取。在许多情况下,实验室喷瓶适用于提取设备或过滤设备的最终清洗。

7.4.3.4 流程操作步骤

以下程序应根据试样的特性进行调整。

- a) 测试所需的所有必要材料;
- b) 清洗所有测试介质接触的设备表面,必要时检测空白水平;
- c) 按照 7.3 中的描述准备测试零部件;
- d) 将测试零部件放入提取装置中,必要时将测试零部件放置在合适的位置,使液体能够流入收集容器或取样容器;
- e) 按照参数、时间和准确的喷洗顺序进行测试零部件的清洗。小心执行此过程对于测试结果是至关重要的,携带颗粒的测试介质损失或不相关零部件面积上颗粒被提取下来这两种情况都要避免;
- f) 从积留颗粒及液体的测试零部件区域排空残留液体(可多次排空)。对难以触及的空腔使用抽吸装置来抽取积留液体(抽取得到的液体属于分析液);
- g) 如果需要对包装内表面进行清洗和取样,该液体也包括在分析液中;
- h) 应该为最后的冲洗步骤拟定适当的程序,在与测试介质接触的提取设备、清洗腔室、固定式样的装置等所有区域进行最后冲洗,该液体也包括在分析中;
- i) 全部液体流经滤膜并进行分析;
- j) 完成测试报告。

7.4.3.5 文档

见第10条。

7.4.4 超声波振动

7.4.4.1 原则

超声波清洗的原理:经由测试介质传导的20kHz至400kHz范围内的超声波,通过机械振动作用到测试零部件的表面上。需要将测试零部件浸入测试介质并在配有超声振动装置的提取设备内进行清洗。

超声波的清洗及颗粒提取能力基于空化气泡爆破所产生的高压峰值。

超声波的清洗效果尤其受到超声波频率和声压的影响,超声波频率和声压是通过超声波功率和使用环境的几何条件确定的。通常超声波功率越高而频率越低时,物理清洁能力越强。

如果由于不合适的超声参数而导致过多的颗粒从零部件表面脱离,可通过设置较高的频率或较低的输出功率进行纠正。应特别注意的是,铸铁可能会释放出石墨。还需要注意铸铝表面、油漆和涂层表面及烧结材料,因为选择不合适的超声波参数可能会导致材料损坏,会从零部件表面释放出无关的颗粒。

超声波可用于测试零部件外部区域的清洗,如果声波可通过测试零部件上的开口进入并达到足够强度的话也可用于内部区域的清洗。对于测试零部件内部的清洗效果,入口开口越小而内部空腔容积相对越大时清洗的效果较弱。同时进行内部和外部区域的清洗时,必须确保在测试零部件的内部超过-空化阈值且不会造成对测试零部件表面材料的侵蚀。

超声波的清洗方式特别适合于难以被单独处理的散装小零件。使用较小的超声波设备或烧杯能够减小提取步骤中浸湿的总表面积,这对实现空白水平的要求具有积极作用。

超声波的另一个用途是可协助进行内部清洗过程。通常为管状（没有吸音材料）测试零部件的内部用测试介质贯通清洗并且浸入超声波槽中从外部进行超声波处理。

超声波清洗方法的关键影响参数有：

- 测试介质的特性和温度；
- 超声波频率；
- 超声波的功率强度；
- 超声波振动器在清洗槽内的位置；
- 测试零部件与声源方向的朝向关系；
- 清洗时间；
- 零部件的移动。

7.4.4.2 超声波清洗的性能控制

可通过检查超声波清洗效果，监控超声波提取设备的相对稳定性，也可用以比较不同的超声波提取设备的性能。

例如，通过对一个铝箔进行气穴穿孔数量的定量检测来完成。该试验必须在特定条件下实施，涉及到箔膜厚度、位置和铝箔在超声波槽内的朝向。

警告：铝箔的破损可能会污染超声波槽。

注：检查超声波能量的一个简单方法是在小瓶中使用市售指示液，并将小瓶加入超声波槽内后，通过颜色的变化显示超声波是否工作，该方法在制药工业中已得到应用。

7.4.4.3 初始参数

用于超声波清洗初始参数的选择（见表3），要避免高度侵蚀性的超声波频率，功率强度的选择要能保证良好的清洗效果，并且同时不会对测试零部件造成过度的应力负担，并在衰减检测中获得较短的初始时间（见5.3）。

表3 超声波清洗的初始参数

参数	初始值/条件
频率	35kHz～40kHz
功率密度	10 W/L
时间	30 秒～60 秒

功率密度通过超声波装置上的输出调节器或通过超声测试介质的填充量进行设置（不含零部件）。通常使用双半波超声波装置，记录功率密度应与有效功率密度相对应，而不应与峰值功率密度相对应。

对于批量检测的小零部件的测试，建议用足够数量的测试零部件，使得该批量测试零部件需清洗面积达到200cm²或更多（见图D.5a）和b））。

验证试验或衰减检测确定超声清洗所需的持续时间时（见第6条），需进行常规检查，具体取决于在哪个提取步骤之后达到衰减标准。如果使用这些初始参数无法达到衰减标准，或者如果其他参数更合适，并且有严格的记录，则可以修改这些初始参数。

7.4.4.4 材料和设备

提取步骤中使用的材料和设备应符合7.2中描述的提取设备的一般要求。

- a) 测试介质运动粘度 $\nu \leq 5\text{mm}^2/\text{s}$;

- b) 超声波装置：功率、频率和清洗槽容积及槽内测试介质的填充水平。一般而言在清洗槽底部或侧壁配有换能器，实现超声波功率尽可能均匀分布的目的，提高清洗能力；
 - 清洗槽内固定测试零部件的夹具，不可与槽底或侧壁接触，要注意确保良好的超声波穿透性，例如使用最大网格的网框，不使用紧凑的，会吸收超声波能量的塑料材质制成的夹具；
 - 在某些情况下，也可用烧杯和用来持有烧杯的辅具装载小零部件；
 - 采用手动或自动装置使零部件相对于超声波发射面来回移动半个波长，移动速度 $\leq 1\text{cm/s}$ ，补偿由于驻波引起的超声波不均匀性。
- c) 在某些情况下，需要漏斗、烧杯等其他容器收集测试液；
- d) 测试零部件的清洗、提取设备最终清洗或用于进行压力冲洗的试验装置（见 7.4.3）；
- e) 用于测量体积的刻度容器，例如烧杯或量筒；
- f) 抽干装置（可选）：用于去除测试零部件腔内残留的测试介质。

警告：除适用于所有提取方法的一般安全要求外，在采用超声波装置清洗时还需要注意以下两点要求：

- 使用易燃液体的测试操作特别需要注意，较长时间工作的超声波能使测试介质温度升高，因此，应确保测试介质温度低于该测试介质闭口闪点 20°C ；
- 超声波清洗过程中不得将手或身体其他部位伸入测试液，会产生血栓或破坏皮肤细胞的危险。

7.4.4.5 流程操作步骤

以下程序应根据测试零部件的特性进行调整：

- a) 准备测试所需的一切必要材料；
- b) 预先清洁与测试介质接触的提取设备所有表面，必要时检测空白水平；
- c) 按照 7.3 中的描述准备测试零部件；
- d) 填充洁净的测试介质到提取设备中；
 - 1) 直接在超声波装置中清洗：注入测试介质并调节功率达到所需的功率强度（初始参数 10W/L ），或当功率不可调控时，填充测试介质到对应于所需的功率强度的水平。
 - 2) 将测试零部件放入烧杯中进行超声波清洗：注入水和清洗剂或表面活性剂至超声波清洗装置内。水仅作为对烧杯中的测试零部件进行超声波作用的中间介质，而不属于分析液体。此处是通过一个控制器来调整功率强度或在没有功率调节器的情况下通过改变介质液体的填充量调整功率密度。用于计算功率密度的超声波容积是水和烧杯装载溶液体积之和，烧杯中要灌入洁净的测试介质。
- e) 将测试零部件直接放入超声波装置中或放在承载装置如清洗篮内或放入填充了测试介质并被夹具固定在超声波装置内的烧杯中；
- f) 采用测试规范中定义的功率强度、频率和时间进行超声波清洗，并在超声波清洗过程中移动测试零部件或烧杯；

如果是从多个侧面或多个方向对测试零部件进行超声波清洗，在转动或翻转测试零部件时，必须注意避免由于操作而产生额外的颗粒。

如果没有缓慢移动测试零部件或烧杯消除超声波驻波的影响，移动的距离为超声波波长的一半，就会存在清洗效果较低或不均匀的可能性。

- g) 取出测试零部件并用洁净的测试介质仔细冲洗超声波装置或烧杯；
- h) 必要时，排空测试零部件上的残留液体以获取包含在残留液体中的颗粒；
- i) 必要时，对测试零部件的包装内侧进行喷洗和颗粒提取，得到的液体作为分析液；
- j) 清空烧杯或在技术上可行的情况下，将分析液体从清洗装置中排出；

当使用实验室超声波提取设备时，要确保没有来自测试零部件上脱离的颗粒残留在设备上。“颗粒沉积”风险通常发生在清洗容器的出口处，此处由于制造的原因经常会存在缺口或断层。如果为了清空

超声波清洗容器而安装了阀门，则需要测试拧动阀门时是否会产生额外的颗粒，该额外颗粒会叠加到分析结果内影响空白水平。

- k) 最后，用足够量的测试介质来冲洗浸湿的接触测试介质的设备表面。例如，烧杯或清洗容器，得到的液体属于分析液；
- l) 全部液体经过过滤后进行分析；
- m) 完成测试报告。

7.4.4.6 文档

见第10条。

7.4.5 内部清洗

7.4.5.1 原则

内部清洗是指测试零部件的内表面可通过灌注液体冲洗的方式提取颗粒。测试零部件内部完全或几乎完全充满了测试介质。为了确保颗粒的有效分离，测试零部件内部的测试介质流动应该是湍流而不是层流，也可采用脉冲流动方式有效分离颗粒。

因此内部清洗作为颗粒分离方法的一种，适合于汽车上支持液体流动的零部件，比如：

- 被动零部件，如管道、软管、导管、过滤器和热交换器等；
- 灌注液体时需要开启主动零部件，如阀或喷射器之类的，甚至需要被驱动的主动零部件如泵等。

进行内部清洗的测试零部件上至少有一个位置要完全接近测试连接管。液体灌穿通过测试零部件后，可通过一个或多个连接管再离开测试零部件，流到一个封闭的冲洗站内或直接无压力排放到一个集液器内。

根据所测零部件的情况可很简单的就建立一个内部清洗颗粒分离过程。如图D.3所述的喷洗设备，把喷液装置用内部清洗装置适配器来代替时，也能用于冲洗不太长的管道。但对于有源零部件而言，当测试零部件需要通电、被驱动或必须承受较大压力时，可能需要非常昂贵的特制内部清洗装置。

对于横截面较大的测试零部件，例如商用车的冷却系统，如采用内部清洗进行颗粒分离，常常会达到内部清洗方法的极限。由此制造符合液体流量和流速的颗粒分离设备，其投资成本非常大。在此情况下应采用晃动或喷洗的方法分离颗粒。

内部清洗的优点只在于内部区域被润湿，没有测试介质流过零部件的外表面的风险，而连接或冲洗管道可能由于摩擦而产生和释放颗粒。如果检测的是主动零部件，当零部件被重新激活时，运行过程产生摩擦污染和摩擦磨损，存在着过度污染的风险，会导致结果错误。

内部清洗过程的关键影响参数有：

- 测试介质的特性；
- 流量和灌注清洗时间；
- 测试零部件的几何形状和性质；
- 液体脉冲式涌动和脉冲频率；
- 主动零部件的启动方式和频率。

7.4.5.2 初始参数

与其他液体提取方法不同，内部清洗无有意义的初始参数，因为湍流所需的流速取决于测试零部件的几何形状及测试介质（可用雷诺数 $>4\,000$ 计算）。

但是，最小通过量应为测试零部件内部体积的几倍。

表D. 4列示了具有不同粘度的两种高闪点测试介质的流速列表。这些流速是通过不同直径的硬管或软管以实现完全湍流流动，从而最大限度提高提取效率。

7.4.5.3 材料和设备

提取步骤中使用的材料和设备应符合7.2中描述的提取设备的一般要求。

- a) 测试介质运动粘度 $\nu \leq 5\text{mm}^2/\text{s}$;
- b) 在适当的地方，使用零部件安装架，例如固定装置或夹具，对于主动零部件，用于提供电流、开关切换或驱动零部件的连接装置；
- c) 内部清洗装置包括：
 - 测试介质注入、贯通和流出测试零部件的适配装置；
 - 带有液体罐、净化过滤器、泵或压力源，必要时也需具有脉冲功能的测试介质供给装置。

注：内部清洗台也可设计为真空抽取式，即测试介质不通过加压方式被压入传送经过测试零部件内部，而是以抽真空被吸入的方式通过测试零部件内部。

- d) 如有必要，使用漏斗或烧杯等容器收集提取液；
- e) 用抽取装置内的测试介质对设备进行最终清洗的压力冲洗装置；
- f) 带刻度的容器用来定量容积，例如烧杯或量筒；
- g) 抽取装置（可选）：用于去除测试零部件内腔残留的液体。

为了使提取步骤有效，确保流速是必需的。在冲洗封闭的回路时，直接在测试零部件之后串联分析滤膜通常是不可能的，因为滤膜具有很大的流动阻力，这将阻止实现测试零部件内部所需的流速。

图D. 10一个内部清洗装置的示意性结构。

7.4.5.4 操作步骤

以下程序应根据测试零部件的特性进行调整：

- a) 准备测试所需的所有必要的材料；
- b) 预先清洁所有与测试介质接触的提取设备的表面，清除颗粒污染物，必要时检测空白水平；
- c) 按照 7.3 中的要求准备测试零部件；
- d) 将测试零部件用适配器连接到内部清洗供液管，必要时固定测试零部件，以使测试介质可顺利流到取样容器或收集槽内；
- e) 在某些情况下，对于主动零部件，用于提供电流、开关切换或驱动测试零部件的连接装置；
- f) 在符合所有内部清洗参数、时间及主动零部件的驱动参数条件下实施内部清洗过程；
- g) 可多次排空积留液体及颗粒的零部件区域，对难以接触的空腔使用抽吸装置来抽取积留液体，抽取得到的液体属于分析液；
- h) 提取设备与测试介质接触的区域如清洗腔室、固定测试零部件的装置等，在测试后需要最终清洗。对于该测试后冲洗过程也应该建立合适的程序，获得的液体属于分析液；
- i) 全部液体流经滤膜并进行分析；
- j) 填写检测报告。

7.4.5.5 文档

见第10条。

7.4.6 晃动

7.4.6.1 原则

测试零部件应按比例加注测试介质并密闭开口。通过晃动的作用，颗粒从内部的检测表面上剥离并进入到液体中。另外，晃动还会从各个方向对附着的颗粒产生液体作用力，可清洗到死角以及内凹区域，剥离的颗粒保持为悬浮状态。

该方法适用于具有空腔的物体，该物体至少有一个开口进入测试介质，并且空腔的尺寸能够容纳测试介质对检测区域进行充分的搅动。该方法不适合检测内部几何形状狭窄物体，因为晃动产生的脉动冲击不会产生作用，例如管子或毛细管。

依据零部件的形状、尺寸和重量设计晃动方法。

该方法不适用于泡沫状液体。

晃动可采用手动或自动化装置进行。

建议不要在注满液体的容器内通过振动台或手动晃动封闭容器的方法清洗形状简单、尺寸较小的零部件，因为零部件之间的相互碰撞或零部件与容器之间的碰撞会产生颗粒，此类状况优先采用超声波或喷洗作为清洗方法。

晃动过程的主要影响参数：

- 测试介质的特性；
- 测试介质的体积；
- 晃动过程的时间、振幅和频率；
- 加注测试介质的次数；
- 检测测试零部件的冲洗。

7.4.6.2 初始参数

选择晃动清洗的初始参数时(见表4)，应在确保手动操作的同时实现尽可能良好的清洗效果(见5.3)。

表4 晃动初始参数

参数	初始值/条件
填充量	30~40%
振幅	约 30cm
频率	1Hz ^a
时间	15 秒
^a 1 Hz 是每秒一次运动	

在验证检测或衰减检测中(见第6条)，确定晃动程序或晃动次数以进行日常检测，具体取决于在哪个提取步骤之后达到衰减标准。如果使用这些初始参数无法达到衰减标准，或者如果其他参数更合适，并且有严格的记录，则可以修改这些初始参数。

但30~40%的零部件填充度不应更改，因为过低或过高的填充度均不会产生充分的机械效果，无法实现有效的清洁效果。

7.4.6.3 材料和设备

- a) 测试介质运动粘度 $\nu \leq 5\text{mm}^2/\text{s}$ ；
- b) 压力冲洗装置，用于测试零部件和提取设备或盛放测试介质容器的最终清洗（见7.4.3）；
- c) 带有刻度的容器用于确定容积，如烧杯或量筒；
- d) 漏斗：加注或抽取测试介质；

- e) 用于检测零部件的防磨封塞；
- f) （可选）自动振动装置，例如配备测试零部件装置的振动台；
- g) 监控晃动过程时间的计时器；
- h) 取样容器，取样容器或分析滤膜单元（取决于应用程序）用于盛装测试介质；
- i) 抽吸装置（选装）：用于从零部件空腔中抽取剩余液体。

7.4.6.4 操作步骤

以下程序应根据测试零部件的特性进行调整：

- a) 准备检测所需的材料；
- b) 预先清洁所有与介质有接触的提取设备表面，清除颗粒污染物，必要时确定空白水平；
- c) 确定测试零部件的内部容积；
- d) 按照 7.3 的要求准备测试零部件，认真清洗测试零部件的外部，并用合适的、洁净的、耐磨的密封装置密封测试零部件的所有开口；
- e) 打开密封塞，完全排空测试零部件；
- f) 确定测试介质量，该值应为测试零部件内部容积的 30~40%；
- g) 将测试介质倒入测试零部件中并密封开口；
- h) 在遵守所有规定晃动频率、振幅、时间的条件下执行晃动清洗；
- i) 拆下一个封闭装置，然后借助漏斗将测试零部件中包含的液体倒入采样容器或过滤装置中。避免液体流失或弄湿外部区域；
- j) 谨慎清洗测试零部件的内部检测表面，清洗程序可采用洁净的测试介质再次进行晃动或采用喷洗进行清洗，积存的液体属于分析液体；
- k) 确保检测样品已完全清空；
- l) 最后用足量的测试介质对测试介质浸湿的表面，如测试零部件容器、过滤装置等进行最终清洗，积存的液体属于分析液体；
- m) 对所有液体进行过滤和分析；
- n) 填写检测报告。

7.4.6.5 文档

见第10条。

7.4.7 溶解

7.4.7.1 原则

在对使用防腐剂或油脂处理过的测试零部件进行检测时，只有先溶解防腐剂或油脂层才能有效的实现颗粒提取。因此，在检测过程中会出现延迟衰减的现象。

在这种情况下，可在执行实际提取程序之前将溶解作为准备步骤进行。首先将测试零部件浸入用于检测的测试介质中一定的时间，无需进一步的物理清洗操作，如喷洗或超声波。另外，如果要检测零部件内表面，也可完全填充和密封测试零部件。

溶解所需的测试介质量以及溶解操作中容器所有的冲洗介质同样属于分析用液体，应包括在后续分析中。

在清洗程序中加速溶解的另外一个方法是采用与零部件兼容、具有较高溶解特性的检测介质。

影响溶解步骤的主要参数是：

——溶解液的特性；

——溶解过程的持续时间。

7.4.7.2 材料和设备

- a) 溶解液（例如具有较高溶解效果的检测液或介质）；
- b) 压力冲洗设备，用于最终清洗测试零部件和提取设备或盛放测试介质的器皿、容器（见 7.4.3）；
- c) 用于填充或去除溶解液的漏斗；
- d) 必要时用于检测样品的防磨封塞；
- e) 监控溶解过程时间的计时器；
- f) 用压力冲洗或超声波装置清洗溶解容器、烧杯或槽。

7.4.7.3 操作步骤

以下程序应根据测试零部件的特性进行调整：

- a) 准备检测所需的材料；
- b) 预先清洁所有与测试介质有接触的提取设备表面，清除颗粒污染物，必要时确定空白水平；
- c) 将测试零部件放入溶解容器内；
- d) 在溶解容器中加入溶解液，直至测试零部件完全浸没。确保所有表面完全湿润，如带有空腔的测试零部件；
- e) 在溶解期间，将该测试零部件浸没在溶解液中，无需其他的物理方法辅助；
- f) 取出测试零部件并执行进一步的清洗程序；
- g) 对溶解液进行过滤；
- h) 最后用足量的测试介质对溶解液润湿的测试零部件容器、过滤装置等表面进行清洗，所用的液体属于分析液体；
- i) 对所有液体进行过滤和分析；
- j) 填写检测报告。

若溶解程序仅用于测试零部件内部区域，则需要对所述程序进行改动。测试零部件需要加注溶解液时需完全润湿、无空气渗入，并在溶解期间采用密封塞等方法保持测试零部件密闭。然后排空零部件，并对溶解液进行过滤。

7.4.7.4 文档

见第10条。

7.5 空气提取

7.5.1 概述

在车辆上安装的某些零部件在运行过程中包括生产过程中不会与液体接触。在接触液体后会受到损坏，如空气过滤器。因此无法使用液体进行清洗，对于此类零部件可采用空气作为替代手段进行清洗。

7.5.2 空气吹扫

7.5.2.1 原则

采用洁净、无油的压缩空气气流从测试零部件上剥离颗粒（见 ISO 8573-1）。所用的工具和方法与采用液体进行的喷洗过程相似。

该方法适用于清洗外部区域或压缩空气气流可接触到的零部件内部区域，可用于电子零部件、不能使用液体灌注的发动机进气系统部件等。也可用于物流包装，如透明塑料罩、小型装载托架或硬纸板箱等。

使用此方法，需要一个可手动干预的完全密封的提取柜以及提供压缩空气的管路。应配置提取柜通风装置，防止提取柜内部产生正压。

通过吹扫进行的清洗过程分两步完成：

- a) 将颗粒用压缩空气气流从测试零部件上剥离，并让颗粒附着在液体润湿的空腔侧壁上，吹扫后将测试零部件从提取柜内取出；
- b) 将位于提取柜内的颗粒用液体从侧壁上冲下并进行收集、分析，与喷洗过程后的清洗程序相同。

吹扫过程的主要影响参数（见表 5）：

- 吹扫压缩空气的压力；
- 喷嘴的几何形状；
- 相对于测试零部件的间距和射流角度；
- 测试零部件表面的吹扫顺序；
- 每个面喷射时间或喷嘴移动速度；
- 每个表面的重复次数。

注：在压力冲洗过程中，测得的压力和获得的信息高度依赖于测量的位置，如喷嘴处、泵后处。与压力冲洗提取颗粒方法相反，空气喷射提取的压力在各个位置的波动较小，因此可被认为是合适的提取参数。但是，不能通过简单的体积测量来测量空气的流量。

7.5.2.2 初始参数

表5 吹扫初始参数（见 5.3）

参数	初始数值
喷嘴形状	圆形喷嘴
喷嘴直径	1.5mm
压力	1.5bar
吹气间距	最大10cm
吹扫时间/零部件面积	1s/cm ²

注：对较大的表面积进行检测时，可采用多个喷嘴，如在同一个提取柜中同时使用，以缩短吹扫时间。

根据验证检测或衰减试验（见第6条）得到的单位面积的最终吹扫时间，如果使用这些初始参数无法达到衰减标准，或者如果其他参数更合适，并且有严格的记录，则可以修改这些初始参数。

7.5.2.3 材料和设备

用于清洗的材料和专业设备应符合7.2中描述的提取设备的一般要求。

- a) 使用洁净、无油的压缩空气并且压缩空气的清洁度应满足空白水平标准，还需配置调压阀和压力计。带有可通过指压开关或脚踏开关实现压缩空气供给和停供的吹扫工具；
- b) 按照需求固定零部件的支座、固定支架；
- c) 最终清洗程序的喷洗装置包括：
 - 喷洗装置，可用手引导冲洗提取柜的平行喷嘴或扇形喷嘴；
 - 介质供应，包括储存测试介质的容器、净化过滤器、泵或压力供应。

- d) 完全封闭的吹扫和压力冲洗提取柜，可进行手动干预吹扫测试零部件的喷枪，配置提取柜通风装置，防止提取柜内部产生正压。提取的颗粒在排气过程中不允许丢失；
- e) 按照要求用于确定容积的带刻度容器，如烧杯或量筒及计时器，以遵守提取时间或通过体积测量确定最终清洗步骤中使用的流速。

7.5.2.4 操作步骤

以下程序应根据测试零部件的特性进行调整：

- a) 准备检测所需的材料；
- b) 按照 7.3 准备测试零部件；
- c) 预先清洗所有与压缩空气和介质有接触的吹扫空间表面，并使用测试液清洁其他提取设备，必要时确定空白水平。吹扫空间的所有侧壁应在清洗开始时通过吹扫操作作用测试介质润湿，以便粘附被吹扫剥离的颗粒；
- d) 将检测零部件置于吹扫空间，必要时固定检测零部件；
- e) 遵照所有的参数、时间和准确的吹扫顺序，进行吹扫清洗程序。谨慎操作对于检测结果非常重要；
- f) 将测试零部件从吹扫空间中取出；
- g) 使用测试介质冲洗吹扫空间内的所有表面，以便对空间内所有吹扫剥离的颗粒进行收集、分析；针对该冲洗过程，也同样也应制订了一个适合的验证程序。
- h) 对所有液体进行过滤和分析；
- i) 填写检测报告。

7.5.2.5 文档

见第10条。

7.5.3 空气贯流

7.5.3.1 原则

采用空气清洗方式时，需要使用空气对测试零部件进行贯流，与采用液体进行清洗的冲洗台操作类似。

该方法适于检测空气导流零部件的内部清洁度，例如发动机的进气管。运用此方法时，大量的空气被引导通过直径几厘米的横截面的测试零部件。

空气贯流提取分为两个步骤（另见图D.13）。

- a) 主要提取步骤：使用特定于测试零部件的适配器将测试零部件安装在测试台内，当过滤后的压缩空气流经测试零部件时，所提取的颗粒会沉积在大面积、细孔金属膜过滤器上，在此提取步骤之后，以适当的方式拆除金属膜过滤器，并将其转移至二次提取步骤；
- b) 二次提取步骤：在该步骤中，通过压力冲洗（见 7.4.3）将金属膜过滤器上的颗粒再次剥离，并使其附着到适用于显微分析或质量分析的常规二级滤膜上。

注1：通过贯流操作进行的空气清洗同样适用于汽车中的运动零部件，这些零部件是指横截面为数毫米的压缩空气导流系统，基本设置如图 D.14 所示。在示例中，运动零部件中灌注有洁净无油的压缩空气，空气在清洗后导入到喷洗提取设备注满液体的容器内。从零部件上清洗出的颗粒进入液体中，随后可通过滤膜进行过滤和分析。

注2：空气贯流提取方法也可用于气流的直接过滤，在测试零部件下游使用分析滤膜，尤其适合在低流速足以提取的情况下使用。

影响空气贯流提取方法的主要参数是：

- 灌注空气的流量；
- 测试零部件的几何尺寸与类型；
- 操作的类型和频率（驱动元件）；
- 灌注的时间。

7.5.3.2 初始参数

流经测试零部件的空气流量无法设定为普通适用的初始参数（见5.3），根据测试零部件在操作中实际流经的流量进行调整，应在客户与供应商协议中约定该数值。

建议采用两分钟作为衰减测量或评定程序中具体清洗步骤的初始时间。

7.5.3.3 材料和设备

用于清洗的材料和专业设备应符合7.2所述提取设备的一般要求。

- a) 在适当的地方，使用零部件安装架，例如固定装置或夹具，对于主动零部件，用于提供电流、开关切换或驱动测试零部件的连接装置；
- b) 流量检测台包括：
 - 空气过滤器；
 - 连接检测零部件的管道系统；
 - 带有初级滤膜的初级过滤单元（例如 10 μm 金属筛网），初级过滤单元的内侧（侧壁）必须使用液体进行冲洗，且液体在最低点有存留；
 - 用于流量测量和设置的管道系统；
 - 用于产生检测空气流量的泵。
- c) 用于将检测零部件与检测台的管道系统相连的专用适配装置（特殊情况下需自行制作）；
- d) 用于初级分析过滤膜的二次提取步骤的压力冲洗装置（见 7.4.3）；
- e) 如果用于初级分析过滤膜的二次提取步骤中提到的压力冲洗装置位于其他地方，无法就近使用，则在初级过滤单元上执行最终清洗步骤。

7.5.3.4 操作步骤

以下程序应根据测试零部件和检测台的特性进行调整：

- a) 准备检测所需的材料；
- b) 预先清洁所有与清洗相关的提取设备表面，必要时确定空白水平；
- c) 按照 7.3 准备测试零部件；
- d) 使用零部件专用的适配装置将测试零部件安装到检测台上；
- e) 在某些情况下，对于主动零部件，用于提供电流、开关切换或驱动测试零部件的连接装置；
- f) 针对驱动元件，在满足所有流量、时间和运行参数条件下执行内部清洗程序；
- g) 使用测试介质冲洗初级过滤单元的内侧，以便使侧壁上沉积的颗粒加速附着到初级滤膜上；
- h) 排出初级过滤单元最低点处留存的冲洗液体；
- i) 取出初级滤膜并根据清洁度要求传输到压力冲洗提取装置；
- j) 将初级滤膜作为测试零部件进行压力冲洗萃取步骤（按照 7.4.3 中描述的步骤），将颗粒转移至二级滤膜上；
- k) 填写检测报告。

7.5.3.5 文档

见第10条。

8 分析过滤

8.1 原则

分析过滤的目的是将从零部件中提取并留存在提取液中的颗粒沉积在分析滤膜的表面，以便进行颗粒分析，通常采用真空过滤方法。

近年来，研究发现相对于重量分析，对颗粒的计数及深入分析更具有现实意义。这就要求颗粒应该单独的分散在分析滤膜上，这也使得过滤这一步骤对之后的滤膜分析结果变得十分重要。对过滤设备、过滤滤膜以及过滤过程的精确选择就成为了决定分析结果质量的关键。分析过滤的设计和应用建议见附录E。

8.2 分析滤膜的特性及选择

8.2.1 概述

分析滤膜的特性，如耐化学品性、过滤颗粒的能力，以及光学特性等其他方面，可能会因相关零部件和分析任务的不同而有很大差异。如果清洁度检查是在本标准标准分析程序的范围内进行的，即使用重量分析或光学分析检测50 μm以上的颗粒，建议使用以下滤膜：

5 μm网格编织滤膜

注1：例如 PET 材料。

注2：非常薄的颗粒可能通过网格滤膜，因此在随后的分析中不会被截留。

8.2.2 耐化学性

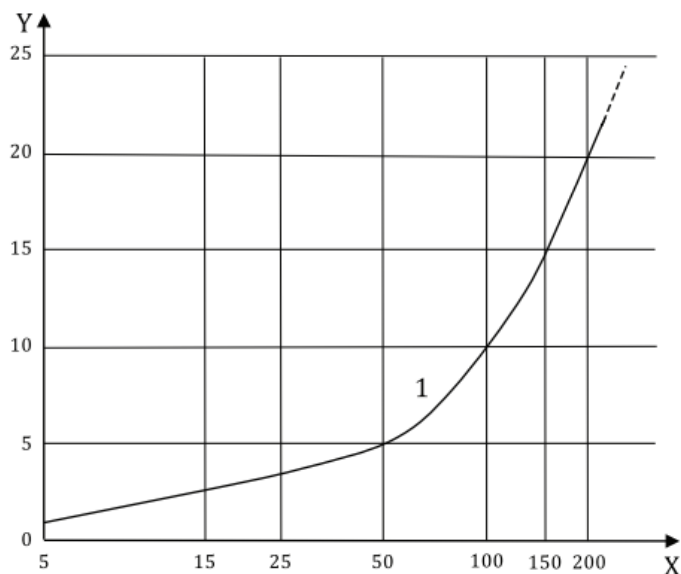
过滤过程所使用的用具以及滤膜应该和试验过程所用测试介质，包括所用的冲洗溶液及颗粒固定液相适应（另见E.2）。

8.2.3 过滤颗粒能力

8.2.3.1 滤膜孔径

分析滤膜的作用是将与分析相关大小的颗粒截留住（理想状况是只截留此大小的颗粒）。所以分析滤膜孔径应该根据清洁度要求规定来选择，即必须确保将清洁度要求的最小颗粒截留在滤膜上。为了确保也保留了细长的颗粒，请遵循以下经验法则：

滤膜孔径等于指定的最小粒径的1/10至1/5，对于>50 μm的较大颗粒，建议使用1/10。对于<50 μm较小颗粒，建议使用1/5。这是因为较小的颗粒通常比较大的颗粒具有更紧密的形状，而较大的颗粒往往具有高度不同的形状范围（见图4中的图表）。



注释：
X 需要检测的最小粒径， μm
Y 过滤孔径， μm
1 过滤滤膜孔径等于需要检测的最小粒径的1/5到1/10

图4 选择滤膜孔径

8.2.3.2 分级过滤

为了可更好的按照颗粒大小选择性过滤颗粒，可采用不同孔径的滤膜进行多级过滤。多级过滤可通过一个过滤支架来实现，此过滤支架可依次摆放多个过滤膜（见图E.2）。
例如，通过多级过滤可将大颗粒截留在孔径较大的滤膜上，便于更容易地通过显微镜进行计数及分析。数量众多的小颗粒将被截留在下一级的微孔滤膜上，在进行重量分析时，应对分级中的所有滤膜进行称重。

8.2.4 滤膜的其他性质

滤膜需要足够的耐热性以应对在烘箱中的烘干过程，以及适当的受力稳定性（抗裂能力）以应对使用镊子的操作或真空干燥的过程。
以下滤膜可用于调整和优化特定颗粒类型或特殊分析方法的分析过滤。
——为了获得更好的光学对比效果需要使用特殊光学效果的滤膜（如不同颜色），或在使用光学显微分析过程中，为了获得更好的材料对比度、导电性、耐用性，可使用特殊材料制成的滤膜；
——需要选用自身不会遮蔽目标颗粒信号的滤膜材质。例如对拉曼散射光谱及傅里叶变换红外光谱没有反应的滤膜材质。

8.3 关于滤膜的操作

为了在使用滤膜的过程中避免对结果产生不良影响，应该注意以下操作要点。
——滤膜应该保存在密封的滤膜盒中，以便最大程度降低滤膜遭受二次污染；
——在滤膜使用前，对滤膜的清洁度及完好性进行目视检测，如果滤膜破损则应该报废，如果不洁净则可使用测试介质进行清洗；
——始终用洁净的镊子处理分析滤膜，只夹住分析滤膜的边缘。尖锐或尖的物体可能损坏分析过滤

膜；

——分析滤膜载有颗粒的一面，在任何时候都不允许与其他表面相接触，否则会存在丢失颗粒的风险，另外：用于显微镜分析或固定颗粒的盖板、用于显微分析的分析滤膜的器皿盖可能由于密合而改变颗粒的形状。在进行更进一步的分析时，在打开玻璃盖时，由于颗粒附着在玻璃盖上而丢失；

注：在显微镜分析过程中，使用的盖子材料可能会对颗粒的检测产生影响，尤其是偏振、明场照明和透射光。

——经过过滤后从烘干到进行评价的步骤中滤膜应该保存在适当的器皿中，应该使用带防护网的培养皿，方便将滤膜在烘干过程中取出。为了保证滤膜不被混淆保存器皿上应该做明确的标识。

8.4 材料与设备

- a) 应该根据清洁度检测的特点选择合适的滤膜；
- b) 包括真空过滤泵在内的过滤装置，需要根据过滤过程选择（见 E.1）。在过高的真空压力下存在颗粒穿过滤膜或滤膜损坏的风险；
- c) 在分析滤膜的操作过程中需要使用镊子，使用的镊子以及所有接触滤膜的用具既不可有磁性，也不允许积累静电，因为磁力以及静电积累会造成颗粒的丢失；

注：在滤膜的操作过程中也可使用扁铲，所有针对镊子的要求也适用于扁铲。

- d) 过滤过程结束后需要采用的最终清洗液，如采用喷瓶进行后续冲洗；
- e) 用培养皿或相似的洁净可封闭容器操作及保存滤膜；
- f) 可采用非鼓风式的控温烘干箱或其他合适设备，如真空装置、微波装置等；

干燥过程的温度和持续时间应根据分析滤膜和测试介质的特性进行调整（见 9.2.2）。

警告：为了保证没有可燃混合气体产生（保证浓度不超出爆炸下限），烘干被测试介质沾湿的过滤膜时，需要保证烘干箱中有足够的空气交换。

- g) 固定剂（可选）：将收集的颗粒固定在分析滤膜上的物质。

如果使用固定剂防止颗粒损失，则只能在重量分析后使用。

8.5 操作步骤

- a) 准备过滤步骤所需的材料；
- b) 准备所用过滤装置。颗粒提取过程所用仪器是由所选择的过滤方法决定的，过滤方法分两种（见图 E.1）；
 - 1) 直接过滤：直接在提取设备上过滤，滤膜直接安装在提取设备出液口之后；
 - 2) 分离过滤：先将测试介质收集在一个洁净的如玻璃杯或检测容器中，之后通过一套单独的过滤装置过滤；
- c) 首先要根据所使用的分析方法对分析滤膜进行必要的预处理；
 - 1) 显微分析：滤膜不必经过特别预处理；
 - 2) 重量分析：应测量滤膜的皮重（见 9.2.2），避免残余重量的负面影响是滤膜重量分析的先决条件；
- d) 用镊子将分析滤膜放入滤膜支架中；

注：在使用特别薄的滤膜进行分析时（如聚碳“酸”纤维），在测试介质流出的一面使用辅助措施，如使用合适的滤膜作为辅助方法，可使颗粒平均分布在滤膜上，有利于显微镜分析，避免“滤膜支架大孔堆积效应”。

- e) 测试介质的过滤；

- 1) 直接过滤：为了避免颗粒残留在检测容器上（清洗容器或超声波装置），需要用洁净的测试介质冲洗检测容器。用与冲洗检测容器的测试介质也需计入测试介质总用量，要对包括最终清洗液在内的所有测试介质进行分析；
- 2) 间接过滤：当盛放测试介质的检测容器从超声波等装置中取出并倒入过滤装置后，需要小心冲洗检测容器，所用测试介质质量也需计入测试介质总量。需要注意，在此过程中每次过滤的溶液量不得超过收集提取液装置的最大容量；

提取和过滤两个步骤有可能不在同一个地方进行，导致检测容器在这两个过程中进行一个较长的运送过程。此种情况下需要注意，在过滤前必须将检测容器的外部进行清洁，防止测试介质将检测容器外部颗粒冲到过滤装置中。如果测试介质长期静置，测试介质中的颗粒有可能沉积并结块。将结块的颗粒分开，对其后的计数分析起到十分重要的作用。可通过摇晃检测容器或超声波清洗的方法将结块的颗粒分开，一般采取谨慎摇晃检测容器的方式将沉积的颗粒恢复成悬浮的状态，选择将结块分开、将沉积颗粒恢复成悬浮状态的方法不得改变颗粒大小在溶液中的最初分布。检测容器（包括密闭容器）的内部必须用测试介质冲洗以防止颗粒丢失，用与冲洗检测容器的测试介质也需计入测试介质总量。

f) 测试介质过滤；

如果在过滤过程中测试介质总是能从滤膜上均匀的透过，那么颗粒将会均匀的分布在滤膜上，这对显微镜分析比较重要。实际操作中，试验介质常会顺着过滤器边较大缝隙处往下流，此情形造成的风险是大多数的颗粒分布在滤膜的边缘并很可能会重叠。

g) 所有测试介质流过的检测容器表面都需要做最终清洗，以避免颗粒丢失；

在上述的冲洗过程中，不可用测试介质直接冲洗分析滤膜表面，因为此种做法会打乱滤膜上原本分布均匀的颗粒。

h) 用于重量分析的滤膜(可选)：滤膜上不必要的化学残留物需要用合适的溶剂洗净。

i) 用于显微分析的滤膜(可选)：借助于固定剂固定颗粒；

警告：不适用于重量分析滤膜，因为固定剂会改变残留质量。

j) 在尚有真空的情况下移除滤膜架的上部；

k) 将滤膜架上部发现的颗粒（如果存在）通过冲洗小心的转移到滤膜上；

l) 为防止颗粒丢失，应小心的将已经吸干的分析滤膜用镊子取下，并放入具有标识、洁净的培养皿中。在整个操作过程中，始终使滤膜保持水平状态；

m) 在半开的培养皿中烘干滤膜（用于重量分析的滤膜应烘干至重量恒定）（见 9.2.2）。

8.6 检测滤膜上颗粒分布

使用自动光学系统对颗粒进行分析时，应对滤膜进行评价。滤膜上应该没有颗粒重叠、结块的情形，颗粒应该均匀分布在滤膜上（参见图E.4和E.5）。

以下几点很重要：

——颗粒分布百分比，即颗粒占据分析膜表面的分布密度百分比；

——颗粒分布均匀性，即颗粒在分析滤膜表面是以怎样均匀的状态分布，如是否有颗粒结块或大部分颗粒聚集在边缘；

——纤维的分布：纤维与其他颗粒相比，长度一般很长。纤维可能会覆盖很大的滤膜表面，也可能影响或覆盖大量的其他颗粒，使其他颗粒不能被单个的计算。

颗粒分布密度百分比的情况应该通过光学分析系统确认并记录。颗粒分布密度的界限值与所使用的滤膜种类是相关的，如网状滤膜或泡沫滤膜（见E.5）。

出现无法评价的滤膜分布时，必须选取与所测零部件同一批次的零部件重新进行颗粒提取及过滤。为了改善滤膜上颗粒分布，达到便于分析的目的，可使用以下替代方案：

- a) 所使用的过滤装置以及分析系统允许的话，使用更大的滤膜；
- b) 将检测用溶液分多个滤膜过滤；

注：当滤膜截留了大量的对分析结果没有意义的十分微小的颗粒时，可选择较大过滤孔径的滤膜进行过滤。通过此方法能在滤膜上得到很小的颗粒分布密度，并减少颗粒重叠的风险。检测区域和滤膜背景之间的对比减少也因此会比之前弱化。

如果在显微分析的同时还需要进行重量分析，为阻止颗粒重叠而进行的减少颗粒分布措施会与重量检测之间存在矛盾（见 9.2.2）。

- c) 采用分级过滤的方法：在分级过滤中采用不同孔径的滤膜将大小不同的颗粒分别截留。
- 在E. 4中给出了几个分析滤膜的实例以及相应的补救措施。

9 分析方法

9.1 原则

本节描述了可用于分析颗粒污染的各种技术，在5.2中描述了合适的分析方法的选择及其使用领域。在设计和应用显微分析程序时，应考虑附录F中所述的具体设置和配置。

9.2 标准分析

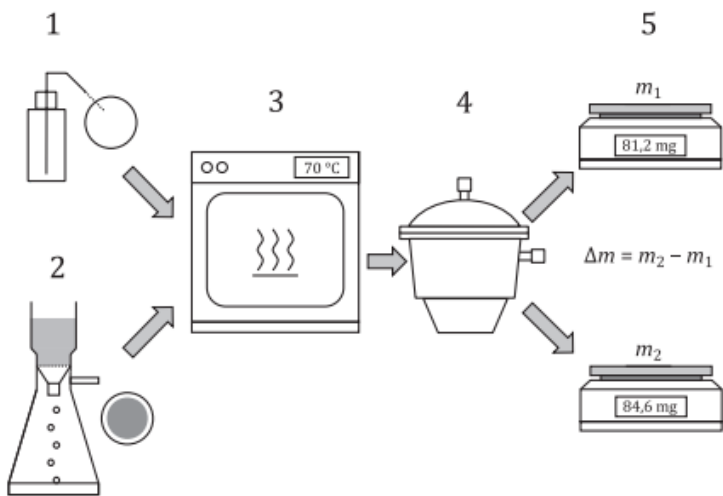
9.2.1 概述

在没有其他约定的情况下，则使用标准分析来验证客户与供应商协商得到的清洁度规范。标准分析一般包括重量分析和光学分析。为了在所使用方法的技术可行性范围内优化分析结果的可比性，在方法的应用以及可以使用的设置和分析参数都有局限性。

9.2.2 重量分析

9.2.2.1 原则

如图5所示，使用分析天平对过滤测试介质之前和之后的分析滤膜的称重，会得到测试零部件上所有被提取颗粒的总质量。



注释：

- 1 前期处理(按要求)
- 4 冷却

- 2 过滤
- 3 烘干

5 称重

图5 重量分析流程图

重量分析结果显示的是残余物的重量值，其数值是由颗粒的总量以及较大颗粒及其材料决定的。重量分析无法给出具体颗粒的数量、大小以及性质，也难以给出可能的潜在失效风险。

为了得到准确的重量差别，应仔细准备分析滤膜。分析滤膜干燥后需冷却到室温。如果需要测量十分微小的重量差别，则需要调节房间内空调出风量，得到更精确的温度，此时，天平摆放位置需考虑防风、防震等隔离措施。

如果需要其他分析如光学分析以及重量分析时，首先进行重量分析，可避免由于空气湿度引起的滤膜质量变化。

同时进行重量和颗粒大小形状的分析经常会陷入两难的境地，因为精确的重量分析要求分析滤膜上的颗粒尽可能多一点，而对颗粒的光学分析则要求颗粒必须单个独立分布在滤膜上。

重量恒定性：滤膜的烘干温度及时间与分析滤膜的材质及使用的测试介质相关，当分析滤膜的重量达到恒定，也即滤膜重量不再随着烘干时间而减少时，烘干条件就满足了要求。针对所使用的滤膜和测试介质组合，至少需要有一次实验以确定相应的烘干温度与时间。（例如，硝酸纤维滤膜与低闪点清洗剂的组合，烘干条件为：70℃，150分钟）。

注1：重量恒定是指：一张滤膜在两次烘干后称重，称重结果一致即为重量恒定。

注2：随着滤膜和使用的测试介质不同，烘干时间和温度等条件也会改变，请注意滤膜生产厂家的说明。

非颗粒残留物：为了使过滤前的滤膜重量更加稳定，可在使用前先用少量测试介质冲洗滤膜，以便将滤膜上已有的残留物洗净。

在特定情况下可能需要采取以下步骤：为了将可能存在的那些不以颗粒形式存在但却会影响称重结果的化学残留物洗净，需要用适当的溶液在过滤结束时再一次冲洗滤膜。类似残余物可能包括水基测试介质中的表面活性剂或附着在零件上不易溶解的油脂或蜡。

如果颗粒必须被固定在分析滤膜上，也就是为了接下来的分析在过滤过程中使用粘合剂，这只能在重量分析完成后应用。

9.2.2.2 材料和设备

材料和设备已在第8条中详述，除此之外还需要以下装置：

a) 干燥皿：

干燥皿可以防止分析滤膜在烘干后冷却的过程中从环境中吸收水分。

根据清洁度要求或当需要确定相对较高的残留物质量时，如>10mg，可能不需要使用干燥皿。另外空白水平不超过最大允许值也是此种操作的前提条件。

b) 电离单元（当静电被证明干扰称重）：

电离单元会产生正离子或负离子，他们会消除分析滤膜所带的静电，避免影响称重结果。电离单元应该尽可能的靠近称重位置，但所用电离单元不应带有送风装置。

c) 分析天平：

对分析天平读数的基本要求为 0.1 mg = 0.0001 克（四位数天平）。如果需要更高的重量分辨率，应在温度和湿度可控的环境中使用读数为 0.01mg（五位数天平）。

9.2.2.3 环境条件

重量分析的检测下限或灵敏度并不完全取决于分析天平的能力,周围环境的温度和湿度以及空气的清洁度都会对此产生重大影响。在不受控的环境中,分析滤膜在称重之前暴露于环境的时间越长对重量的影响程度越大,因此,此过程中的时间段应尽量缩短。

摆放天平的桌子应防止震动,抗磁且防静电(材料中不含磁性钢材、塑料或玻璃)。天平所在房间必须没有震动,房间温度应保存恒定。相对空气湿度应保持在45%到60%之间。

使用六位数天平($\pm 1 \mu\text{g}$)推荐环境规定固定的相对湿度。

必须避免阳光的直射以及气流影响(也包括清洁间)。分析天平也应该尽量避免靠近空调、暖气或门窗处。

9.2.2.4 重量分析的限值

在四位数天平的使用中,如果房间中的温度及相对湿度不受控,那它的检测限为1mg。参照空白水平部分最高占到10%的要求,残余颗粒重量(m)最少达到10mg才符合称重的规则。

为了测量颗粒质量小于10mg的零件清洁度,分析设备(包括天平和环境)的检测下限必须小于10mg,以满足空白水平标准 $\leq 10\%$ 。这将通过使用更高测量精度的天平以及控制环境的温度和相对湿度来达到。

通过采用更严格的措施可称重最少3mg的颗粒。所以当所称重的残余颗粒质量很微量时, $m < 3\text{mg}$ 就将作为报告的称重结果。

另外,也可以采用增加残余颗粒重量(m),即增加检测零部件的办法,将多个零部件的分析溶液过滤在一个滤膜上进行称量。

9.2.2.5 操作步骤

- a) 准备过滤及分析所用设备及材料;
- b) 准备重量恒定的分析滤膜;

在大重量负载的情况下,可能不需要调节,因为与负载相关的测量误差并不重要。

为了保持分析滤膜的重量恒定,在第一次干燥前先要用测试介质清洗滤膜,以便将过滤材料中可能存在的可清洗物质去除。否则分析滤膜上原有污染物会被记入残余重量,导致残留质量增加。此过程应该在首次用测试介质和分析滤膜检测前进行。

- 1) 将滤膜放入滤膜支架并过滤足量洁净的测试介质,以去除分析滤膜中包含的所有可溶物质;
- 2) 滤膜的预干燥是利用真空泵通过空气将分析滤膜吸干。
- c) 用镊子将分析滤膜取下放入已经做好标记且洁净的培养皿中;
- d) 确定初始质量 m_1 (皮重);
 - 1) 将半开盖装着滤膜的培养皿放入经过预热的烘干箱中,按要求控制温度与时间烘干滤膜;
 - 2) 取出干燥器并立即放入干燥箱中,按要求控制时间冷却滤膜;
 - 3) 从干燥箱中取出干燥器并立即用镊子将滤膜摆放到分析天平的称盘中;
 - 4) 得到并记录显示值作为分析滤膜的初始重量(皮重)。
- e) 用镊子将滤膜夹回到培养皿中并盖上盖子,完成滤膜的制备;
- f) 进行分析过滤步骤(见第8条);
- g) 确定最终质量 m_2 (总质量);
 - 1) 将半开盖装着滤膜的培养皿放入经过预热的烘干箱中,按要求控制温度与时间烘干滤膜;
 - 2) 取出干燥的物品并立即放入干燥器中,按要求控制时间冷却滤膜;
 - 3) 从干燥箱中取出干燥器并立即用镊子将滤膜摆放到分析天平的称盘中。

重点：特别强调此过程中滤膜上的颗粒不得丢失。

- h) 得到并记录显示值作为分析滤膜的 m_2 重量（毛重）；
- i) 使用镊子将分析滤膜放回培养皿中并盖上盖子；
- j) 通过计算 m_2 和 m_1 的重量差得到残余物重量（净重）。

9.2.2.6 校准

分析天平校准请遵照生产商的产品说明执行。

9.2.2.7 文档

见第10条。

9.2.3 光学分析

9.2.3.1 概述

与重量分析法不同，重量分析法只提供从测试零部件中提取的总颗粒质量的信息，而光学分析法可获得更详细的信息。用这种方法可测量、计数和确定类型。

光学分析可根据要求的不同选择显微镜或平板扫描仪（见图6）。

单个或几个具有特定特征的颗粒可能会对零件的功能造成严重影响，必须确保这些颗粒被检测到，所以要对滤膜所有有效面积上的颗粒进行计数。

滤膜的分析直径应大于过滤面积，以确保分析滤膜上的所有颗粒都得到分析。

除固定参数值的标准分析外，该分析方法无需客户与供应商约定，可直接用于清洁度规范的检测，还可利用光学系统进行其他分析。

整个分析滤膜的光学分析通常采用自动方式。如果只需要测量少量的大颗粒，可采用人工方式。

9.2.3.2 原则

在进行光学分析时，用合适的光源照亮带有从测试零部件上洗下颗粒的滤膜，并通过透镜放大成像，通常情况下在摄像机传感器上以像素方式显示。颗粒的识别和尺寸特征的确定需要通过图像处理完成。进行该分析时，仅可检测到颗粒外观（亮度）与滤膜背景有区别的对象。因此，如果白色颗粒位于白色的分析滤膜上或表面反射很强的颗粒（另见F.1.5），则可能无法被识别到。这并不属于错误或光学系统有欠缺，只是受到原理的限制。

详细识别哪些颗粒以及如何对其进行测量和表征是高度独立的，并取决于以下几个因素：

- 成像镜头（放大率和分辨力）；
- 照明的类型（明场、暗场、反射光、透射光、偏振光）；
- 视场的照明；
- 图像处理软件通过阈值确定哪些区域属于颗粒，哪些属于滤膜背景（二值阈值）；
- 颗粒测量和分类的定义标准以及其所应用的准确算法；
- 具体组成与相应污染物颗粒的光学特性（颜色、亮度、色均度、表面形状和粗糙度等）。

所有这些因素对于颗粒光学分析的结果均有影响。因此，如果使用具有相同设置的相同系统进行分析相同类型的颗粒，光学分析结果才具有可比性。

9.2.3.3 标准光学分析

不同的分析系统各有优点，为了获得与不同分析系统的良好可比性，建议对颗粒进行标准光学分析。采用标准光学分析时需满足四个前提条件：

- 光学分析系统符合相应的条件(见材料和设备一节)；
- 清洁度规范，只对颗粒 $\geq 50\text{ }\mu\text{m}$ 有要求；
- 准备充分、均匀且颗粒分布不会过密的滤膜(见第8条)；
- 培训充分、对该项工作经过专项培训的人员。

基本原理是，无需依赖所使用的光学系统（材料显微镜、体视显微镜、连续变倍镜或扫描系统和相应的光源），从而在不依赖图像生成系统的条件下，满足图像设定与分析时统一的分析要求，确保分析结果具有较高的可对比性。

仅采用标准光学分析的方法，并不能保证不同系统的分析结果具有完全的可比性。可对比性的程度与不同情况下所对应的污物颗粒有很大的关系，必须具体对待。

改变光学分析的参数设定，其分析的结果可能会发生变化。

特殊情况下可能是因为需要采用与标准分析有差别的规范，例如：

- 清洁度规范要求分析 $< 50\text{ }\mu\text{m}$ 的颗粒；
- 清洁度规范包含分辨颗粒的其他特征和类型，如颗粒的材质或颗粒的厚度；
- 需要或希望改进特定颗粒的检测效果，该过程可采用与标准分析不同的其他对比方法或参数。

若客户与供应商对清洁度检测标准达成一致，则此偏差需要归档记录。

若清洁度规范符合标准分析的要求，且客户与供应商无其他约定，则应用此标准分析。

9.2.3.4 标准光学分析颗粒的采集、测量和分类

在对超过 $50\text{ }\mu\text{m}$ 的颗粒进行标准光学分析时，可采用不同的光学系统，如材料显微镜、体视显微镜、连续变倍镜或平板扫描仪，并带有相应的光源。

如图7所示，分析滤膜区域通过成像镜头放大输出至摄像机传感器上（或扫描仪的直线像机）。摄像机传感器包含了不同的光敏率元件（像素）。每个相机成像像素的尺寸是除了调节镜头放大倍率以外最重要的设定，因此在测量颗粒时应以微米/像素为图片成像的基础单位（见图7中的微米示例）。

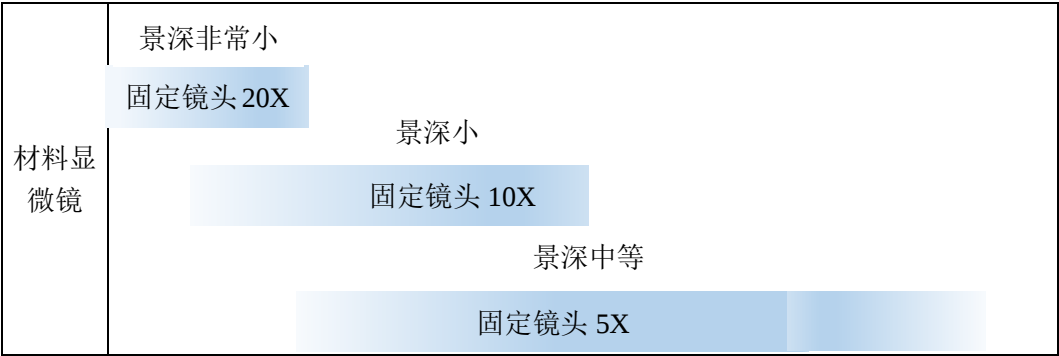
为确保颗粒尺寸测量准确性，颗粒的最长尺寸上至少排列10个像素。在一次标准分析中，规定最小测量的颗粒尺寸为 $50\text{ }\mu\text{m}$ ，所以分析时系统像素分辨率最大为5微米/像素。

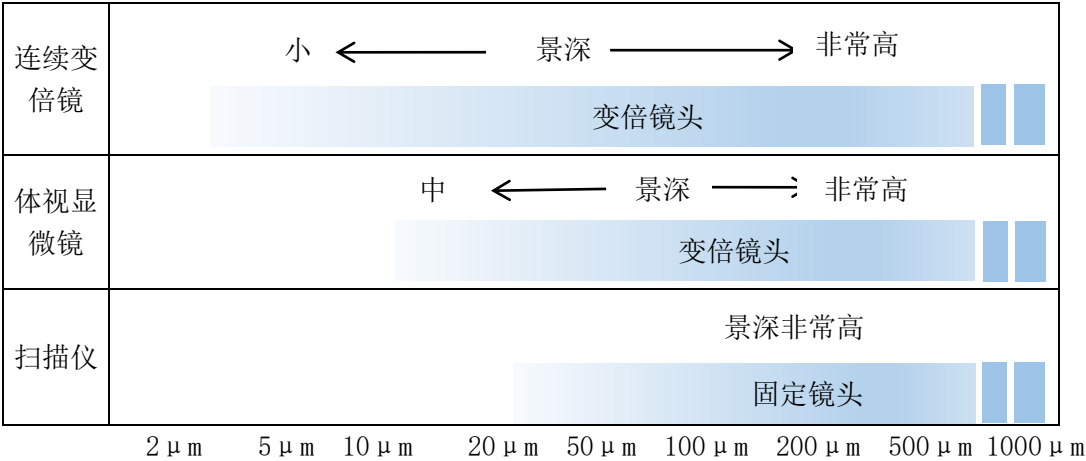
决定颗粒准确性的不止是摄像机成像像素和单个像素尺寸，设备的光学成像镜头也是决定成像的重要因素，例如，显微镜的镜头或镜头设置（变倍等级）直接决定了仪器的光学分辨率和景深。图6例举了不同设备的景深和对应准确分析颗粒尺寸范围的能力。

选择的光学放大倍率越高，像素尺寸越小，能精确测量尺寸更小的颗粒。但是，随着倍率越来越高，成像景深也越来越小，测量小颗粒时如遇到大颗粒，就会难以测量。因此，在高倍率且浅景深情况下，必须考虑通过 z 轴方向自动纠正补充，确保分析滤膜的准确性。

注1：在放大倍数较高时，相同视场下采集图像数量增多，分析时间以及待处理存档的数据量因而也会增加。

在选择放大倍数时，应在较高的光学分辨率与良好的景深、较短的测量时间与较少的数据存储量之间确定一个最优方案。





注释：

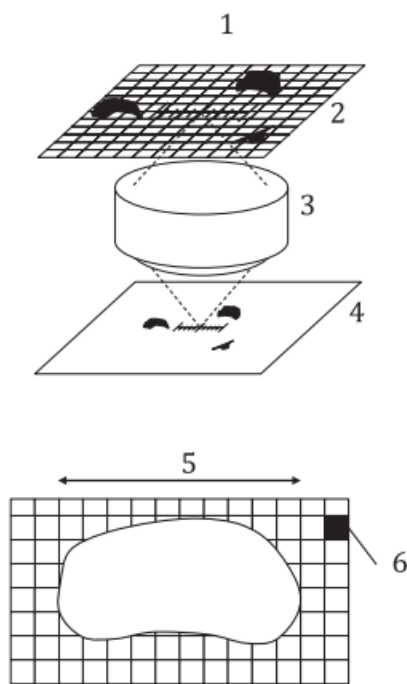
■ 针对颗粒大小范围推荐的适用值

景深：非常小 1~10 μm
小 10~50 μm
中 50~100 μm
高 100~1 000 μm
非常高 ≥1 000 μm

图6 针对颗粒大小范围推荐的适用显微镜及放大倍数

与体视显微镜类似，连续变倍宏观镜或显微镜均具有一个放大倍数可变的变焦镜头。使用体视显微镜时，观察者用肉眼透过一组镜头（带视差）从不同角度观察样品，在通过目镜察样品时具有三维外观。若将体式显微镜用于自动化测量，分光路器应具纠偏功能，把光路平行送至摄像机与目镜，确保不出现视差，否则需再校正；若使用连续变倍显微镜，分光路器会直接把平行光路送至目镜与摄像机。另有一种纯视频变焦显微镜省去了目镜，仅有一个光路通达摄像机，不具有三维效果，仅可在显示器上观察图像。

测量非常小的颗粒（标准分析范围以外）时，如5或15 μm，可不采用10倍像素的标准，仅采用5倍像素的大小显示颗粒。



- 注释：
- | | |
|---------------|---------------------|
| 1 成像比例尺，微米/像素 | 4 分析滤膜平面 |
| 2 摄像机芯片 | 5 最小颗粒长度方向= 排列10个像素 |
| 3 成像镜头 | 6 像素尺寸 |

图7 光学图像的像素分辨率

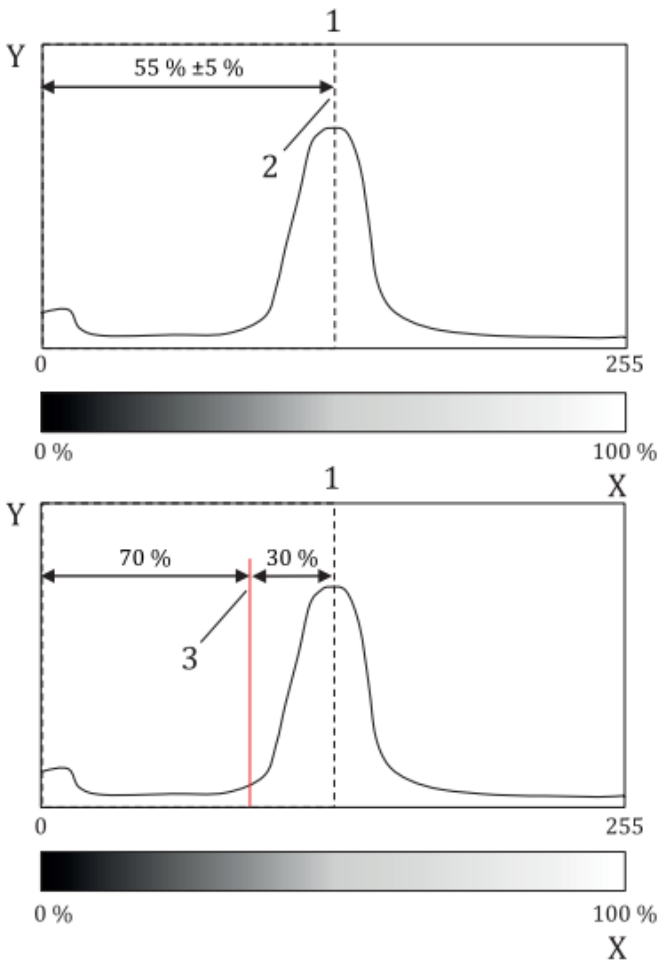
为了有效地应用光学方法确定颗粒尺寸分布，滤膜应准备充分，颗粒不得过密且分布均匀，滤膜上的颗粒不得互相接触或叠加。在存在无法避免特殊情况时，需要后期手动修正。分析滤膜是否具有可分析性，主要取决于颗粒在滤膜上的覆盖概率百分比。应用光学分析方法时，显示并记录该值作为辅助。根据二值化要求(参见下方)，颗粒(所有类型)的图像区域均属于滤膜上的颗粒覆盖率百分比范围。该值不仅与清洁度要求中的颗粒大小有关，还与被分析滤膜的全体像素灰度有关。关于滤膜上颗粒覆盖率百分比的其他信息见8.6滤膜覆盖率的检测。

在采集颗粒数据时，图形处理软件将图像的特定区域定义为颗粒，其他区域属于滤膜的背景。为此，通常将图像的整个亮度区域按照灰度值等级由黑至白划分。针对颗粒分析共创建了256个灰度等级。若特定灰度值图像中的像素数超过了灰度值，则会采用“直方图”显示，如图8所示。

在设定图像亮度、直方图的形状和位置以及区分颗粒和背景的设置非常关键的一个或两个阈值（二值阈值）时，需要应用其他条件，以改进分析结果的可对比性。在此需要区分两种情况，即采用偏振镜的光学显微镜和未采用偏振镜的平板扫描仪：

- a) 带偏振器的光学显微镜：光源照射至分析滤膜前，首先通过一个偏振镜，使光线产生线性偏振，光线从被测物反射至物镜时，会穿过第二个呈 90° 旋转的偏振镜（检偏镜），交叉交叉偏振镜组会过滤金属反射，使其呈暗色。因此识别颗粒需在交叉偏振位置下。亮度值调至滤膜的最大背景亮度值的 55%±5%（通过调节光源亮度相机曝光时间或类似方法），所有图片上的相关信息（暗色颗粒）均在此最大灰度值左侧。

设定二值阈值为相对灰度值分配最大值的 70%，参见图 8。该灰度阈值左侧的结构属于颗粒部分。



- 注释：
- X 灰度值
 - Y 像素计数
 - 1 带有交叉偏振镜的显微镜
 - 2 灰度值约为一半时的滤膜背景(灰度值的最大值)
 - 3 二值阈值为灰度值最大值的70%

图8 采用偏振镜的光学显微镜图像亮度与二值阈值的设置

b) 未采用偏振镜的扫描仪与采用十字排列偏振镜的图像不同，未采用偏振镜的图像的相关信息位于直方图最大值的左右两侧，即将试件结构的暗区与亮区作为滤膜背景。针对扫描系统设定图像亮度，使直方图的最大值为整个亮区的 50%。

为了检测颗粒，选择了两个相对于灰度最大值的二值化阈值，一个为70%，另一个为145%（见图9）。位于左侧灰度值左侧和右侧灰度值右侧的结构被识别为颗粒。分析滤膜背景的中间范围值实际上是“切除”的。

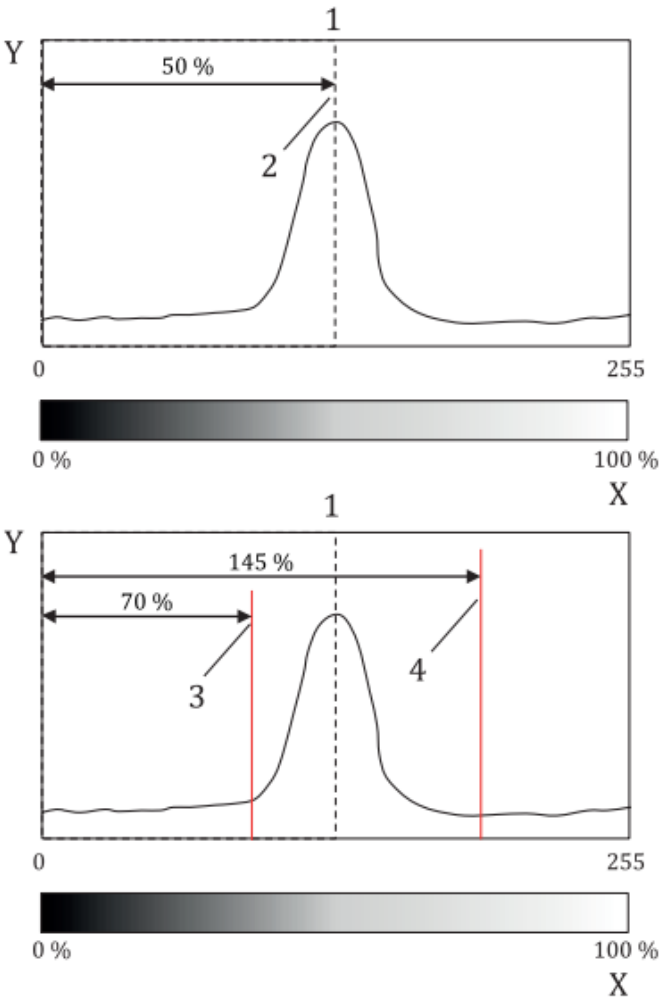
注 2：对于所用的光学分辨率和设置，可能有必要修改下文所述和图 10 所示的“用膨胀和腐蚀连接分离颗粒结构”的程序。

与具有交叉偏振镜的系统相比，此方法的一个缺点是，具有亮区和暗区域的颗粒经常被分割开，这是因为颗粒上的亮区向暗区过渡时处于滤光器背景的亮度范围内（隔离区域）。如图10所示，图像处理方法（膨胀和腐蚀）用于再次结合这些颗粒的区域。在图10a)中，显示了一个具有亮区和暗区域的颗粒

示例以及灰度值过渡。二值化之后，将颗粒分为三个独立的部分b)。在最初的扩张步骤中，颗粒的原始浅色区域被放大一个像素c)。在第二膨胀步骤中，将颗粒的所有区域放大一个像素，并将分离的结构再次连接在一起d)。由于现在增大了颗粒的总体轮廓e)，腐蚀步骤将其尺寸减小了一个像素f)，从而生产了颗粒结构g)，然后对其进行测量。

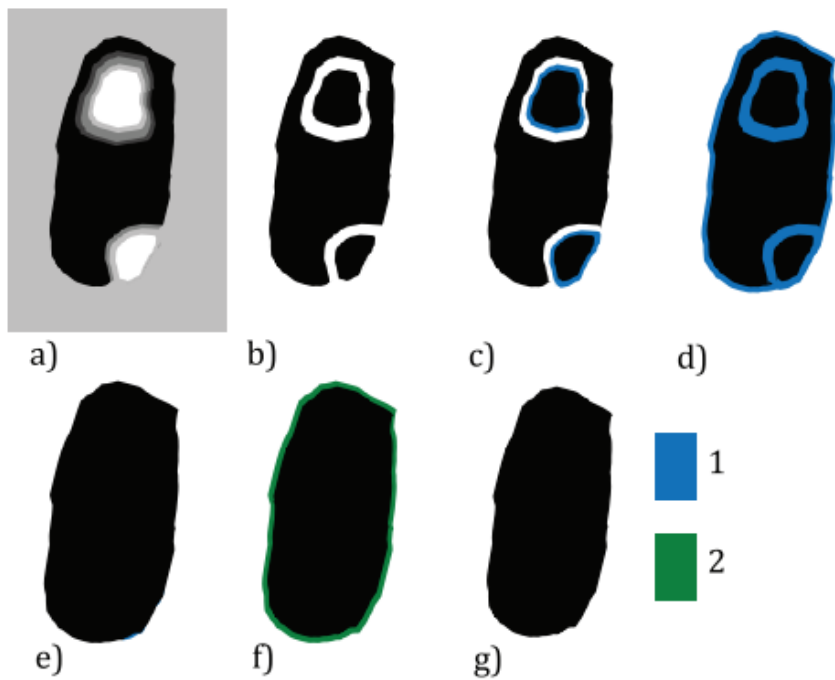
注 3：在应用这种连接隔离颗粒的方法时，可能存在紧邻、但物理上分隔开的颗粒连接到一起可能导致数量和尺寸出现错误。还可将颗粒内部的结构相互连接，在最糟糕的情况下可能导致几何结构和尺寸发生变化。

注 4：由于扫面采用定向照明，在对网状滤膜进行分析时可能出现织物细丝上出现反射的情况，从而被误作为（较小）浅色颗粒。通过适当的方法来确保此种干扰信号或反射光不会被视为颗粒。



- 注释：
- X 灰度值
 - Y 像素数
 - 1 扫描仪（未采用偏振镜）；
 - 2 灰度值约为一半时的滤膜背景（灰度值的最大值）；
 - 3 二值阈值下限为灰度值最大值的70%；
 - 4 二值阈值上限为灰度值最大值的145%。

图9 未采用偏振镜的光学扫描系统的图像亮度与二值阈值的设置



- 注释：
- a) 颗粒有浅色和深色区域
 - b) 二值化后，颗粒被分成三个独立的部分
 - c) 在初始膨胀步骤中，颗粒原本白色的区域被放大一个像素
 - d) 在第二膨胀步骤中，将颗粒的所有区域放大一个像素，分离出的结构重新连在一起
 - e) 颗粒的整体轮廓现在放大
 - f) 腐蚀步骤将其大小减少一个像素
 - g) 真实颗粒结构，然后进行测量
- 1 膨胀算法(放大)
 - 2 腐蚀算法(缩小)

图10 通过膨胀和腐蚀连接分离的颗粒结构

在标准光学分析的框架内，可进行以下颗粒尺寸**测量和分类**。

- 1) **颗粒长度**：根据图 11 所示，测量颗粒两端两根平行线之间的最大垂直距离，在图像处理中称为 $Feret_{max}$ 。长度数据相当于颗粒的“最差情况-损伤可能”，代表该颗粒在汽车系统内可跨接一个颗粒位置，如电子系统的触点间距。

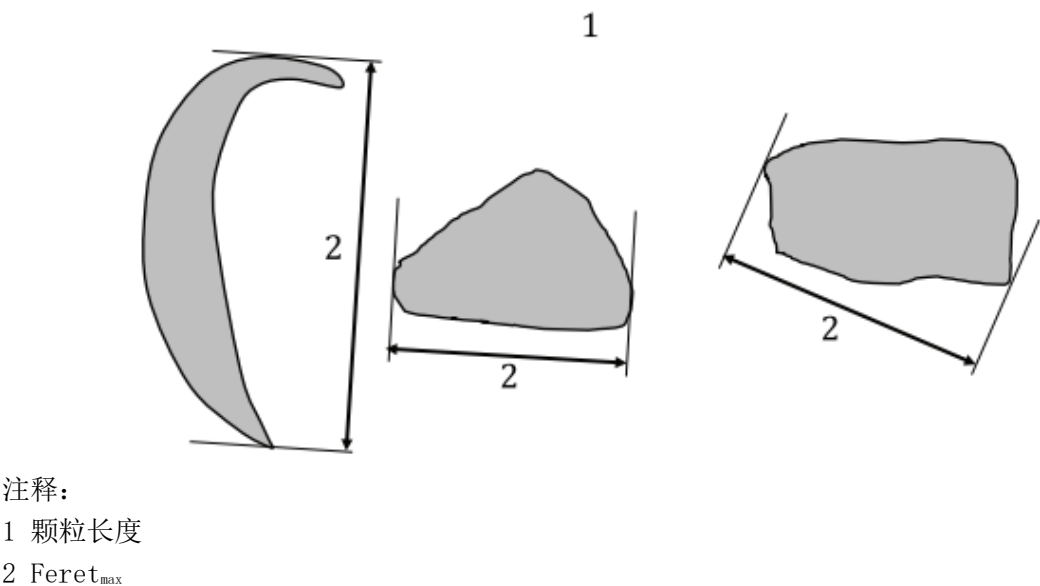


图11 以 $Feret_{max}$ 定义颗粒长度

2) **颗粒宽度:** 根据图 12 所示, 测量颗粒两端两根平行线之间的最小垂直距离, 在图像处理中称为 $Feret_{min}$ 。从损伤可能的角度考虑, 该值相当于相应宽度的颗粒可以通过的通道的宽度。

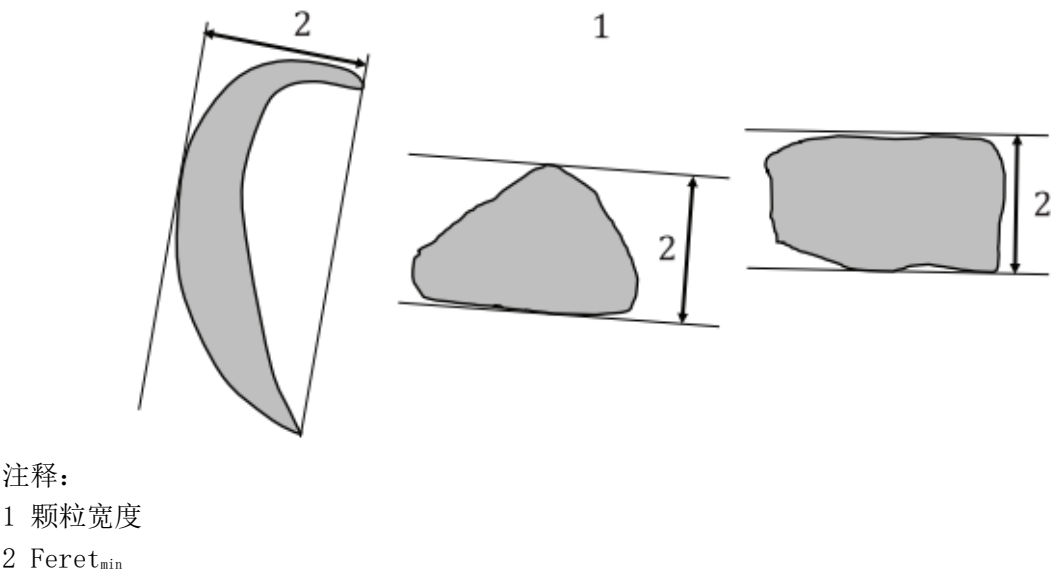


图12 以 $Feret_{min}$ 定义颗粒的宽度

确定 $Feret$ 长度和宽度时, 测量的准确性与两根平行线围绕相应颗粒旋转的角度有关, 用于确保最大或最小位置。每次旋转的角度应 $\leq 5^\circ$ 。

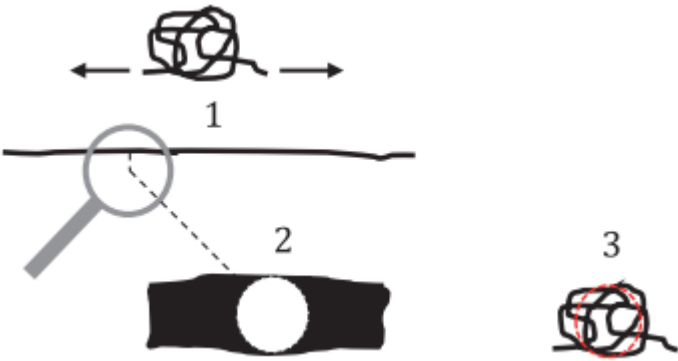
图F. 1中对其他两个颗粒宽度进行了说明, 这两个宽度在标准分析范围内属于可选数据。

3) **纤维的定义和测量:** 在所有生产和实验室环境中, 只要有人员进入就会从衣物上带入纤维, 并在之后的产品清洁度检测中被找到。纤维材料普遍很长, 但对技术系统功能上的影响甚微, 因此需重视将其从实心的、有潜在损伤风险的颗粒中区分出来。

不可能简单地使用光学技术对纺织纤维和纤维形状的潜在破坏性颗粒进行全面、可靠的分离。纤维结构分类的几何标准为:

- 伸直长度/最大内切圆直径 >20 （见图 13），
- 通过最大内圆直径测量的宽度 $\leq 50\text{ }\mu\text{m}$ 。

警告：硬质纤维状结构可造成危害。非纺织纤维应被视为关键颗粒，必须被明确记录。



- 注释：
- 1 拉伸长度
 - 2 最大内切圆直径
 - 3 错误的宽度测量

图13 纤维的分类

纤维的长度可用两种方法测量。首先，与任何其他颗粒的长度一样，纤维的长度表示为 $\text{feret}_{\max}$ （见图14）。

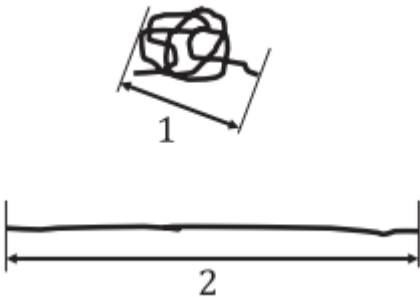


图14 纤维的测量

相比其他类型的颗粒，材料纤维不以固定形态出现，在滤膜上出现时，其方向性、位置度、卷曲和打节的程度都是随机的，故难以采用常规的 $\text{Feret}_{\max}$ 长度去定义此类颗粒。因此，采用“拉伸长度”进行替代（见图14）。该长度可采用图形处理软件进行自动计算。

警告：只有在所有手动修正、校准或确认重新计算这一步骤后，才能计算并保存拉伸长度。反之，只有先使用同样尺寸标准对两者进行测量和记录，才能判定是纤维还是颗粒。

- 4) **金属光泽颗粒的分类（可选）：**金属颗粒在确定技术清洁度时非常重要。首先，金属是功能相关系统制造的关键材料。因此，它们代表了源自测试零部件上加工或装配步骤的大部分污染物颗粒；其次，由于金属材料的特性（例如硬度或导电性），在众多应用中对功能非常重要。

金属颗粒只能通过其他的方法进一步进行分析判断。无法通过常见的光学显微镜进行分析。因为不同的金属和来自不同生产流程中产生的金属颗粒，具有不同的光学外观。所以，不同颗粒的光学特征在颜色、亮度、表面结构、形状和均质性可能会有很大的不同。

即使这样，许多金属颗粒都能呈现一个共同特征：当颗粒呈现的表面不是很明亮，且表面被氧化或表面被油烟等其他污染物包裹时，仍呈现部分金属反射或金属光泽，此特征被用来支持判定。

金属中自由移动的电子是金属光泽的特征，判定这类颗粒时，分析并对比两个不同的图像。一种分析是两个偏振镜在十字交叉位置时拍摄的图像，用来识别并呈现全部颗粒（偏振光图像），另一种分析是两个偏振镜在平行位置或偏振镜不介入时拍摄的图像（非偏振光图像），如果反光颗粒物（其阈值接近或等同白色阈值）在非偏振光图像和偏振光图像下被识别的形态一致，并且在偏振光图像下显示深色，则此类颗粒可被定义为具有金属光泽。如果其深色数值在灰度阈值当中接近于黑色时，可非常明确的区分出具有金属光泽的颗粒和具有其他光泽的颗粒。

对于未采用偏振镜单元的扫描仪，从技术上来说，无法应用偏振光图像和非偏振光图像对比的分析技术。但明亮的反射（颗粒上局部区域的反射其阈值接近或等同于白色阈值）可被用来预分析带有金属反射的颗粒。然而，会因此产生风险，以及把具有其他类型明亮反射的非金属颗粒识别为带金属发射的金属颗粒。

在自动分析过程中，许多系统需求和参数决定了颗粒是否具有金属光泽。目前这些仍不可能标准化：

- 光学镜头类型；
- 倍率角度或变被倍率；
- 光源的准确几何形状；
- 定义金属光泽的标准分析程序和分析参数的设置；
- 特殊金属颗粒定义的设置和特殊颗粒的定义。

因此，只有自动分析系统使用完全相同的系统设定、分析参数，其自动分析后得到的金属颗粒的结果才具有完全的可比性。

虽然金属光泽分类在很多时候会遇到各种各样的限制，但属于一种非常实际的辅助手段，为了将其用于金属清洁度的分析和清洁度规范的检测，应向光学分析系统的用户或操作人员说明以下各项并要求其遵守：

- 在清洁实验室进行例行检查时，在试件中检测到的金属颗粒是否可通过相应所用的系统和根据相应的设置参数定义为金属光泽颗粒。为了对此进行评估，可能需要使用深入分析方法进行测试；
- 自动分析设备的分析结果，可由熟练的操作员进行手动再确认，或对颗粒进行重新判断和归类。

9.2.3.5 复查

即使分析滤膜制作的很好，且滤膜上的颗粒没有堆积或过于靠近（见8.6、E.4和E.5），由于光学或技术限制而产生误判现象是不可避免的：

- 颗粒表面部分区域与滤膜背景的亮度相同，颗粒会被割裂成多个颗粒；
- 颗粒彼此接触或重叠，被归类为一个颗粒；
- 颗粒性质误判。

注：颗粒性质的误判，可能是由于不同类型颗粒相互重叠造成的。例如，一个小的金属颗粒压到一根纤维上，此时，这根纤维和金属颗粒整体都会被判定为金属颗粒。

由于可能存在此类错误，光学自动化清洁度分析的结果应由一名经过相应培训的操作人员进行后续检测。分析系统应可将分离开的颗粒相连接、将相互接触的颗粒分离并重新进行分类。

在重复检查步骤中,对颗粒进行分析可采用较高的放大倍数、不同的照明灯或其它对比方法进行观察,以便进行验证测量或分离是否正确。虽然使用光学显微镜可以做到这一点,但平板扫描仪的功能模式不允许这样做,只能使用较高的数码放大倍数观察图像。

分析系统所执行的后处理步骤应归档并保存,以便日后追溯。

9.2.3.6 材料和设备

- a) 光学系统,例如材料显微镜、变焦显微镜、立体显微镜或平板扫描仪,具有 9.2.3.4 所述的部件和特征;
- b) 入射光照明:执行自动化测量时,需要在整个视场及所有放大区域内提供均匀、持久的照明,这一点非常关键。为避免对照明光源进行误调,应将光源与光学分析系统固定连接。应避免反射光等产生的人为效果,如网状滤膜的细丝产生的反射光;
- c) 视域照明时,少许的不均匀情况可通过图片处理进行补偿(显微镜的阴影校正、使用平板扫描仪可进行白平衡或其它的亮度补偿,补偿的前提是与不得修改颗粒图像的信息);
- d) 零部件固定支架:在进行自动化光学分析时必须固定滤膜,使其在试样台移动时不会发生滑动。滤膜的所有区域及滤膜上的颗粒必须位于成像镜头的景深范围内,这对于精确成像和分析非常重要;

若滤膜在固定夹具中未采用盖板,则周围环境必须足够清洁,确保分析期间不会有其他污物对带有特定尺寸颗粒或纤维的滤膜造成干扰。固定夹具不允许遮盖住滤膜的有效区域。

注:若滤膜未使用玻璃罩夹紧,则在试样台移动期间大尺寸颗粒可能会发生滑动,导致出现重复计算情况。

打开固定滤膜的盖片时,需要考虑颗粒可能会附着在盖片上,而没有留存在滤膜上。若需将滤膜用于其他分析操作,则在此前进行分析时不应使用盖片,或将盖片上附着的颗粒适用实验室喷洗瓶非常小心地清洗至原来的滤膜上(在真空吸滤器上)。

若滤膜带有透视区域,与较大网状滤膜的孔眼类似,则在进行光学分析时应使用与滤膜颜色和亮度相似的零部件固定支架。否则存在将可透视的暗色区域误视为颗粒的可能。最简单的情况下,不透明的滤膜会位于网状滤膜下方。

- e) 电动定位装置:定位轴需要非常准确,原因如下:
 - 在自动分析中,应对有效滤膜表面进行全面分析,而不应使其偏离位置(见 F.1.2 和 F.1.3);
 - 颗粒应可靠地放置在镜头下方,以进行手动后期检测(平板扫描仪由于结构限制无法实施)。
 定位精度应与需要检测的最小颗粒在同一范围内。

若试样台的移动范围较大,则可以实现装有多个分析滤膜的滤膜安装座,然后可以连续自动对其进行分析(水平距离上的焦平面应保持不变)。

- f) 摄像机:摄像机传感器像素数(平板扫描时为逐行扫描摄像机)应与放大透镜的光学分辨率相适应,即对于要测量的最小颗粒尺寸,应遵守 10 个像素标准;

摄像机的光敏感度对分析图像的影响与对照明亮度产生的影响类似,摄像机应采用规定的固定光敏感度设置进行操作,校正亮度的自动功能应禁用。

- g) 系统控制和图像处理:用于系统控制和分析图像的程序应具有 9.2.3.4 所述的特性。

用于处理分析图像的附加软件滤镜功能,如增强对比度或边缘锐化对于观察人员来说可能非常有用,但由于其影响通常是未知的,因此不应在标准光学分析中使用。

9.2.3.7 操作步骤

以下程序需要根据相应光学分析系统的特性进行调整。

- a) 准备检测所需的材料;

- b) 将滤膜固定在零部件固定支架内。为此，需使用镊子将滤膜小心的从干燥容器或运输容器如干燥皿中取出，并根据需要进行放置，操作时不应造成颗粒丢失。若滤膜使用玻璃罩固定，则需检测盖子的清洁度，必要时进行清洗；

注：若滤膜仅用于光学分析操作，不用于重量测量，则可省去预处理过程。

与重量分析方法不同，用于光学分析的滤膜无需干燥即可达到质量恒定。因此，不需要干燥皿中的冷却步骤。尽管原则上也可对潮湿的滤膜进行光学分析，但是可能存在湿气产生反射光的风险或滤膜在显微镜中干燥后导致图像发生变化。如需对潮湿的滤膜进行分析，则不得在滤膜表面上放置任何物品，如盖子、框架等。

- c) 将零部件固定托架固定到试样台上或将零部件固定托架插入到平板扫描仪中；
- d) 设置所有参数，包括照明（如需要考虑预热时间）。设置可由分析系统手动或部分自动设置参数；
- e) 在适当的情况下，检查零部件固定托架和试样台是否水平；
- f) 根据需要，将成像镜头聚焦在分析滤膜的表面上；
- g) 执行自动分析；
- h) 按照 9.2.3.5 验证分析结果；
- i) 记录结果。

9.2.3.8 文档

见第10条。

9.3 深入分析

通过深入分析，可获得更多关于颗粒形状（第三维）或颗粒组成的更多信息。例如，深入分析方法在过程优化的范围内实施并进行原因分析，以获得关于颗粒起源的补充信息。还可深入分析以更好地评估颗粒的破坏潜力，从而确定在超出极限值时应采取的最合适的措施。这是因为这些方法提供了比标准分析方法更详细的信息。

如果要应用深入分析方法来验证清洁度规范，则应在客户与供应商规范中将其与所用方法的详细参数一起记录。与标准分析方法相比，深入分析方法的实施可能涉及更高的成本。

有关物理特征，如硬度、磨损性或其它材料特性的信息只能通过深入分析方法获得。多数情况下，可以在标准分析中确定金属光泽特征，这可能是金属和导电颗粒的良好指示。但是，若需要确定颗粒的金属性质，则应采用深入分析方法。

在某些情况下，可使用具有改进设置的光学分析，并选择适合显微镜硬件、照明和图像分析的合适设置以获得相关的颗粒结构。

9.3.1 进一步的光学分析

9.3.1.1 光学分析（改进设置）

改进设置的光学分析目的可以更精确地检测和测量颗粒，例如颗粒与滤镜背景的对比度较低。这包括在自动计数后进行非常严格的复查。

当使用改进设置执行光学分析时，与使用标准设置的标准分析相比，需要更详细的显微镜和图像分析知识。

与标准分析一样，拥有以下内容非常重要：

- 准备分析滤膜（见 8.6）；
- 照明，不受外来光线影响；

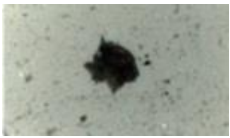
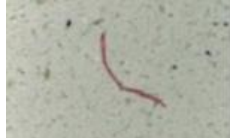
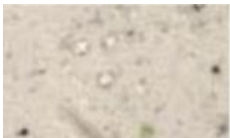
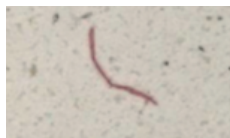
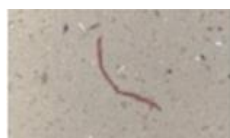
- 视野聚焦良好；
- 稳定的光源（如果需要，可调暖光源）。

注：如果使用改进的光学分析装置，分析结果可能与标准分析结果不同。

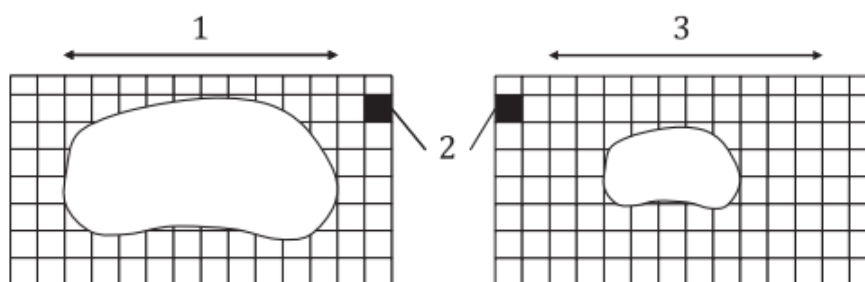
以下并非详尽的列表提供了可用于优化颗粒测量的设置示例。

- a) **照明模式**，例如入射光或反射光（亮场或暗场）、透射光、偏振光等。在某些情况下，需要特殊的滤膜托架，如用于透射光（见表 6）；
- b) **背景校正**，是对图像场中不均匀光照进行校正的一种方法，
- c) **二值阈值**，可改变阈值或使用自适应阈值。

表6 根据照明模式如何可视化颗粒的示例

照明模式	颗粒的类型			
	暗颗粒	透明/清晰的颗粒	“金属光泽”颗粒	纤维
入射光 90° 交叉极化				
入射光暗场				
入射光亮场				
透射光明场				

- 1) 颗粒尺寸：
- 必要时，在客户与供应商双方同意的情况下，可使用标准分析中所述以外的其他颗粒长度和宽度的尺寸定义；
 - 可以使用除标准分析中描述的用于颗粒尺寸调整的其他像素分辨率（每个颗粒 10 个像素）。如果需要更精确的测量与计数 5 至 15 μm 的颗粒，则可使用 5 个像素法（见图 15）。



注释：

- 1 最小颗粒尺寸=10个像素
- 2 像素尺寸
- 3 最小颗粒尺寸=5个像素

图15 计算每个颗粒分辨率为5个像素尺寸的小颗粒的示例

2) 图像处理：由于某些原因，如对比度提高、清晰度、相邻颗粒的分离、孔的填充等，进一步的图像处理操作可能会有所帮助，例如：

- 关闭（在两个操作中使用相同大小的像素矩阵进行膨胀，然后进行腐蚀）；它包括通过轮廓平滑和附近物体的连接进行填充间隙；
 - 开孔（腐蚀，然后在两个操作中使用相同大小的像素矩阵进行膨胀）；它包括去除轮廓粗糙的小瑕疵；
 - 填充：它包括填充所有的孔，无论孔的大小，同时保留颗粒的轮廓。
- 在进行图像处理操作时，应注意原始图像信息的变化。

9.3.1.2 其它光学特性

在深入分析中，可以使用诸如形状、颜色和表面纹理之类的光学特征来表征颗粒。

9.3.1.3 颗粒高度

在采用该分析方法时，需要通过显微镜镜头（ T ）的景深确定颗粒高度。景深可简单的以所用波长（一般情况下可假设该值为550nm）与所用镜头的孔径（ nA ）之比表示。

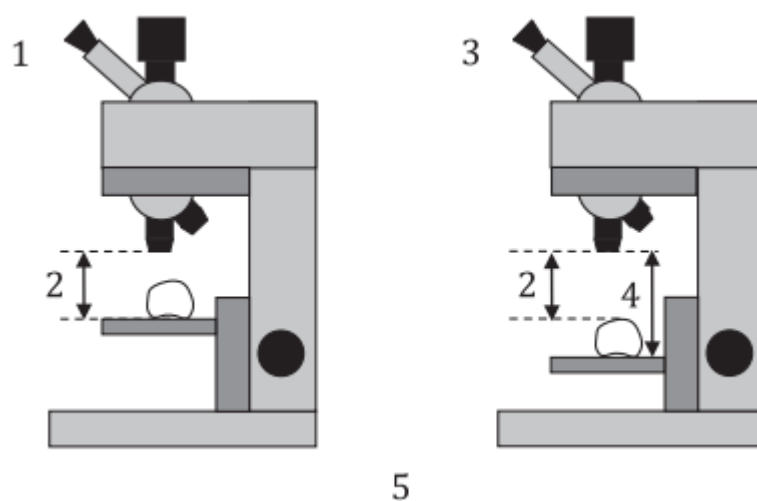
$$T = \frac{550}{nA^2} \dots\dots\dots (2)$$

所用镜头的孔径会对分辨率及其景深产生影响，通常使用固定镜头时孔径会随放大倍数而增大。随着显微镜放大倍数的增大（2.5x→5x→10x→20x），光学分辨率也会随之增加，而景深会减小，即区域内清晰显示同一平面内不同高度的结构（聚焦平面）。

带有高分辨率固定镜头的显微镜系统在放大倍数超过20x（目镜下放大倍数约为200倍）时，景深会很小，不同高度的物体无法在同一个焦距平面内成像。上焦平面和下焦平面存在差异，即物体的高度。该方法的理论精度取决于所用透镜的数值孔径，可以表述为景深的2倍。

为了评估高度，首先确定颗粒下侧的焦距平面。之后沿z轴调整镜头，直至将焦点对准颗粒的顶部。

颗粒高度则为两个焦距平面的差值，或镜头沿z方向移动的距离。通过z轴的螺距和步进电机间接计算（见图16）。



注释：

- 1 步骤1关注分析滤膜的背景
- 2 焦点级别 z_1
- 3 步骤2聚焦颗粒的最高点
- 4 焦点级别 z_2
- 5 颗粒高度 $z=z_2-z_1$

图16 颗粒高度确定原理

为了尽可能通过滤膜背景的焦点位置与颗粒最高点之间的差值确定颗粒的高度，应将颗粒水平置于平面滤膜上。针对网状滤膜应确保颗粒没有嵌入网孔内，因为这样会导致测量的高度变低。

9.3.1.4 材料和设备

- a) 具有平行光路的光学显微镜；
- b) 数值孔径 >0.4 的透镜，通常相当于20倍的光学放大倍率（镜头水平下的200倍总放大倍率）；
- c) 高分辨率电动精细对焦（亚微米范围内的分辨率）；
- d) 软件读取焦点位置；
- e) 无盖滤膜固定托架。

在过滤步骤后，分析滤膜不能盖上盖子，因为这可能会将颗粒压入滤膜并改变分析结果。

9.3.1.5 操作步骤

- a) 使用低倍率透镜进行一般分析，如2.5x或5x确定颗粒长度、宽度、表面积等二维信息；
- b) 在扫描程序后，可使用较高放大率透镜（数值孔径 >0.4 ）对临界值颗粒的高度进行测量；
- c) 有关颗粒自动聚焦、选择并记录；
- d) 记录点上采用大倍率镜头设定；
- e) 调节对比度，以便更好地识别颗粒的形貌；
- f) 重点分析颗粒附近的滤膜背景；
- g) 确认第一个焦点位置；
- h) 软件读取第一个焦点位置；
- i) 聚焦于颗粒的最高点；
- j) 确认第二个焦点位置；

- k) 软件读取第二个焦点位置；
- l) 分析焦点位置，以确定高度差；
- m) 记录整体结果的高度差异。

9.3.1.6 文档

分析报告中应清楚记录所用光学系统的类型，因为变焦系统通常不适用于该分析方法。

测定的结果可在分析报告单独的表格中填写，为了能评估所有测颗粒的破坏潜力，不仅要评价颗粒的高度，还要评价其长度与宽度。

9.3.2 SEM/EDX

9.3.2.1 原则

SEM/EDX分析是一种组合分析技术，可使用扫描电子显微镜（SEM）对颗粒进行计数和测量，并通过能量色散X射线光谱（EDX）来确定其材料成分。如果将颗粒坐标转移到SEM/EDX分析系统，也可以手动对单个颗粒或在光学显微镜中预先选择的颗粒进行SEM/EDX分析。本标准的此部分仅解决对完整分析滤膜的自动分析，通过将不同大小的颗粒对应特定的材料类别（由其元素组成中得知），可以获得有关颗粒潜在破坏力或来源的补充信息。

为了像光学分析一样，确保所有单独临界颗粒全都包含在内，必须对整个滤膜表面积进行计数。

如果用于监控目的，为确定数量众多的小颗粒的材质特性，仅在滤膜上具有代表性区域选择小个区域进行分析，并根据其分析结果反推算至整个滤膜。

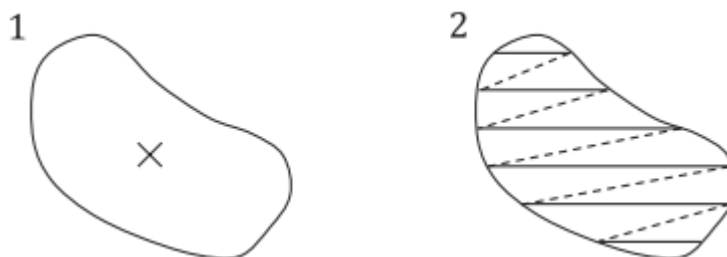
与光学分析相同，作为测量和分析的前提条件，为了正确记录、测量、分析颗粒，滤膜必须经过精心制备，以确保颗粒间彼此分离、不重叠。

在SEM中采集和显示颗粒的基础是材料对比度，这一对比度是由化学元素的背散射电子的不同强度产生的。

重点：由于检测原理基于不同的方法，因此无法将通过光学显微镜获得的分析结果与通过扫描电子显微镜获得的分析结果进行比较。

具体哪些图像区域可视作颗粒、哪些属于滤膜背景，需要通过一个阈值（二值阈值）确定，与光学分析相同。根据SEM中不同的对比度，含碳的滤膜背景会呈现暗色；若颗粒中所含元素比碳重，则会呈现亮色（颗粒中的元素越重，颜色越亮）。

在颗粒相对应图示的位置处，有一个EDX能谱仪。X射线光谱中线条的能量位置属于化学元素的特征。对线谱进行分析时需要确定相应元素的数量。其结果可用于推算检测颗粒的化学组成。为正确确定颗粒的整体特征，EDX分析时的电子束不能只在颗粒的某一个位置处，而应对颗粒进行彻底的扫描，如图17所示。



注释：

- 1 错误的：电子束的固定位置不适用于正确的颗粒分析
- 2 正确的：电子束在颗粒表面以网格形式移动，从而进行正确的分析。

图17 EDX 分析时电子束的移动

为获得准确的定量结果，必须保持探头下缘与样品表面之间的距离（通常在10~25mm之间）。

采用SEM/EDX全自动分析大量颗粒耗时费力，因此每个颗粒的EDX分析时间通常选择为一秒或几秒，以便在识别颗粒所需的X射线脉冲计数时间和缩短至最短分析时间之间做平衡。为复现确认元素分析结果，应在全自动分析之后可再次定位至单个颗粒，以使用更长的测量时间和更高的X射线脉冲率来验证分析结果。

限制：颗粒会根据其元素成分被分配至特定的材料类别。受EDX能谱探针的能量分辨率限制，一些测试结果可能不显著。

由于作为背景的被测滤膜是有机物，与有机物颗粒之间缺乏对比度，因此很难检测到有机物颗粒。通常可检测到有机物质，但是由于碳含量的因素会阻碍更详细的分类。例外情况是，塑料不仅包含碳、氮和氧，还包含有其他元素，如卤代塑料（PVC中的氯，PTFE中的氟）。

注：以金属膜制备的样品，可对有机颗粒、塑料、氮化硼和碳化硼进行测量及计数。

9.3.2.2 材料和设备

a) 扫描电子显微镜：

——可调节真空度：由于电子束的作用，真空室中残留的空气分子使测试零部件产生电荷。因此，如果使用低真空装置，样品表面不需要溅射或蒸发；

——自动化 X—Y 轴扫描台；

——安装一个或多个滤膜的托架工位；

——背散射电子探测器（BSE）记录图像；

——恒定束电流（每小时波动<1%）。

b) 带有分析系统（EDX 系统）的 X 射线探测器，可进行元素分析；

c) 按照要求，可使用颗粒固定剂使颗粒附着到滤膜上并释放电荷（若颗粒带电，则可能导致图像错误或由于静电力使颗粒“跳动”，从而导致颗粒在分析中消失或重复计数）；

d) 针对分辨率、图像组成和颗粒结构重组以及需测量颗粒规格的要求，适用于光学分析系统相同的规定。

9.3.2.3 操作步骤

以下程序应根据SEM/EDX系统的特性进行调整。

a) 在适当情况下，使用适当的颗粒固定剂将颗粒固定在滤膜上。如果还需要重量分析，则只有在重量分析后才能使用固定剂；

b) 将滤膜放置在 SEM/EDX 系统中，并将样品仓的压力调整至稳定的工作压力；

c) z 轴位置：调整试样台的高度时，应使滤膜在系统内处于正确的工作距离中；

d) SEM 的加速电压应根据标准调整为 20 kV 用于元素分析。这使得可以使用用于分析的 X 射线光谱范围，已使 X 射线彼此之间保持良好的间距，并可以清晰的识别元素。在特定情况下，可能需要调整加速电压，此调整应被记录；

e) 选择用于分析的射束取决于样品的兼容性、EDX 分析仪的计数率和每个颗粒所需的分析时间；

f) 必要时：加热阴极以稳定束流；

g) 设置 BSE 图像的亮度与对比度，以便检测所有相关元素，并优化使用图像处理系统的动态范围；

h) 开始自动化分析。

9.3.2.4 文档

见第10条。

9.3.3 LIBS

9.3.3.1 原则

激光诱导击穿光谱仪（LIBS）是一个可对材料元素进行分析的发射光谱仪。可以确定颗粒的元素组成，检测技术清洁度时，会根据光谱中的谱线在滤膜或固定剂上分析颗粒的材料成分。这样可以进行直接成分分析，甚至可根据相应的材料损失对测试零部件进行深度分析。

分析时，通过一个透镜将激光脉冲聚焦在一个颗粒上。所用脉冲激光的波长为331~1 064nm。激光脉冲将蒸发材料并产生等离子体。根据系统所观察到的波长范围在400~800nm之间。光谱的分辨率，即每个光谱的点数根据测量系统在0.01~1nm之间。

纯金属产生的信号通常非常强，信号强度主要与材料的蒸发点有关。由激光脉冲蒸发的材料越多，信号越强。由于每种元素都有特定的光谱，因此可以通过光谱数据库清楚地识别金属和无机材料。聚合物和弹性体只有与无机材料混合时才能识别。采用较高的激光脉冲时，可能会观察到有机分子碎片，从而可更好的识别聚合物的分类。

现代系统能够分析最小尺寸约为15 μm的颗粒。信号质量根据透镜的数值孔径和光谱仪的透光量而显著变化。激光焦点的大小取决于透镜的数值孔径和激光的光束质量。针对每个颗粒，均应采用直径20 μm、深度约10 μm的凹坑进行分析，分析时间应短于1秒。该方法是定量的，可用于合金的鉴别和分类。根据光谱的分辨率，合金的个别成分可能会覆盖光谱中的其他成分，对识别造成干扰。

9.3.3.2 材料和设备

由于硝酸纤维素或聚酯织物制成的47mm或25mm圆形滤膜仅产生微弱的LIBS信号。因此它们是检测颗粒中无干扰的特定LIBS信号的理想背景。

使用固定剂的优点是固定滤膜上的颗粒，避免激光脉冲造成颗粒的移动。

LIBS显微镜的基础是一台能不断进行修正的显微镜。激光束与LIBS信号被镜像传输至摄像机，激光波长为331nm和1 064nm。

带有集成显微镜的系统能够自动识别颗粒（见光学显微镜），并确定颗粒重心的坐标。然后将颗粒与激光焦点对齐。

光通过格栅分成光谱，并由CCD（电荷耦合元件）记录。通过微计算机对信号进行分析，对光谱进行处理，并与数据库中包含的光谱进行比较。通过数据库比较，确定两个光谱之间的相似性，将结果换算为数字。总分为1 000，换算结果大于700时，才会认定结果有效。

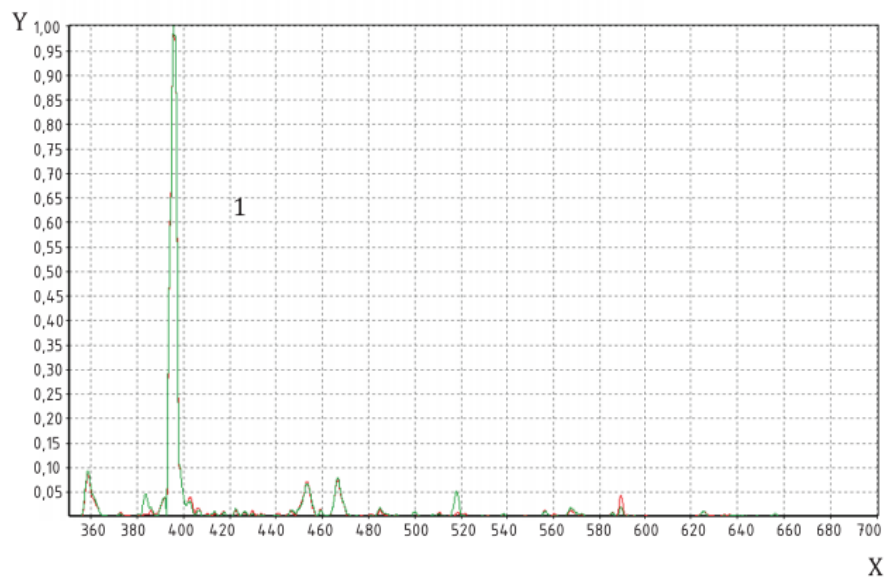
9.3.3.3 操作步骤

操作人员将检测滤膜放置在分析设备中，然后开始自动分析。根据颗粒长度或其它形状参数选择要分析的颗粒。操作人员输入适当的数据库，以便对获得的光谱进行自动匹配。如果颗粒光谱的匹配超过700（见图18），则设备将显示材料名称并记录在检测报告中。

部分分析系统还允许在完成自动颗粒分析后执行手动分析。此时，操作人员可在颗粒上选择其他的测量点或不同的焦点，或选择对材料相同的测量点进行反复轰击，以便深入材料并分析较深的层面。

9.3.3.4 文档

将颗粒光谱与参考光谱进行比较的LIBS分析的实例显示在图18中。



注释：
X 波长，nm
Y 信号高度
1 红色：铝光谱，绿色：颗粒光谱

图18 铝（绿色）的LIBS 光谱与颗粒光谱对比

相符度：996，线谱质量：171, 331纳米激光

有关光谱设置的图表，见F. 3。

9.3.4 拉曼

9.3.4.1 原则

拉曼光谱是振动光谱的一种形式，它能分析颗粒结构。分子中的原子及其相互间的排列形成了一种特有的材料特征。

在分析时，激光束通过透镜聚焦到颗粒上。物质与激光束的相互作用产生一个由CCD（电荷耦合元件）记录的信号。该信号被称为光谱。根据系统的不同，所观察到的波长范围在400~3 500个波数之间。光谱的分辨率，即每个光谱的点数，根据测量系统在2~12个波数之间变化。

分析限于分子，纯金属不会发出信号。有机和无机材料，若可产生拉曼光谱，则通过结构专有的光谱与光谱数据库进行配对。

颗粒的最小尺寸与分析透镜的放大倍数因数有关，理论上可测量自0.5 μm 起的颗粒，信号的质量与透镜的孔径和光谱仪的透光量有很大的关系。激光焦点的大小同样与孔径有关，在0.5 μm至8 μm之间。

每个颗粒的典型分析时间在30~60秒之间。在某些情况下，通过激光束可激发分子内的荧光。这可能会遮盖拉曼信号并妨碍分类。

9.3.4.2 材料和设备

由于金属不产生拉曼信号，因此它们形成了理想的背景，可在没有任何干扰的情况下从颗粒中检测特定的拉曼信号。为此，可使用特殊的金属塑料滤膜，如果准备在此滤膜上进行分析，则颗粒大于0.5 μm的材料会发出清晰的信号。

当颗粒较大时,硝酸纤维或聚酯织物制成的47mm或25mm圆形滤膜无需准备即可使用。采用这种方法操作时,颗粒应有效遮住滤膜背景,这样有机材料就会对拉曼信号产生显著影响。

拉曼显微镜的基础是一台不断进行修正的显微镜。在成像的摄像机前方,通过一个镜头与激光耦合,并与拉曼信号断开。激光波长为532nm和785nm,激光功率可调。在拉曼光谱分析过程中,可用数码摄像机观察测试零部件。

结合有显微镜的系统自动采集颗粒(见光学显微镜)并确定颗粒重心的坐标。使该颗粒与激光焦距保持一致。

光通过格栅分成光谱,并由冷却CCD(电荷耦合器件)记录。通过微型计算机对信号进行分析,对光谱进行处理,并与数据库中的光谱进行比较。数据库比较确定两个光谱之间的相似性,将结果换算为数字。总分为1 000,换算结果大于700时,才会认定结果有效。

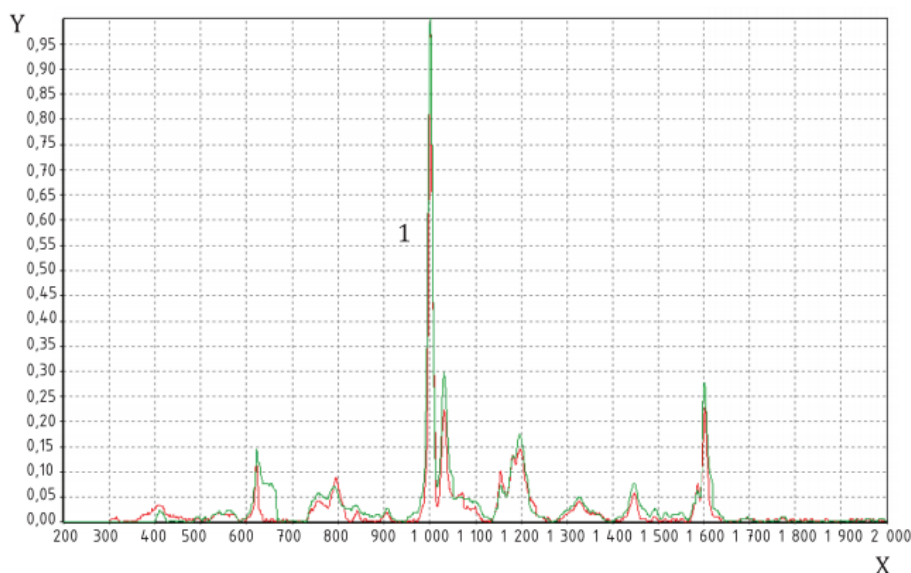
9.3.4.3 操作步骤

检测滤膜放置在分析设备中,并启动自动化分析,根据颗粒长度或其它形状参数选择需要分析的颗粒,光谱的标准参数为激光功率5mW至10mW,每个颗粒的照射时间为30~60秒。然后,操作人员输入适当的数据库以实现自动频谱解释。若颗粒光谱的相符度超过700,则在测量和检测报告中给出材料名称(见图19)。

部分测量系统只有在自动测量完成后才能对颗粒进行手动再分析,操作人员可在颗粒上选择其他测量点或不同的焦点。操作人员在该模式下也可对激光功率和照射时间根据颗粒材料进行调整。

9.3.4.4 文档

将颗粒光谱与拉曼光谱进行比较的拉曼分析示例,如图19所示。



注释:

X 拉曼位移, 1/cm

Y 信号高度

1 红色: 聚苯乙烯颗粒光谱, 绿色: 颗粒光谱

图19 聚苯乙烯(绿色)的拉曼光谱与颗粒光谱比较相符度: 966,

线谱质量：101，照射时间：60S，785 nm，激光，强度 30%

拉曼系统的结构图，见F. 3。

9.3.5 IR（红外光谱）

9.3.5.1 原则

在红外区域（波数4 000cm⁻¹-400cm⁻¹，波长2.5~25 μm）的电磁波照射有机分子，固定能量将被吸收。吸收能量取决于被激发原子群和整个分子的振动能量或频率，例如伸缩振动或变形振动。无红外活性，但有拉曼活性（见9.3.4），全部都是对称的振动。

相对于色散性光谱仪，它们具有更短的分析时间和更好的信号干扰比。

生成的红外光谱大部分使用投射方法：激发辐射的百分透光率除以波长的倒数（波长：单位cm⁻¹）。

因为结构或官能团吸收的能量取决于测试零部件中所含的物质，通过这种方法验证具有红外活性的官能团。尽管通过吸收的能量或由此生成的波谱段能对单独的结构单元定义，实际上还是通过一个谱图库与生成的总红外谱图进行检索。

根据所用数据库的大小，可以识别大部分有机化合物和材料。其中包括塑料及加工介质，例如油脂、油。为了能够识别所有未知样品，建议通过添加所有内部使用的操作和处理介质来扩展现有数据库。

用于颗粒分析的两种常见FT-IR技术是IR显微镜和ATR方法（衰减全反射）。

两种不同的FT-IR分析技术适用于分析颗粒（见表7）：ATR方法（衰减全反射）或透射分析。这两种方法原则上通过一个单纯的红外光谱仪或红外显微仪（与谱图生成相连）来实现。

ATR方法：红外光束通过放置或压在需要表征的颗粒上的晶体进行再次耦合和解耦。由于该方法的作用原理，只能获得1~3 μm的穿透深度的信息。样品定位并不复杂，这种方法尤其适用于强吸收的材料。

透射：通过此方法，红外光束穿过需要分析的颗粒（已被挤压得足够薄）并记录吸收光谱，光谱信息来源于完整的颗粒体积。

9.3.5.2 材料和设备

- a) 连接到数据库的傅立叶红外光谱仪或傅立叶红外显微镜；
- b) 如果需要：用镊子或针将滤膜移到分析设备；
- c) 适当时：金刚石压片备件（带透射）；
- d) 例如，要从滤膜中转移单个颗粒，可使用体视显微镜。

9.3.5.3 操作步骤

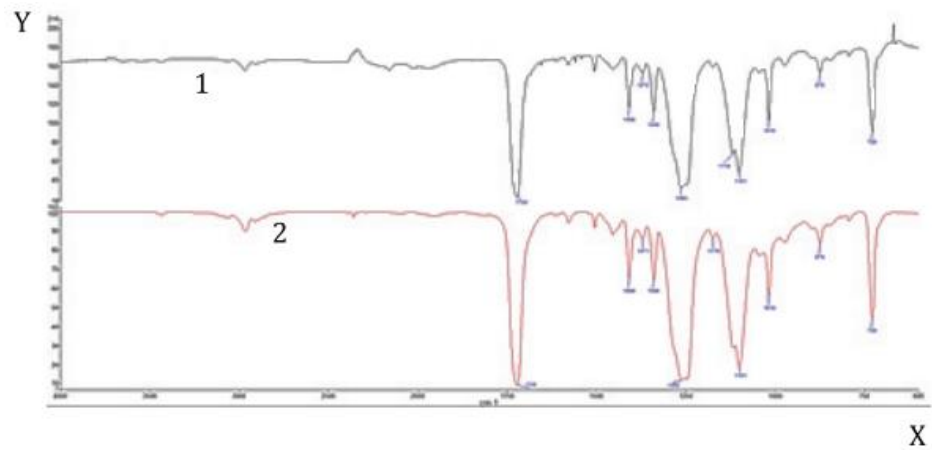
表7 用于分析颗粒的 FT-IR 分析技术

分析方法	红外光谱仪	红外显微镜
ATR	用镊子将颗粒从分析滤膜上取出，并用ATR晶体定位，ATR晶体的压头压住颗粒	颗粒在分析滤膜上（无需手动准备） ATR晶体下探到颗粒处
透射	----	用镊子从分析滤膜上取下颗粒，并放到金刚石压片窗口上。压制颗粒的相对部分，通过压制使颗粒变薄。将压片置于红外显微镜射束路径中进行分析。

9.3.5.4 文档

结果记录通常以红外光谱对比的形式在报告中给出，更进一步说，样品红外光谱和在数据库中与之最相匹配红外光谱的对比（见图20）。

另外与红外光谱仪相连接的显微镜以及使用的检测手段要清楚的描述（生产厂家，种类等）。



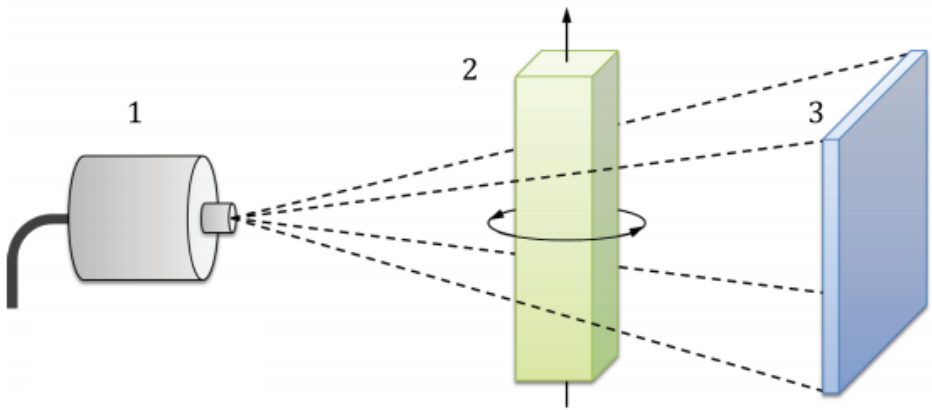
- 注释：
- X 波数，1/cm
 - Y 红外信号
 - 1 PET的红外光谱（黑色）
 - 2 最接近的数据库（红色）

图20 PET（黑色，上面）红外光谱和与之最相符的谱图库的红外光谱

9.3.6 X射线层析

9.3.6.1 原则

在进行X射线层析时，检测品件的图片通过精准聚焦的X射线射在一台X射线摄像机上（见图21）。在采集数据时，对被检测样品逐步旋转，每次旋转的角度都会记录一个射线图片。



- 注释：
- 1 微型X射线源

- 2 旋转测试物
- 3 平板接收器

图21 计算机断层扫描原理

进行颗粒分析时，检测样品是经过充分准备的带有颗粒的滤膜。通过分区可将颗粒从环境中分离出来并进行具体的分析。一方面是对颗粒进行三维几何测量分析，另一方面可通过灰度级分析确定颗粒的密度，这样就可将较重和较轻的材料区别开，这是确定颗粒来源的依据之一。使用X射线层析法无法进行高分辨率材料分析，例如，用光谱方法（EDX、IR和拉曼）。

9.3.6.2 材料和设备

为了分析微小颗粒，需要一个高分辨率的X射线显微断层成像系统（“Mikro-CT”）。系统应配备高分辨率X射线相机和微焦点X射线源，X射线焦点的直径对应于最小的可检测颗粒尺寸。需要使用一台平面分析仪作为X射线摄像机，通过扫描采集整个滤膜的数据。

可以在分析滤膜上检测单个颗粒或全部颗粒。检测单个颗粒时，将颗粒固定在胶带上或聚苯乙烯基材上。然后，通过滚动或折叠将滤膜压紧，最大程度减小样品直径。这样可以在完整的分析滤膜上实现很高的特殊分辨率。

通过合适的软件对重组的灰度级数据进行分区，完成扫描分析操作。该软件还能够根据该分区确定所需的颗粒规格（长度、厚度、伸长率、表面体积、边框、密度指数等）。

9.3.6.3 操作步骤

- a) 颗粒固定或滤膜压缩；
- b) X射线扫描与重组；
- c) 分区和颗粒分析；
- d) 编写报告。

9.3.6.4 文档

进行X射线断层分析时，需对数据统计条件进行文件记录：X射线能量（kV）、管电流（ μA ）、焦点大小（ μm ）、像素尺寸（ μm ）、X射线滤镜的材料和密度、密度基准材料（如果需要使用）。

9.4 简化分析

9.4.1 概述

以下所述的两种分析方法，均需执行提取步骤。而实际分析则不需要过滤步骤，这样可以更快的获得分析结果，即可以在同一时间段检测更多的零部件。因此，简化的分析方法非常适合过程监控的目的。

下述讨论的两种简化分析方法的结果没有标准分析的结果详细。因此，这两种分析方法不能用于清洁度规范的验证，除非客户与供应商有明确的约定。

9.4.2 液体颗粒计数器

9.4.2.1 原则

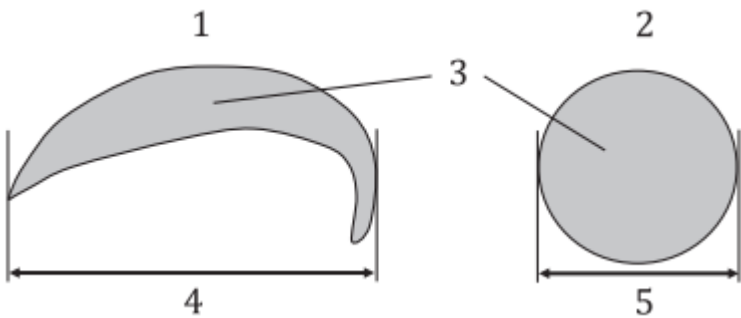
消光颗粒计数器[自动颗粒计数器（APC）]可用于对液体中存在的颗粒的大小和数量进行分类。应用该设备时，这些设备不适用检测单个相对较大的临界颗粒，而是用于确定在液体中出现的尺寸在 $5\mu\text{m}_{(c)}$ 至约 $70\mu\text{m}_{(c)}$ 之间的颗粒。

注：使用 $\mu\text{m}_{(c)}$ 意味着使用自动颗粒计数器进行颗粒尺寸测量，该计数器已根据ISO 11171进行校准。

直接在液体中检测到颗粒的事实使这些设备非常易于使用,并使其能够在高度自动化的分析步骤中实施。还可以设计连续实时的颗粒计数或样品分析,以便立即在数据监控系统中进行进一步处理。

基于检测原理,测试介质必须以规定的流量流经颗粒传感器。对于不流动的样品,例如通过超声波振动提取后在烧杯中的液体,通常在自动加压冲洗系统的基础上使用样品进料装置。若液体流经管道,就像内部清洗零部件时的情况一样,原则上传感器可以直接连接到管道上。

在传感器内有一个毛细管形的测量单元,光束通过该测量单元发光。光束的强度由光电探测器连续记录。灌注的液体中已有的颗粒会导致光脉冲减弱,并且这种脉冲减弱与颗粒投影表面积成正比。用这种方法无法确定颗粒的几何形状,如长度或宽度。光信号的弱化程度(阴影检测区域)等于等效圆的表面积,然后将其直径作为颗粒的大小(示例见图22)。



- 注释:
- 1 需测量的颗粒

4 长度=feret_{max}=50 μ m

2 等效圆面积

5 长度=直径=25 μ m

3 面积=490 μ m²

图22 等效面积圆的直径作为颗粒的尺寸

颗粒的形状越像薄片或纤维,颗粒计数器显示的颗粒大小与长度值Feret_{max}相比的偏差越大。测试液中的气泡或异物液滴会被错误地识别并记录为固体颗粒。

如果使用APC进行检测,则一系列不同的颗粒特征无需检测或可视化。此外,通常仅分析少量相应的提取液或液体样品。统计应用基于以下假设:颗粒在提取液中的分布相当均匀,并且清洁度质量的任何变化或过程中的偏差都将显示为平均粒径分布的变化。为了根据随机液体样品中测得的颗粒浓度评估或比较零部件的清洁度,应考虑提取程序中所有液体的总体积(颗粒载荷的稀释)。

尽管测量设备易于操作,但在制备和输送分析液体时必须非常小心,避免产生气泡等现象。如果超出了设备的最大浓度,由于测量单元中的颗粒重叠(重合浓度),将导致许多计数错误。可以通过在执行分析之前稀释样品来避免这种情况。

复杂的样品输送系统的最新发展将在未来能够使测量设备在清洗设备内直接使用,从而可对积存的检测液实时分析,无需相应的手动准备操作。

为了校准APC,利用油中的二氧化硅测试粉尘或水中的球形聚苯乙烯颗粒进行校准。检测计数功能时,应使用含有规定颗粒数量的测试介质。

较重且多数相对较大的颗粒在通过试样输送管线的运输能力受到物理限制会出现“沉淀丢失”,可通过工艺验证或理论证明出现“沉淀丢失”的时间。

9.4.2.2 材料和设备

除分析设备和相应的样品进料单元外,还需要可密封的试样容器、烧杯和已过滤的测试介质。已过滤的测试介质用于对测量系统进行清洁并统计空白水平。如果样品中的颗粒浓度超过APC测量范围,则

也可使用这种液体稀释样品。另外，还需要护目镜和手套。为对液体试样进行均质化和排气，还可另外选择一个超声波容器，样品也可借助自动翻转或振动装置进行均质处理，为使静置的样品中的颗粒更好地悬浮，应使用搅拌器。电磁搅拌器因其会吸附磁性颗粒污染物并将其排除在分析范围之外，导致结果错误，故不宜使用。

9.4.2.3 操作步骤

按照USP 788或ISO 11500等标准对样品进行分析，在准备和设置分析系统时，必须确保样品中没有气泡。

静置的液体试样：

在分析之前，应搅拌所有静置的样品以使颗粒分布均匀，在此后需要执行静置阶段，使气泡上升并消散。同时，在静置阶段还应以适当的速度搅拌保持样品均质。

注：漂浮在液体表面的颗粒（例如较轻的塑料件）是无法通过该种测量方法计数。

针对压力导向液体管路的方法：

该方法通常与功能测试台或用于冲洗零部件内部的装置一起使用。使用该方法时，应防止操作过程中出现气泡。因此，在进行实际的内部清洗步骤之前，应尽可能在零部件（燃油管等）内注满液体。同时，为了获得准确的分析结果，通常需要指定的恒定流量。

9.4.2.4 文档

应包括以下信息：

- 分析装置和试样输送系统的概述；
- 最后校准的日期和方式（聚苯乙烯或 ISO-MTD）；
- 采样技术：试样容器或直接连接到冲洗线；
- 明确表明所引用的颗粒尺寸是指等效颗粒尺寸，并非是 $Feret_{max}$ ；
- 列举绝对计数（无浓度）时，应说明实际检测的液体体积；
- 提供有关浓度的信息时，应说明提取步骤中所用液体的原始体积；
- 在传感器仅能有效检测或分析部分流经的液体的情况下，以百分数表示体积分析结果；
- 高浓度试样的稀释系数；
- 分析液体的总量；
- 重合浓度。

9.4.3 滤膜堵塞（光学）

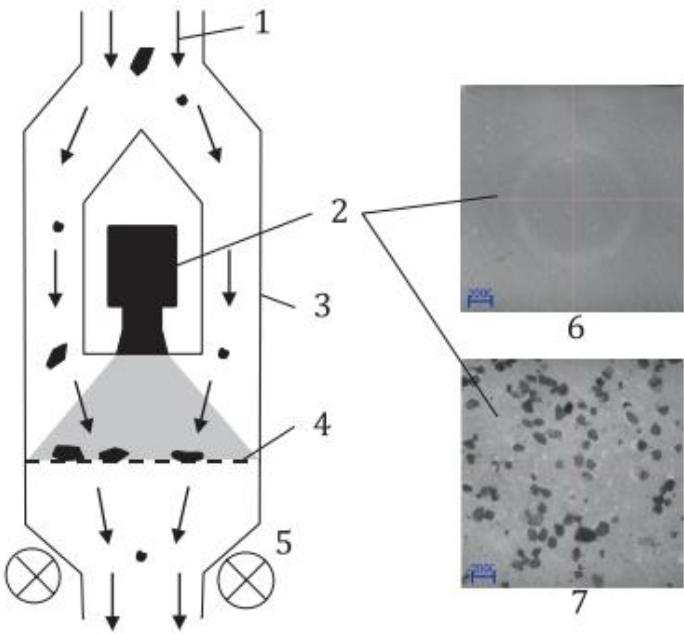
9.4.3.1 原则

采用这种分析方法时，直接将颗粒从测试介质中分离至分析滤膜上，该滤膜在摄像机的视域内（见图23）。选择分析滤膜的孔径时，应确保仅分离相应尺寸的颗粒，而使较小的颗粒从滤膜中穿过。例如，通常在位于固定滤膜的抽气装置出口处安装照明源（透射光），以便摄像机对滤膜上分离的颗粒进行清晰的数据采集。

其他图像处理和分析过程通过光学分析进行（颗粒二值化与测量）。该方法与颗粒分析的自动化显微镜系统不同，仅对一个视域进行分析，不会将多个视域整合为一副视图。因此，该方法特别适合采集单个的大颗粒，但无法达到显微镜系统的光学分辨率。

在每次分析中，将评估两张图像，一张是提取步骤之前的图像，另一张是颗粒沉积在分析滤膜上的图像。两者之间的差异与从零部件中提取的颗粒负荷相对应。

若分析滤膜的颗粒密度过大，由于颗粒会相互接触或叠加，可能会出现分析错误。此时需将分析滤膜进行反冲洗，以减少颗粒密度。配置合适的泵和阀门进行反冲洗，通过使液体逆向流动或将分析滤膜取出，反方向清洗并收集测试介质后重新检测该测试介质。



- 注释：
- | | |
|-------------|---------|
| 1 来自提取设备的液流 | 5 光源 |
| 2 摄像机 | 6 测量开始时 |
| 3 测量单元 | 7 测量结束时 |
| 4 被分析滤膜 | |

图23 光学测量滤膜堵塞的单元

9.4.3.2 材料和设备

- a) 测量单元含有：
- 摄像机；
 - 分析滤膜；
 - （透射光）光源；
 - 用于反冲洗分析滤膜的系統；
 - 图像处理和分析。
- b) 可进行提取设置并返回测试液体的适配装置。

9.4.3.3 操作步骤

以下程序需要根据相应提取设备和分析系统的特性进行调整。

- a) 对清洗前的分析滤膜图像进行采集和分析；
- b) 执行提取步骤，包括最后的冲洗步骤。然后将全部提取液和最终的冲洗液流经测量单元和分析滤膜；
- c) 对清洗后的分析滤膜图像进行采集和分析；
- d) 清洗前后滤膜的差值相当于从检测样品上分离的颗粒总量；

- e) 在颗粒分布较多时，对分析滤模进行再次清洗或反冲洗。

9.4.3.4 文档

应按照颗粒尺寸等级对光学分析得到的颗粒测量数据进行归档，颗粒尺寸等级见第10条文档的说明。

10 文档

10.1 概述

本节规定了检测文档的内容，而不是格式。

在清洁度检测的范围内产生了多个不同的文档（见图24）。根据所执行清洁度检测的类型，可分资质报告或检测报告。

资质报告记录检测条件、提取参数和衰减验证检测的结果，将经衰减试验验证合格的程序作为常规提取程序，从而确定相关的检测规范。

检测报告简要记录清洗参数和检测条件以及例行检测的结果。检验报告中仅需包含与执行检测相关的说明。

检测规范包含提取和分析参数的详细信息，以及对检测程序的简明扼要的描述。如果需要，可以以摘要或完整版本的形式编写说明，并添加照片或插图。检测规范可以包括资质报告或参考单独的文件（见附录G），也可以选择参考其他资料。

清洁度检测文档应包含10.2至10.8中提到的所有信息，这些信息是重现清洁度检测和评估结果所必需的。同时，应根据需要添加更多信息。

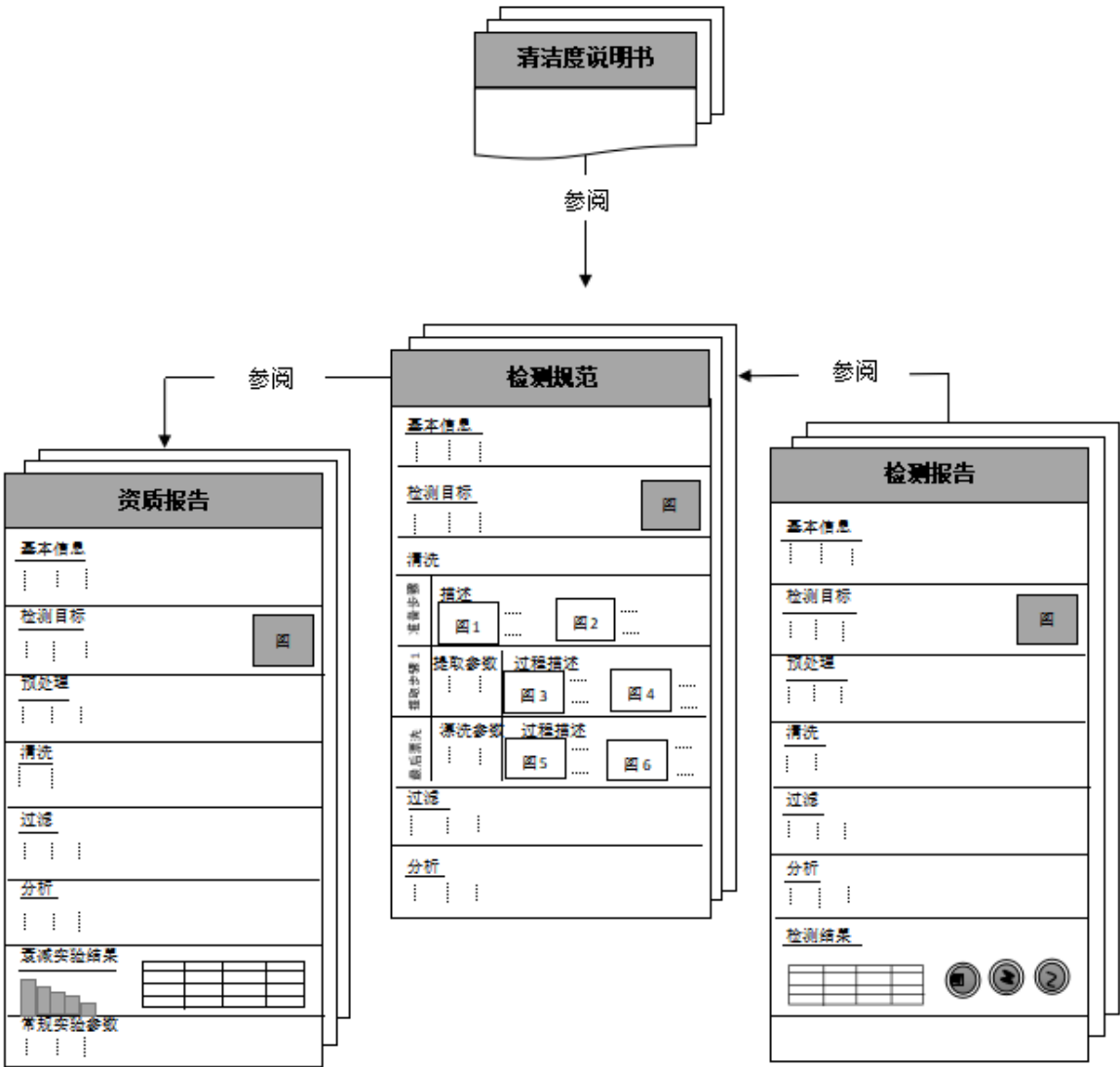


图24 清洁度检测的文档（概述和相互之间联系）

10.2 基本信息

“基本信息”（见图25）包括一些总体信息，这个对于分类和管理现有文档非常有用。

基本信息				
委托号：		报告号：		
委托人：		分析时间：		
		联系人：		
试验委托	☐ 常规检测	☐ 再检测	☐ 资格检测	
检测原因	☐ 第一次采样	☐ 过程检测	☐ 设计改变	☐

图25 基本信息

10.3 关于测试零部件的信息

对测试零部件进行了更详细的描述，并对其进行清晰的标识(见图26)。其他有用的信息可能包括：

- 测试零部件的材料；
- 测试零部件上存在薄膜状残留物。

检测目标			
零件：	供货状态：	检测前 照片	检测后 照片
零件号：	检测批量：		
批次号：	控制区域：		
取样日期：	$A_c = \dots\dots \text{cm}^2$		
取样时间：	$V_c = \dots\dots \text{cm}^3$		
取样地点：	检测说明：		

图26 关于测试零部件的信息

10.4 关于准备步骤的信息

有关准备步骤的信息标明是否需要以及何时需要补充工作步骤（见图27）。如果未提及有关准备步骤的信息，则可能会错误地评估或误解检测结果。

准备步骤	
☐ 无	☐ 隔离检测区域（例如，堵塞、遮盖）
☐ 拆卸	☐ 对不属于检测区域被污染的表面进行清洁
☐ 去磁	☐

图27 关于准备步骤的信息

10.5 提取方法信息

10.5.1 概述

提取方法有很多不确定因素，因为它严重依赖于检测人员个人水平。通过给出提取方法说明，可降低不确定因素，且这种提取方法流程须尽量详细记录下来（见图28）。提取方法要具有重复性且结果能很好对比。建议使用检测栏和方框栏来降低答案的多样性。由于喷射角度或喷射流量在提取步骤中可能会明显波动，因此建议写出其相应说明。

清洗

清洗范围：

☐检测目标不包括包装

☐检测目标包括包装

检测环境：

☐无定义

☐清洁间等级（CDA19.2）

☐无尘间等级（ISO 14644-1）

清洗方法：

☐喷射

☐超声波

☐冲洗

☐晃动

☐吹扫

☐空气贯流

溶剂：

溶剂名称.....

提取时间.....

溶剂温度.....

喷洗

.....

.....

冲洗

.....

.....

吹扫（空气清洗）

.....

.....

超声波

.....

.....

晃动

.....

.....

空气贯流（空气清洗）

.....

.....

受控表面提取 1

提取设备生产厂家：.....

提取设备模式：.....

喷头生产厂家：.....

喷头种类：

☐圆头喷流

☐平行喷流

☐扁头喷流

☐.....

喷头尺寸：.....

提取液：

☐溶液.....

☐中性清洗剂.....

☐其他.....

流量：.....l/mm

清洗液量：.....l

喷洗时间：.....min

角度（检测目标：自由喷射）：...°

距离（检测目标：喷头）.....mm

自由喷流速度：.....mm/s

受控表面提取 2

提取设备生产厂家：.....

提取设备模式：.....

喷头生产厂家：.....

喷头种类：

☐圆头喷流

☐平行喷流

☐扁头喷流

☐.....

喷头尺寸：.....

提取液：

☐溶液.....

☐中性清洗剂.....

☐其他.....

流量：.....l/mm.

清洗液量：.....l

喷洗时间：.....min

角度（检测目标：自由喷射）：...°

距离（检测目标：喷头）.....mm

自由喷流速度：.....mm/s

图28 关于提取的信息

10.5.2 压力冲洗

影响压力冲洗的参数很多，而喷嘴的选择能最直接的影响到提取效果。应根据喷嘴类型的不同，注明以下信息：

- 对于圆形喷嘴（全喷流），喷嘴横截面用单位 mm 表示；
- 喷射角度用°表示，对扁平喷嘴（扇形喷嘴）用等效喷嘴横截面以单位 mm 表示；
- 喷嘴横截面（mm）和平行喷嘴的孔数。

可记录其他信息，如图29所示。

76

压力冲洗

受控表面 1

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

喷头生产厂家:

喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流
☐扇形射流 ☐.....

喷头尺寸:

提取液: ☐溶液

☐中性清洗剂

☐其他.....

流量:l/mm.

清洗液量:l

喷洗时间:min

喷射角度:°

喷射距离mm

射流速度:mm/s

受控表面 2

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

喷头生产厂家:

喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流
☐扇形射流 ☐.....

喷头尺寸:

提取液: ☐溶液

☐中性清洗剂

☐其他.....

流量:l/mm.

清洗液量:l

喷洗时间:min

喷射角度:°

喷射距离mm

射流速度:mm/s

图29 关于压力冲洗的信息

10.5.3 超声波清洗

超声波清洗对结果的影响参数，已知的参数要比文献记载的多。由于不易确定超声波的声压、压力峰值和其它变量，因此仅记录部分提取参数信息（见图30）。仅记录超声波功率是不够的，还取决于超声波装置中液体的填充量。因此，应给出有关功率密度信息。

超声波

受控表面 1

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

提取液: ☐溶液

☐中性清洗剂

☐其他

超声波水槽液体用量:l

烧杯液体用量:l

频率:Hz

功率:W/L

时长:min

受控表面 2

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

提取液: ☐溶液

☐中性清洗剂

☐其他

超声波水槽液体用量:l

烧杯液体用量:l

频率:Hz

功率:W/L

时长:min

图30 关于超声波清洗的信息

10.5.4 内部清洗

内部清洗可采取不同的形式(见图31)。它们的范围从简单的内部清洗(将压力冲洗喷嘴密封在开口处)到复杂的内部清洗系统,在这些系统中,如流动方向、脉冲等参数均可调节。

清洗溶液在相同方向通过控制液体流量的周期性改变称为脉冲,与时间相关的参数称为脉冲频率。

内部清洗	
受控表面 1 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 喷头生产厂家: 喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流 ☐扇形射流 ☐..... 喷头尺寸: 喷嘴接头: 提取液: ☐溶液 ☐中性清洗剂 ☐其他 流量:l/mm. 清洗液量:l 喷洗时间:min 脉冲频率:s⁻¹ 最大流量:l/min 最小流量:l/min 逆流冲洗:	受控表面 2 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 喷头生产厂家: 喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流 ☐扇形射流 ☐..... 喷头尺寸: 喷嘴接头: 提取液: ☐溶液 ☐中性清洗剂 ☐其他 流量:l/mm. 清洗液量:l 喷洗时间:min 脉冲频率:s⁻¹ 最大流量:l/min 最小流量:l/min 逆流冲洗:

图31 关于内部清洗的信息

10.5.5 晃动

晃动方法是一个手动的清洗方式。手臂的晃动的频率和振幅即不可设定也无法测量,因此应该尽可能详细的记录下来(见图32)。

前后左右的运动可作为频率来理解。振幅是测试零部件晃动的距离。晃动使用的测试介质数量即为填充到测试零部件内部液体的总量。

晃动	
受控表面 1 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 提取液: ☐溶液 ☐中性清洗剂 ☐其他 溶液量:l 频率:Hz 振幅:mm 晃动时长:min 晃动次数:	受控表面 2 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 提取液: ☐溶液 ☐中性清洗剂 ☐其他 溶液量:l 频率:Hz 振幅:mm 晃动时长:min 晃动次数:

图32 关于晃动的信息

10.5.6 空气吹扫

空气吹扫与压力冲洗的原理是一样的，以空气作为测试介质（见图33）。

空气吹扫	
受控表面 1 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 喷头生产厂家: 喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流 ☐扇形射流 ☐..... 喷头尺寸: 压力:bar 清洗时间:min 喷射角度:° 喷射距离.....mm 喷射速度:mm/s	受控表面 2 提取设备生产厂家: 提取设备模式: 喷头生产厂家: 喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流 ☐扇形射流 ☐..... 喷头尺寸: 压力:bar 清洗时间:min 喷射角度:° 喷射距离.....mm 喷射速度:mm/s

图33 关于空气吹扫的信息

10.5.7 空气贯流

空气贯流和内部清洗的原理一样，以空气作为清洗介质（见图34）。

空气贯流

受控表面 1

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

喷头生产厂家:

喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流
☐扇形射流 ☐.....

喷头尺寸:

喷头接头:

压力:bar

清洗时间:min

脉冲频率:s⁻¹

最大流量:l/min

最小流量:l/min

逆流冲洗:

受控表面 2

提取设备生产厂家:

提取设备模式:

喷头生产厂家:

喷头种类: ☐圆形射流 ☐矩形射流
☐扇形射流 ☐.....

喷头尺寸:

喷头接头:

压力:bar

清洗时间:min

脉冲频率:s⁻¹

最大流量:l/min

最小流量:l/min

逆流冲洗:

图34 关于空气贯流的信息

10.6 过滤信息

除了关于过滤的信息，还有关于干燥和后处理的信息（见图35）

过滤

滤膜 1

生产厂家:

类型:

材质:

直径:mm

孔径:μm

滤膜 2

生产厂家:

类型:

材质:

直径:mm

孔径:μm

滤膜 3

生产厂家:

类型:

材质:

直径:mm

孔径:μm

干燥

干燥机器: ☐无（环境中）
☐干燥箱
☐干燥器皿

温度:℃

时长:min

预处理

☐有 ☐无

后处理

提取液: ☐溶剂

☐中性清洗剂.....

☐其他.....

液体量:l

图35 关于分析过滤的信息

10.7 分析说明

10.7.1 概述

分析系统的详细信息和环境已记录在案。如果提取步骤和分析是在不同的地方或不同的环境下进行的，则应按照10.5所示的相同方式对测试环境进行记录。

10.7.2 标准分析

10.7.2.1 重量分析

重量分析的称重结果取决于室温，如果在其他地方没有记录，则应在重量分析中记录室温（见图36）。

重量	
生产厂家：	上次校准日期：
型号：	天平精度： ☐ ±0.1 mg ☐ ±0.01 mg ☐ ±0.001 mg

图36 关于重量分析的天平信息

10.7.2.2 光学分析

光学仪器须通过标准颗粒模块进行校准，应规定像素放大倍数[μm/pixe]（见图37），最后一次校正的日期应记录在案。

光学分析	
生产厂家：	标块：
型号：	上次校准日期：
尺寸/像素：	μm/pixel
分析直径：	mm
亮度：	%
临界值下限：	

图37 关于光学分析的信息

10.7.3 深入分析信息

使用不同的分析系统，进行深入分析所得到的结果可能会有所不同。关于带有EDX检测器的扫描电子显微镜的信息示例如图38所示。

扫描电子显微镜/能谱仪（SEM/EDX）	
生产厂家：	标块：
型号：	上次校准日期：
加速能量：	KeV
分析直径：	mm
焦点距离：	mm
工作模式： ☐ 自动 ☐ 手动	

图38 用于深入分析的 SEM/EDX 信息

10.7.4 简化分析信息

简化分析是指自动颗粒计数器（见图39）。

自动颗粒计数器 (OPC)	
生产厂家:	重合极限:
型号:	上次校准日期:
	校准材料:
分析液体:	ml
稀释系数:	
测量间隔:	min ⁻¹
额定溶剂流量:	ml/min
检测容积:	ml

图39 用于简化分析的自动颗粒计数器的信息

10.8 检查结果的报告

10.8.1 概述

- 有关清洁度值的信息与下列内容之一相关：
- 被检测零部件的个数 $n = [1]$ ；
 - 测试零部件浸湿表面积 $A_c = [\text{cm}^2]$ ；
 - 测试零部件浸湿体积 $V_c = [\text{cm}^3]$ 。

10.8.2 重量分析

重量分析的结果是残余物的重量 $m = m_2 - m_1$ ，得出的最后一位数字要四舍五入。 m_2 和 m_1 重量读数是
根据天平分辨能力计算得出。残留物重量除以参考单位之间得到颗粒重量，颗粒重量用符号 m 表示。

重量与测试零部件的数量有关

$$m_c = \frac{m}{n} = \left[\frac{mg}{1} \right] \dots\dots\dots (3)$$

式中：单位用mg每..... (n)件来表示。

重量与受控表面积相关

$$m_A = \frac{m \times 1000}{A_c} = \left[\frac{mg}{1000\text{cm}^2} \right] \dots\dots\dots (4)$$

重量与受控体积相关

$$m_v = \frac{m \times 1000}{V_C} \left[\frac{mg}{1000\text{cm}^3} \right] \dots\dots\dots (5)$$

10.8.3 光学分析

通过光学系统可得出颗粒长宽以及长宽之比或尺寸等级。

只有在必要时才对表8中列出的尺寸等级以外的其它长、宽区间进行记录，如 $100 \leq x < 200 \mu\text{m}$
 $200 \leq x < 300 \mu\text{m}$ 等，否则会增加工作量。

尺寸等级包括字母B至N（见表8）

表8 颗粒大小等级

颗粒大小等级	尺寸 x [μm]
B	$5 \leq x < 15$
C	$15 \leq x < 25$
D	$25 \leq x < 50$
E	$50 \leq x < 100$
F	$100 \leq x < 150$
G	$150 \leq x < 200$
H	$200 \leq x < 400$
I	$400 \leq x < 600$
J	$600 \leq x < 1000$
K	$1000 \leq x < 1500$
L	$1500 \leq x < 2000$
M	$2000 \leq x < 3000$
N	$3000 \leq x$

颗粒尺寸分布与不同的参考单位信息有关。颗粒的平均数 H 是由颗粒的绝对数 h 与参考单位之间的比率获得。

颗粒计数与测试的零部件数量相关

$$H_C = \frac{h}{n} = [1] \dots\dots\dots (6)$$

式中：所使用的单位是 n 个测试零部件中的颗粒。

示例：一批测试零部件有 4 个测试零部件（ $n=4$ ），检测到 13 个 G 级颗粒（ $150 \leq x < 200 \mu\text{m}$ ）（ $h=13$ ），得到颗粒平均数为 $H_C=13/4=3.25$ 。数值要最少精确到小数点后一位，最终得出 $H_C=3.3$ 。

与受控表面相关的颗粒数

$$H_A = \frac{h \times 1000}{A_C} \left[\frac{1}{1000 \text{cm}^2} \right] \dots\dots\dots (7)$$

式中：使用的单位是每 1 000 cm^2 的颗粒

示例：如果零部件对于具有受控表面 $A_C = 263 \text{cm}^2$ ，检测到 89 个 H 级颗粒（ $200 \leq x < 400 \mu\text{m}$ ），得到颗粒平均数为 $H_A=338.4$ ，数值要最少精确到小数点后一位。

与被润湿体积相关颗粒数

$$H_V = \frac{h \times 100}{V_C} = \left[\frac{1}{100 \text{cm}^3} \right] \dots\dots\dots (8)$$

示例：一个被润湿零部件体积为 $V_C=320 \text{cm}^3$ ，检测到 2 个 K 级颗粒（ $1000 \leq x < 1500 \mu\text{m}$ ），得到颗粒平均数为 $H_V=0.6$ ，数值要最少精确到小数点后一位。

对于每个参考单元，颗粒计数要直接填写到报告中相应的表格栏（见图40）。颗粒平均数常常会出现小数点，数值要精确到小数点后一位。小数点后保留一位，是因为考虑了异常值的出现。在对更高颗粒尺寸等级和更小颗粒绝对数进行限制时要考虑出现异常值。

如果没有指定参考单位，则空白水平计算始终参考测试批次。

有关颗粒类别，即纤维、金属等的信息也要引起重视，通过使用包含光反射的物理效应定义颗粒，区分并记录金属颗粒和非金属颗粒。使用光学系统是无法对颗粒的硬或软、导电或不导电以及导磁或不导磁进行区分。

注：金属颗粒只能通过应用深入分析方法确定。

检测结果

颗粒尺寸等级分类

长度 Feretmax [μ m]		每 1000cm ² 颗粒数												
		B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
		5 ≤x< 15	15 ≤x< 25	25 ≤x< 50	50 ≤x< 100	100 ≤x< 150	150 ≤x< 200	200 ≤x< 400	400 ≤x< 600	600 ≤x< 1000	1000 ≤x< 1500	1500 ≤x< 2000	2000 ≤x< 3000	3000 ≤x
类别	不包括纤维的所有颗粒													
	金属颗粒													
	纤维													

宽度 Feretmin [μ m]		每 1000cm ² 颗粒数												
		B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
		5 ≤x< 15	15 ≤x< 25	25 ≤x< 50	50 ≤x< 100	100 ≤x< 150	150 ≤x< 200	200 ≤x< 400	400 ≤x< 600	600 ≤x< 1000	1000 ≤x< 1500	1500 ≤x< 2000	2000 ≤x< 3000	3000 ≤x
类别	不包括纤维的所有颗粒													
	金属颗粒													
	纤维													

图片

最大颗粒

第二大颗粒

最大金属颗粒

第二大金属颗粒

最大纤维

第二大纤维

过滤膜占用率%

图40 有关粒度分布检测结果的记录

粒度分布检测结果文件应包括最大颗粒和颗粒图像，还应包括整个分析过滤膜的概览图，并应包括过滤膜的占用率。

应使用光学系统的图像处理软件记录所有指定类别中最长或最宽颗粒的图像，以便对潜在伤害进行分析。每个类别中无需最小颗粒图像。

利用自动颗粒计数器简化分析方法得到的粒径分布如图42所示。

10.8.4 深入分析

检测结果与选择的检测方法有关。比如SEM/EDS分析可额外对材料进行分类（见图41）。

检测结果

根据材料分类的大小等级

长度 Feretmax [μ m]		每 1000cm ² 颗粒数												
		B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
		5	15	25	50	100	150	200	400	600	1000	1500	2000	3000
		≤x< 15	≤x< 25	≤x< 50	≤x< 100	≤x< 150	≤x< 200	≤x< 400	≤x< 600	≤x< 1000	≤x< 1500	≤x< 2000	≤x< 3000	≤x
分 类	钢、 高合金													
	钢、 非合金													
	黄铜													
	铜													
	铝													
	铅													
	矿物													
	纤维													
														

图片

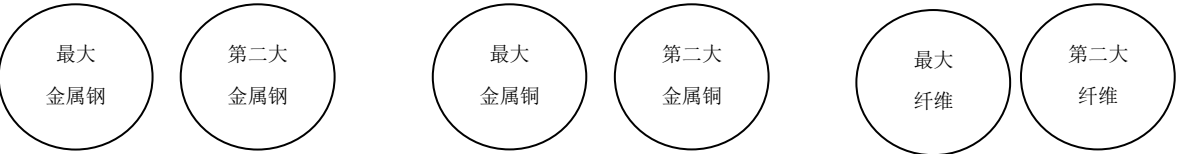


图41 关于材料类别的检测结果的记录

10.8.5 简化分析

检测结果

颗粒尺寸等级分类

等效 长度 [μ m]	每 1000cm ² 颗粒数												
	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
	5	15	25	50	100	150	200	400	600	1000	1500	2000	3000
	≤x< 15	≤x< 25	≤x< 50	≤x< 100	≤x< 150	≤x< 200	≤x< 400	≤x< 600	≤x< 1000	≤x< 1500	≤x< 2000	≤x< 3000	≤x

图42 简化分析时粒度分布的记录

10.8.6 可选代码信息

本条款涉及颗粒尺寸分布的可选代码，目的是简化汽车零部件的清洁度值。代码只能用于粒度分布。除非另有说明，代码指的是颗粒长度feret_{max}和除纤维外的所有颗粒的类别

注：不同的代码系统用于不同标准的清洁度测量(如液压行业)。

零部件清洁度代码（CCC）

浓度等级、颗粒总数将根据代码来分类，见表9。

书写方式见下列清洁度代码

CCC= A (B 20 / C16/D18/.....)
 相关参数 颗粒等级 数量等级 分隔号

相关参数说明了颗粒总数是否与以下内容有关：

- 与 1 000cm² 润湿的检测零部件表面有关（表示符号：A）；
- 与 100cm³ 润湿的检测零部件体积有关（表示符号：V）；
- 与单个零部件有关（表示符号：N）。

颗粒尺寸等级和数量等级可分别从表8和表9得出。

表9 颗粒数量等级

数量等级	颗粒数（每 1000cm ² 或 100cm ³ ）
00	0
0	1
1	2
2	4
3	8
4	16
5	32
6	64
7	130
8	250
9	500
10	1×10 ³
11	2×10 ³
12	4×10 ³
13	8×10 ³
14	16×10 ³
15	32×10 ³
16	64×10 ³
17	130×10 ³
18	250×10 ³
19	500×10 ³
20	1×10 ⁶
21	2×10 ⁶
22	4×10 ⁶
23	8×10 ⁶
24	16×10 ⁶

编写零部件清洁度的简化方法

表10记录了颗粒尺寸等级和颗粒数量等级的分布（见表10）。

表10 颗粒尺寸、数量等级分布记录示例

颗粒尺寸等级												
B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
每 1000cm ² 的颗粒数 (x=颗粒尺寸, 以 μm 计)												
5 ≤x< 15	15 ≤x<25	25 ≤x<50	50 ≤x<100	100 ≤x<150	150 ≤x<200	200 ≤x<400	400 ≤x<600	600 ≤x< 1000	1000 ≤x< 1500	1500 ≤x< 2000	2000 ≤x< 3000	3000≤ x
634 981	49 735	3 679	938	502	394	48	7	5	2	1	1	0
颗粒数量等级												
20	16	12	10	10	9	6	3	3	1	0	0	00

对归一化后的颗粒数表示，颗粒数量分级可从表9中直接获取，则零部件清洁度代码为：

$$CCC=A(B20/C16/D12/E10/F10/G9/H6/I3/J2/K1/L0/M0/N00)$$

若个别尺寸等级无需说明，例如，如果这些尺寸等级不存在任何规格或分析结果，则这一等级在CCC中省略：

$$CCC=A(D12/E10/F10/G9/H6/I3/J2/K1/L0/M0)$$

若相邻两个颗粒大小等级相同，可简写：

$$CCC=A(B20/C16/D12/EF10/G9/H6/I3/J2/K1/LM0/N00)$$

在此种情况下，尺寸等级E的最大计数是 1×10^3 。尺寸等级F的最大计数也限制为 1×10^3 ，尺寸等级L的最大计数是1，尺寸等级M的最大计数也限制为1。

如果将几个不同的大小等级合并以形成更大的大小间隔，则情况会发生变化（例如，见表11）。

表11 粒径分布的记录示例

颗粒尺寸等级							
B-D	E	F	G	H	I	J	K-N
每 1000cm ² 的颗粒数 (x =颗粒尺寸, 以 μm 计)							
5 ≤x< 50	50 ≤x< 100	100 ≤x< 150	150 ≤x< 200	200 ≤x< 400	400 ≤x< 600	600 ≤x< 1000	1000 ≤x
721 507	14 688	873	361	56	12	4	1
颗粒数量等级							
20	14	10	9	6	4	2	0

相应的简化代码表示如下：

$$CCC=A(B-D20/E14/F10/G9/H6/I4/J2/K-N0)$$

以单个零件上规定清洁度颗粒数量的特殊例子，参考单位为N：

需要说明的是，当清洁度代码 CCC 仅规定单个零件上颗粒数量时，不得使用颗粒数量等级，颗粒数量是在颗粒尺寸等级中以非代码形式，而是以实际数量表示的，小数点后一个位置的颗粒计数应四舍五入。

$$CCC=N(B755840/C43720/D36791/E938/F502/G394/H48/I7/J5/K2/L1/M1/N0)$$

10.9 各种文件内容说明

10.9.1 检测规范

检测规范是清洁度分析的重要文件，在资质报告之后产生，相应检测参数由常规检测得出。检测规范包括：

- a) 基本信息；
- b) 关于测试零部件的信息；
- c) 关于准备步骤的信息（详细）；
- d) 关于提取的信息（详细）；
- e) 关于过滤的信息；
- f) 关于分析的信息。

检测规范可归属于资质报告或是单独文件(可参见资质报告)。

检测规范包含对测试程序可理解的清晰描述，插图或照片是对说明的有益补充。通常情况下，随着测试过程变得越来越复杂，描述应该越详细。对于简单的测试程序，只需进行逐点描述。

检测规范应该在清洁度检测文件中明确检测的时间、地点和检测人员。附件G中显示了检测规范的一个示例（见图G. 1、图G. 2和图G. 3）。

检测结果在检测规范中不予以记录。在没有检测报告的情况下，资质检测结果要在检测规范中记录，在没有单独的清洁度规范和无相应的图纸说明时，应在检测规范中给出清洁度要求和临界值。

10.9.2 资质报告

资质报告是编制清洁度说明书的第一个文件，它对试验条件和检测参数做出了限定，因此可以形成检测规范。

资质报告包括：

- a) 基本信息；
- b) 关于测试零部件的信息；
- c) 关于准备步骤的信息；
- d) 关于提取的信息；
- e) 关于过滤的信息；
- f) 关于分析的信息；
- g) 衰减试验结果；
- h) 空白水平检测；
- i) 常规检测条件和参数信息。

资质报告包含衰减试验描述、常规检测条件、参数的信息。尽可能测量两次获得结果。

由衰减试验得出的常规检测条件和参数包含在资质报告中，未包括在检测规范和检测报告中。由于检测规范必须参考资质报告，常规检测条件和参数的来源需保持透明。如果检测规范中包含了有关资质报告的所有必要信息，则无需参考资质报告。

10.9.3 检测报告

检测报告是最后生成的文件，只有在被认证的检测条件和参数完成后，才可进行常规检测。所有的设置和结果都在检测报告中简单明了地记录下来，这个检测报告包括：

- a) 基本信息；
- b) 关于测试零部件的信息；
- c) 关于准备步骤的信息；

- d) 关于提取的信息;
- e) 关于过滤的信息;
- f) 关于分析的信息;
- g) 例行检测结果。

结果是检测报告内容中最重要的部分, 结果在重复常规检测中可变, 而其他的部分不可变。

在检测报告中必须包含检测规范的参考依据, 用以更好理解使用的检测条件和参数。例如在一个特殊条件下, 衰减试验没有成功以及检测参数无效, 参考依据将变得非常重要。

若检测报告已存档或保存, 那么在传送检测报告时可不给出检测详细说明和资质报告。

11 测试零部件的必要条件

11.1 原则

技术清洁度并非零部件的恒定特性, 它受多种外部因素的影响。因此, 通过客户与供应商之间的协议, 明确各加工工序执行的清洁度规范。例如, 清洗后零部件转送到装配线时或转送到其它加工工序。因此, 从指定的生产工序转移到清洁度检测实验室过程中, 防止因丢失颗粒而改变清洁状态。

为了使测试零部件具有代表性, 测试零部件从包装拆卸点到收集设备处, 应严格遵守转运程序。同样, 将测试零部件从生产线转移到检测实验室时, 应使用不同的包装或通过不同的路径达到满足转运程序的要求。由于处理和检测测试零部件有严格的作业程序, 应当对清洁检测人员及相关人员进行适当培训。

下列因素也可改变生产过程中选取的测试零部件的清洁度状态:

- 处理过程;
- 包装;
- 运输;
- 环境条件;
- 仓储;
- 检测前的预处理 (例如塞住某些部分, 拆解或安装支架)。

如果将经过检测的零部件返回到生产线或重复使用, 则需要制定相关规定保证其清洁度状态。例如, 涂防锈剂做防锈处理或使用全新的塑料袋包装。

11.2 制定措施

11.2.1 人员

从采样到测试零部件归还, 整个检测过程都要明确相关岗位的责任。

应指导参与检测的工作人员如何检测测试零部件清洁度。

11.2.2 包装

包装必须满足相关的清洁度要求并能保护测试零部件, 涉及如下内容:

- 包装物需有耐磨性防止与测试零部件接触时释放颗粒, 并且需能密封测试零部件, 同时还不应存在静电;
- 运输、处理和存储的类型和持续时间;
- 生产和清洁检测之间的环境条件 (例如气候条件波动)。

直接与测试零部件接触的薄膜和袋子必须是洁净和全新的 (一次性包装)。因为纸箱本身会脱落非常多的颗粒, 所以不适合用于直接包装检测对象。

可重复使用的包装，如果测试零部件是直接放入其中的，使用前应清洗。

采用密闭的包装方法包装测试零部件，不会导致测试零部件的机械损伤，但不允许使用切割的方法打开包装。

如果几个测试零部件一起松散的放入包装内，则存在运输过程中相互摩擦或碰撞（材料磨损），并导致颗粒分离，应避免这种情况。

11.2.3 储存和运输

通用要求：

- 路程尽可能短；
- 时间跨度尽可能小；
- 减少震动；
- 包装内采取保护措施防止损坏零件；
- 防止包装破损；
- 在适当的情况下，提供额外的保护，如防雨、防潮和防止温度波动。

建议在测试零部件外包装和存储区域进行特殊标记。

11.2.4 清洁度检测的空间

测试环境应与产生污染的区域完全隔离，如切割和焊接过程。检测区域内不得使用压缩空气清洁或吹干物体，因为污染可能会借此扩散。

测试零部件的处理以及可能的拆解必须在符合清洁要求的环境条件下进行。

用于清洁地板、设备和工作场所的方法以及清洁过程的频率取决于所涉及的污染程度和各个零部件的清洁度要求。高度敏感的清洁度检查需要单独的清洁区域（例如清洁工作台）。

清洁度检测的地点并不一定依赖具体的洁净室等级来实现，并非强制性的要求安装空气净化设备以达到ISO 14644-1定义的特定空气清洁度等级。重要的是可靠地获得空白水平，因为空白水平也反映了环境的实际影响。

11.3 排除检测-无效检测

11.3.1 测试零部件交付时与要求状态的偏差

如果检测零部件或其包装上出现异常，而这种异常情形可影响清洁度状态的话，则不能对该零部件进行检测。建议采取以下进一步措施：

- 记录测试零部件异常状态或包装偏离既定条件要求的情形；
- 联系通知前后流程的相关负责人员；
- 对测试零部件进行标记并遵循隔离处理规定进行处置，例如退回或报废。

典型的失效检测要素有：无内包装或内包装损坏、包装材料不适合、受潮、腐蚀、测试零部件损坏，存在明显外部污染物，例如木屑等。

如果在测试零部件具有上述异常的情形下仍然对其进行检测，则应该在检测报告中说明这种情况。

11.3.2 检测实施过程中的偏差和错误

实际清洁度检测过程中出现的任何偏差或异常都应记录在检测报告中。

如果不能排除检测结果混入了外部污染，那么检测结果的技术测量就是没有意义的，也不应当记录到文档中。

有关测试零部件被拒绝，不适合重新检测。在相应的报告中替代清洁度测量值的内容备注“检测错误”，也可给出错误的解释或理由。

12 指定

如果根据本标准进行了技术清洁度检查，则在产品图纸、目录、规范和报告等文件中应参考以下内容：

在使用标准分析方法和参数且在客户与供应商关系范围内未就方法和参数达成任何其他协议的情况下，根据本标准清洁度检查。

如果客户与供应商之间对检测方法、参数等定义了更详细的分析方法，并对实施经修改或扩展的标准分析方法达成一致，则应按照本标准进行深入分析并记录在案。

如采用简化的分析方法，并且其检测方法、参数和文档满足客户与供应商协议，则按照本标准进行简化分析。

附 录 A
(资料性附录)
污染物提取和分析程序的选择

A.1 测试介质

A.1.1 液体清洗提取颗粒

汽车工业中大多数与功能相关的零部件都会在制造过程中或日常使用中与液体接触,这些液体会吸附或分离颗粒,例如:

- 冷却液;
- 防腐剂;
- 清洗媒介;
- 助剂;
- 运行介质。

对于这些零部件建议颗粒提取过程采用测试介质,测试介质的主要作用是克服颗粒和零部件之间的吸附力。为此需要检测哪种液体最适合用来清除颗粒且不会对零部件表面造成腐蚀。表D.1给出了一个粗略的概括,这里可看出,生产过程中出现的助剂大部分可用两种测试介质来清理:用含水的表面活性剂的中性清洗剂和极性溶剂。采用后者时要格外注意工业安全和环境保护(不含芳香烃的异构烷烃在常温下不易燃,是优选方案)。有关更多信息,见附录K。

提取液选择的建议:

- a) 检测含水性表面活性剂的中性测试介质是否合适:这些通常用于水基冷却润滑剂乳剂、动物和植物脂肪和油以及胺基抗腐蚀剂(注意是没有泡沫的);
- b) 如果无法使用a)中的中性测试介质,检测是否可采用极性溶剂:特别是对矿物油基润滑剂和腐蚀抑制剂的清洁;
- c) 如果前述两组测试介质都不适用,则需要选择特殊的测试介质。例如,乙醇(极性溶剂)用于制动零部件的检测;

选取测试介质时应当特别考虑测试介质和零部件材料的相容性(见表D.2)。

如果钢件在清洁度检测后需要返回到生产流程中,则通常须设有防锈措施(通过测试介质添加或在清洗过程后单独采取防锈措施)。

A.1.2 用空气作为介质分离颗粒

需要做清洁度检测的某些零部件在制造期间或后续使用过程中不与液体接触(例如发动机的进气系统)。此外,也有与液体接触后会损坏的材料,如空气过滤器或用作包装材料的纸和纸板,其也与清洁度密切相关。如果这样的零部件因化学溶解的作用而不能采用液体进行清洗的话,就可采用空气进行颗粒提取。

A.2 温度

测试介质应在室温下使用以控制检测的成本(安全性、舒适性、预热时间、能耗等)。特殊情况下,可能需要不同的温度。

A.3 机械原理

A.3.1 通用

机械力在颗粒的清洗中起着重要作用。清洗机构通常承担两个任务：

- 受到强吸附的颗粒通过较强的机械力来分离及清洗；
- 用相对较弱的机械力冲洗分离的并有可能重新沉降到零部件上或在提取设备中的弱吸附颗粒。

在选择提取方法时还要考虑的第三种因素，包括下列两项内容，提取技术的选择即提取方法和提取设备参数即设置的提取参数，如流速、超声功率等。

清洗技术的选择主要是由零件大小、几何形状和控制表面（零件内部或外部）的位置确定，对于具有多个功能区的零部件，也可能分区域适用不同的清洁度要求，相应的检测也可能会适用多种不同的提取方法（见图A.1和表A.1）。

A.3.2 液体提取颗粒

液体提取颗粒可采用四种不同的提取方法，喷洗、超声波、冲洗和晃动（见图A.1和表A.1）。

喷洗：采用喷嘴喷洗的方法，适用于零部件外部可直接接触的，适用于平行射流或扁平喷嘴清洁的大面积区域。零部件内部或不宜触及的零部件外部区域只能有条件地采用喷嘴进行清洁。对于此类喷射液体不直接接触的几何体可使用喷枪，其具有较小直径可伸到盲孔中。

优点：普遍适用，适应许多提取任务。

缺点：已分离的颗粒分布在大面积上，需要费力冲洗，因为提取设备的较大表面积更难以实现较低的空白水平。由于大部分清洗程序是人工完成的，操作者的影响因素很大。

注1：喷嘴可通过直接放置在直径较小的管线或孔和管开孔处用于零部件内部的颗粒清洗提取，这里喷嘴被用于提取过程“冲洗”上，喷嘴仅被用来作为零部件上的冲洗导管的适用装置。

超声波振动：用于清洗外部几何形状简单的零部件，零部件需要完全被浸没在测试介质中。当测试零部件外形尺寸特别小的时候，可将测试零部件放在超声波可穿透的篮筐中，再放入超声波清洗容器中，超声波清洗设备应带有液体出口便于过滤分析。为了补偿超声波能量的不均匀性，应该慢慢地移动超声波中的测试零部件，移动的幅度应该至少是所使用的超声波波长的一半。

如果采用超声波清洗零部件内部的话，需要检测清洗效果是否足够好。通常测试零部件上孔径越小但深度越深，以及表面孔径小但内部空腔大，此种零部件难以清洗。

优点：易于操作、重复性好、受检测人员的影响小。对于小零部件而言是低成本检测设备，超声波设备表面积较小，所以可达到较低的空白水平。

缺点：在提取设备参数设定不当时，超声波通过空化作用可能会导致测试零部件上的材料脱落并错误地将脱落物质检测为污染物颗粒，超声波清洗相关的参数（声场分布、气穴空化影响）其影响难以确定。

内部清洗：冲洗方法适用于很多零部件内部区域的颗粒提取，例如用于：

- 已经安装好的主动零部件，如泵、喷油器等，可在试验台上加载零部件检测。
- 管状封闭零部件，其长度比入口或出口开口大很多的且内横截面接近入口和出口的直径的。

在冲洗过程中零部件内部需要清洁的整个内表面始终要保持贯通，测试介质要通过适配装置流到测试零部件内。零部件内部区域冲洗后的测试介质也同样通过适配装置和软管及管线流到过滤装置上或直接从试件上流到一个清洗容器内（应当避免从零部件的外表面溢出）。为了达到冲洗过程中的良好的清洁效果，内部的流体应该是湍流。

优点：通过适配装置和冲洗软管可很好的隔离不相关区域，由于测试介质流经的表面较小可达到较低的空白水平，受检测人员的影响较小。对于许多导流零部件，这是模拟车辆真实状况的最佳提取方法。

缺点：在流量较大时（零部件具有大的内部横截面）或清洗驱动零部件时（例如驱动零部件已连接，通电或运转）所需的检测装置或检测台可能是造价昂贵的。冲洗管道同检测样件经由适配装置相连的过程中可能会出现磨损（拧紧螺纹、推挤、挤压等），该磨损可能会被错误地被检测为颗粒污染的一部分。

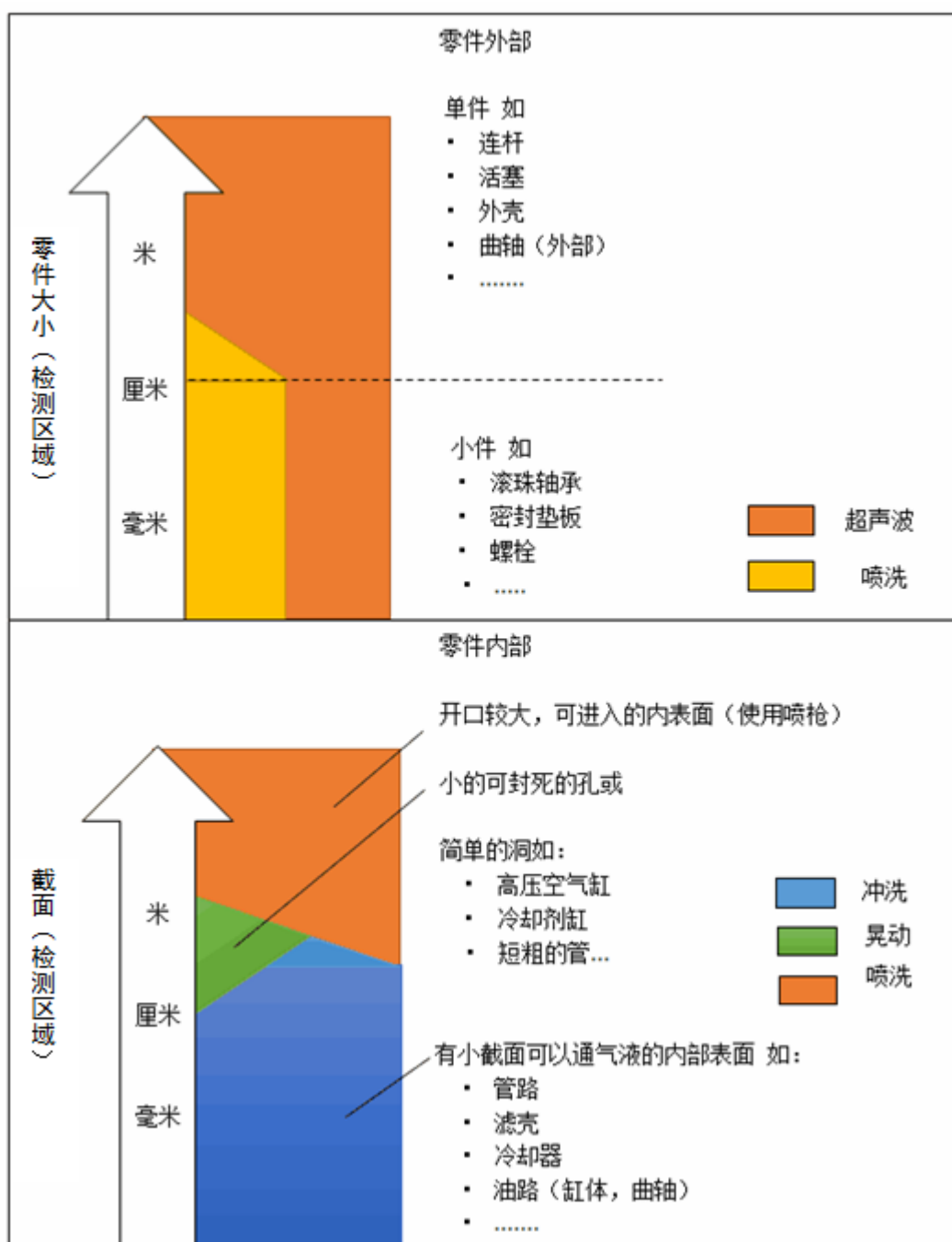
注2：术语“内部清洗”总是指内表面的清洗。因此，零部件外表面没有清洗提取程序。术语“最终清洗”是指压力冲洗步骤，该步骤去除分离后重新沉淀的颗粒（在试验零部件或萃取装置中），并被输送到过滤装置。

晃动：摇晃适合用在几何形状简单，内部空间宽敞、无狭窄截面或难以密封的零部件颗粒的提取。不适合用在狭窄的管道或毛细管上，因为通过摇动测试介质不能充分运动，因此达不到有效的颗粒清洗效果。

优点：操作简单，成本非常低，因表面积小而空白水平低。

缺点：可用范围非常小。对于较大的测试零部件手动不可行（零部件重量+测试介质）。

注3：术语晃动仅指零部件内部颗粒的清洗提取，本标准不包括通过将零部件（一个或多个）的外表面浸入充满液体的容器中，然后进行搅拌或冲洗步骤来从零部件（一个或多个）的外表面提取颗粒的程序（零件磨损导致污染的风险）。



图A.1 提取方法的适宜性取决于测试零部件的特性

表A.1 关于零件特征的提取方法适用性示例

清洗方法	零件特征	举例
喷洗或 超声波清洗	小零件，尺寸从几毫米至几厘米，单件很难单独处理，作为散装件检测（整个零件表面）	球轴承、垫片、螺栓、弹簧、O型圈等
喷洗	小至大的零件，几个厘米到一米长（整个零件表面）	连杆、活塞、齿轮、壳体部分、凸轮轴等
内部清洗	具有良好通流特性的组件区域，连接器的横截面和内部横截面的大小在几毫米到几厘米之间（内部区域）	管线、管道、过滤器壳体、热交换器等
喷洗或 内部清洗	连接器的横截面和内部横截面在几厘米范围内的零件的内部区域，这些区域既可用冲洗又可用喷洗方法进行检测	液压阀组、管道或胶管接头、涡轮增压器壳体、油轨等
喷洗和 内部清洗	功能区有分区的零件，其中外部区域采用喷洗，内部区域采用冲洗方法检测，二个区域分别过滤到不同的分析滤膜上	发动机缸体、曲轴等
晃动	零部件的几何内表面简单，没有狭窄的横截面并且几乎没有封闭的开口（手动执行操作限制：零部件加测试液）	压缩空气罐、冷却剂储存器等
晃动或 内部清洗	零部件的内表面，具有良好的通流性能，且几乎没有易于封闭的开口（孔的横截面和几个厘米的内部横截面，）	管道、简单的热交换器（具有不太窄的横截面）等
晃动或 喷洗	几何形状简单的部件内表面，没有狭窄的横截面，很少有易于封闭的开口和大横截面的孔	油箱、短管和粗管等

A.3.3 空气提取颗粒

空气提取颗粒可用两种方式进行，如对应液体喷洗过程的吹扫或让气体贯流通过测试零部件，类似测试介质冲洗过程（见图A.2）。

空气吹扫：采用该提取方法时，用洁净无油的压缩空气把测试零部件上的颗粒吹掉。该方法适合零部件表面或零部件内部压缩空气可触及的部分，可用于电子元件，不能被清洁介质贯通的发动机吸气系统零部件，以及物流包装如塑料箱、小负荷支架或纸箱等。

优点：采用液体介质提取的封闭式提取设备可简单且便宜的改造用于空气吹扫颗粒提取设备。空气吹扫是一种简单的检测工艺，也可用于与液体接触会被损坏的零部件。

缺点：吹出的颗粒分布在大面积上需要较高的检测后颗粒冲洗成本（用液体）。由于提取设备的内表面积较大很难达到较低的空白水平，由于清洗过程基本是手动完成的，因而操作人员的影响较大。

空气贯流：采用这种空气提取颗粒的方法，通常使用一个专门的检测台，用空气贯通流经零部件的方式提取颗粒。这种方法适用于检测空气传导零部件的内部清洁度，例如发动机的进气口，检测时大量的空气会通过直径几厘米的横截面。

优点：通过管道系统上的适配装置，能很好地把监测区域同不相关区域隔离开，受检测人员的影响小。对于进气系统的零部件，这是模拟车辆真实状况的最佳提取方法，遇到不能用液体清洗的空气过滤器也可用这种方法进行检测，检测后测试零部件上不会残留测试介质。

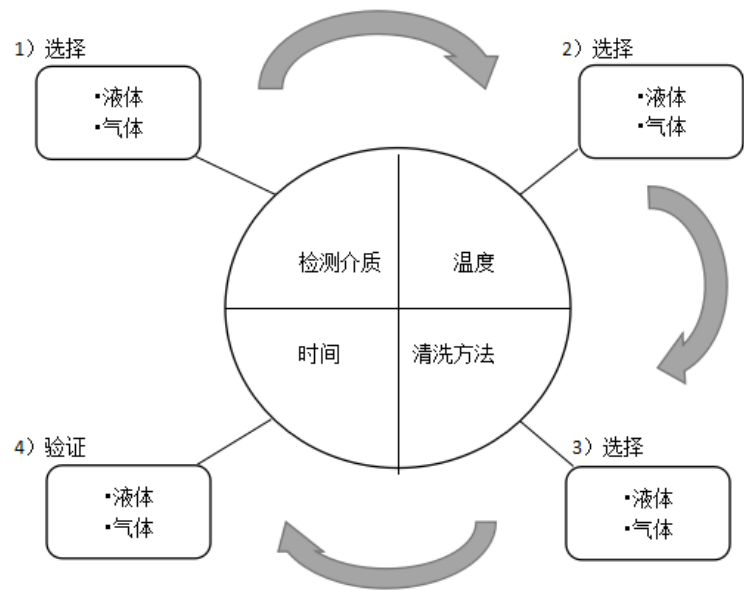
缺点：复杂的提取设置，需要特定的零部件适配器，由于需要为空气准备初级分析过滤器，因此，执行过程耗时，然后需要手动将其重新准备为液体的二次分析滤膜。

表A.2 零部件以及适用的提取方法案例

清洗方法	零部件特征	举例
空气吹扫	零部件外部区域或高压空气可接触的内部区域，该区域在生产和使用中不与液体接触或与液体接触时会导致损坏。	电子线路板、进气系统内的无法贯流通过的零部件，包装材料（KLT、塑料箱、纸板箱）等
空气贯流	可贯通吹气的零部件内部区域，该区域在生产和使用中不与液体接触或与液体接触时会导致损坏	软管、壳体、过滤器、歧管、波纹管中的进气等

A.4 清洗时间

颗粒提取时间是对应每个零部件特别优化的，而不同于通常的清洗过程参数是基于零部件的几何形状特征和污染的类别来确定的，清洗时间的确定是通过在更短的作用时间和每次提取的颗粒质量递减的条件下重复进行清洁度检测分析得到的，即称为衰减检测（见第6条），即使测试介质的体积用于验证目的情况下，合格的实际参数也是提取方法作用于受控表面的时间长度。



图A.2 选择清洗方法的程序

A.5 过滤方法

由于分析和测量滤膜上颗粒的光学分析方法应用日益广泛，仔细选择和执行过滤程序对于后续分析步骤的质量至关重要。根据与测试介质的兼容性和保留颗粒的能力选择分析滤膜。为了确保分析滤膜能保留所需的颗粒，清洁度规范中规定的颗粒大小至关重要。

注：如果需深入的分析，也可能需要检测滤膜是否和该分析方法兼容（例如当采用强辐射分析方法）。

A.6 分析方法

A. 6.1 概述

分析方法是根据各自测试零部件的清洁度规范中所述的颗粒特征选择的，也取决于分析的目的（见表A.3和表A.4）。

标准分析：标准分析方法是用来检测客户与供应商协议所确定的清洁度限值。标准分析框架不仅规定了分析方法和需要分析的颗粒特性，还规定了分析过程的参数及每个颗粒特性的定义。如果客户和供应商之间没有特别就清洁度规范达成一致则适用标准分析规定。

深入分析：深入分析提供颗粒的种类和可能的来源。它被用于：

- 过程优化；
- 研究原因（关键颗粒来源）；
- 对颗粒超过限值所采取的措施；
- 如果清洁度规范中的要求超出了标准分析所涵盖的特征。

深入分析的采用可能造成实施上的耗费和成本的提高。

简化分析：因为可快速获得结果因而能够采用较高的样本量，简化分析方法非常适合用于过程监测。

注：如果定期执行标准或深入分析方法，则它们也可用于监控过程。

A. 6.2 标准分析

标准分析用于用户和供应商协议确定的清洁度限值的检测。标准分析包含下列两个分析过程：

重量分析：

用来获得从测试零部件上提取和沉积在分析滤膜上的所有颗粒的总质量。

光学分析：

在标准光学分析的框架内，可使用显微镜或扫描仪来确定颗粒大小分布以及对颗粒进行下列特征的测量或类型确定。

颗粒尺寸 $> 50 \mu\text{m}$ ：

- 长度；
- 宽度。

将颗粒分类为：

- 纤维；
- 金属光泽（可选）。

光学分析过程的使用要求具备受过培训的操作者，操作者不仅需要能够掌握系统的使用，还必须有能力进行测量结果的后续控制和颗粒分类。

为了提高使不同类型的分析系统以及不同操作者处理的相同系统的结果的可比性，必须执行和遵守规定的设备、参数、程序和特征要求。如果清洁度分析偏离了这些规定条件，则该分析不能视为标准分析，并且必须就客户和供应商之间的观点达成一致并记录，这一点很重要。

A. 6.3 深入分析

当需要下列颗粒的附加信息时，应当进行深入分析：

- $< 50 \mu\text{m}$ 颗粒的准确尺寸测量；
- 除长和宽以外的其他颗粒几何特征，例如三维尺寸；
- 材料标识或由此得出的特性，如颗粒的硬度。

各种分析的目的、所采用的的方法、实施的程序以及分析结果的处理和解释都应按客户和供应商协议进行安排和记录。

A. 6.4 简化分析

那些需要颗粒提取步骤，但实际分析过程省略了过滤分析步骤的分析技术属于“简化分析”。简化分析可很快的得到分析结果，这意味着采用简化分析可在单位时间内检测更多的零部件。这里列出的两个简化分析过程的结果不能完全对应那些步骤分析生成的结果。因此简化分析不能用于清洁度最大限的检测，除非客户和供应商之间协议明确同意采用简化分析方法检测。

表A. 3和A. 4列出了A. 6中描述的分析方法及其应用领域。

表A. 3 分析方法和可能的应用

分析方法			分析目的		
			检测 清洁规范	为过程优化查 找原因	过程 监控
标准分析	重量分析		++	--	+
	2-D 平板扫描仪		++	+	+
	光学 显微镜	2-D≥50 μ m	++	+	+
2-D<50 μ m		++ ^a	+	+	
3-D		- ^a	++	--	
深入分析	计算机断层扫描		- ^a	++	--
	扫描电镜/能谱仪		o ^a	++	-
	激光诱导击穿光谱仪		o ^a	++	-
	拉曼光谱仪		o ^a	++	-
	红外光谱仪		- ^a	++	--
	简化分析	液体粒子计数器		o ^a	-
筛堵（光学法）		o ^a	o	++	
^a 如规定了统一的分析参数，可在客户-供应商等关系中进行推广。					
++ 非常适合					
+ 适合					
o 原则上合适					
- 不太适合，或不可用于自动分析，或对于预期用途来说过于昂贵（如需添置新设备的话）					
-- 不适合，不可用于自动分析，对于预期用途来说太贵（如需添置新设备的话）					

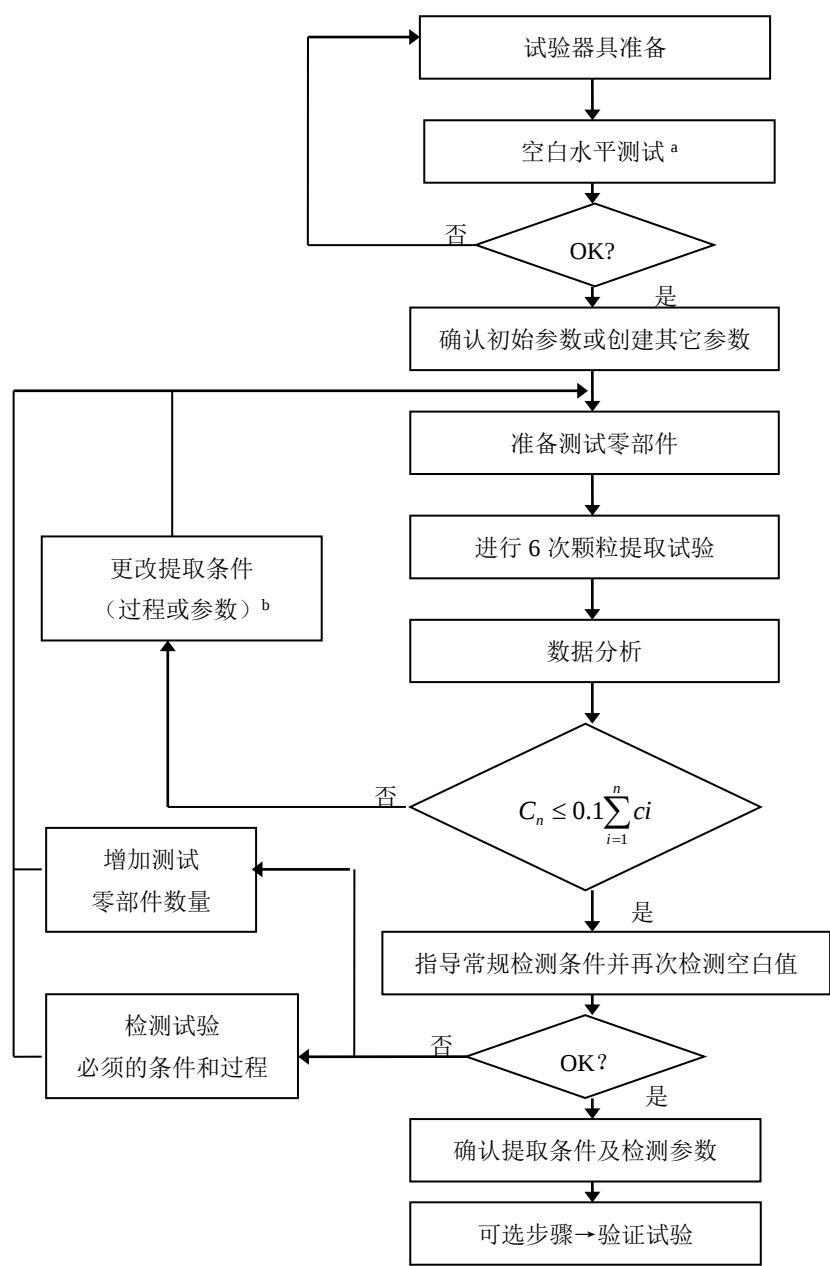
表A. 4 分析过程、获得的信息和限制

分析过程	可获得信息			使用限制
	颗粒总量	颗粒特征	其他特征	

		长	宽	高	金属光泽	材料	
称重	x						无法获得单个颗粒信息
平板扫描仪		x	x		(x) ^b		后续控制职能靠图片，，无法进行大倍率光学放大或其他对比度方法
光学显微镜		x	x	(x) ^a	(x) ^b		不适用于所有分析需求
计算机断层扫描		x	x	x ^c			分析耗时长
SEM/EDX		x	x			x	无法分辨有机物与无机物
激光诱导击穿光谱仪		x ^c	x ^c			x	无法分辨有机物与无机物
拉曼光谱仪		x ^c	x ^c			x	无法识别金属，分析荧光的或黑色颗粒时有局限性
红外显微镜		x ^c	x ^c			x	仅用于有机物，不能做到全自动分析
液体计数器		x ^d					易受气泡干扰
筛堵（光学的）		x	x				易受光学系统上的残留物干扰
（）取决于镜头与分析方式 ^a 采用景深较浅的材料显微镜有可能可测量（焦点从滤膜背景到颗粒上边缘）。 ^b 前提条件：需要后续人工验证。 ^c 带自动光学颗粒检测过程的材料分析。 ^d 尺寸通常通过一个等效圆面的直径来测量。 ^e 所有尺寸都可测量（体积、厚度、横截面积等）。							

附 录 B
(资料性附录)
合格性试验和空白水平

B.1 合格性试验的流程图（概要）

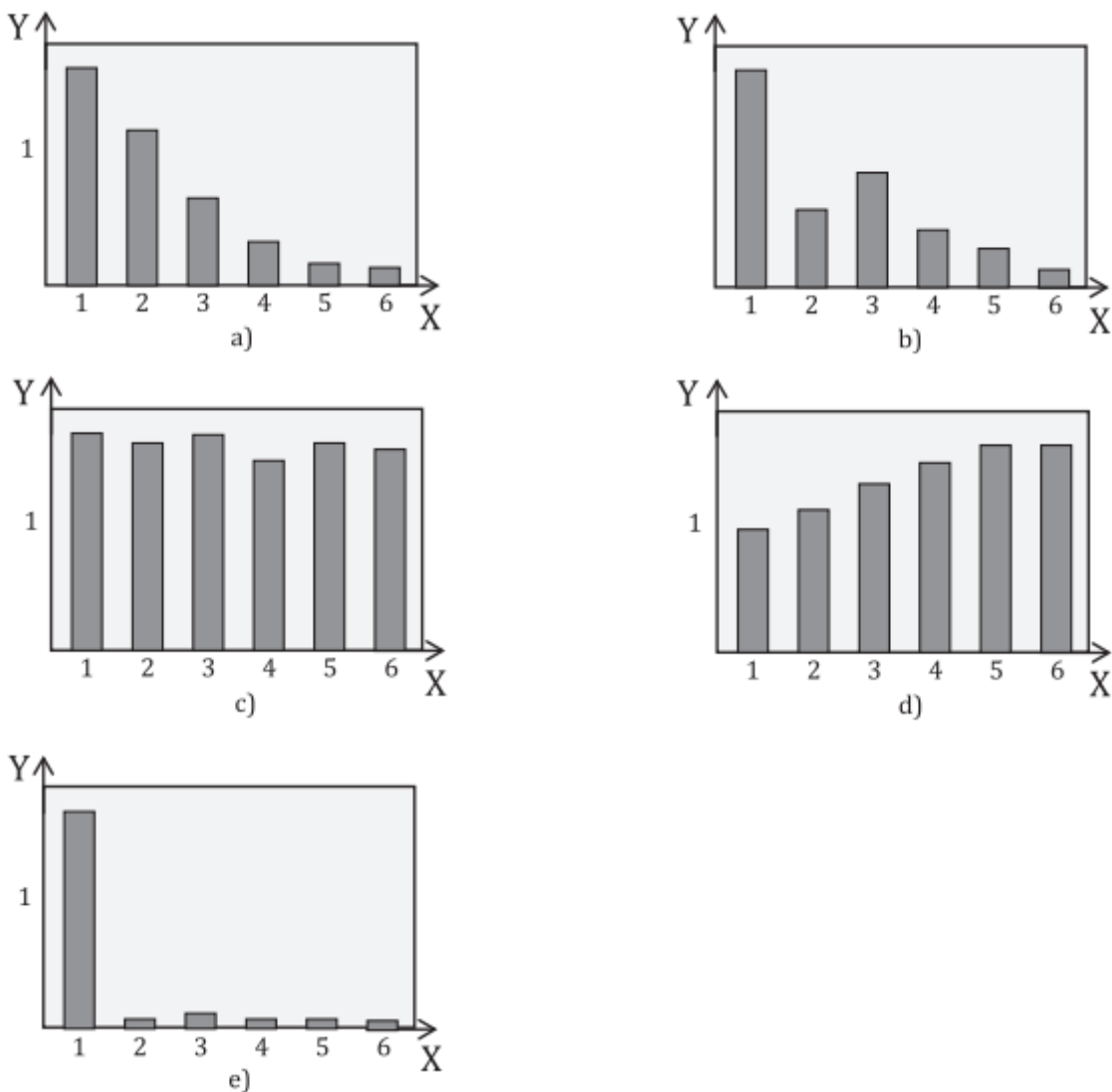


^a 这是一个“临时”空白水平，见第6.2.3.1b)。

^b 另见图B.2中不同形状的衰减曲线及其解释。

图B.1 合格性试验程序概要（衰减试验）

B.2 不同形状的衰减曲线



注释：
X 连续提取步骤
Y 清洁度值Ci
a) 持续衰减
b) 延迟衰减
c) 没有衰减
d) 增加
e) 立即衰减

图B.2 各种形状的提取曲线

不同衰减曲线的解释（见图B.2）

对于a) 稳定衰减：颗粒均匀脱落，没有进一步解释的必要，可创建常规检测程序。

对于b) 延迟衰减“驼峰曲线”：由于测试介质迟延溶解污染物或工艺介质如防腐剂等，使颗粒剥离不均匀。

若在最多6次单独的抽检后达到衰减标准，则根据a) 设定例行检查程序。

若由于颗粒剥离的时间延迟过长导致无法达到衰减标准，则可在具体的清洗流程之前进行溶解，作为独立的步骤。同时，在适宜的时间内将测试零部件放入到合适的溶剂例如测试介质中，无需如喷洗或超声波等物理清洗操作。若待检测表面位于内部，还可对零件进行完全加注并密闭。

溶解步骤中使用的液体量以及最终清洗进行溶解过程的容器所用的液体都属于提取液。

在清洗程序中加速溶解的另外一个方法是采用具有较高溶解特性的测试介质。同时请遵守相关的安全规范。

对于c) 无衰减：在每个提取步骤中，都会除去相似数量的颗粒污染物。可能存在多个原因：

- 提取效果（化学溶解或机械影响）过于强烈，以至于所提取的颗粒不算作粘附的污染物，而是源自测试零部件本身材料。如此类颗粒可能源于在铸造材料上使用超声波振动、涂层剥落、毛刺脱落或牢固附着在表面的焊珠。在这种情况下，应修改提取参数以避免对零部件材料产生不利影响，或选择其他提取方法。这种性能下降还可能表明，由于其性质或加工方式不同，无法达到相应零部件所需的清洁度值。因此，目前的状态不适合在清洁区域使用；
- 在每个提取步骤中发现的污染量与空白水平相同，此种情况下，清洗程序应采用较小的颗粒值或较小的空白试验值。若空白试验值已经非常小，则可能是由于该零部件非常洁净，以至于不再可能降低颗粒数量，因为在检测清洗过程中仅有极少的颗粒被溶解。此种情况下，应对此进行文档记录；
- 另外，增加检测批次数也是一种有效的方法，可在零部件较洁净时确定需证明的颗粒总量与检测空白水平比例之间的差别，从而实现衰减目的；
- 没有下降的另一个原因可能是铁磁体零部件所具有的剩磁，此种情况下应在提取之前对测试零部件进行消磁；
- 没有下降也可能是由于最终清洗程序不充分所致。如从检测零部件中提取的一些颗粒残留在提取装置中，并送至后续的清洗步骤中。

对于d) 增加：在每个提取步骤中发现的污物数量都会增加。对此可能有多个原因：

- c) 中所述的强烈的“零件腐蚀”；
- 提取效果很弱，b) 中所述附着颗粒在深度溶解之后才会被释放。如使用较弱的清洗剂对干防腐剂或含树脂防腐剂进行处理，就会出现这种情况；
- 由于零部件或提取装置的最终清洗不足或处理不当导致浓度增加。

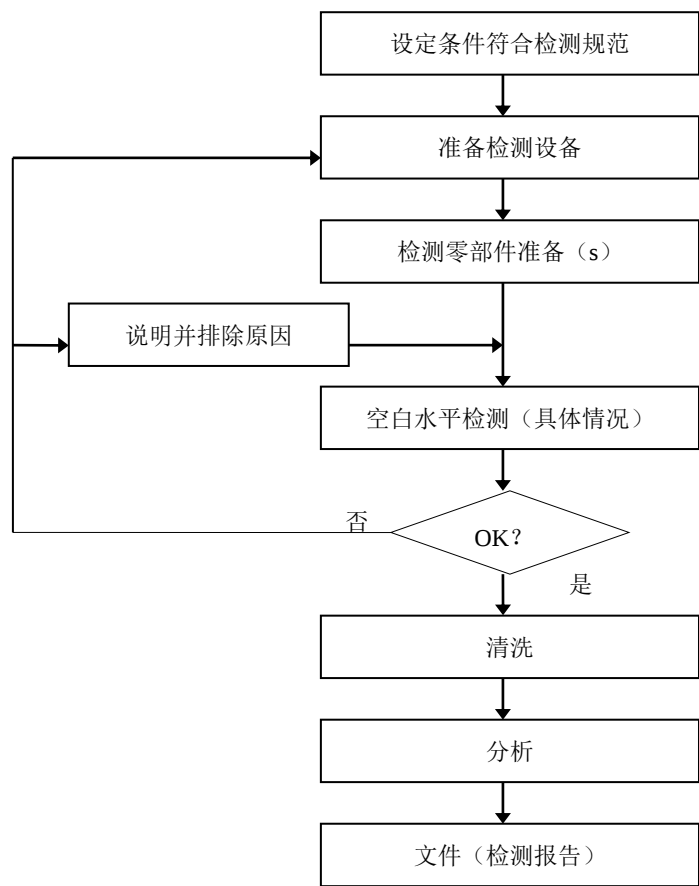
对于e) 迅速衰减：在第一个衰减步骤中，从测试零部件中除去了全部可分离的颗粒。随后的下降步骤仅显示空白水平相同范围内的颗粒数量。

针对常规检测，可采用与衰减测量步骤中相同的参数和提取量或提取时间。

可能存在“过度清洗”的情况，即在第一个步骤中，清洗时间明显比溶解颗粒总量所需的时间长得多。此种情况下，针对各个清洗步骤可用较小的体积或较短的时间重复衰减测试程序，以便记录递减并得出实际所需的提取时间和体积。

注：如衰减曲线的形状存在差别也可能是由于操作不当或不合适的提取设备造成的。

B.3 例行检查流程（简介）



图B.3 例行检查流程简介

附 录 C
(资料性附录)
回收测试颗粒

C.1 原则

通过空白水平检测可确保在整个检测链过程中包括清洗、冲洗、过滤、处理分析滤膜以及分析过程中仅有少量异物颗粒进入到试验结果中。

如果要检测是否在整个检测过程中没有相关的颗粒丢失，则可以采用带有测试功能的颗粒进行验证。即将已知大小和数量的颗粒放入提取设备中，然后进行最终清洗程序，并执行其它后续所有步骤，用以评估是否再次发现添加的所有颗粒。该方法可用于验证和优化：

- 最终清洗程序；
- 提取过滤装置的结构特征；
- 分析滤膜的搬运、运输和干燥；
- 检测人员培训。

C.2 材料和设备

除了用于空白水平或常规检测的材料和设备外，还需要准备已知数量和大小的颗粒。这些颗粒的制备方法使得它们可以被引入提取设备而不会丢失或无意中添加任何外来颗粒。为此可以使用两种类型的颗粒。

- a) 特定制作的检测颗粒，在分析过程可被明确的辨识，前提是该颗粒可重复测量。此外颗粒大小不能过于接近颗粒尺寸分级的边界处，以防止“越级”（颗粒可能一会儿测量结果位于这个级别内一会儿落入另外一个级别）的发生；
- b) “内部”颗粒，例如来自检测过零部件清洁度且反洗过的滤膜，这些颗粒与生产过程中实际出现的颗粒相应，因此，也可以在日常实验室操作中的常规检查中找到。

C.3 操作步骤

- a) 已知检测颗粒的准备；
- b) 将检测颗粒放入提取设备中；
- c) 按照常规步骤对提取设备进行最终清洗；
- d) 过滤、取出滤膜、干燥滤膜和分析滤膜；
- e) 确定被再次发现的检测颗粒的比率，同标准值相比较；
 - 1) 如果使用的是特制的检测颗粒，再次发现率应达到 100%；
 - 2) 如果用的是自有颗粒，再次检出率会在很大程度上受到颗粒的个数、大小、几何形状以及所用的提取和过滤设备能力影响，因此需要单独按具体条件确定。
- f) 如果再次检出率达不到要求，则整个检测过程包括冲洗、过滤、滤膜处理和分析的工艺过程或设备设施要被优化调整，然后再使用检测颗粒进行检测。

附 录 D
(资料性附录)
提取

D. 1 测试介质是否适用和兼容

表D. 1和表D. 2仅给出了测试介质的简化概述，不能替代具体应用的技术解释，也不包括那些不属于所述类别的特殊测试介质。

表D. 1 测试介质溶解伴随污染物的清洁能力

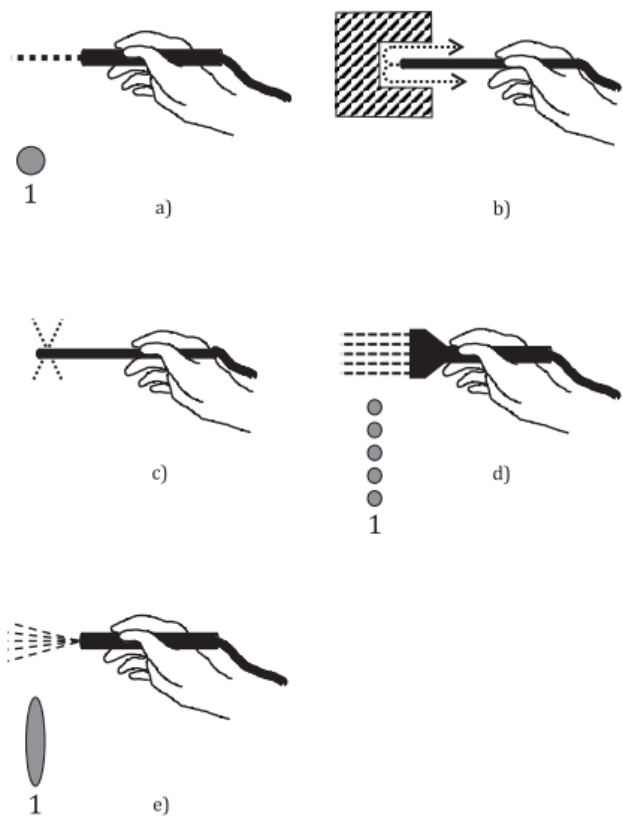
成分（颗粒）	测试介质		
	水基中性 表面活性剂	极性溶剂 ^a	非极性溶剂 ^b
盐（水溶性）	+	—	—
矿物油型润滑油（MBS）	—	+	+
冷却液、润滑油-水乳液（水基 KSS）	+	+	o
制动液（乙二醇，高级醇）	+	+	+
动物和植物脂肪和油（AVGO）	o	+	+
硅油	—	—	—
胺类抗腐蚀剂	+	+	o
其他抗腐蚀剂	o/+	+	+
蜡	o 只适用熔点之上	o	+
+ 适用，o 有限适用，—不适用。 ^a 极性溶剂，如醇类 ^b 非极性溶剂，如低闪点清洗剂或汽油			

表D. 2 测试介质的材料兼容性

零部件材料和测试设备	测试介质		
	水基中性 表面活性剂	极性溶剂 ^a	非极性溶剂 ^b
塑料	+	o	o
弹性材料	+	o	o
涂层表面	o	o	o
镁及其合金	o 带抑制剂	+	+
铝、铝合金和铝铸件、铬化铝	+	+	+
锌、锌合金和铸锌	+	+	+
不锈钢	+	+	+
钢和铸铁	+	+	+
电镀和铬酸盐热浸镀锌铁	+	+	+
有色金属（铜、黄铜、青铜等）	+	+	+
玻璃	+	+	+
+适用，o 有限适用，-不适用			
^a 极性溶剂，如醇类。			
^b 非极限溶剂，如低闪点清洗剂或汽油。			

D. 2 喷洗

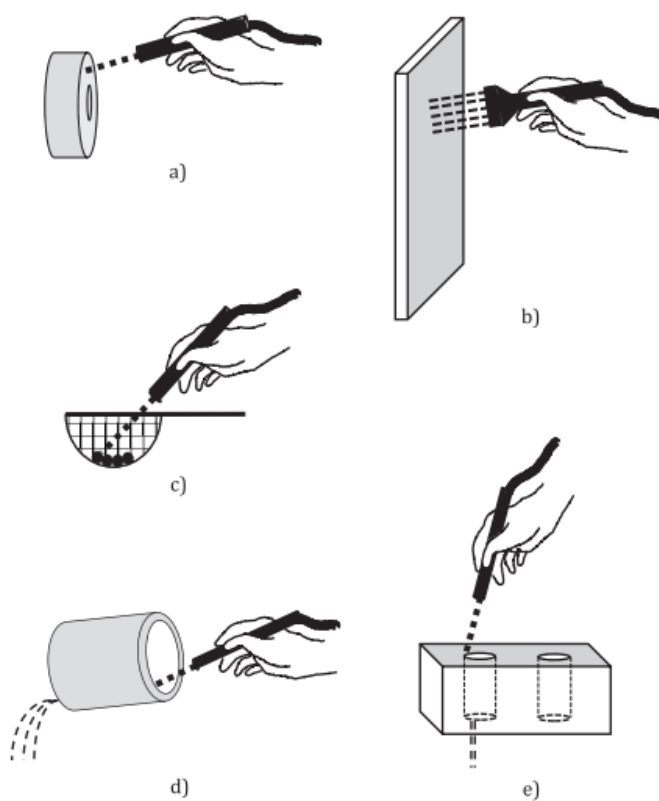
喷洗喷嘴的类型和形状可根据待检查表面的尺寸和几何形状进行调整（见图D. 1）。



- 注释：
- a) 单点喷洗用的圆柱射流喷嘴
 - b) 清洗盲孔用的喷枪
 - c) 清洗零部件内部区域的喷枪
 - d) 大面积喷洗用的平行射流喷嘴
 - e) 大面积喷洗用的扇形射流喷嘴（注意形成气雾）
- 1 喷射图片

图D. 1 喷洗清洗的实施示例

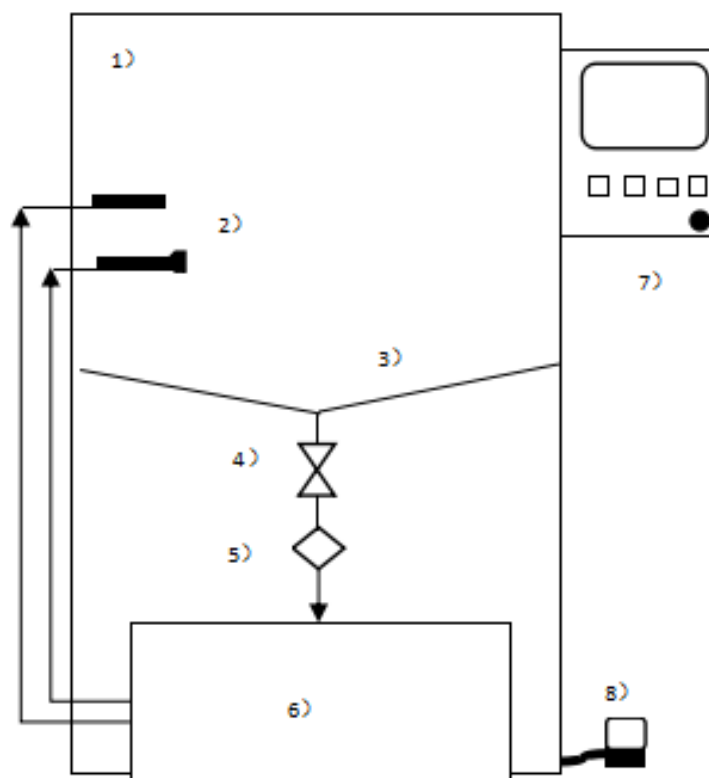
图D. 2说明了在不同零部件上使用压力冲洗技术的示例。压力冲洗柜的设置如图D. 3所示。



注释:

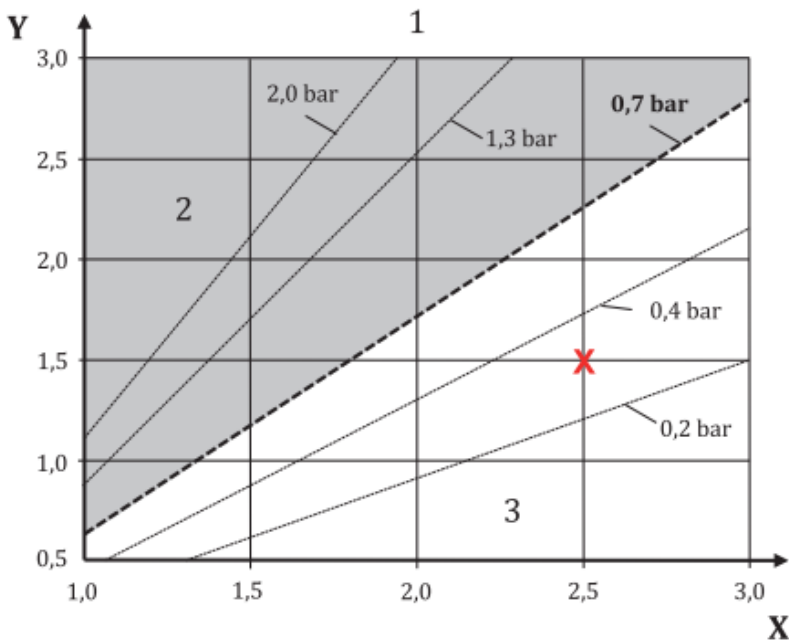
- a) 单个零部件提取
- b) 大片面积提取
- c) 散装小零部件提取
- d) 可接触零部件内部区域提取
- e) 可接触零部件内部区域提取

图D.2 喷洗清洗的应用示例



- 注释：
- 1) 喷洗室（洁净空气区域）
 - 2) 手动喷洗工具
 - 3) 集水盘
 - 4) 开关阀
 - 5) 分析滤膜
 - 6) 测试介质供应，包括测试介质装载容器、测试介质过滤装置、泵或压力供给设备
 - 7) 喷射过程控制器
 - 8) 脚踏开关

图D.3 典型的喷洗装置



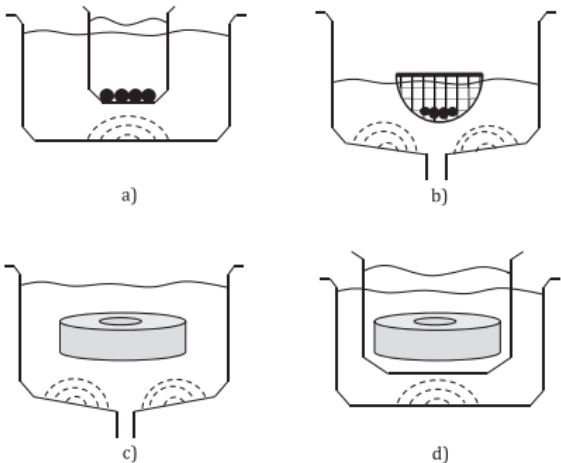
- 注释：
- X 喷嘴直径，mm
 - Y 体积流量，l/min
 - 1 喷嘴处喷射压力、喷嘴直径（圆柱射流）、流量及气雾形成的风险。
 - 2 喷嘴处压力大于0.7bar→可能形成气雾，采取防爆措施（图中灰色区域）。
 - 3 喷嘴水平压力小于0.7bar→不太可能形成气雾（图中白色区域）。

图D.4 喷嘴直径和流量的相关信息

喷嘴横截面积和流量的初始参数值用X标记（见图D.4），并位于没有气雾形成危险的区域。

D.3 超声波

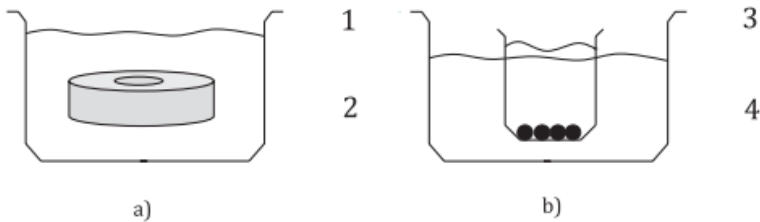
图D.5说明了单个零部件和零部件集合上的颗粒提取安排。



- 注释：
- a) 小零部件的超声波提取程序（烧杯中的散装货物）
 - b) 小零部件的超声波提取程序（网篮中的散装货物）
 - c) 单个零部件的超声波提取程序
 - d) 单个零部件的超声波提取程序（烧杯中）

图D.5 超声波提取的使用示例

图D.6说明了需要记录的典型体积和功率密度。



- 注释：
- a) 浸入超声波槽中的零部件
 - b) 浸入烧杯中的零部件
 - 1 分析体积（提取液）=超声体积=槽的填充量
 - 2 槽内功率密度=超声波装置功率/槽内填充量
 - 3 分析体积（提取液）=烧杯灌装量
 - 4 槽内功率密度=超声波装置功率/（槽内填充量+烧杯填充量）

图D.6 需要记录的体积和功率密度

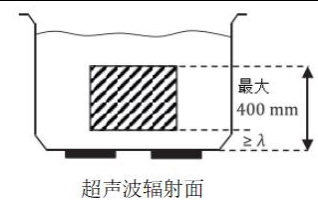
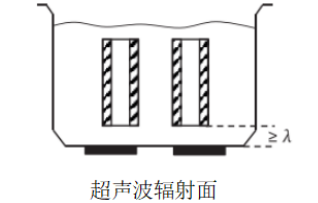
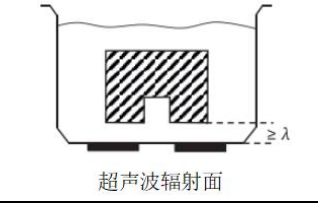
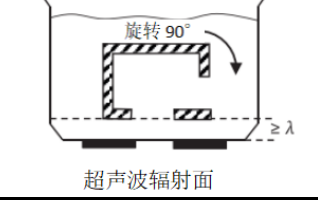
随着超声波频率的增加，相关波长 λ 减小（见表 D.3）。

表D.3 超声波波长示例

频率	λ 波长
25kHz	61mm
35kHz	43mm

40kHz	38mm
120kHz	12mm

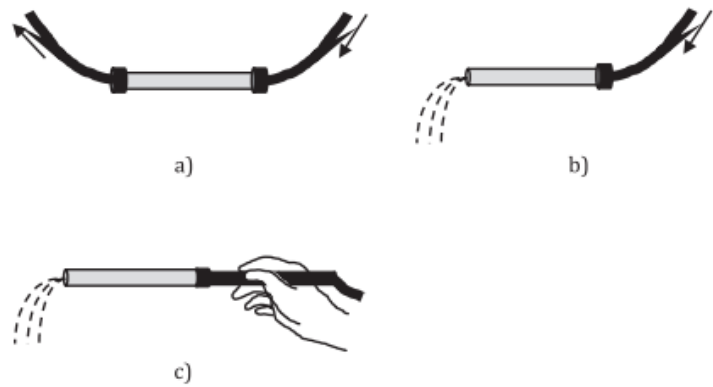
测试零部件在超声波装置内的布置示例如图D. 7所示。

清洗	清洗盆内位置	备注
外部提取		零部件离声源的距离应 $\geq \lambda$ 。 当清洗表面和超声辐射面之间距离 $> 400\text{mm}$ ，需要旋转零部件。
简单的内腔		零部件开口朝向超声辐射面
盲孔或类似形状		零部件开口朝向超声辐射面， 确保空腔内液体的填充
内腔		零部件开口朝向超声辐射面， 确保空腔内液体的填充

图D. 7 零部件在超声波设备内的布置示例

D. 4 内部清洗

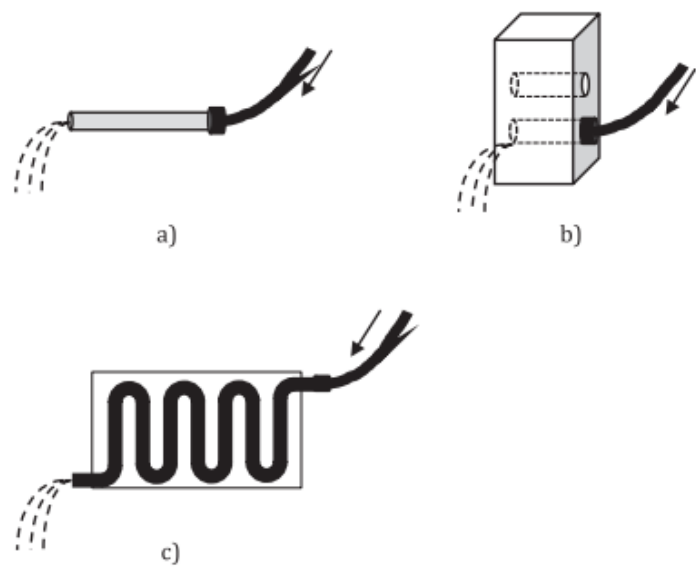
应用内部清洗技术有多种配置(见图D. 8和D. 9)。



注释：

- a) 在封闭系统内冲洗（管道两侧有适配接头）
- b) 通过冲洗管道的适配接头冲洗（无压力排放）
- c) 通过喷洗工具冲洗（无压力排放）

图D. 8 内部清洗示例



- 注释：
- a) 管道冲洗
 - b) 零部件内部区域清洗（例如油孔）
 - c) 零部件冲洗（例如热交换器或过滤器壳体）

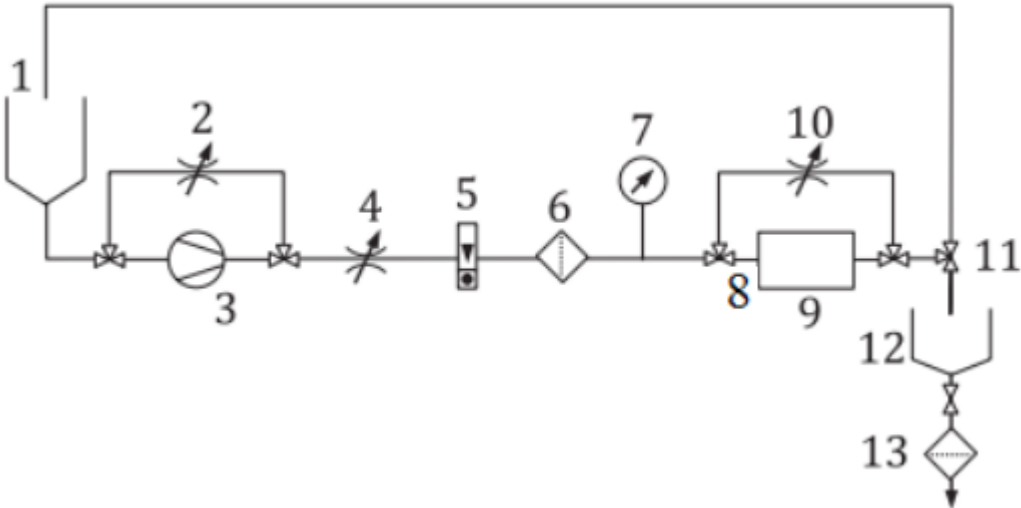
图D. 9 内部清洗示例

表D. 4 湍流参数示例

	示例-低温清洗剂 1	示例-低温清洗剂 2
闪点[℃]	62	105
运动粘度[mm ² /s]	1.9	3.2
管径[mm]	流量[l/min]	流量[l/min]
4	1.4	2.4
5	1.8	3.0
6	2.2	3.6
8	2.9	4.8
10	3.6	6.0
12	4.3	7.2
15	5.4	9.0
20	7.2	12.1

25	9.0	15.1
30	10.8	18.1
40	14.3	24.1
50	17.9	30.2

在计算湍流时，雷诺系数 $Re>4\ 000$ ，该数值通过公式 $Re=w\cdot d/v$ 确定（ w ：流体的速度， d ：管道直径， v ：运动粘度）。其它液体的湍流流量（ dV/dt ）可根据变形公式 $dV/dt =Re\cdot d\cdot \pi\cdot v/4$ 进行计算。



- 注释：
- 1 测试介质储存罐

2 旁路节流阀

3 泵

4 主节流阀

5 流量计

6 净化过滤器

7 压力计

8 测试零部件固定工装

9 测试零部件

10 旁路节流阀

11 三通球阀

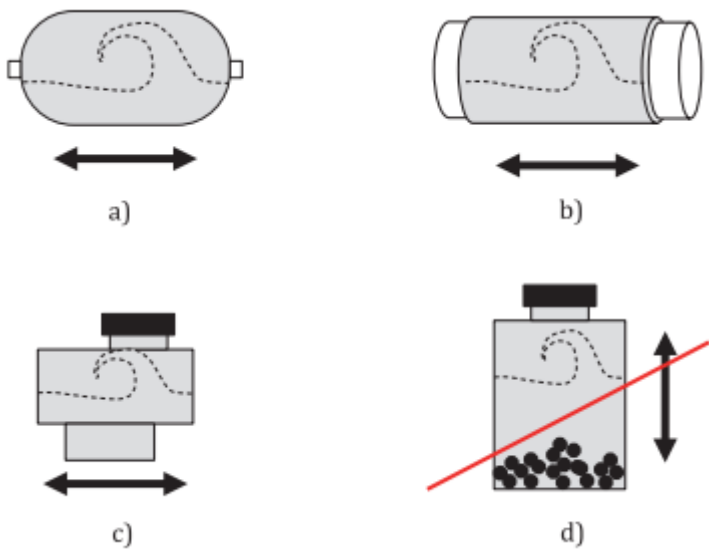
12 测试介质的收集容器

13 滤膜

图D. 10 内部清洗装置样例

D. 5 晃动

晃动用于从各零部件的内表面提取颗粒（见图D. 11）。

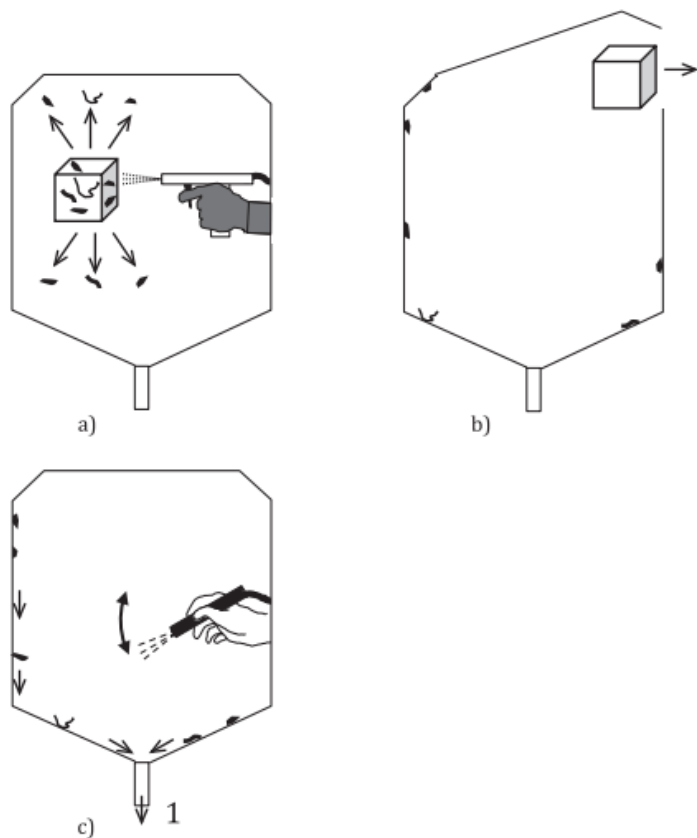


- 注释：
- a) 压力罐的晃动
 - b) 管道的晃动（较短较大的横截面）
 - c) 容器的晃动
 - d) 不适用容器中小零部件的晃动

图D. 11 晃动清洗的示例

D. 6 空气吹扫

空气吹扫清洗提取程序包括使用压缩空气在零部件上进行提取步骤，以及在机柜上使用测试介质的最终清洗步骤（见图D. 12）。

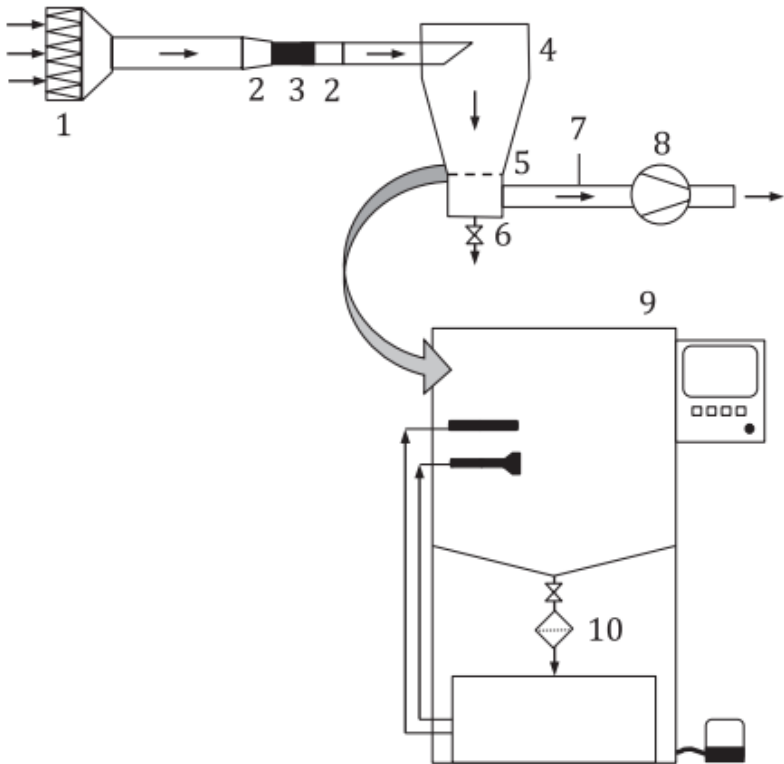


- 注释：
- a) 步骤一：使用压缩空气吹扫测试零部件颗粒清洗
 - b) 步骤二：取出测试零部件
 - c) 步骤三：用测试介质漂洗无测试零部件的腔室
- 1 分析滤膜

图D. 12 空气吹扫清洗的原则和步骤

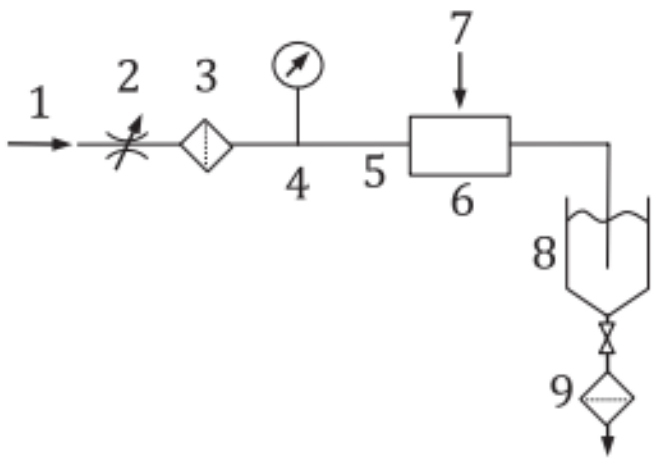
D. 7 空气贯流

空气贯流提取方法的原理是基于空气提取，随后通过液体提取制备二级分析滤膜（见图D. 13）。另一种方法是基于将提取的颗粒收集在测试介质中（撞击原理），然后进行分析过滤步骤（见图D. 14）。



- 注释:
- | | |
|--------------|------------|
| 1 空气过滤器 | 6 漂洗液体的排放 |
| 2 测试零部件的适配装置 | 7 监控流量的传感器 |
| 3 测试零部件 | 8 泵 |
| 4 初级过滤单元 | 9 喷洗冲洗腔室 |
| 5 初级分析滤膜 | 10 二级分析滤膜 |

图D. 13 空气贯流清洗原理，例如发动机进气区域零部件



- 注释:
- | | |
|------------|---------|
| 1 无油脂的压缩空气 | 6 测试零部件 |
|------------|---------|

- | | |
|-------------|--------------------|
| 2 节流阀 | 7 测试零部件控制系统（仅驱动元件） |
| 3 空气过滤器 | 8 测试介质收集容器 |
| 4 压力计 | 9 分析滤膜 |
| 5 测试零部件固定工装 | |

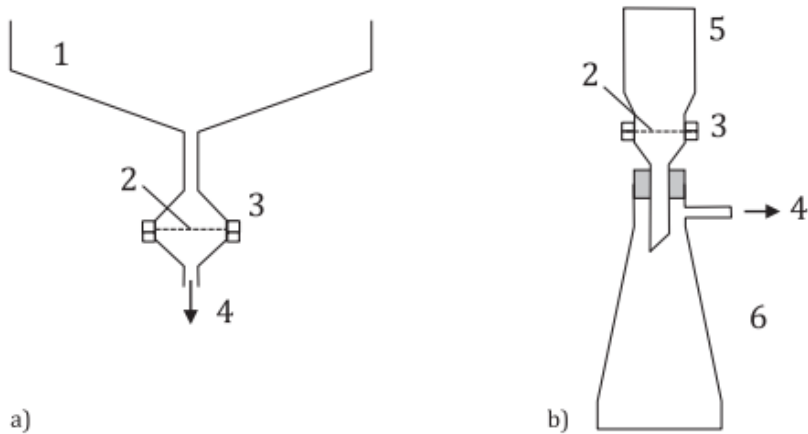
图D.14 空气贯流清洗原理，例如运动系统的零部件

附录 E
(资料性附录)
过滤

E.1 过滤方法

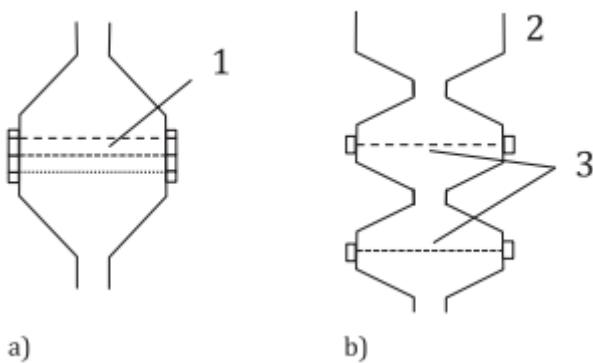
直接将提取液过滤（见图E. 1a））通常与压力冲洗柜或带排水管的超声波槽结合使用。如果运用超声波清洗大量小零件，可将测试介质和小零件盛放于烧杯中（见图D. 5a）），则使用单独的过滤装置（见图E. 1b））。

为了预先选择颗粒大小，可使用不同孔径滤膜的串联进行分析过滤，如图E. 2所示。



- 注释：
- | | |
|---------------|--------|
| a) 直接过滤 | 3 滤膜支架 |
| b) 间接过滤 | 4 真空源 |
| 1 收集容器或超声波清洗槽 | 5 过滤漏斗 |
| 2 分析滤膜 | 6 真空瓶 |

图E. 1 过滤的分类



- 注释：
- | | |
|-----------------|--------|
| a) 过滤器支架，带分级过滤器 | 2 过滤漏斗 |
|-----------------|--------|

- b) 分级过滤器支架
- 3 2个不同孔径的分析滤膜
- 1 2个或3个不同孔径的分析滤膜

图E. 2 分级过滤

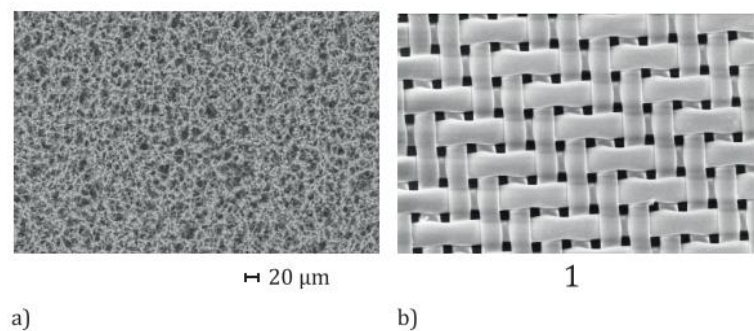
E. 2 分析滤膜对测试介质的兼容性

表E. 1 分析滤膜对测试介质的兼容性

滤膜材质		介质（检测或冲洗所使用溶剂）				
		水基中性清洗液	异丙醇	酒精（乙醇）	有机聚合物，例如冷清洗液	酮类，例如丙酮
泡沫结构	硝酸纤维素	+	－	－	+	－
	醋酸纤维素	+	+	－	+	－
	聚酰胺/尼龙	+	+	+	+	+
网格编织	聚酯纤维	+	+	+	+	+
	聚酰胺/尼龙	+	+	+	+	+
+ 适合，o 部分适合，－ 不适合						

表E. 1仅列出了一些最常见的分析滤膜类型。在特殊条件下，如果需要滤膜对某种测试液或最终清洗液具有兼容性或分析方法指定了某种类型的滤膜，则需要选择不同的滤膜类型。如果未指定特殊条件，建议使用8. 2中建议的分析滤膜。

E. 3 分析滤膜举例



- 注释：
- a) 8 μm 硝酸纤维素泡沫滤膜
- b) 15 μm PET 网格滤膜
- 1 放大倍率200×

图E. 3 分析滤膜的表面结构示例

E. 3. 1 泡沫滤膜（图E. 3 a））

优点：相对光滑的表面，非常适合光学分析。

缺点：滤膜海绵状结构的不确定性，会截留那些粒径远小于滤膜标称孔径且与清洁度毫不相干的有色颗粒。这些非相干颗粒在滤膜上大量堆积，从光学角度导致滤膜整体变暗，从而严重干扰光学分析（滤膜变成灰色或黑色）。此类滤膜还会吸收空气中的水分（影响重量分析）。

E.3.2 编织网格滤膜（图E.3 b））

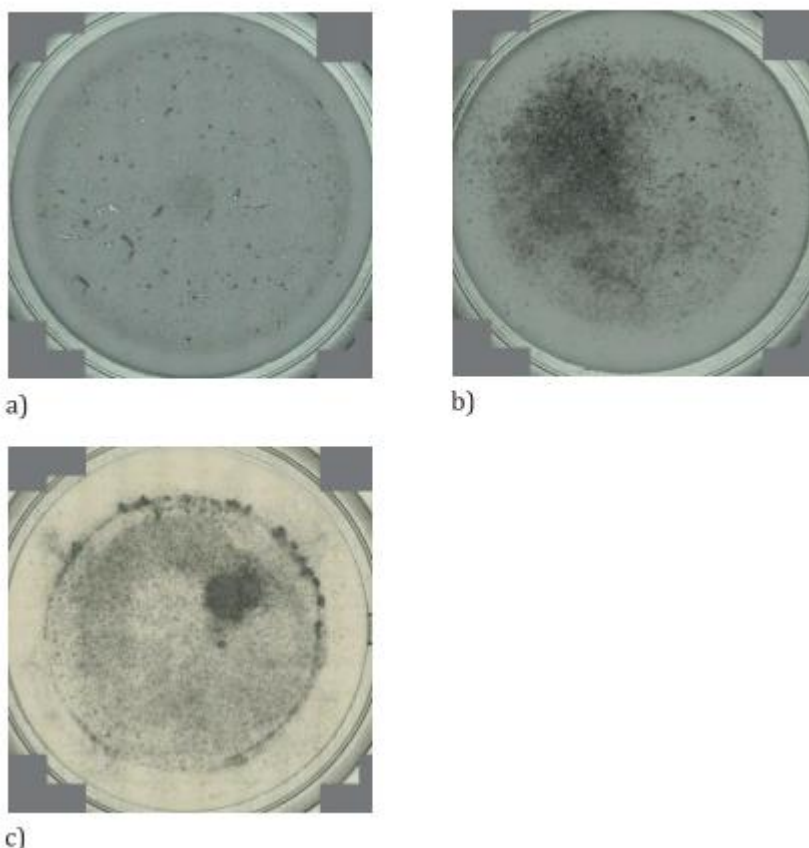
优点：拥有确定的几何孔径，从而可对确定尺寸的颗粒进行分离。只有少量有色微小颗粒会被截留，有利于对滤膜进行光学分析。此类滤膜极少吸收空气中的水分（更准确的重量分析结果）。

缺点：高倍放大和照明效果不佳时，滤膜的单丝网状结构可能会导致伪影或反射，干扰光学分析。

非常薄的颗粒可能会漏过网格滤膜，在随后的分析中无法被找到。

极细小颗粒可能会通过网状滤膜，因此在随后的分析中不会被捕获。

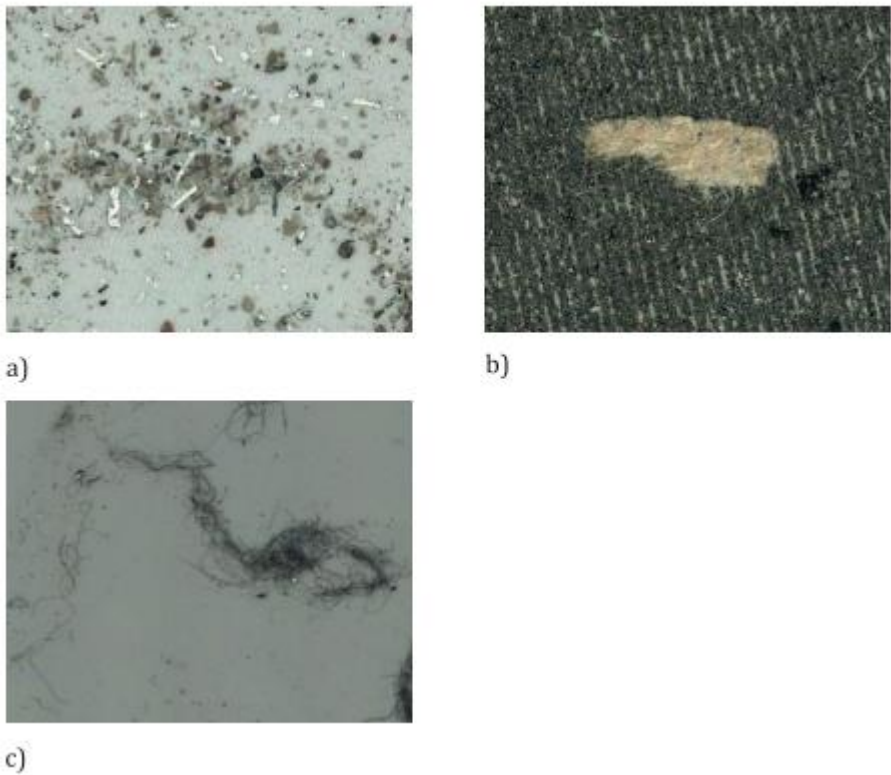
E.4 分析滤膜出现的问题示例及可能的解决方法



- a) 覆盖率较好的滤膜
 - 颗粒分布均匀
 - 单个颗粒距离较远
- b) 覆盖率过高的滤膜
 - 减少检测的零部件数量
 - 使用分级过滤法
 - 使用孔径更大的滤膜

- c) 覆盖不均匀的滤膜
- 优化滤膜支架或优化过滤过程
 - 滤膜再处理（重新晃动滤膜或滤膜支架边缘）

图E. 4 滤膜覆盖率变化示例

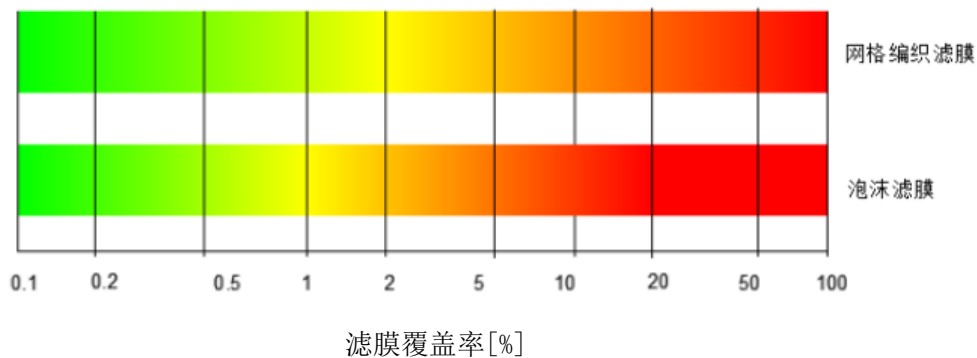


- a) 滤膜覆盖率过高
- 减少检测零部件
 - 使用分级过滤
 - 使用孔径更大的滤膜
- b) 滤膜完全被覆盖
- 无法进行光学分析
 - 只可进行重量分析
- 纸壳块出现在滤膜上
- 现有包装不适宜
- c) 滤膜上纤维过多
- 测试零部件的存放地点不适宜

图E. 5 滤膜覆盖率问题的示例

E. 5 滤膜覆盖率与可分析性

滤膜的光学分析可能性



- 测量错误增加
- 再处理步骤数量增加
- 不同设备的可对比下降

图E. 6 滤膜覆盖率与可分析性的关系

当网状滤膜的覆盖率超过3%、泡沫滤膜的覆盖率超过1.5%时,进行颗粒光学分析的难度就会增加(见图E.6)。测量误差的数量以及人工校对步骤的次数都会随之增加,同时,使用不同光学分析系统测量结果的可对比性降低。另外分析滤膜的可分析性还与其他因素相关(分布的均匀度、纤维含量等)。因此,这些值只是一个粗略的指示,需要在每种情况下进行单独的评估。

如果滤膜上颗粒分布十分均匀,即使滤膜的颗粒覆盖率很高,滤膜也能得到很准确的分析。

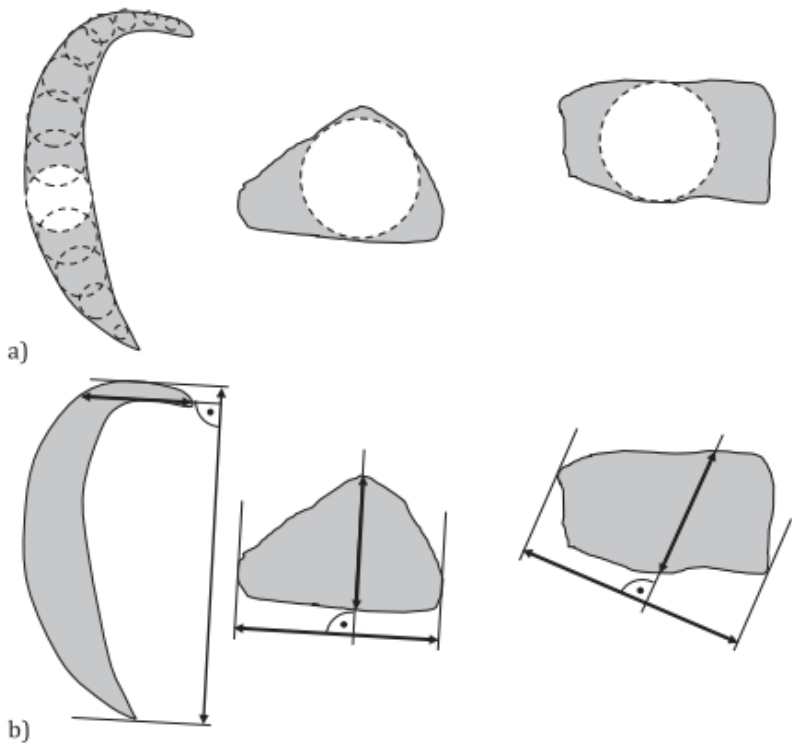
附录 F
(资料性附录)
分析方法

F.1 光学分析

F.1.1 使用标准光学分析测量颗粒宽度的进一步选项

标准光学分析也可以作为确定另外两种颗粒宽度的选择方法(见图F.1):

- 最大内切圆直径**: 相当于颗粒可通过的最窄通道, 可确定颗粒的潜在破坏力;
- 最大正交宽度**: 垂直于测量的最长尺寸, 不能直接与特定颗粒尺寸的潜在破坏力联系在一起。



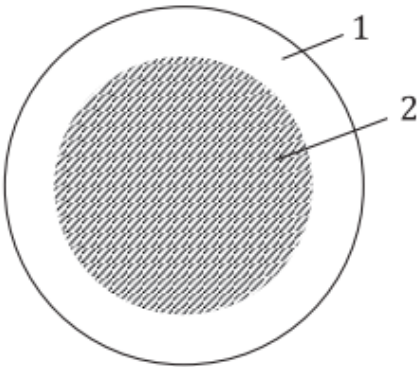
注释:

- a) 最大内切圆直径
- b) 最大正交宽度

图F.1 测量颗粒宽度的进一步选项

F.1.2 分析滤膜概念

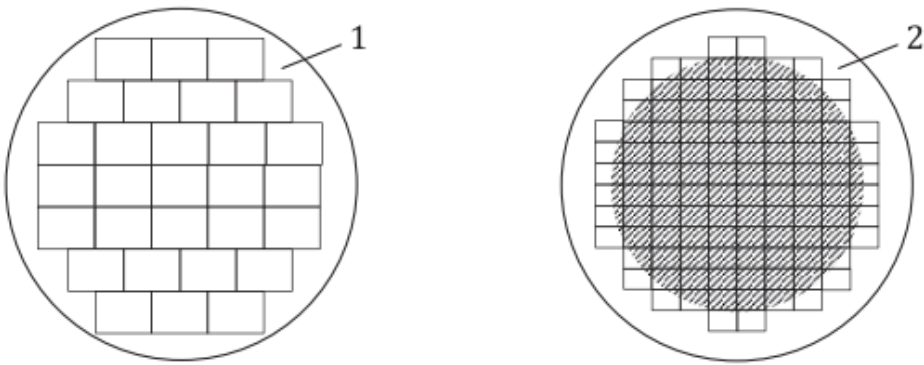
有效滤膜面积是指过滤时润湿并沉积有颗粒的表面(见图F.2)。



注释：
1 分析滤膜
2 有效滤膜面积

图F.2 有效滤膜表面积图示

选择测量区域的位置时，必须分析整个有效过滤膜面积。图示为两个显微镜网格，左侧为较小的放大倍数，右侧为较大的放大倍数（见图F.3）。在使用逐行扫描摄像机扫描时会生成一个线格。



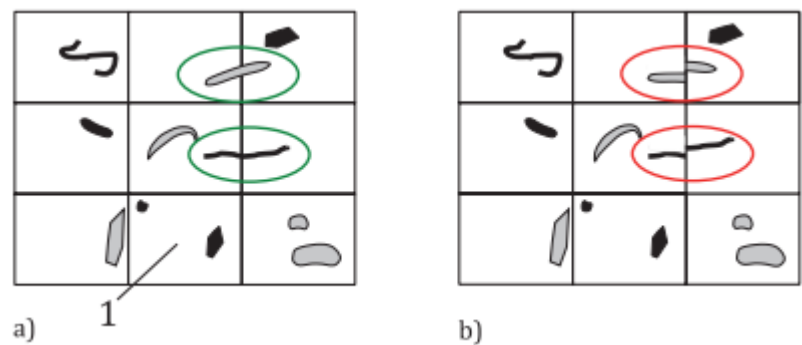
注释：
1 低光学分辨力→图像场少
2 高光学分辨力→图像场多

图F.3 根据放大倍数覆盖相关过滤区域的网格

由于过滤流程或操作的不当，个别颗粒可能位于有效过滤面积之外。如果可能，这些颗粒应包括在分析中。

F.1.3 颗粒重组

为避免颗粒位于视场之外未被测量、重复测量或仅部分测量，光学分析系统必须能够对“边缘处的颗粒”进行结构重组，并对整个颗粒进行测量和分类。为此，需要结合图片分析与轴控制。以及采用精确的电动试样扫描台，并在试样台的轴与摄像机的轴之间进行准确的平行度调节。图F.4 b) 为错误示例，这是摄像机与试样台移动轴之间未精确调整时出现的错误或尺寸校准有误时出现的错误。



- 注释：
- a) 正确颗粒拼接
 - b) 错误颗粒拼接
 - 1 单个视场

图F.4 相机和试样扫描台的平移轴没有最佳对齐发生的典型错误

F.1.4 校准与保养

为了校准放大倍率，将采用平面中的特定长度单位（对象比例）分配给样品图像上的相应长度单位（在相机传感器或整体图像中，或在手动测量的情况下为目镜目比例）（见图7）。

针对滤膜测量过程所用的所有放大倍率均须进行校准。具有变倍功能的系统，如体视显微镜，放大倍率在规定位置必须可固定。

在进行简单的长度校准时，必须使用标定物比例尺（带有刻度值的玻璃片）。

对自动化分析系统的其他基本功能进行检测时，除正确的放大倍率外，还包括正确的自动化长度测量以及摄像机与试样台的对齐和视场的构成，可使用颗粒标准试件。这是一个玻璃托架，托盘上有规定的颗粒几何结构，包括完整的黑白对比。

所使用的标准试件应经过标定并且可追溯。

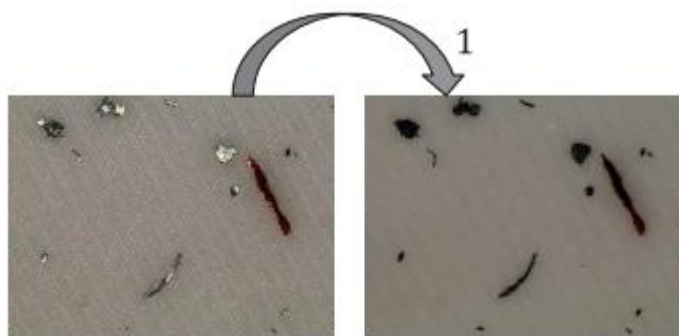
无法使用具有理想几何形状和对比度的颗粒标准将光学分析系统彼此进行比较，因为无法以此方式评估亮度设置和二值化阈值。

F.1.5 光学分析的工作原理及限制

采用显微镜进行光学分析时，仅可对小于二值化阈值的颗粒结构进行识别（相比滤膜背景的颜色更深）。

因此为识别金属，会在设备上加入偏振镜组。偏振镜组在十字交叉排列时，金属颗粒上的反光会被过滤，该位置呈现暗色。通常以此方法来识别金属（见图F.5和F.6图a）。

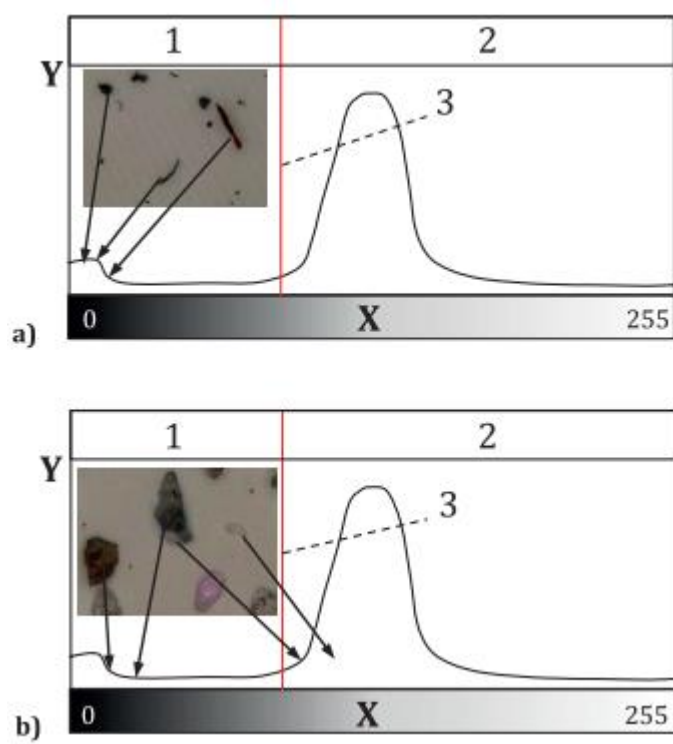
其他材料，例如：研磨材料、塑料和织物纤维等，通常具有广泛的光谱和亮度等级。因此，颗粒当中的明亮颗粒或明亮部位有时不能完全被识别（见图F.6 b）、c）和d））。

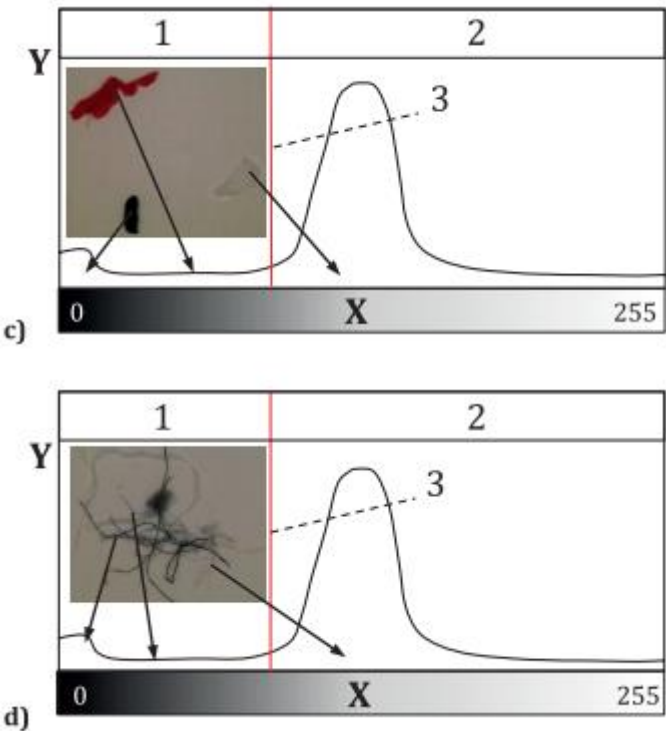


注释:

1 交叉偏振镜组

图F.5 带有金属颗粒的图像场



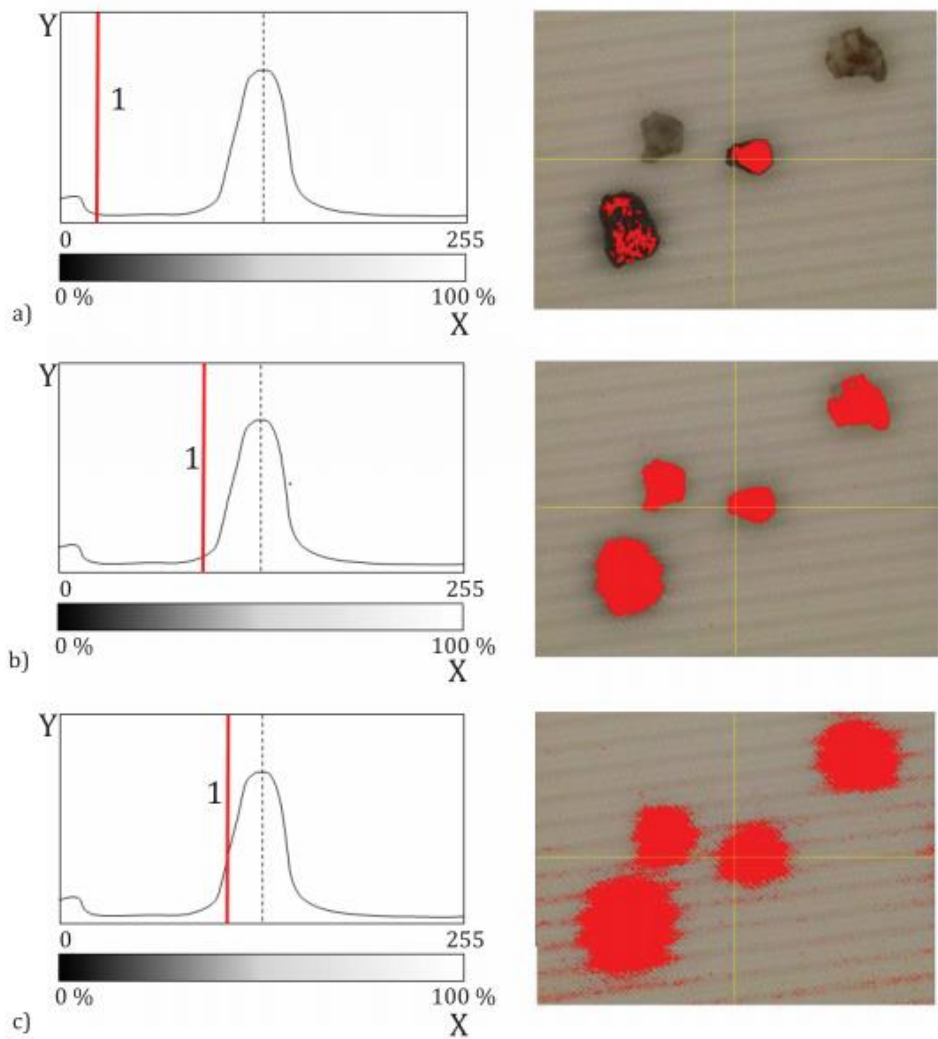


注释：

a) 金属	Y 像素数
b) 磨料	1 可识别
c) 塑料	2 未识别
d) 纤维	3 二值阈值
X 灰度值	

图F.6 取决于二值化阈值的不同材料和颜色颗粒的可检测性

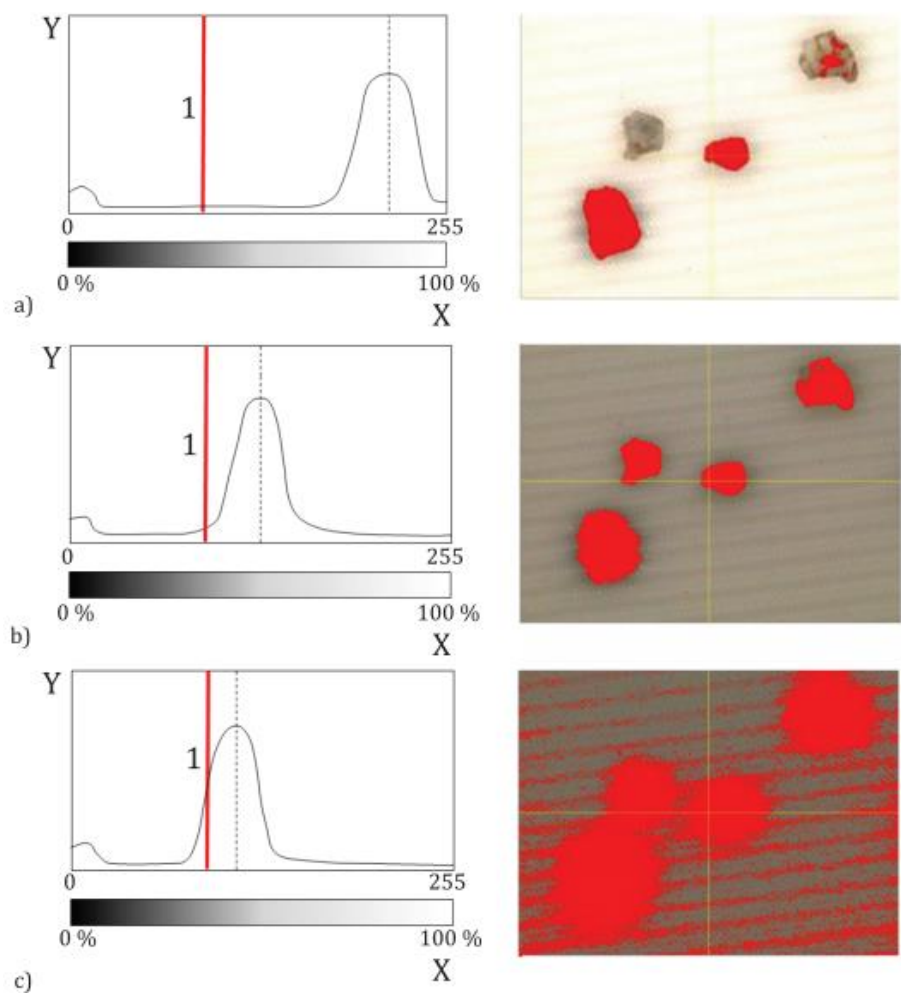
图F.7和图F.8显示了在具有交叉偏振镜的明场照明的情况下，改变亮度和二值化阈值对分析滤膜上颗粒检测区域的影响。如示例b)所示，当调整亮度和阈值时，就可以很好地检测到颗粒的原始轮廓，而不会从滤镜背景中检测到颗粒（示例c）。这些设置用于标准分析（见9.2）。



注释：

a) 带交叉偏振镜的显微镜	x 灰度值
b) 带交叉偏振镜的显微镜	Y 像素计数
c) 带交叉偏振镜的显微镜	1 二值化阈值

图F.7 固定亮度二值化阈值的影响

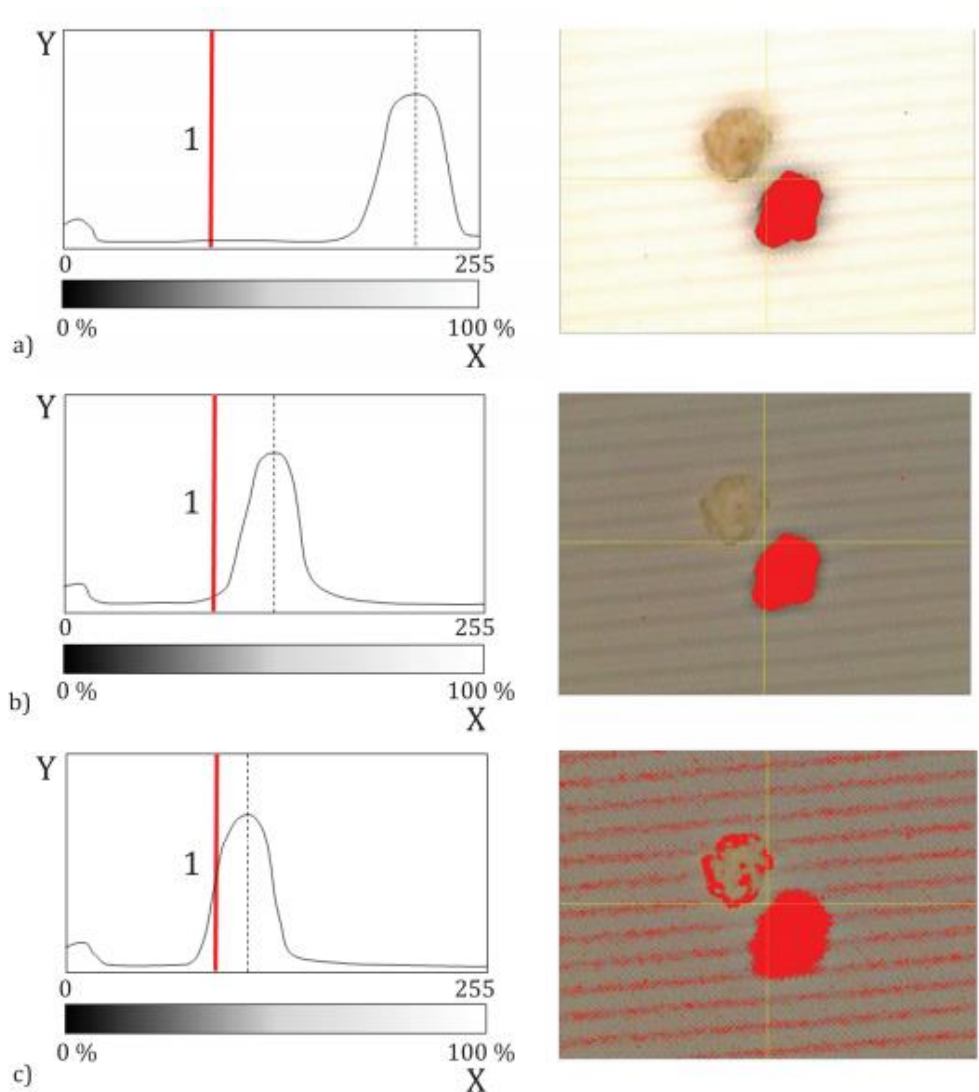


注释：

a) 带交叉偏振镜的显微镜	x 灰度值
b) 带交叉偏振镜的显微镜	Y 像素计数
c) 带交叉偏振镜的显微镜	1 二值化阈值

图F.8 亮度对固定二值化阈值的影响

在某些情况下，例如需要检测明亮颗粒时，标准分析的参数设置不适用。图F.9显示了一个示例，其中未检测到亮颗粒。在这种情况下，可以使用修改后的设置进行光学分析，并为显微镜硬件、照明和图像分析选择合适的设置以捕获相关的颗粒结构（见9.3）。



注释：

a) 带交叉偏振镜的显微镜	X 灰度值
b) 带交叉偏振镜的显微镜	Y 像素计数
c) 带交叉偏振镜的显微镜	1 二值化阈值

图F.9 检测问题，例如明亮颗粒

F.2 SEM/EDX

F.2.1 材料分类

为了将检测到的颗粒分类为材料组，SEM/EDX系统应能够建立必要的链接。表F.1给出了如何将特定百分比的元素成分分配给材料类别的示例。

表F.1 取决于材料等级的元素组成示例

材料等级	元素	百分比%
钢 A	Fe	>95
	Mn	<1
	Si	<1
钢 B	Fe	>85
	Cr	<10
	Ni	<5
	Mn	<1
	Si	<2
钢 C	Fe	50~80
	Cr	10~40
	Ni	0~15
	W	1~10
	Mo	1~10
	V	1~10
黄铜	Cu	20~80
	Zn	20~80
青铜	Cu	20~80
	Sn	20~80

所使用的材料分类应根据已知零部件材料的分析进行验证（如零部件制造流程中的典型合金）。
注：如果需要，可将不同的材料类别与其物理特性（例如导电性、硬度或磨蚀性）进行量化（见表F.2）

表F.2 按物理特性对材料类别进行分类的示例

材料类	计数 (粒度≥ 100 μm)	电导率 (计数)		磨损 ^a (计数)		
		是	否	低	中	高
黄铜:	11	11	—	—	11	—
青铜:	3	3	—	—	3	—
含氟聚合物:	9	—	9	9	—	—
矿物质:	17	—	17	—	—	17
钢 A:	44	44	—	—	—	44
钢 B:	6	6	—	—	—	6
钢 C:	29	29	—	—	—	29
共计	119	93	26	9	14	96
百分比:	100%	78.2%	21.8%	7.6%	11.7%	80.7%
^a 按双方规定进行分类（材料等级与磨损程度）						

F.2.2 校准

应每年一次对SEM/EDX系统校准或在较大的干预后进行校准（SEM长度测量、EDX能量测量）。

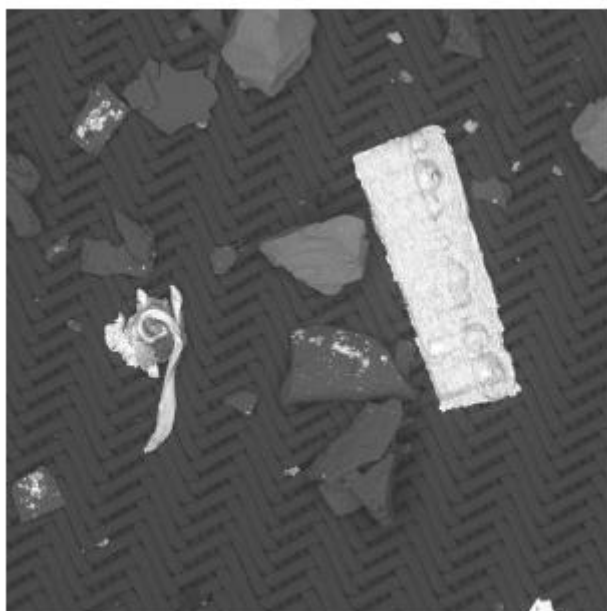
F.2.3 维护

特别是在样品排放气体或腔室压力较高的情况下，SEM真空系统内的所有零部件，如样品室、探测器等都有可能受到污染，应根据规定的时间间隔或图像质量发生变化时对这些零部件进行清洁。

出现老化或磨损的零部件，特别是阴极等电子零部件，根据需要或按照制造商的建议更换或更新。

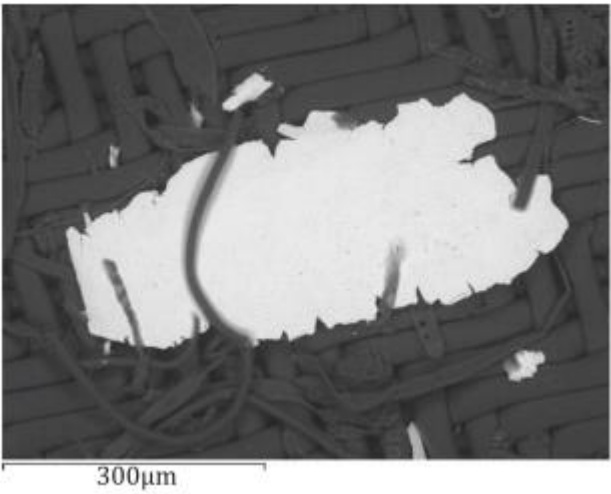
F.2.4 材料对比和滤膜颗粒涂覆

与光学系统不同，图像中的亮度对比不是通过颗粒的光学特性产生的，而是由于材料的对比产生的，较重的元素会较亮，较轻的元素会比较暗（见图F.10）。



图F.10 SEM材料对比度检测模式下的重元素（亮）和轻元素（暗）外观

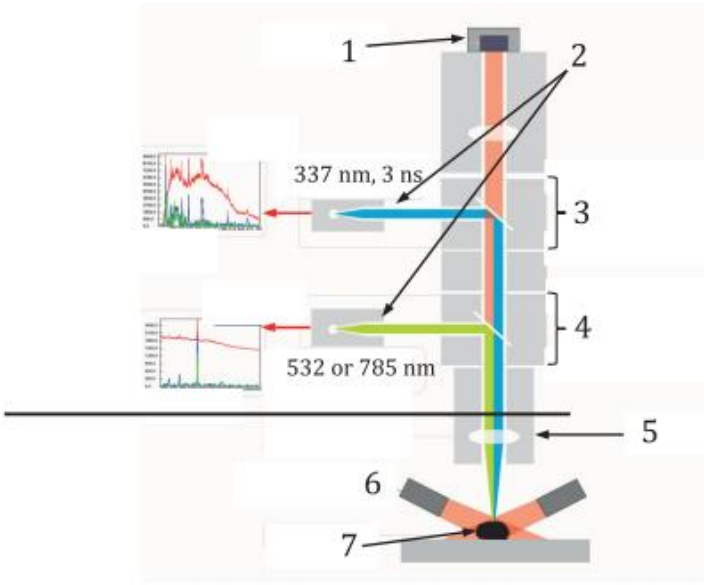
在滤膜上颗粒的覆盖率过大时，可能会出现测量错误，与光学系统相同，这是由于颗粒相邻或上下叠加导致的。图F.11所示为一个金属颗粒，由于一根有机纤维的影响该金属颗粒好像是被分成了两个颗粒。



图F. 11 金属颗粒（亮）和有机纤维（暗）的重合

F. 3 LIBS

拉曼光谱和LIBS分析的原理设置如图F. 12所示。



- 注释：
- | | |
|-----------|---------|
| 1 摄像机 | 5 显微镜透镜 |
| 2 激光激发检测 | 6 照明 |
| 3 LIBS-光谱 | 7 颗粒 |
| 4 拉曼光谱 | |

图F. 12 可用于 LIBS 分析和拉曼光谱分析的光谱设置示意图

136

附件 I)： A_#1 型活塞环合格资质报告

A) 提取条件的近似值：

选择溶剂压力冲洗法作为提取方法，测试批次大小选择为5个活塞环。在第一次近似中，选择推荐的初始参数:直径为2.5mm的圆形射流喷嘴，体积流量为1.5L/min，提取时间为1min。

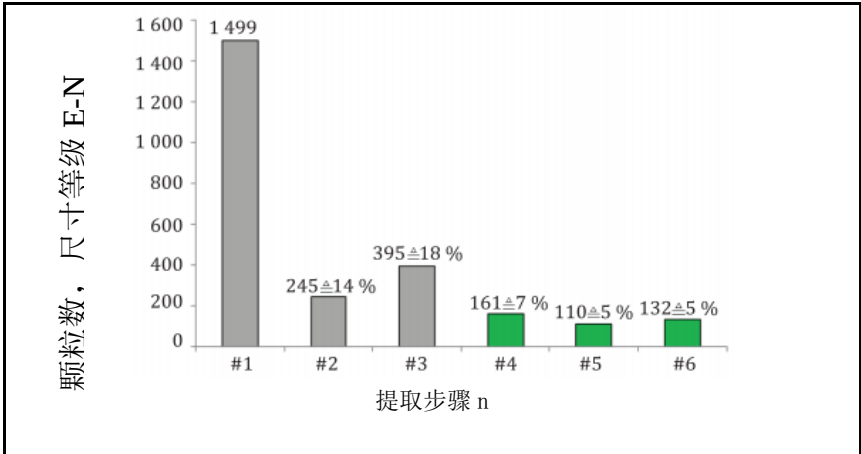
B) 分析条件：

清洗完后，分析溶液通过过滤精度5 μm，直径为47mm膜片过滤（PET-筛网），然后用自动光学显微镜分析大于E等级的颗粒（颗粒≥50 μm）。

C) 测试衰减的结果：

每个尺寸等级的颗粒计数										
颗粒等级	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N
长度	50	100	150	200	400	600	1000	1500	2000	3000
Ferret _{max}	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x<	≤x
μm	100	150	200	400	600	1000	1500	2000	3000	
#1 试验	1 121	191	113	47	21	6	0	0	0	0
#2 试验	180	35	22	8	0	0	0	0	0	0
#3 试验	349	23	11	11	1	0	0	0	0	0
#4 试验	101	34	19	7	0	0	0	0	0	0
#5 试验	79	21	7	3	0	0	0	0	0	0
#6 试验	87	31	9	4	1	0	0	0	0	0

衰减结果计算：颗粒总数					
	颗粒总数	累计 颗粒数	衰减比值		衰减比值是否 ≤10%
#1 试验	1 499	---	---		---
#2 试验	245	1 744	0.14	14%	否
#3 试验	395	2 139	0.18	18%	否
#4 试验	161	2 300	0.07	7%	是
#5 试验	110	2 410	0.05	5%	是
#6 试验	132	2 542	0.05	5%	是



D) 结论:

重复提取步骤不会损坏零部件，污染水平会降低。第四个提取步骤与前四个提取步骤之和的比值为0.07（7%），因此满足最大0.10（10%）的衰减标准。在常规清洁度检查的检测规范中，提取参数需要与资质报告的结果相适应。因此，提取时间增加了两倍，以便分离所有相关颗粒。

—第3页—

图G.3 检测规范示例（第3部分）

附录 H

（资料性附录）

清洁度规范

H.1 原则

如果颗粒污染物严重影响相应系统或零部件的功能，则需要对零部件设定清洁要求（或清洁度检测限值）（见图H.3中的损坏机制）。如果不存在这样的危险，则不必创建清洁度要求。

清洁度检测限值通常理解为设定控制限而非采用公差范围。超过该限值并不直接导致故障，但风险增加了。发生错误的概率取决于系统自身的情况（几何形状、流动状态、随时间变化的横截面等）。

零部件或系统可实现的清洁度，很大程度上取决于设计。在设定清洁度限值前应始终检测是否有可能提到相应系统对颗粒污染的容忍性（稳健性），例如，通过引导或减少系统中颗粒的迁移（利用离心力或安装过滤器等）。除了考虑技术和经济方面设定清洁度限值外，另一种可能的方式是降低生产过程中产生的颗粒数量。此方法可通过选择材料和镀层或涂料，通过引入系统的可清洁性，以及在加工过程中减少毛刺和碎屑实现。

因为技术清洁的状况不是一个不变的特征，而是受外部影响可改变的临时状态，比如一个钻孔的直径。因此生产厂与供应商应协商确定何时何地使用清洁度要求。可通过一般适用的供应条件来确定或为个别情况制定（如清洗后、上生产组装时等）。还应当审查其他双方签署的协议，以避免与约定的清洁度要求相矛盾。例如，涉及到合适的包装容器或可重复使用包装物的清洁。还可能需说明仓库位置、存储时间和组装过程的清洁能力。

任何额外的安排都需要验证，以确保它们不与商定的清洁规格相抵触。这可能涉及到合适的包装形式或负责清洗可重复使用包装的人员。可能还需要评估存储位置和时间或在清洁方面使用的装配过程的适用性。

H.2 系统清洁度限值的制定

在许多情况下，系统（如液体和气体）通常包含一个或多个对颗粒敏感的组件（见H.4.2）。由于在该系统中污染颗粒是移动的，因此通常是整个系统链中“最薄弱的环节”决定了整个系统的必要的清洁度水平，类似的汽车流体系统主要有：

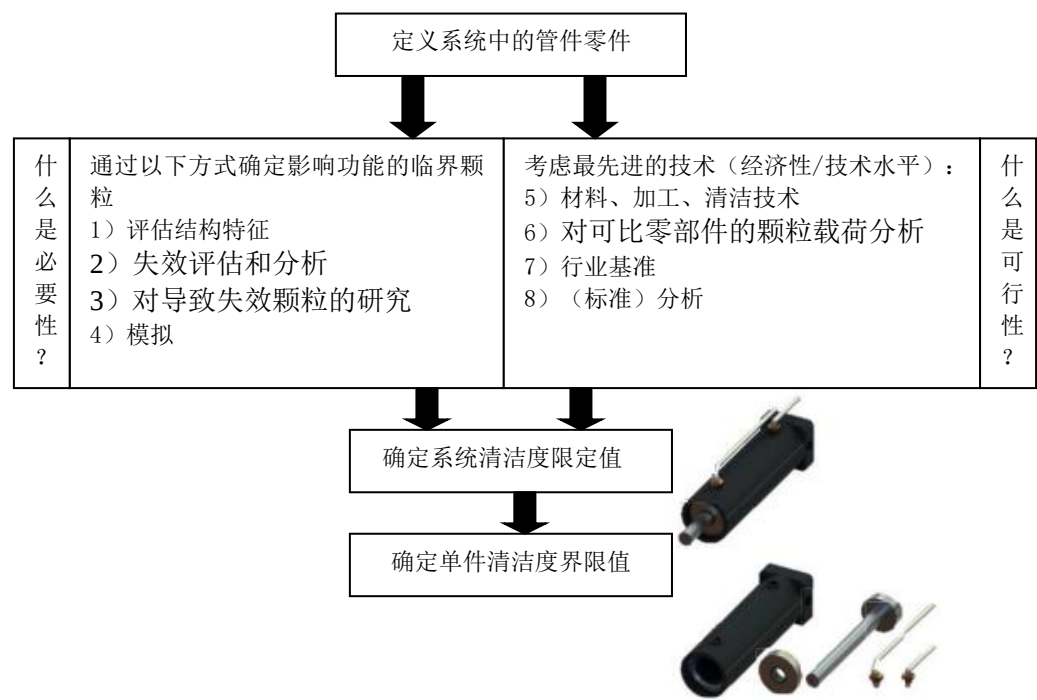
- 燃油系统；
- 润滑油和液压油系统（发动机和变速箱）；
- 制动系统；
- 转向系统；
- 空调和制冷系统；
- 进气和排气道系统；
- 排气后处理系统。

有时零部件分属于多个流体系统，在此情况下零部件的不同区域可适用不同的清洁度要求，清洁度检测时也要相应的区分区域提取颗粒。

识别颗粒敏感区域，如参考介质流通图识别，其目的是尽可能精确地界定影响功能的颗粒污染，需要考虑以下方面：

- 破坏机理或损害程度（堵塞、干扰、电器短路）；

- 颗粒尺寸；
 - 颗粒数量；
 - 材料特性或有风险的颗粒材料；
 - 发生错误的可能性，例如当关闭一个阀；
 - 系统中的局部浓度（临时性的）。
- 第一步应当尽可能考虑图H. 1左侧部分所列示的要点。



图H. 1 制定清洁度规范的程序

第二步，在考虑到图H. 1右侧部分列出的内容后，审核清洁度限值的实际需求，找出是否可以使用最新技术满足这些要求。

只有考虑了必要性和可行性这两个部分后，才能为各个系统制定一个合理的清洁度规范。

- 1) 评估结构特征：首先考虑结构特征如间隙尺寸、阀或系统中滤膜孔径等，哪些几何尺寸的颗粒对流体系统内的零部件的正常功能具有重大影响。还应考虑流动方向以及颗粒在流体中的朝向。对于摩擦面如轴承需要考虑磨损造成的影响，存在截止阀时考虑颗粒的抗剪切性，当涉及到电子系统时需要考虑导电性是否会受到影响。
- 2) 失效评估和分析：如果已经具有系统（类似系统）的相关经验，那么可用检测台检测，也可用批量化产品试验，按照规范中规定来模拟使用或耐受性检测，以及出现的功能失效情况。造成损害的颗粒可通过拆解来分离或通过计算机断层扫描检测来获得尺寸、几何形状和材料方面的特性。
- 3) 对导致失效颗粒的研究，为了检测系统的失效颗粒承受能力，可试着对系统加入颗粒并研究颗粒造成的影响。例如可在真实条件下（压力、温度、转速等）在安装前加入颗粒到系统内或可气化的流动油脂带入。用这类检测来研究哪些颗粒大小、种类和数量会造成系统崩溃，不可逆转损坏或缩短寿命。这些结果可通过监视测试台的参数，例如振动和压力或在检测系统拆解后观察零部件表面来获得。

检测零部件或检测系统也可用透明材料制成,以可视化颗粒的迁移或积累,从而得出有关损坏风险的结论。

- 4) 模拟:评估流体系统的颗粒承受能力的另外一个方法是,采用修改后的软件程序来模拟加入了颗粒的流体,这样可以模拟可视化颗粒的转移。

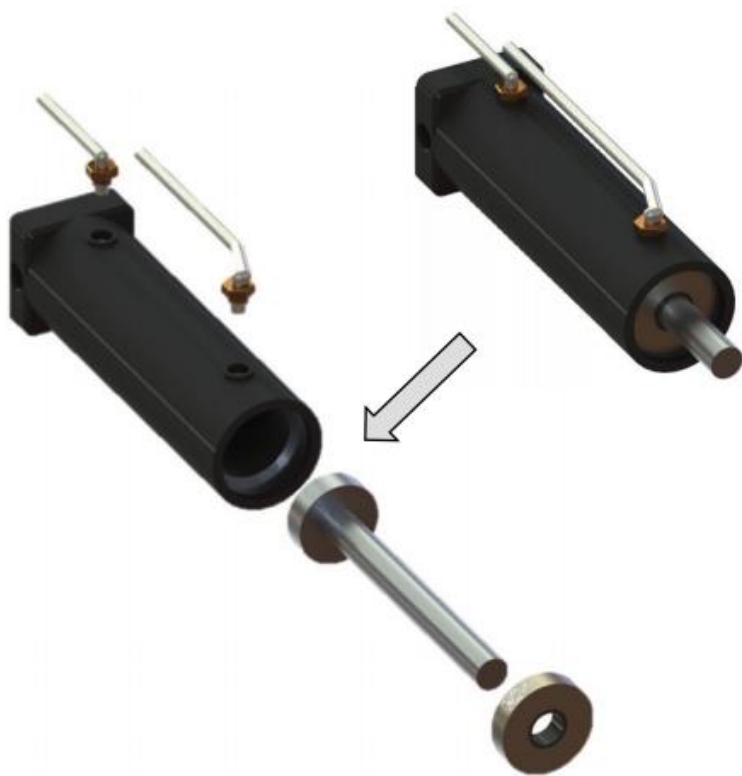
注:根据产品具有的特定性配备检测台或调整软件程序来评估颗粒承载能力,可能会需要很大的技术和资金投入。

- 5) 材料、加工、清洁技术:由于汽车制造中使用的材料和处理方法的类型以及在极短的循环时间内在高成本压力下生产零部件的事实,要达到其它行业如半导体行业或医疗行业的典型清洁度在经济上是不可行的。例如,三班制生产的机加工铸铝零部件不能像医疗设备行业中生产的抛光不锈钢零部件那样彻底清洗。在确定最终清洁度规范之前,应了解机加工和清洁技术的状态。如果不考虑这些事实,那么尽管进行了大量的清洁和后处理工作,但通常仍然无法可靠地达到清洁度规范(见图 H.4)。
- 6) 对可比零部件的颗粒载荷分析:为了粗略了解当前制造方法可达到的技术清洁度水平,可在类似或可比零部件上根据本标准的清洁度分析检测。前提是制造和清洗过程可比以及物流过程和环境条件也必须相似。这些分析还可以确定改善清洁度水平的任何现有潜力。
- 7) 行业基准:在汽车行业和配套供应商行业,为了获得相对标准化的清洁度规范,以供汽车上具有可比使用条件的可比零部件使用。可能有必要就这些极限值达成跨公司协议,例如,供应商可能同意为特定的产品组提供标准化的技术清洁度,或者客户可能要求对可比零部件提供标准化的清洁度,从而使供应商能够规划流程和成本。
- 8) 分析:考虑到上述 1) 到 7) 的清洁度要求,可通过本标准中规定的分析过程来验证,如果供应商无法使用最新的技术设备对其进行验证,或成本过高,那么即使是最完善的清洁度规范也是毫无意义。如果在用户和供应商之间没有对特殊情况达成一致,则使用本标准中描述的标准分析评估清洁度规范。

H.3 零部件清洁度限值的制定

从系统清洁度限值推导出零部件清洁度限值时应当区分两种情况:

- a) 系统清洁度限值是作为排除条件规定的,例如系统中不得出现大于 $x \mu\text{m}$ 的颗粒(不包括纤维)。在这种简单情况下清洁度规范适用于系统相关的所有零部件(与介质相接触的表面);
- b) 整个系统允许有特定的污染量,例如重量值或颗粒尺寸等级。该污染总量是组成系统的各零部件上污染物的总和,即各零部件 i 的极限值之和是系统的极限值(见图 H.2 第一行)。由于大型零部件通常比小型零部件在系统中造成的污染更多,因此在第一步中,系统中的污染量可根据各零部件湿润的表面积(与流体接触)进行分配(见图 H.2 中的第二行)。在实践中,应用修改后的表面参考更有意义。首先,表面参考值保持不变,即单个构件的极限 LV_{comp} 由 LV_{total} 除以系统总表面积 SA_{total} ,再乘以构件 SA_{comp} 的湿表面积计算得到。采用这种改进的方法,在保持系统总颗粒数不变的情况下,各个零部件的极限值通过加权因子 A_i 进行缩放。这使得有关清洁能力或与清洁有关的其他事实的信息可包含在缩放过程中。因此,对于不能经济有效地清洗的低成本小零件、难以去毛刺的复杂零件或涂层零部件取质量系数 $A > 1$ (即零部件上限值),容易去除毛刺的大零部件取质量系数 $A < 1$ (即零部件下限值)。另外可通过其他参数 B、C 等与清洁度相关的因素引入整个系统清洁度,例如,系统里注入油后带入的颗粒负载或在装配期间产生的污染量(见图 H.2 中的第三行)。



图H. 2 如何计算零件清洁度规定值

$$LV_{tot} = LV_{comp2} + + LV_{compn}$$

$$LV_{tot} = \frac{LV_{tot}}{SA_{tot}} * SA_{comp1} + + \frac{LV_{tot}}{SA_{tot}} * SA_{compn}$$

此公式修改为：

$$LV_{tot} = A_1 * \frac{LV_{tot}}{SA_{tot}} * SA_{comp1} + + A_n * \frac{LA_{tot}}{SA_{tot}} * SA_{compn} + B + C$$

- LV_{total} ：系统总颗粒限值
- SA_{total} ：系统与介质接触的表面积
- LV_{compi} ：单个零部件i限值
- SA_{compi} ：单个零部件i与介质接触的表面积
- A_i ： 零部件对应的质量系数
- $B、C$ ： 额外增加的颗粒

H. 4 清洁度限值产生的后果

H. 4. 1 检测质量控制中的技术清洁度

如果客户和供应商之间协商确定了零件的技术清洁度要求，则根据该要求进行清洁度检测。技术清洁度检测遵循下列原则：

- 需要采用适当的专业设备来进行清洗和分析；
- 检测具有实验特性，即需要适当的清洁空间来进行；
- 检测必须由专业人员完成（建议有实验室经验或具有实验室培训的经历）；
- 应当避免人员频繁变动，因为清洁度分析的结果高度依赖于检测人员的经验和一致性的检测程序；
- 由于工作费时且需要人工操作，清洁度试验的数量比其它的质量检测（例如尺寸测量）要少得多（见附件的检测成本示例）。因此，常规质量控制方法未必适应于清洁度检测；
- 零件的技术清洁度波动远大于其他技术特征（见附录 I）；
- 由于技术清洁是一个随时间变化的状态，且受众多因素的影响，应定义清洁规范的确切时间和位置，以及规定从生产线取样和运输（包括包装）到检测地点的具体要求。

注：清洁度检测不必非要在清洁室中进行，检测环境洁净程度的选取要根据检测要求的空白水平来确定，而空白水平又与零件清洁度限值相关（见第6条）。

H. 4. 2 对生产的影响

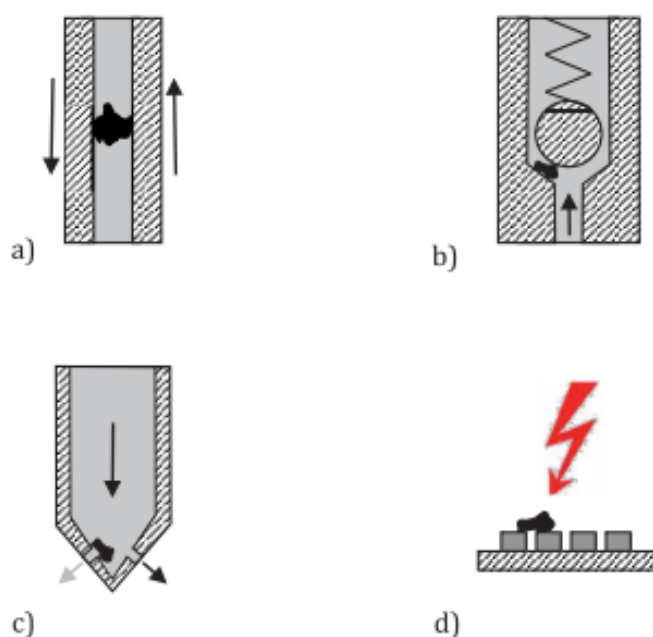
清洁度要求的制定要考虑技术上及经济上的可行性，清洁度要求过高可能导致整个供应链中的制造及再加工成本过高。成本产生在以下方面：

- 材料选取和表面涂层；
- 去毛刺处理等；
- 清洗（见图 H. 4）；
- 物流；
- 生产环境；
- 人员；
- 组装设备和连接过程。

因此在确定清洁度要求时应当适度，仅考虑功能必要的程度而不要超过必要要求（满足必要的清洁度水平，而非尽可能的洁净）。

注：关于从清洁度方面考虑装配设备、物流、工作人员和环境的意见、信息和方法见参考文献[8]。

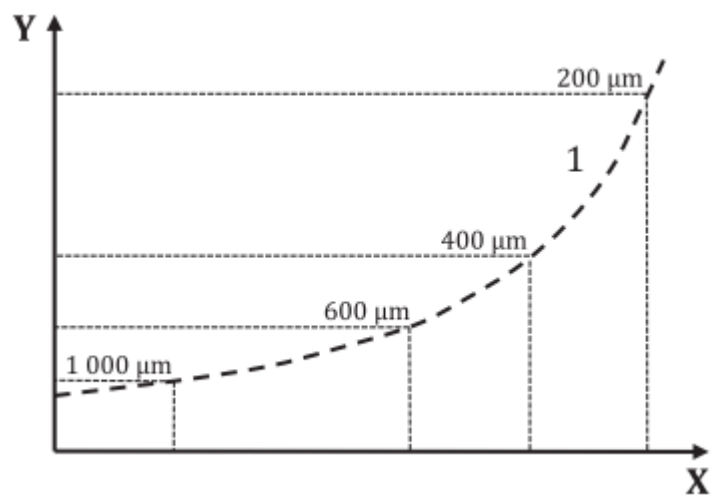
失效机理示例（见图 H. 3）



- 注释：
- a) 轴承和滑动面的堵塞，如涡轮增压器、曲轴轴承、加注泵、缸套等
 - b) 阀门卡滞，如防抱死制动系统、液压装置、制动伺服系统等
 - c) 燃油过滤器或喷嘴堵塞，例如 喷油器、进油孔等
 - d) 触点短路，例如电控单元

图H. 3 失效机理示例

清洁度限值提高时增加的清洗成本



- 注释：
- X 提高清洁度
 - Y 清洁成本
 - 1 单个异常值

图H. 4 清洁成本与清洁度

- 清洁成本升高的因素：
- 更多的新投资；
 - 提取设备维护或过滤；
 - 清洗时间更长；
 - 零件清洗量变低；
 - 更高质量的清洗架或框；
 - 保养；
 - 环境；
 - 人员资质。

H. 4. 3 建立清洁度规范的示例

本示例仅仅是设计的一个案例。对于颗粒尺寸和数量的规定以及本示例中提到的意见和结论仅为示例，实践中可能会完全不同。本示例仅用于说明清洁度规范是如何考虑和结合多方意见来制定的。本示例的零部件是装配有触点的电子元件。

研发状态：
如果导电颗粒桥接电子元件上的触点造成短路，则可能会导致故障。

这种产品的触点距离为400 μ m。

基于该要求开发者先规定了下列清洁度：对于该零件非导电颗粒≥400 μ m是允许的。

咨询质量控制部门：

过去类似的零部件也时而发生过有因导电颗粒造成的故障。清洁度分析也总是发现>600 μ m金属颗粒。

应始终能够使用标准分析方法验证清洁度规范，因为相关零部件可能在无法执行深入分析方法的地方制造。

咨询生产部门：

采购一个新的清洗系统来清洗该零部件，清洁度规范的定义方式是：如果定期进行清洁度检查，则可以确定清洁度水平的波动，以及确定清洗系统的状态。

质量控制部门措施：

同一个制造工艺过程生产的类似零部件曾经做过清洁度分析。为此公司实验室中心采用了进一步分析的方法，深入分析也提供了材料信息和3D尺寸信息。结果显示了以下内容：

- 除了金属颗粒外，也发现了来源于壳体材料的非金属颗粒。这类颗粒的几何尺寸大于1 000 μ m可能导致一个内置继电器发生故障，清洁度规定也应考虑这方面风险；
- 在生产过程中产生的金属颗粒（焊渣、毛刺），尽管可能具有超过400 μ m的长度，但由于它们从未以这个长度接触到表面并导致短路。600 μ m以上的颗粒才造成短路风险。

研发部门措施：

进行了一系列的检测，对所述零部件加入不同尺寸和不同金属及制造过程的颗粒（例如在一个震动检测仪上模拟行驶条件），同时测量零部件的电器功能。

结果表明，金属颗粒容易导致故障。金属颗粒的临界尺寸取决于金属种类。比如结果显示铝颗粒至少从1 000 μ m开始才容易导致故障（可能是因为表面氧化层的影响）。而锌金属颗粒从600 μ m就易引发故障。

零件清洁度规范

基于三个部门：研发、质量控制和生产的意见和建议，制定了表H.1中的清洁度规范。

表H.1 清洁度规范的示例

颗粒大小分级 (μ m)	所有颗粒 (不包括纤维)	金属颗粒
$50 \leq x < 100$	150	无规定
$100 \leq x < 150$	60	无规定
$150 \leq x < 200$	40	无规定
$200 \leq x < 400$	20	8
$400 \leq x < 600$	6	2
$600 \leq x < 1\ 000$	2	0
$x \geq 1\ 000$	0	0

该清洁度规范考虑了以下几点：

- 纺织纤维不受控制，因为它们不影响功能。但在分析时必须能够识别纤维，以便将它们同其它颗粒区分；
- 指定的颗粒大于50 μ m，因为可以使用标准分析程序对其进行测试；

- 较小颗粒尺寸 ($<150\ \mu\text{m}$) 的颗粒数量等级用于在早期阶段识别生产过程 (清洗系统) 中的波动, 因为不能从少数大颗粒来预见该变化;
- 不允许出现大于 $1\ 000\ \mu\text{m}$ 的颗粒, 因为 $1\ 000\ \mu\text{m}$ 被视为关键尺寸, 即使这些颗粒不是金属的;
- 不允许出现大于 $600\ \mu\text{m}$ 的金属颗粒, 因为测试无法确认最初得出的 $400\ \mu\text{m}$ 尺寸在功能上至关重要;
- 把有金属光泽的颗粒归结为导电金属颗粒的光学分析标准方法不是绝对准确的 (这里只能通过进一步的材料分析来确认)。尽管如此, 如果是由熟练的操作员执行自动分析的后续确认工作, 金属光泽仍可作为特征来识别颗粒种类;
- 由于较小的颗粒 ($<150\ \mu\text{m}$) 用于监测趋势而不是表征单个颗粒的破坏潜力, 因此在规格中未分类金属颗粒。这样做是有意义的, 因为颗粒越小数量越多, 人工确认颗粒类型的成本也会增加。此外, 小颗粒分类结果的准确性更加不确定, 并且不同光学分析系统之间对于较小颗粒的可比性也有所不同。

附 录 I
(资料性附录)
技术清洁度—解释和反馈

I.1 解释

零部件的技术清洁度波动比专门创建的任何功能都大得多。这既适用于颗粒数量重量的分析，也适用于颗粒尺寸级别的计数，尤其适用于最大颗粒的长度。

这是由于以下事实：污染物颗粒不是专门产生的，而是以不受控制的方式以许多形状和大小产生的。这适用于在制造过程中或在运输和储存过程中产生的各式各样的污染。在切削加工过程中，例如在加工金属零部件时，产生各种长度、宽度和形状的切屑。其中一些可能再次以残留的颗粒污染的形式出现在零部件上。

注：即使在实验室中通过精密切屑专门生产的切屑，测试也显示出长度仍会波动约20%。

尽管工业零部件清洗厂可高效地减少零部件的总污染量，但现有的波动幅度只能在有限的范围内减小。其中一个原因是滤膜的技术特性（过滤曲线）。例如，清洗系统中的滤膜（洗涤液或冲洗液通过该滤膜流动）将颗粒保持在沿流动方向取向的特定颗粒宽度或高度的上方。然而，通过滤膜的颗粒长度可能仍然有很大的差异。这通常可从清洁度检查结果中最大颗粒尺寸的较大波动看出。

这就是为什么在汽车供应商行业以及其他的过程能力值中，其质量保证标准基准没有放在工业清洁度领域中。

另外一方面在H.1条中，清洁度临界值并非关于公差极限而关于干涉极限，如果零部件的清洁度没有超标，那么不一定会造成零部件组成的系统故障。

如果当临界区域的颗粒在某个偶然的时间点，也可能是在一个系统敏感位置的偶然排列，将会引起故障，这种故障的可能性会增大。

根据本标准进行的清洁度检查的目的不是要检测由清洁度特性的强力波动引起的此类随机事件，而是要识别由于以下原因引起的系统错误：

- 清洁工序或厂房中的错误；
- 工具调整不当或磨损；
- 不合适的包装或储存。

I.2 反馈

出于I.1中所述的原因，针对超出极限值的清洁度检测提出解决方案和反馈，并应进行再检测。首先仔细检查测试条件和测试设备，然后对来自同一批次的第二个零部件进行检查（B测试件）。

若第二次测试也显示已超过限值，那么要升级措施，这种措施未在本标准中规定，而是在客户和供应商之间单独定义。在升级程序范围内采取的其他测试步骤包括：

- 更多零件的检测；
 - 对超过规定的污染颗粒进一步准确的检测，比如对颗粒第三维确定或材料分析。
- 在测试零部件时，如果发生偏差，应在客户和供应商之间单独安排适当的措施。

附 录 J
(资料性附录)
员工培训

根据员工在清洁实验室的具体工作(例如提取、分析、记录……),可能需要不同的培训主题,内容如下:

- 了解什么是清洁度,清洁度是如何实现的,清洁度相对于其他计量值的特殊性;
- 阅读和了解本标准;
- 对清洁度规范的理解和解释;
- 理解什么是空白级别,如何执行,为什么有必要,以及确认是否满足空白标准的规则是什么;
- 了解提取设备的维护和清洁,以确保良好的空白水平;
 - 这可通过评估几个空白水平来检查;
- 了解如何处理、制备和储存零部件,以免遗失或添加任何颗粒;
 - 这可通过验证重复性时,分析多次相同的加载滤膜;
- 根据零件尺寸、形状和材料选择合适的提取方法和参数;
 - 这可通过验证提取曲线的形状来检查;
- 提取曲线形状的解释;
- 根据零件的污染类型和材料选择合适的液体;
- 选择合适的滤膜孔径和材料;
- 知道如何确定重量分析所需的适当温度和干燥时间;
- 了解滤膜的操作、制备和储存,以免丢失或添加任何颗粒或损坏滤膜;
- 在不损失颗粒的情况下执行提取和最终清洗步骤;
 - 可通过验证颗粒回收试验结果来验证;
- 了解图像采集系统的工作原理(显微镜、扫描仪等);
- 图像分析知识(像素大小、灰度值等);
- 有关设备维护和校准的知识。

附 录 K
(资料性附录)
职业安全与环境保护

K.1 概述

由于技术清洁的重要性日益提高,近年来出现了一个新的职业,即“技术清洁检测员”。相应的工作通常需要长时间处理基于碳氢溶剂试验液体。本标准的应用涉及材料、设施和设备的使用,这些材料、设施和设备可能对人类和环境造成危害。本标准不主张处理或排除与其实施相关的所有风险。操作员有责任确保实施健康和安全措施。

K.2 使用检测溶剂的危险

清洁度实验室或清洁度检测间的人员应在工作区域内,创建对日常工作危害的一个评估。本段列举了可能存在的危害,尤其包含典型的在清洁度清洗过程中出现的溶剂和危害评估的过程。原则上由溶剂产生下列危害:

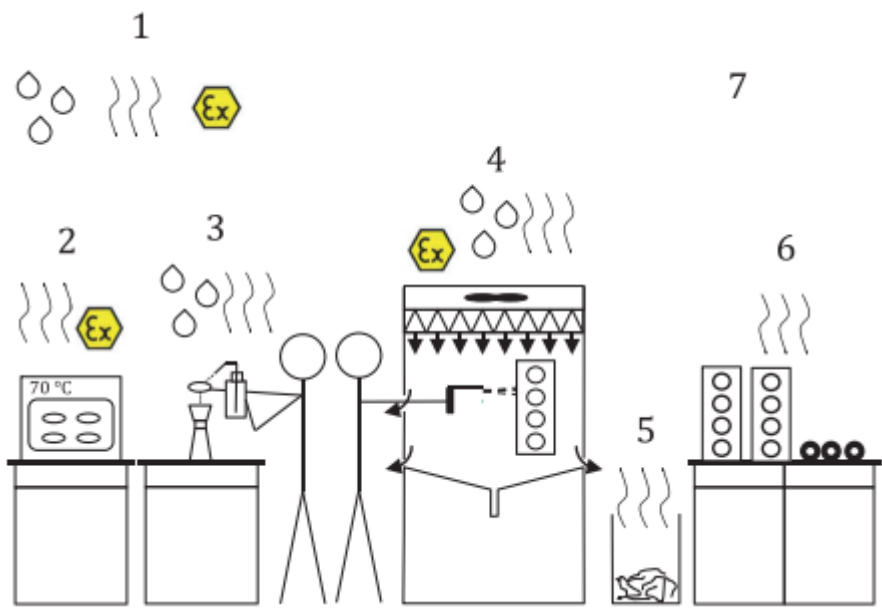
——由吸入或皮肤接触产生的危害:

- 蒸汽或气雾通过呼吸道;
- 对皮肤的油脂脱落。

——物化性质产生的危害:

- 火灾;
- 危险易爆环境。

对清洁度分析应使用无芳香化合物的冷溶剂且闪点 $>60^{\circ}\text{C}$,此措施消除上面列举项目中“火灾”。低闪点清洗剂以冷凝胶和蒸汽形式存在,若超过了爆炸下限(通常对低闪点清洗剂0.6~0.7%)将出现一个爆炸环境。低闪点清洗剂蒸汽工作环境的极限值常为 $600\text{mg}/\text{m}^3$ 。环境中如果是这个值,就没有爆炸的可能性,因为其远远低于爆炸下限。在K.1中提到的其他风险接触性液体,吸入和爆炸的风险与清洁实验室通常执行的各种任务有关。



注释：

- 1 潜在的危害
 - 与液体或气雾接触
 - 接触或吸入蒸气
 - 爆炸的危险
- 2 干燥滤膜
- 3 滤膜处理
- 4 提取
- 5 湿巾
- 6 烘干零部件
- 7 另外
 - 存储或运输
 - 灌注
 - 故障状况或溢出

图 K. 1 实验室中接触溶剂的危害

使用超声波清洗会产生额外的危害，例如，在槽中加热测试液时。

通过对清洁度实验室危害评估，确定潜在危险，则应采取保护措施将其降低至最低。下列顺序列出了优先级（a为最高优先级）。列出的其他要点仅仅是可减少或消除危害的措施，非优先级示例。

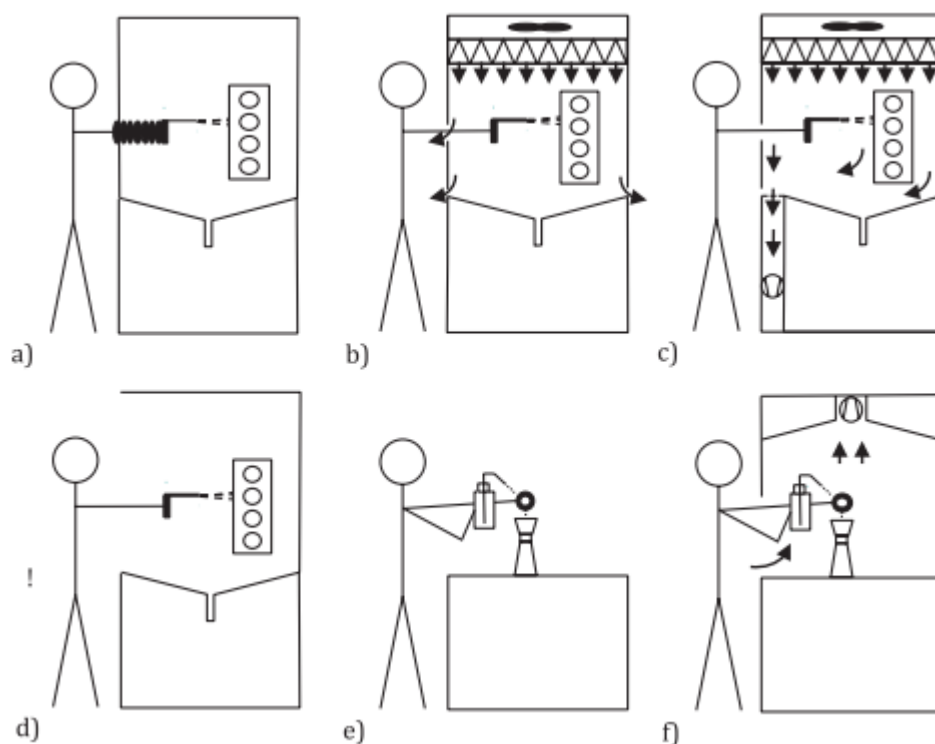
- a) 可替代（举例）：
 - 用含水清洗剂（如果没有影响清洗效果时）；
 - 使用闪点 $>60^{\circ}\text{C}$ 溶剂（例如碳氢化合物）；
 - 使用无芳香类异链烷烃溶剂混合物；
 - 冲洗过程代替有气雾形成危害的喷洗过程；
 - 其他。
- b) 技术措施（举例）
 - 强制通风；

- 清洗工作需要密闭空间内进行但要配置排风系统，必要时要有防爆保护；
 - 干燥区域需要有排风系统；
 - 滤膜干燥，温度要低；
 - 应使用密封垃圾箱放溶剂擦布；
 - 监控超声波清洗温度，如通过达到临界值温度要有自动切断功能；
 - 清洗间中不允许有火源；
 - 喷头喷压应小于 0.7bar。
- c) 组织监控（举例）：
- 控制在干燥箱中已过滤过溶液滤膜的数量
 - 把已干燥零部件放到其他工位
 - 定期处理实验室沾有溶剂擦布
- d) 个人防护措施（举例）：
- 呼吸防护（不作为永久的保护措施）
 - 脸部防护
 - 防液体工服

注：这些风险评估要点清单并不完整。它并没有免除清洁实验室经营者的责任，即获取有关所有有效法规、法律、指南和危害的全面信息，并在风险评估中适当考虑这些信息。

K.3 与使用溶剂的提取步骤相关的潜在危险示例

本节包含不同类型的实验室的例子，可用于在压力冲洗提取以及各种要进行风险评估的例子（见图 K.2和图K.3），尤其注意的是，完全开放的压力清洗室是非常危险的。在这种情况下，个人防护用品要从技术防护的角度来评估。



注释：

- a) 全封闭压力冲洗柜
- b) 有进气和排气的密闭压力冲洗柜
- c) 有进气、排气和吸气的密闭压力冲洗柜
- d) 敞开式压力冲洗柜
- e) 没有冲洗柜的手动压力冲洗提取步骤
- f) 在通风柜下手动压力冲洗提取步骤

图 K.2 使用溶剂的压力冲洗过程和危害

- a) 全封闭压力冲洗柜
在提取后评估
 - 气雾释放
 - 爆炸极限发生的可能性
 - 爆炸危险源
- b) 有进气和排气的密闭压力冲洗柜
清洗后评估
 - 爆炸极限发生的可能性
 - 爆炸危险源
- c) 有进气、排气和吸气的密闭压力冲洗柜
评估排气过程中的爆炸危险。
- d) 敞开式压力冲洗柜
 - 爆炸极限和爆炸危险源
 - 气雾的释放不可避免
 - 溶剂接触最大可能
 仅在防护装备和非长时间工作下允许。
- e) 没有冲洗柜的手动压力冲洗提取步骤
危害与 d) 相同，但由于数量少和冲洗压力较低而降低
 - 评估工位极限值
 - 气雾释放不可避免
 - 溶液接触
- f) 在通风柜下手动压力冲洗提取步骤
 - 非常小的危害
 - 可与溶剂接触
 - 由于低压要注意空白水平

附 录 L
(资料性附录)
此标准中包含的更新摘要

根据已建立的检测方法,本标准包括一些补充、实施以及与ISO 16232(2007)第1部分至第10部分第一版相关的附加主题。

- 更新的符号列表和缩写术语(第4条);
- 关于选择污染物提取和分析程序的附加信息附录A;
- 第6条合格性试验及空白水平,其特别以更清晰和更具约束力的方式描述如何执行和解释提取曲线,例如,通过指定六个强制性提取步骤;
- 在第7条提取方法中,已证明可用液体提取的方法—加压法、超声波法、内冲洗法(以前的功能试验台)和搅拌法—已尽可能由初始参数补充,这些方法皆在以一种有意义的方式缩小参数多样性,从而更容易比较不同的提取过程。还描述了一种预先溶解步骤,该步骤可用于某些零部件,例如,由于存在防腐剂,这些零部件的提取曲线出现迟延衰减;

该条款还描述了两使用空气作为测试流体的新提取方法—空气吹扫提取和空气贯流提取。例如,这些技术适用于在制造或操作过程中不与液体接触的零部件。

- 新的第8条专门用于分析过滤。为了获得光学分析方法的无差错结果,正确选择和精心准备的分析滤膜是绝对必要的。该条款包含有关分析滤膜的选择和适用性的更详细信息;
- 第9条分析方法现在分为三个部分:
 - 第一部分涉及使用重量分析或光学分析(显微镜和新平板扫描仪)进行标准分析。系统和设置的约定现在已经被修正,以提高分析结果的可比性。增加了宽度作为表征颗粒的新特征,同时还包括了纤维定义的标准化标准。
 - 第二部分描述了深入分析方法(过程优化、原因研究),该方法可用于识别材料或确定三维几何形状(如果专门安排,则仅可用于验证清洁度规范,因为涉及的工作量和成本明显高于标准分析)。除了在第一版中已经讨论的SEM/EDX分析之外,现在还可找到其他方法,例如LIBS,拉曼光谱和TR光谱,光学测定颗粒高度和微计算机断层扫描。
 - 第三部分讨论不包括过滤步骤的简化分析方法。这使得能够更快地获得分析结果,并可能在监测数据密集的情况下被证明是有用的。本文再次讨论了液体颗粒计数器,并提出了一种基于光学识别和测量流体中占据分析滤膜颗粒的新系统。由于检测原理的多样性,简化分析得到的结果不能与光学标准分析的结果直接比较。如果在客户—供应商协议中明确规定,它们更倾向于用于验证清洁规范。

- 第10条文档(前第10部分—结果的表示);

用于记录规格或测试结果的粒度等级现在已从以前的1000 μm增加到了3000 μm,增加了三种尺寸。

- 新的第11条测试零部件必要条件。在有关试验对象适当供应的清洁度方面,本条规定了不包括清洁度检查中排除零部件的拒收标准;
- 一份新的资料性附录H,用于说明定义清洁度规范的程序,同时考虑技术要求以及技术和经济可行性方面;
- 新的资料性附录I 解释和反馈描述了当清洁度检查结果超过清洁度规范中规定的允许值时应采取的程序;
- 关于检测人员培训主题的新资料性附录J(工作人员培训);
- 新的资料附录K《职业安全和环境》,特别考虑了一般用于提取过程的冷清洗液方面的问题。

参 考 文 献

- [1] ISO 5598: 2008-09, 流体动力系统和零部件 - 词汇
 - [2] ISO 8573-1: 2010-04, 压缩空气 - 第 1 部分: 污染物和纯度等级
 - [3] ISO 11500: 2008, 液压传动 - 使用消光原理通过自动颗粒计数确定液体样品的微粒污染水平
 - [4] ISO 12345: 2013-03, 柴油发动机 - 燃油喷射设备的清洁度评估
 - [5] ISO 14644-1: 2015, 洁净室和相关的受控环境 - 第 1 部分: 颗粒浓度对空气洁净度的分类
 - [6] ISO 18413: 2015-03, 液压流体动力 - 零件清洁度 - 与污染物提取和分析以及数据报告有关的工作有能力和检测文件
 - [7] VDA 第 19 卷第 1 部分, 技术清洁度检测 - 功能相关汽车零部件的微粒污染, 第 2 修订版, 2015 年 3 月
 - [8] VDA 第 19 卷第 2 部分, 组装中的技术清洁度 - 环境、物流、人员和装配设备, 2010 年第 1 版
 - [9] USP 788, 美国药典 - 注射中的颗粒物质
 - 10] ISO 11171, 液压传动 - 液体自动颗粒计数器的校准
-