

ISO TC 22/SC 5

日期：2006-03-1

ISO/FDIS 16232-7:2006(E)

ISO TC 22/SC 5/WG 12

秘书：AFNOR

公路车辆——有流体循环的部件的清洁度——第7部分：显微分析法确定微粒粒度和计数

文件类型：国际标准

文件次级类型：

文件阶段：(50) 已批准

文件语言：英语

版权说明

本 ISO 文件是国际标准的草案，版权为 ISO 所有。除使用者的国家使用法允许外，未经书面安全许可，该 ISO 草案及其摘录均不得被复制、存储在可修复系统中或以任何形式/任何方式（电子的、影印、重刻等其它方式）进行转移。

允许复制的要求可以由下列 ISO 地址发出或申请者所在国有 ISO 成员。

ISO 版权办公室

邮购地址：56.CH-1211 日内瓦 20

电话：+41 22 749 01 11

传真：+41 22 749 09 47

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

复制需要付费或注册。

违者将被起诉。

目录	页码
前言.....	iv
简介.....	v
1 范围.....	1
2 参考标准.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	2
5 设备.....	2
5.1 准备薄膜过滤器的设备.....	2
5.2 分析设备.....	3
5.3 图像分析.....	7
5.4 自动试样台.....	8
5.5 多图像分析.....	8
5.6 环境条件.....	9
5.7 健康与安全.....	9
6 校正.....	9
7 程序.....	10
7.1 设备的清洗和准备.....	10
7.2 薄膜过滤器的准备.....	10
7.3 微粒粒度分级和计数程序.....	11
8 结果.....	12
8.1 测试报告.....	12
8.2 报告结果.....	13
附录 A (了解性信息) 过滤.....	14
A.1 与萃取设备相连的过滤.....	14
A.2 单独过滤.....	14
附录 B (了解性信息) 场扫描.....	15
附录 C (了解性信息) 边缘微粒的计数.....	16
附录 D (了解性信息) 多图像分析.....	19
附录 E (了解性信息) 图像分析系统的分辨率和刻度.....	20
附录 F (了解性信息) 测试报告示例.....	21
F.1 顾客信息.....	21
F.2 报告和分析信息.....	21
F.3 测试部件信息.....	21
F.4 萃取程序.....	21
F.5 显微分析条件.....	21
F.6 分析结果.....	22
F.7 观察结果/注释 (放大率、光源、灰度、相机设置等).....	22
参考书目.....	23

前言

ISO（国际标准化组织）是全球国家标准团体的联盟（ISO 成员体）。制备国际标准的工作通过 ISO 技术委员会来执行。每个对技术委员会设立的项目感兴趣的成员体都有权出席该委员会。政府的和非政府的国际组织，只要和 ISO 有联系，就可以参加该项工作。ISO 在电工技术的标准方面与国际电工技术委员会（IEC）紧密合作。

根据 ISO/IEC 指南（第二部分）中的规则来起草国际标准。

技术委员会的主要任务是制备国际标准。技术委员会采用的国际标准草案由成员体进行投票。参与投票的成员体中至少有 75% 的赞成票时，该国际标准才能出版。

需要注意文件中的某些部分可能是专利的主题。ISO 不负责识别任何或所有的专利权。

ISO 16232-7 是由技术委员会 ISO/TC 22 所编制，公路车辆，次级委员会 SC 5，发动机测试。

ISO 16232 包括以下部分，总题目为：公路车辆—有流体循环的部件的清洁度：

- 第 1 部分：术语
- 第 2 部分：机械搅拌萃取污染物的方法
- 第 3 部分：高压冲洗萃取污染物的方法
- 第 4 部分：超声波技术萃取污染物的方法
- 第 5 部分：功能试验台萃取污染物的方法
- 第 6 部分：重量分析法确定微粒质量
- 第 7 部分：显微分析法确定微粒粒度和计数
- 第 8 部分：显微分析法确定微粒本性
- 第 9 部分：用自动消光微粒计数器确定微粒粒度和计数
- 第 10 部分：结果的表述

简介

流体系统中的微粒污染物被认为是控制系统寿命和可靠性的主要因素。制造和装配过程中的残留微粒将导致在最初的磨合过程和早期寿命时系统磨损率的显著增加，甚至引起灾难性的失效。

为了获得部件和系统的可靠性，必须控制在制造过程中引入的微粒的数量，进行微粒污染物的检测是控制的基础。

本标准系列的起草就是为了填补汽车工业的需要，因为现代汽车流体部件和系统的功能和性能对单个或一些危险的微粒粒度很敏感。因此，标准要求对萃取液体的总量和用经过批准的方法采集的污染物的总量进行分析。

本标准系列基于现存的 ISO 标准，如 ISO/TC131/SC6 开发的那些标准。这些标准已经被增补、修改，并开发了新的标准来使标准全面化，以测量和报告适合于汽车流体循环的零部件的清洁度。

本标准定义了利用微观试验（金相试验）法确定从被分析部件上剥离并收集到的微粒污染物（采用已批准的萃取方法）的粒度分布。

与其它的污染物萃取和分析标准方法相比，因为部件的作用/功能可能会被某个或某些重要的微粒所削弱，所以必须分析所有的萃取液体。

公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 7 部分：显微分析法确定微粒粒度和计数

1 范围

本国际标准定义了用规定的光学显微镜（LM）或扫描电镜（SEM）来确定污染物微粒（从部件上萃取而沉积在薄膜过滤器的表面）的粒度和数量的方法。测量结果为薄膜过滤器上的微粒粒度分布。

若零部件的功能会因某个或某些重要的微粒而削弱时，必须对整个薄膜过滤器的表面进行全面分析。

这些分析可以手动进行，或若有合适的设备可用的话，也可以利用图像分析技术进行全自动分析。

注 1 手动进行全表面计数是一项困难而累人的工作，而且容易出错。因此，如果按本标准所描述的方法来准备薄膜过滤器的话，推荐使用自动计数系统。

注 2 计数和粒度分级的结果取决于许多参数，如显微镜的类型和模型、放大率、光源和其它设置。

2 参考标准

以下参考文件是使用本文件所必不可少的。对于有日期的参考文件，仅所引用的版本适用；对于没有日期的参考文件，其最新版本（包括修正）适用。

ISO 16232-1，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 1 部分：术语

ISO 16232-2，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 2 部分：机械搅拌萃取污染物的方法

ISO 16232-3，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 3 部分：高压冲洗萃取污染物的方法

ISO 16232-4，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 4 部分：超声波技术萃取污染物的方法

ISO 16232-5，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 5 部分：功能试验台萃取污染物的方法

ISO 16232-10，公路车辆——有流体循环的部件的清洁度—第 10 部分：结果的表述

3 术语和定义

在 ISO/DIS 16232-1 中给出的术语和定义适用于本文件。

4 原理

根据 ISO 16232-2、ISO 16232-3、ISO 16232-4 和 ISO 16232-5 中所描述的方法，从测试部件上萃取微粒所用的所有萃取液体在薄膜过滤器上进行过滤，然后用显微技术对分离的微粒进行计数和粒度分析。微粒的粒度由微粒的最长尺寸决定。

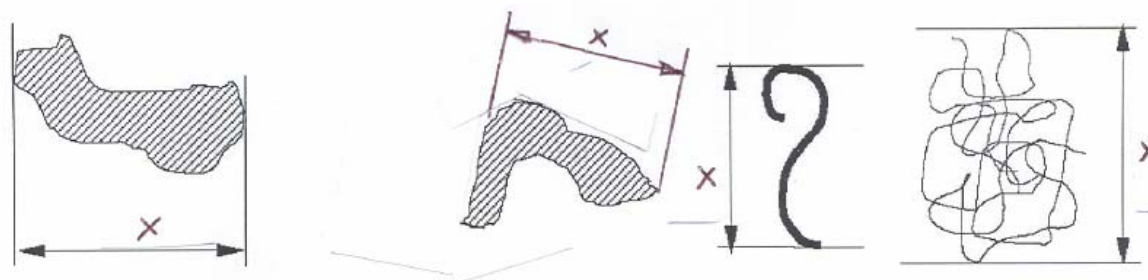


图 1 — 微粒的最长尺寸

光学显微镜利用微粒与薄膜过滤器表面的光对比来确定微粒粒度，这种对比主要通过调整亮度度（光线强度）而获得。利用 SEM 进行微粒计数的基本原理是背散射电子强度的不同而形成材料对比。

注 因为探测机制是基于不同类型的对比，所以从光学显微镜和扫描电镜所获得的计数结果没有可比性。

根据预测的污染物数量和清洁度规范中要求的相应粒度范围来选择过滤器和分析系统。

5 设备

5.1 准备薄膜过滤器的设备

5.1.1 若需要，一个可控的非通风烤箱，温度可保持在 $80 \pm 5^\circ\text{C}$

5.1.2 薄膜过滤器应该与过程中所用萃取液体和任何冲洗液体或化学药品相容，其孔径应该适于收集最小粒度的微粒，其直径应该足够大以避免微粒的接触和重叠（这样的结合可能引起误差）。

当使用光学显微镜时，在微粒与薄膜过滤器的表面应该有良好的光对比。

对于扫描电镜，应选择光滑而平整的过滤器（如聚碳酸酯、硝酸纤维素、醋酸纤维素、聚酰胺）

注 1 开有用于光学显微镜手动微粒计数定位的格子的薄膜过滤器不能用于图像分析自动微粒计数。

注 2 为了简化检查，推荐使用孔径小于被分析的最小微粒的 1/3 的薄膜过滤器。

5.1.3 有两种方法从萃取液体分离微粒，描述如下：

1) 薄膜过滤器的固定装置连接到萃取设备：薄膜过滤器的固定装置直接安装在收集设备的排水口下方。为了在过滤过程中对特殊对微粒粒度进行预选，可能需要按次序地安装几个薄膜过滤器的固定装置。设计该设备时，应该避免微粒在管道系统中的沉降或损失。

注 1 可以用孔径在较宽尺寸范围的筛网型滤片进行预选，该滤片可以是金属的或聚合物的。如果那样，则滤片的固定装置也要小心地设计，以使其能很容易地用于萃取而不致造成微粒损失。

2) 将萃取液收集在合适的容器中，然后用由以下部件组成的单独过滤设备进行过滤：薄膜过滤器的固定装置底部安装一个适当尺寸的、用夹钳固定的漏斗、能容纳全部萃取液的真空瓶。

过滤设备的清洁度应该符合被测部件的预测清洁度，这应在空测试时就被确认。

设备图见附录 A。

5.1.4 根据检查文件中的规定使用冲洗液体，所用液体应该与过程中所用的所有设备都相容。

5.1.5 冲洗液体的来源按检查文件中的规定。

5.1.6 溅射设备只适用于使用 SEM 的情况，因为它要求薄膜过滤器上有一层导电膜。

注 1 溅射层的首选元素是碳，其次是其它元素，如金、银等。因为薄膜过滤器一般都是用有机材料所制造的，溅射碳层比溅射金层对测量结果的影响小得多。

注 2 在有些类型的 SEM 中，因真空度的降低而可能电荷也减少，这样就会影响一些图像的分辨率。

5.1.7 能转移薄膜过滤器而不损坏它们的镊子。

5.1.8 能产生至少 65kPa 真空度的真空装置。

5.2 分析设备

5.2.1 综述

5.2.1.1 图 2 是在薄膜过滤器上进行显微微粒计数的相关设备。在计数过程中，因为镜头与探测器的等级，在光学显微镜与扫描电镜之间会产生差异。对于 LM（光学显微镜）和 SEM，在全表面分析过程中，同样都使用计算机辅助记录和计数的图像分析技术。

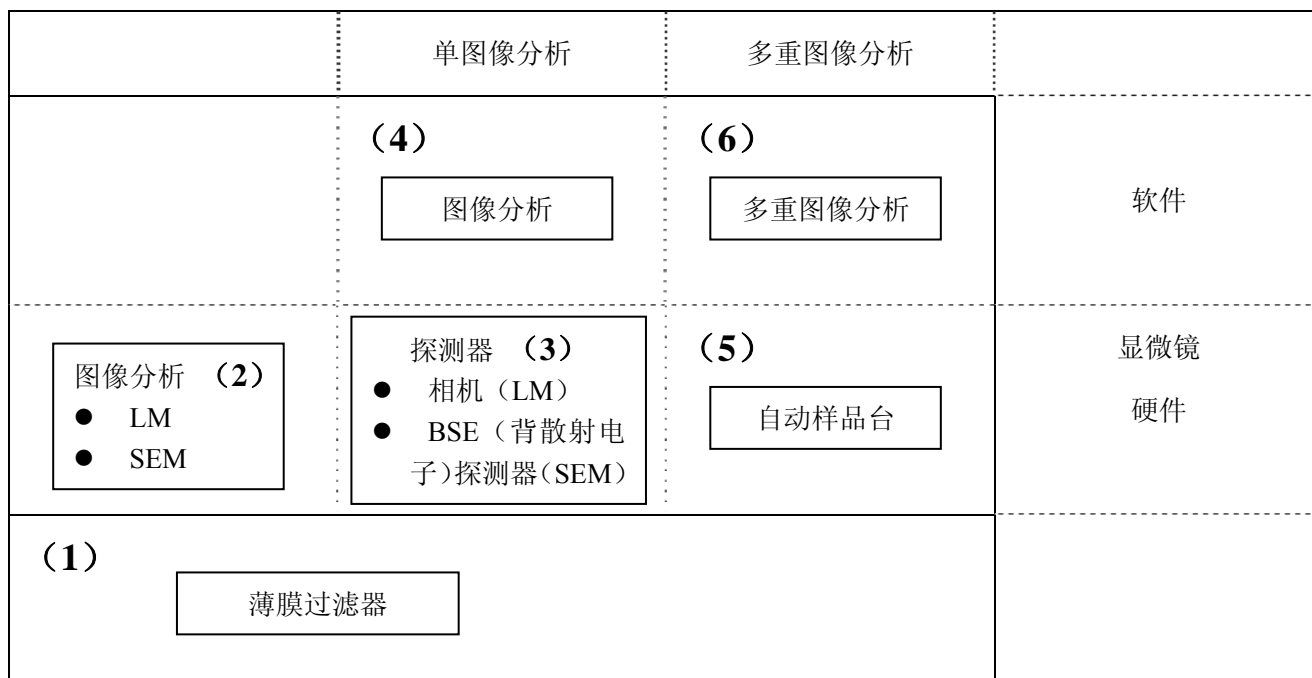


图 2 — 薄膜过滤器显微分析的图形表示

5.2.1.2 将包含从测试部件萃取的微粒的薄膜过滤器 (1) 放置在取样台上, 经过光学系统 (2) 以放大的形式成像。对于光学显微镜, 放大过程通过使用合适的光源而获得, 该光源能均匀地照亮视场和带有一个或多个物镜和一个目镜的光区, 这也是手动/目视计数和粒度分级的最低要求。对于 SEM, 则是在真空室中被聚焦的、高能电子束对试样进行扫描。

5.2.1.3 这种看到的放大信息由探测系统 (3) 来收集——对于光学显微镜, 探测系统为一部摄像机或数码相机, 而对于 SEM, 探测系统则为一个能探测到材料对比度高的背散射电子的探测器, 然后在图像分析器中进行分析——将微粒从薄膜过滤器背景上分离开来, 用预设的计算法则进行测量和计数。用所描述的部件 1-4, 可以进行单图像分析。

5.2.1.4 对于显微镜视场以外更大区域的自动分析, 如薄膜过滤器的整个表面计数, 就需要以下两点:

— 自动试样台 (5), 可以同步地推动光学系统下面的薄膜过滤器。这样, 取样台的控制就可以与图像分析软件连接/组合起来。

— 该软件也应能将记录的几个图像中获得的数据联系/结合起来, 以便进行薄膜过滤器 (6) 的有效过滤面积以内的全面的微粒分析。关于场扫描的更多信息见附录 B。

5.2.1.5 表 1 总结了用于微粒计数和粒度分级的不同类型的显微镜的特性。

表 1—用于微粒计数的不同类型的显微镜的特性

显微镜类型	光学显微镜		SEM
	标准显微镜	立体显微镜	
微粒测量范围	>2 μ m(取决于物镜)	>25 μ m	>20nm
探测原理	亮度对比	亮度对比	材料对比
景深	低	高	高

注 最大可测尺寸(粒度)取决于设备类型。

5.2.2 光学显微镜

5.2.2.1 标准显微镜

5.2.2.1.1 对于标准光学显微镜,所观察的视场要么是通过单目镜,要么是通过平行的双目镜(光路相同)。对于手动计数,目镜上配有千分尺刻度;当进行自动计数时,视场的获得是通过用装配在目镜上或者专用调节器(通常指显微镜的三目镜头)上的数字芯片,或者数码相机,或者摄影机来完成。放大倍数通过可交换镜头来进行选择。

5.2.2.1.2 显微镜的放大率、分辨率和景深通过所选的镜头来进行设置。微粒精密测量的决定性参数是镜头的光学分辨率(并不是放大率),它由所用光的波长和镜头的数字光圈所决定。

微粒计数程序的镜头的选择依据:其光学分辨率≤被测的最小微粒的粒度的 1/10。如果必须计数和分级微小粒子(<20 μ m),那么采用 1/10 规则将会使测量时间很长,因为镜头的分辨率越高,视场越小。对于这样的情况,选择镜头的依据就是:其分辨率最多为最小微粒粒度的 1/5。对于普通的显微镜镜头,下表给出了这两种情况的例子。

表 2 — 光学显微镜的放大率和最小可观测微粒粒度举例

目镜放大率 (×10)	物镜	数字光圈	分辨率 μ m	最小微粒粒度 μm 10×光学分辨率	最小微粒粒度 μm 5×光学分辨率
×50	×5	0.10	2.5	25	12.5
×100	×10	0.25	1.0	10	5
×200	×20	0.50	0.5	5	2.5
×500	×50	0.7	0.35	3.5	1.7

5.2.2.1.3 亮度设备和取样台通常一起装入显微镜。

5.2.2.2 立体显微镜

对于该设备，视场通过两个角度稍微不同的目镜（带有用于手动计数的测微尺）观察。这样，对观察者来说图像就似乎是三维物体。这样的显微镜可能也装配有照相机系统以用于图像分析。通常，该类显微镜通过选择放大率可具有缩放功能。和标准显微镜相比，该类显微镜的放大率或分辨率较低。但是它们具有很大的视场和很高的景深，因此适合于大粒子的快速计数。最小粒度 $25\ \mu\text{m}$ 可以用作参考值。为了能进行正确的、可重复的测量，应该在规定的位置安装缩放功能。

通常，亮度设备和取样台都没有连接到显微镜，因此随后要进行修正。

5.2.2.3 亮度

5.2.2.3.1 亮度类型的选择取决于薄膜过滤器和所探测的微粒。通常使用入射光和透射光。有时是各种亮度方法联合使用。

5.2.2.3.2 当用图像分析进行自动测量时，显微镜成像区域的亮度应该随时间而均匀、恒定：

- 对微粒计数程序中所用的所有放大率都要保证均匀性；
- 为了使亮度均匀化，可以使用散射滤光器；
- 若需要，供应给光源的电流也应保持稳定；
- 亮度设备应该与显微镜连为一体，或者至少能固定在一个位置以防亮度中无意识地改变而确保结果的可重复性。

注 亮度的均匀性通常用微粒计数程序中需要的、同一个图像分析软件进行检查。

5.2.2.4 照相机

5.2.2.4.1 通常，使用摄影机或数码相机。二者都含有由一组光感元件组成的照相机芯片。

像素的数目或照相机芯片的容量必须适合于显微镜镜头的分辨率。与光学分辨率类似，这里被测的最小的微粒尺寸也应能在 10 倍或 5 倍照相机像素（对于小微粒，见 5.2.2.1.2）上再现。

注 增加像素并不会改善测量结果，因为系统的分辨率受限于镜头的光学分辨率。另一方面，若减少像素，则镜头的分辨率不能全部被利用，结果将导致信息丢失和测量错误（对于小颗粒）。

5.2.2.4.2 照相机的感光灵敏度与亮度强度类似，也影响分析图像。为了得到精确的、可重复的测量结果，应该使用规定的可固定的光敏设置来运行照相机。应该关闭调节亮度的自动功能。

5.2.3 扫描电镜 (SEM)

5.2.3.1 电子眼系统

要成像的试样在真空系统中用细聚焦、高能量的电子束进行逐点扫描。在该过程中，从试样发射的电子被合适的探测器所俘获。这些信号的强度与电子束的实际位置共同构成了图像信号信息，这样观察者就收到了放大的图像。

放大率取决于试样扫描区域的尺寸，选择区域较宽。可用系统的大部分都受限于最大粒度范围，这个范围由显微镜的最小放大率决定。

电子束施加给试样的电荷应被消耗以防止微粒被充电而对图像质量产生负面影响。使用导电试样进行放电。因为薄膜过滤器通常是不导电的，所以应选用如下两种方法中的一种：对于高真空 SEM，通过沉积碳而使试样导电；对于低真空 SEM，通过真空中残余的空气分子来消耗这些电荷。

注 在 SEM 中电子束的电流强度相当于光学显微镜中的亮度强度。电流的稳定性对于分析的质量至关重要。在开始进行分析前，电子枪要充分“热身”以确保发射电子的稳定性。

5.2.3.2 探测器

确定薄膜过滤器上的微粒污染物的数量时，应使用背散射电子探测器 (BSE)。图像由探测器的信号产生，这些信号主要是因试样中材料的不同而产生的对比度不同而创造的。

与薄膜过滤器（通常是有机物）的表面不存在材料对比度的微粒不能被自动探测到。

对于每个试样类型都应调整亮度对比度。

5.3 图像分析

图像分析软件将图像的某些区域分成微粒区域和薄膜过滤器的背景区域。图像在整个亮度范围从黑色经灰色过渡到白色。对于微粒分析，通常使用 256 种色阶。确定极限灰度值，在该值以下的所有图像点和相应的像素被认为是微粒，所有极限值以上的被认为是薄膜过滤器背景（反之亦然，取决于光照情况、过滤器的颜色和微粒类型）。

注 1 对于光学显微镜的物镜或照相机的分辨率（见 5.2.2.1.2），分析图像的像素分辨率（ $\mu\text{m}/\text{像素}$ ）应 \leq 被测最小粒度的 1/10 或 1/5（对于小颗粒）。

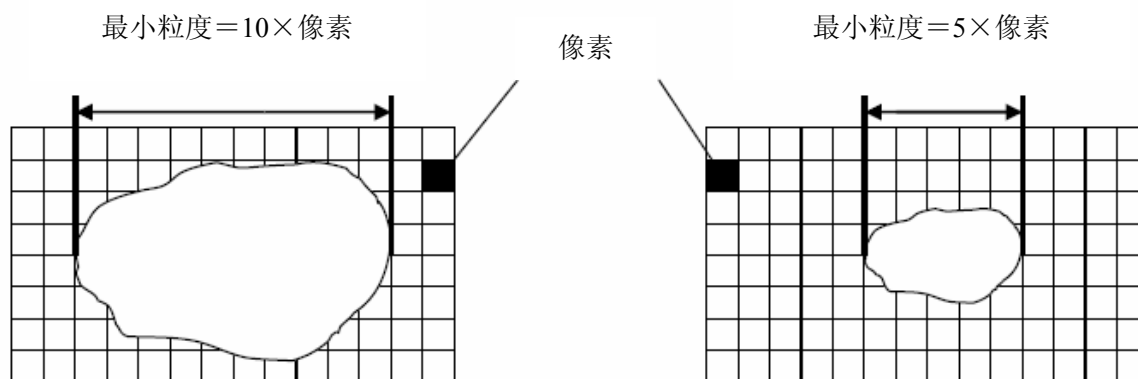


图 3 — 分析图像的像素分辨率

极限灰度值的确定对于微粒的测量是至关重要的，因此每次测量前，操作员都应进行确定（见第 7 节）。

注 2 为了补偿光学系统的视场亮度的不均匀性，特别对放大率低的情况，都要用软件进行测量图像斑点校正。这样，在预测试中测量的亮度不均匀性就会被软件从测量图像中消除。

注 3 为了提高对比度或凸显微粒结构的边缘的附加软件过滤不能用于自动测量，因为它们经常是产生莫名其妙的测量错误的原因。

5.4 自动试样台

对定位轴的精度要求很高，因为：

- 如果进行自动分析，薄膜过滤器应该被完全分析到；
- 需要稍后进行手动分析的微粒应确保其能被找到。

增加精度应该在可探测的最小微粒范围内，如 $5\mu\text{m}$ （根据 ISO 16232-10 的粒度分级）。

注 使用 SEM 时，如果试样台的移动路线足够，并且真空室足够大，则可以实现装配几个薄膜过滤器，以进行连续而自动的分析。焦点距离应保持超过该路径长度。

5.5 多图像分析

图像分析软件应允许微粒暂时放置在视场的框架上，以记录其实际尺寸。

有几种方法（见附录 C）。

该系统应能毫无间隙或交迭地重新找到像场或测量框架。

当使用光学显微镜时，照相机应能随试样台一起运动。当使用 SEM 时，应确保电子束的扫描方向与试样台的运动相一致（见附录 D）。

5.6 环境条件

执行分析的环境的清洁度必须适合被测部件的预测清洁度，这应在执行空测试的时候就确认。

显微镜的放置地点应避免环境因素的影响，如建筑物的振动或影响成像质量及微粒测量精度的外部光线。如果这些因素不能被控制，应该采取适当的措施（减震器，封装等...）。

5.7 健康与安全

5.7.1 应该一直遵守当地的健康与安全程序，任何设备都应当按照制造商的说明书进行操作，并在适当的地方使用个人防护用品（PPE）。

5.7.2 程序中所用的化学品可能是有害的、有毒的或易燃的。在制备和使用这些化学品时应当养成良好的实验室习惯。应当小心谨慎地确保化学品与所用材料（参考材料安全数据表[MSDS]）的兼容性。按照供应商提供的 MSDS 中描述的安全规范进行安全操作和使用。

5.7.3 挥发性液体：应当注意易燃液体，确保根据 MSDS 一在低于其燃点温度并远离潜在点火源的情况下使用。应当采取适当的措施避免吸入这些溶液挥发的烟雾。总是使用适当的防护用品。

5.7.4 与电相关的：在使用电源时应当特别小心。

5.7.5 静电：静电荷（流体流动摩擦产生）的累积应该被消除，不允许累积到放电并产生电火花。有风险的地方（特别是与挥发性液体相关的真空部分）应安装接地装置。

5.7.6 处置：所有液体和物质都应当根据当地环境程序来处置。溢出时应当按照 MSDS 中描述的方法进行清理。

6 校正

微粒图像的测量尺寸指微粒的真实粒度，校正因数是图像中所测的长度与微粒真实粒度的比值。因此，在进行长度校正时，与图像刷新时相关的系统的所有部分都应该同时进行校正。这意味着应结合以下各点设定“标准值/刻度（如：显微镜目镜的上的千分尺）”的比率（见附录 E 的例子）：

- 手动测量所用的光学显微镜的目镜刻度；
- 手动图像测量所用的摄像机屏幕上的标尺刻度；
- 用图像分析技术进行自动测量时数字化图像的像素大小。校正因数被编入图像分析软件。

目标刻度应该被确认。

应该对薄膜过滤器表面微粒的测量所用的所有放大倍数进行校正。对于有缩放功能的系统（如立体显微镜），放大率应该被固定。

每年应该进行一次校正，光学系统为主要校正部位（调节工作性能、修正等）。

注 如果 EDX 系统的软件与进行微粒计数和粒度分析的标准 SEM（有或没有元素分析）联合使用，一定要注意这一点：必须用 EDX 系统产生的图像进行长度校正，因为该装置拥有自己的扫描发生器，可以用来控制测量时的电子束。这样，在某些情况下，所获得的图像可能与单独从 SEM 上获得的图片不同。

7 程序

7.1 设备的清洗和准备

准备干净的过滤设备、薄膜过滤器固定装置、收集和冲洗容器、镊子和分析设备。对要求设备具有的清洁度等级为：其污染物不能显著影响最终结果，并且应该适合被测部件的预测清洁度等级。在进行空测试时应该确认该清洁度等级（见 ISO 16232 的第 2~5 部分）。

7.2 薄膜过滤器的准备

7.2.1 概要

根据萃取程序中所用的萃取类型和设备，有两种过滤萃取液体的可能性（实例见附录 A）：

- a) 用直接与萃取设备相连的过滤设备过滤萃取液体；
- b) 先将萃取液体收集在合适的取样容器内，然后再用单独的过滤设备进行过滤。

7.2.2 试样准备

— 对于情况 a)，不需要准备萃取液体，因为在执行萃取程序时会直接进行过滤。

— 对于情况 b)，特别是当需要存储或运输萃取液体时，应该检查取样容器，确信其被可靠密封，以避免环境污染物影响液体的清洁度。过滤前，应该清洗取样容器的外部。如果试样需要保留一段时间，则会发生微粒沉降甚至因此而导致的团聚。团聚应该被打碎，并且微粒要均匀分散。可以通过手动或自动摇晃或者超声波来实现这一点。不论选择哪种方法都不应改变初始的粒度分布。

7.2.3 利用真空过滤进行微粒分离

7.2.3.1 用镊子捏取所选的薄膜过滤器，将其放在固定装置的中央，关闭固定装置，并将其连接到过滤设备，或者对于 7.2.1 的情况 b)，将漏斗放到薄膜过滤器上，不要滑动。使固定装置安全可靠。将真空装置连接到真空瓶或者固定装置。若需要，在过滤前将薄膜过滤器接地。

注 1 若需要，冲洗薄膜过滤器到两面。

注 2 在 ISO 16232 系列中，单词“earthing”和“grounding”均指接地。

7.2.3.2 根据检查文件中的描述执行萃取程序，或者对于 7.2.1 的情况 b)，将取样容器中的全部萃取液体倒入漏斗，并仔细冲洗容器，冲洗液也进入漏斗。

7.2.3.3 对过滤设备抽真空。当过滤过程快要完成时，用测试液体或干净的冲洗液体仔细地冲洗萃取设备或漏斗。不能将液体流直接冲到薄膜过滤器的表面，因为它会打乱微粒的分布状态。

注 若需要，补充足够的冲洗液体到过滤设备，以将薄膜过滤器上的取样液体冲洗干净。

7.2.3.4 关闭真空，打开过滤器固定装置或升起漏斗，取下薄膜过滤器。

7.2.3.5 通过蒸发冲洗液体来干燥薄膜过滤器，或对于萃取时若使用的是水基清洗液体，则可在不通风的

烤箱中进行干燥。

7.2.3.6 若用 SEM（要求试样导电）对薄膜过滤器进行分析，则需要用合适的溅镀装置在薄膜过滤器上镀上一层导电元素。

注 在准备、搬运和分析程序中，要特别小心以避免微粒的损失。

7.2.4 确认

根据 7.2.2 和 7.2.3 准备一个薄膜过滤器，过滤从测试部件上萃取微粒所用的全部液体。用合适的放大倍数和亮度来观察薄膜过滤器，确定微粒均匀分布在过滤器的整个表面，没有接触或重叠。

如果发现微粒接触或重叠，则将该薄膜过滤器废弃，根据以下描述重新准备一个薄膜过滤器，过滤同样部件萃取到的液体：

- 选择较大直径的薄膜过滤器；
- 准备多个过滤了萃取液体的薄膜过滤器。

当过滤程序最优化时，准备薄膜过滤器用于计数和粒度分级。

注 如果薄膜过滤器上保留大量与分析结果无关的很细小的微粒，则可能需要选择较大孔径的薄膜过滤器，以获得较好的对比。

7.3 微粒粒度分级和计数程序

7.3.1 在规定的粒度范围内对微粒进行分类。在检查文件中给出相应的粒度，粒度等级的定义见 ISO 16232 第 10 部分—结果的表述。

7.3.2 不管是手动测量还是自动测量，都要分析薄膜过滤器的全部有效过滤面积。一定要小心仔细，确保测量区域完全衔接，没有任何间隙和重叠（见附录 B 和 D），以避免微粒的漏检或重复计数。

7.3.3 测量区域边缘的微粒也必须被计数，并测量其粒度（见附录 C）。

7.3.4 根据 5.2 的表 1 和表 2 选择显微镜类型和适当的放大倍数。

7.3.5 薄膜过滤器应被固定在显微镜上的固定装置上，或对于 SEM，则固定在有稳定真空度的真空室上。

7.3.6 对于手动计数，光学显微镜的亮度设定原则为：视场或者观察屏上的微粒应能被观察者以最大对比度而观察到。同样，SEM 的加速电压和电子束电流等参数的设定也应遵循这样的原则。

在薄膜过滤器的有效过滤面积内都要进行微粒计数和粒度分析。当每次改变视场和需要重新调整而移动试样时应重新对焦。

7.3.7 对于自动计数：

a) 打开光学显微镜的照明并进行“预热”。如果使用 SEM，应调整电子束的参数，并“预热”阴极，直到得到稳定的电子束。特别地，对于光学显微镜，精确聚焦是确保正确测量的要素。因此，应至少选择薄膜过滤器的三点（尽可能等距），通过控制它们的焦点，来进行水平度的检查。通过使用自动聚焦相机或用透明的、不反射的盖子（如：将其夹在两玻璃片之间）将薄膜过滤器固定等方法，使整个薄膜过滤器上的图像被充分聚焦。上述盖片厚度的选择原则为：在所用的放大倍数下，微粒在焦点上。立式显微镜或 SEM 的景深很高，所以对于这方面的问题不像标准显微镜（带有高放大倍数的物镜）那么重要。

b) 调整显微镜和图像分析系统，获得最多的、可重复的图像信息：

c) 只要是光学显微镜，灵敏度、亮度等相机设置都应与测量模式中所用的一样。应关闭自动调整亮

度的功能，从低亮度开始，缓慢增加亮度，同时观察视场的灰度分布，直到图像的初始像素达到图像分析的“白色”等级（通常，255）。这样就确保利用了图像分析的全部动态范围，而不会有图像过度曝光的现象。然后用该亮度设置进行测量。对 SEM 来说，类似的程序为调整 BSE（背散射电子）探测器的灵敏性，以使用图像分析仪的全部动态范围。

d) 进行微粒测量时极限灰度值的选择：操作者应选择极限灰度值以使“二进制化”后相应的粒度与原始图片中所观察到的粒度相同。这意味着选择极限灰度值时应该：①微粒周围没有被误看作微粒的薄膜过滤器背景；②不会只记录部分微粒。

注 当进行全表面自动测量时，应该确定有效过滤面积上几点的极限灰度值，以确保完全分析时数据的正确性。

e) 开始自动测量。

注 1 为了检验自动测量的结果，应手动检查一些较大微粒（通常为特别重要的、可能削弱部件功能的一些微粒）以确认其粒度分级的正确性。

注 2 在自动测量完成以后，应当手动测量所检测微粒的特性（不包括尺寸）。例如，用图像分析技术易于测量出微粒的长宽比为 1: 10，但是不能确定所测的是纤维还是金属碎片。这种类型的微粒可能对部件的功能有负面影响或无影响。微粒材料的分析除外，可以用 ISO 16232 第 8 部分（显微分析法确定微粒本性）的 EDX 系统自动进行材料分析。

8 结果

8.1 测试报告

测试报告应该包含所有能用于解释结果的信息，如微观测试条件等。测试报告的实例见附录 F。

8.2 报告结果

根据 ISO 16232-10，报告部件清洁度测试结果。

附录 A (了解性信息)

过滤

A.1 与萃取设备相连的过滤

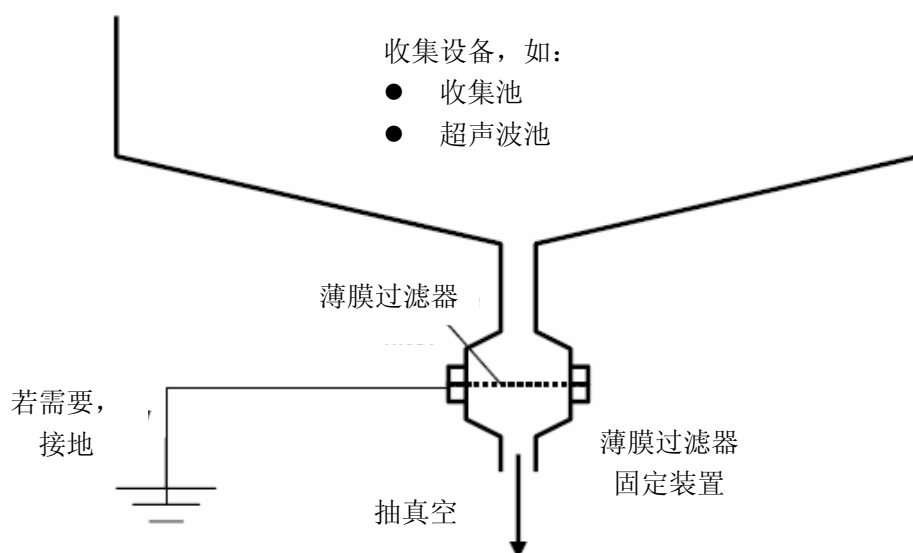


图 A.1 — 与萃取设备相连的过滤

A.2 单独过滤

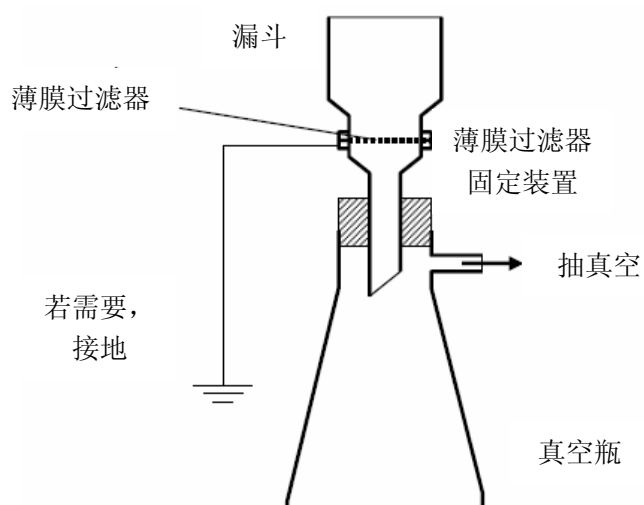


图 A.2 — 单独过滤

附录 B (了解性信息)

场扫描

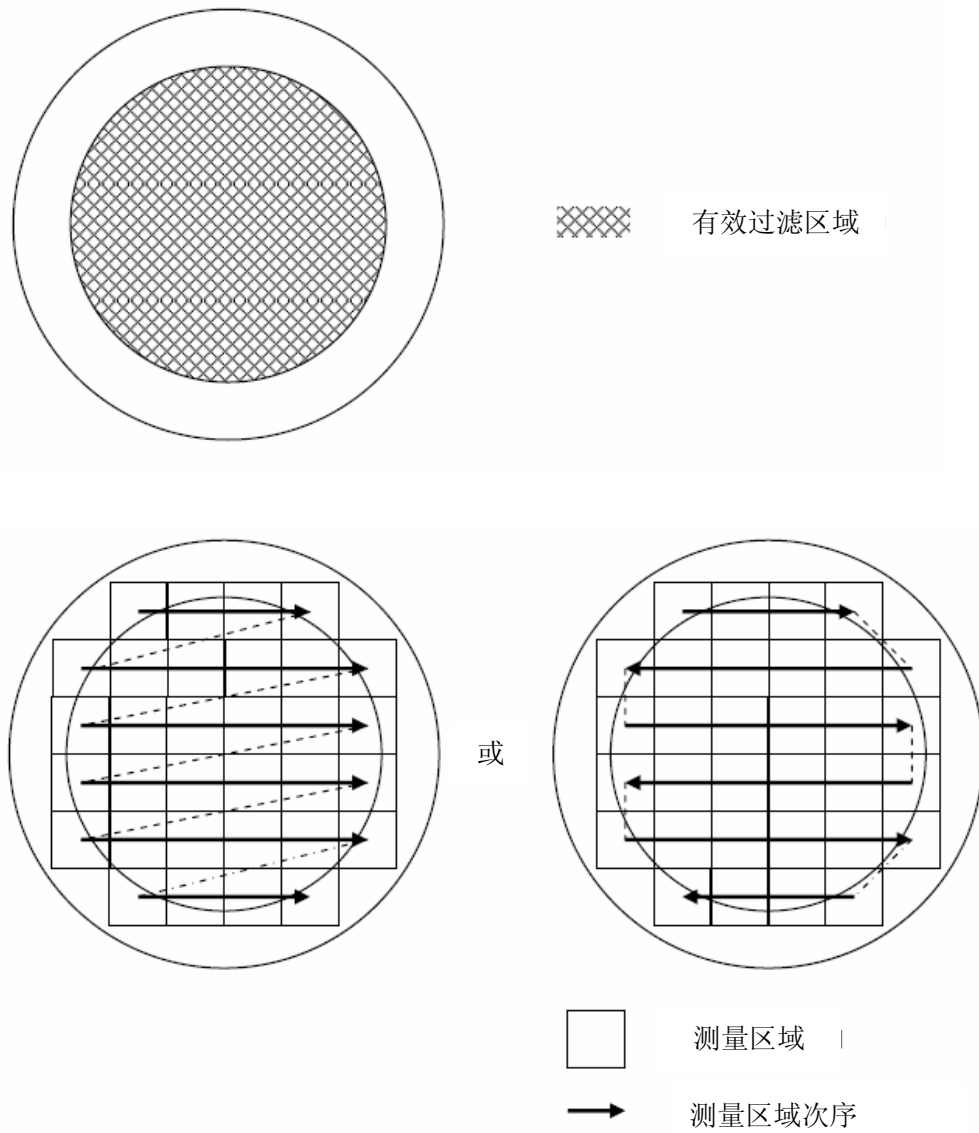


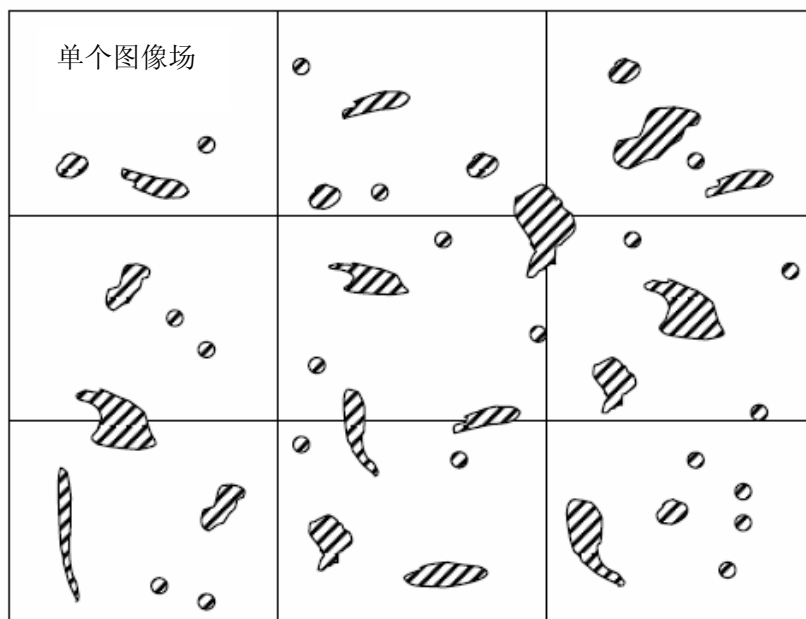
图 B.1 — 场扫描

附录 C (了解性信息)

边缘微粒的计数

为了获得正确的微粒计数和粒度分级结果，必须小心仔细，避免微粒处于计数和测量视场的边缘而造成重复测试、测试不完全，甚至完全测量不到。

C.1 在自动测量中记录边缘微粒的一个方法就是将各个独立的图像组合起来形成一个大图像（拼接或蒙太奇），然后分析其包含的微粒数量和粒度分布状况。



测量区域：如 9 个单独图像场的拼接或蒙太奇

图 C.1 — 组合拼接图像举例

C.2 另一个可能的方法就是使用一个比视场小的测量框。测量时，仅记录测量框内的微粒或与框左边相交的微粒或与框上边相交的微粒。

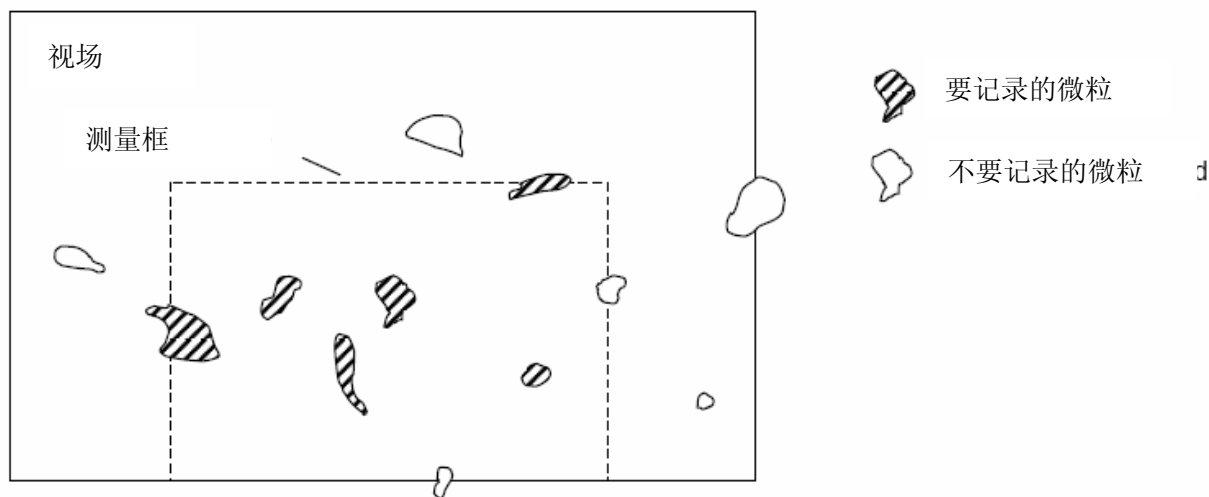


图 C.2 — 比视场小的测量框的示例 1

接着，将视场右移一个测量框的大小，用上述同样的程序进行重复测量。这样，先前在右边而没有被记录、现在则在左边的微粒就要被记录。

注1 当分析完一行时，将视场下移一个测量框大小，用同样的方法进行下一行的测量，直到全部有效过滤区域被完全计数（将附录 B 的图表）。

注2 本程序适用于手动计数和编程自动计数。

对于这两种情况—拼图法和测量框法，对试样台转动轴的精度要求很高，要求通过它能使图像完全组合，而没有缝隙或漏计微粒。

C.3 还有一个可能的方法就是将几个微粒重组一个大微粒。

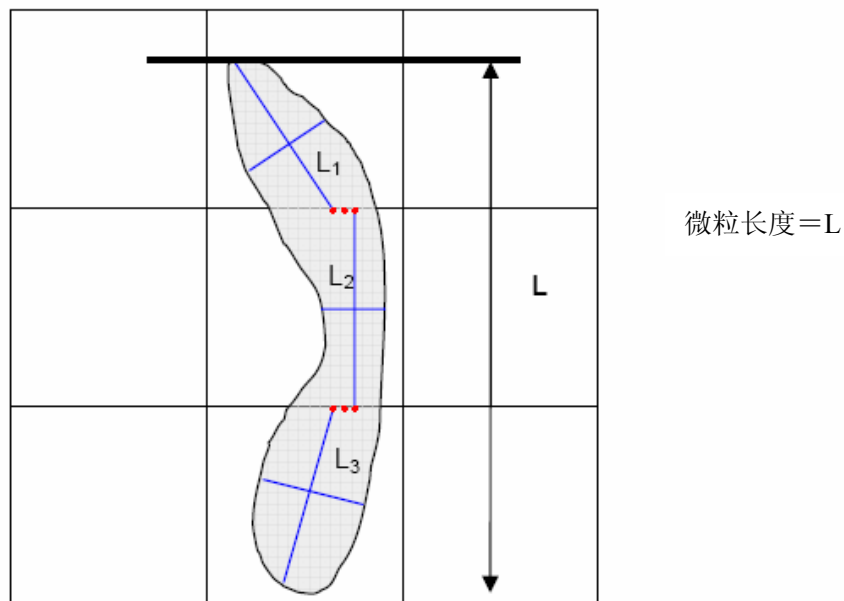


图 C.3 — 比视场小的测量框示例 2

在上述所有情况下，对试样台转动轴的精度要求都很高，要求通过它能使图像完全组合，而没有缝隙或数错/计错微粒。

附录 D (了解性信息)

多图像分析

在大表面上进行全表面分析时，如在薄膜过滤器上进行微粒计数，光学显微镜的照相机应与试样台的移动结合起来，以执行对薄膜过滤器的扫描。如果不这样，就会导致在重组测量视场进行分析时出现应该被避免的缝隙。

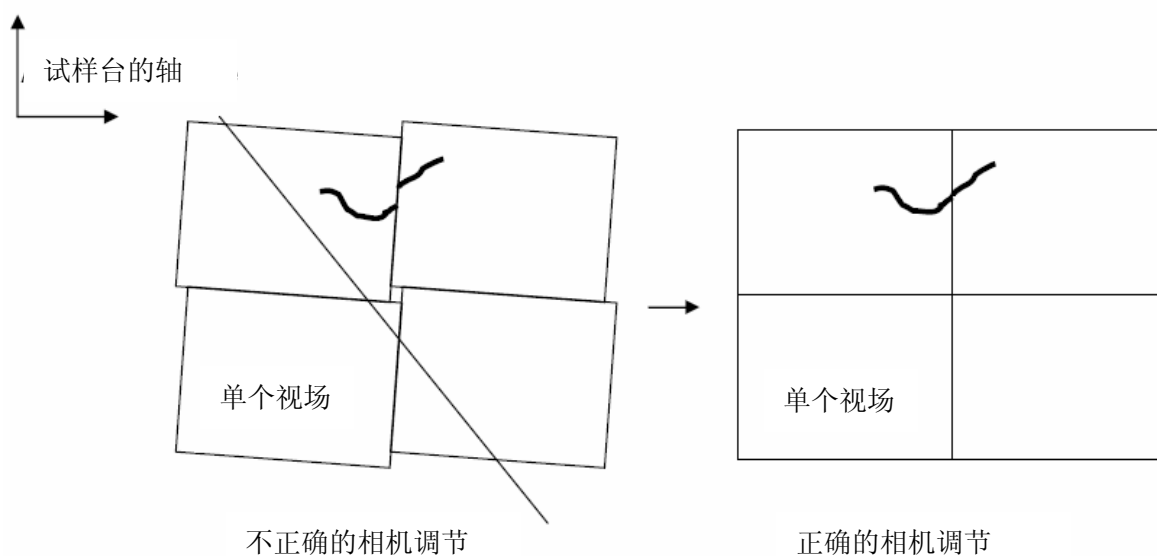


图 D.1 — 用光学显微镜进行多图像分析

对于 SEM，应该检查使单图像的扫描方向与试样台的运动结合起来。

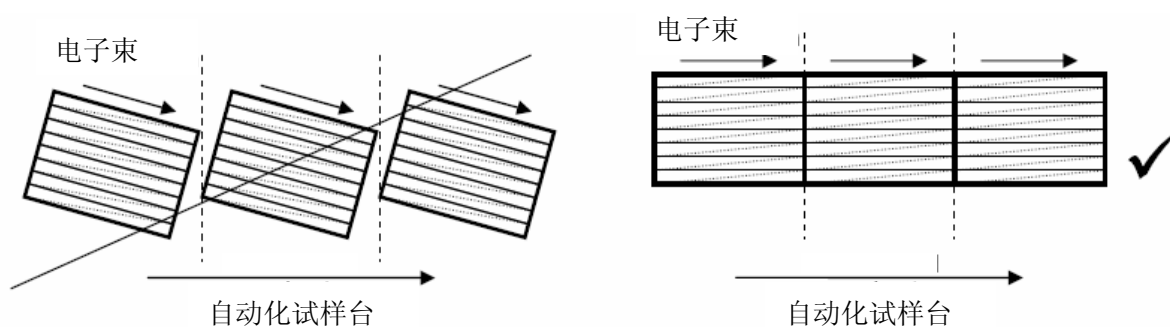


图 D.2 — 用 SEM 进行多图像分析

附录 E (了解性信息)

图像分析系统的分辨率和刻度

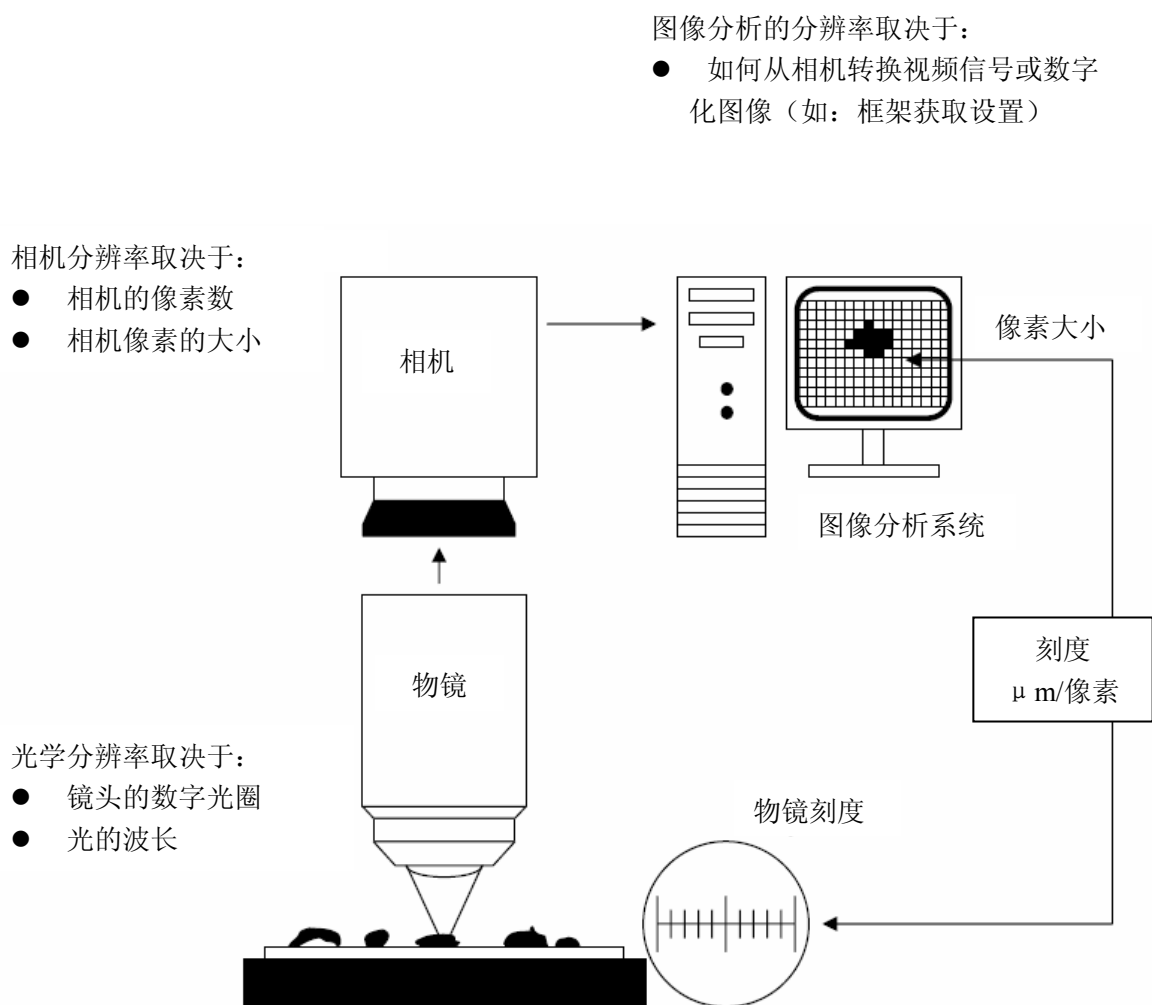


图 E.1 — 图像分析系统的分辨率和刻度

附录 F (了解性信息)

测试报告示例

F.1 顾客信息

公司: _____	次序: _____
联系人: _____	日期: _____
地址: _____	

F.2 报告和分析信息

实验室: _____	报告号: _____	项目号: _____
分析日期: _____	操作员: _____	

F.3 测试部件信息

类型: _____	参考: _____
初始状况: _____	序号: _____
被分析零件数量: _____	
湿润表面积: _____ cm ²	湿润体积: _____ cm ³
受控表面积: _____ cm ²	受控体积: _____ cm ³
材料: _____	

F.4 萃取程序

原理: _____	参考号: _____
流体: 类型: _____	体积: _____
过滤薄膜的目数: _____	

F.5 显微分析条件

环境	<input type="checkbox"/> 工业化	<input type="checkbox"/> 实验室	<input type="checkbox"/> 受控环境 (ISO 14644-1 等级: _____)
薄膜过滤器: 材料:	_____	平均孔径: _____ μm	直径: _____ mm
参考:	_____	相机参考: _____	软件: _____
光学校准: 日期:	_____	证书号: _____	
放大倍数:	_____ ×	像素大小: _____ μm/像素	
显微镜类型:	<input type="checkbox"/> 光学显微镜	<input type="checkbox"/> SEM	<input type="checkbox"/> 立体显微镜
光源:	<input type="checkbox"/> 发射	<input type="checkbox"/> 入射	
计数方法:	<input type="checkbox"/> 手动	<input type="checkbox"/> 自动	

F.6 分析结果

粒 度 (μm)	$5 \leq x < 15$	$15 \leq x < 25$	$25 \leq x < 50$	$50 \leq x < 100$	$100 \leq x < 150$	$150 \leq x < 200$	$200 \leq x < 400$	$400 \leq x < 600$	$600 \leq x < 1000$	$x \geq 1000$	纤 维 (1)
粒度等级	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	
空测试 微粒数											
薄膜 1 微粒数											
薄膜 2 微粒数											
总微粒 数 (N)											

(1) 纤维指大于 $100\mu\text{m}$ ，且长与宽的比 ≥ 30 的微粒。

F.7 观察结果/注释（放大率、光源、灰度、相机设置等）

--

日期:

姓名:

签字:

参考书目

- [1] ISO 4407: 2002, 液压能力—流体污染物—用光学显微镜进行计数的方法确定微粒污染物
- [2] ISO 14644-1: 1999, 无尘室与相关受控环境—第 1 部分: 空气清洁度分级

注: 因为原文有空白页, 所以页码不一定完全对应。—译者