

标准化的零部件清洁度测试

作者：德国 RJL 公司的 Markus J. Heneka

日期：2015 年 11 月 9 日

摘要：在这篇文章中，我们对 VDA-19 和 ISO-16232 标准中描述到的汽车行业零部件清洁度分析的最相关技术进行了概述。

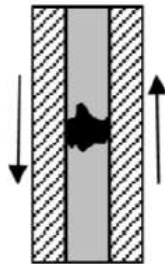
介绍

汽车行业中关于清洁部件的要求，最早是由罗伯特·博世公司 (Robert Bosch) 在 1996 年为了提高柴油汽车发动机共轨喷射系统的生产质量而提出的。由于共轨的高压，罗伯特·博世缩小了喷嘴的尺寸至 $200\mu\text{m}$ 甚至更小。但他们很快意识到，在生产流程过后这种小喷嘴很容易被系统中残留的污染颗粒堵塞。由于这种新观念的出现，提出了对生产中清洁部件的质量规范。这也是零部件清洁度测试的诞生。

自此之后，在汽车系统中很多可靠性问题都已被归因于微粒子污染，也即是零部件清洁度不足 (如图 1)。

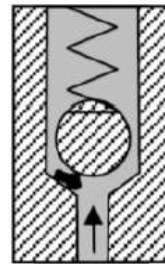
滑动面卡住

- 涡轮增压器
- 曲轴轴承
- 剂量泵
- 汽缸



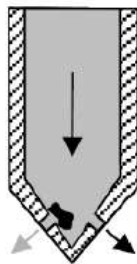
阀门阻塞

- 防抱死装置
- 液压系统
- 剂量泵
- 制动助力器



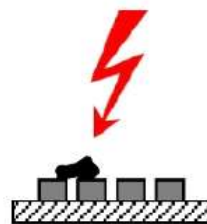
喷嘴/过滤器堵塞

- 喷油器
- 燃料管
- 液压系统



电路故障

- 电子控制装置
- 通讯电子设备



自 1996 年开始

中心零部件清洁度相关性

图 1：颗粒污染物造成的典型失效模型[VDA-19.1]

数据的平稳上升，2005 年德国汽车行业协会由此而出版了 VDA-19 标准。VDA-19 标准从而成为全球范围内非常有用的文件，该文件也成为国际标准 ISO-16232 的清洁度检测的蓝图。值得注意的是，2009 年出版的 ISO-16232 已经发展到与德国 VDA-19 标准完全兼容。数年之后，数百家清洁度实验室于汽车和供应行业中成立。与此同时，也有无数家独立服务的实验室开始运作。今天，受影响的众多公司中的很多职位甚至整个部门，都在协调零部件清洁度的各个方面。

在第一次 VDA-19 出版的十年后，德国汽车行业提出修订和扩展规范的要求。其主要目的是提高清洁度测试结果的可对比性，并且增加污染物萃取和分析的新技术内容。基于新的 VDA-19 标准于 2015 年 3 月份出版，一个 ISO-16232 修订委员会也相应成立，目的是将新 VDA-19 标准的内容转移到国际水平。新的 ISO-16232 预计将于 2016/2017 年出版。

如今，这两个标准成为了全球范围内汽车行业中的零部件清洁度的分析框架。特别是 VDA-19 标准中，提到了很多实用并有详细说明的关于零部件表面污染物颗粒的萃取和定量分析的最常用的方法。

测试方法

所有清洁度分析都分为三个步骤（图 2）。首先，从零部件表面洗掉的污染物颗粒通过萃取液来获取。第二步，液体用过滤膜进行过滤。最后一步，将过滤膜进行分析以确定颗粒的质量，数量，尺寸和类型。

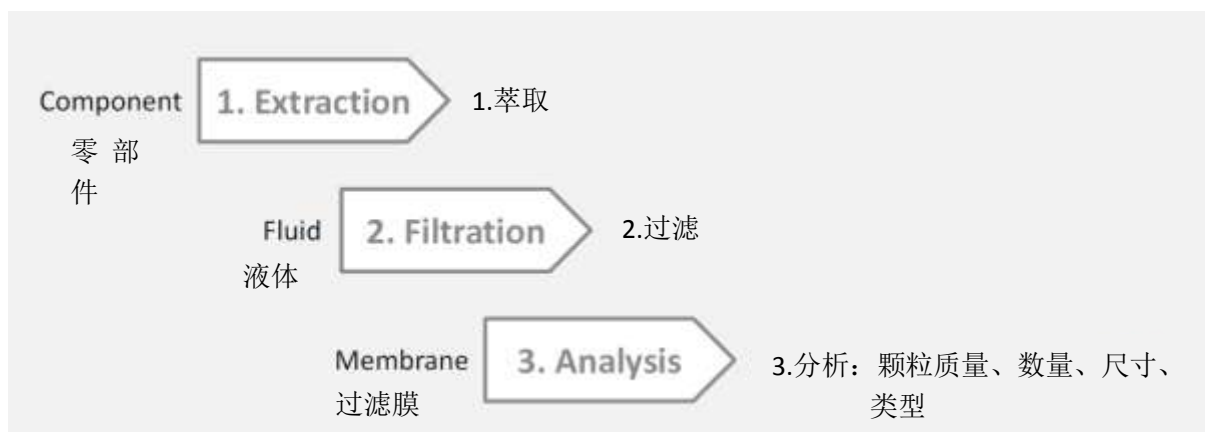


图 2: 零部件清洁度测试的基本方案

萃取

最常见的颗粒的萃取方法是用压力流体冲洗零部件表面。对于不同的样品类型的一些典型的示范如图 3。



图 3: 不同样品类型的压力冲洗示范[VDA-19.1]

另一个普遍的方法是用超声波清洗机的来萃取颗粒。虽然在实验室中很容易实现应用，但该方法的使用在过去几年中慢慢的减少。对于铸造的零部件，超声波清洗可能会产生误导的结果。超声波的能量会损坏铸造材料的基体，因此可能产生新的颗粒造成颗粒分析结果的不正确性。还有其他方法是内部清洗和通过摇晃来搅拌清洗，这些方法用于零部件内表面的颗粒的萃取。另外，新修订的 VDA-19 标准中又引入了一个新方法，就是通过压力空气流来萃取颗粒。这个方法的是用于一些在功能使用中不暴露于液体中的零部件。不过，空气萃取的方法还没有广泛建立起来。

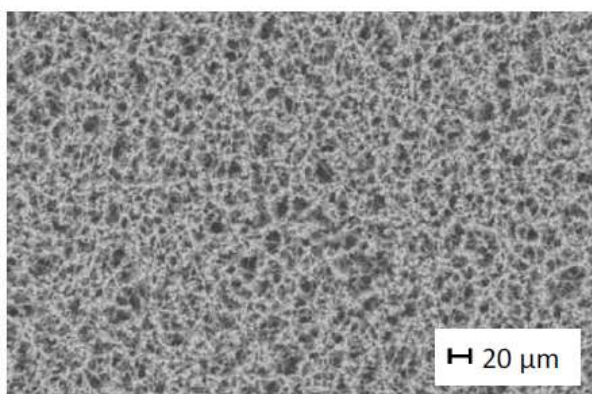
关于萃取液，含表面活性剂洗涤剂的水基溶液是首选，因为在使用后可以用经济的

方式处理。然而，如果零件的表面是油性或油腻的，则水机溶液的萃取效果就不是很好了。在这种情况下，推荐使用冷清洗溶剂。通常情况下，冷清洗溶剂在进行萃取使用后会通过细过滤步骤来回收利用。

过滤

通过液体的真空过滤，颗粒被制备在过滤膜上。为了选择合适的过滤膜，必须考虑过滤膜对抗液体的化学稳定性和滤膜孔的尺寸。有发泡膜和网膜（图 4）。

8 μ m 硝酸纤维素发泡滤膜



15 μ m 聚乙烯网膜

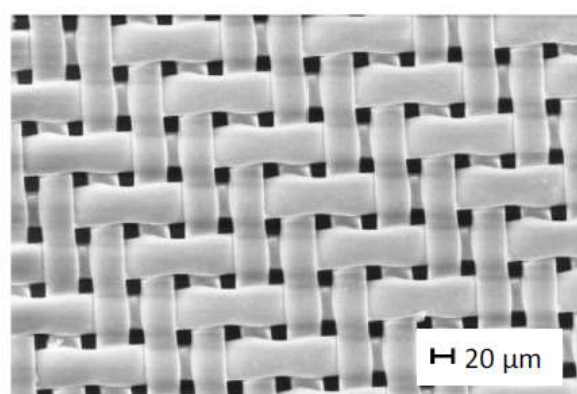


图 4：发泡滤膜和网膜的结构对比[VDA-19.1]

发泡滤膜的结构是像海绵一样，因此过滤效率高。由于这个原因，泡膜非常适合于确定总颗粒的质量。另外，发泡滤膜的可用的孔径可低至亚微米水平，所以甚至有可能进行最小颗粒的分析。

另外一方面，如何零件上的颗粒以小颗粒为主或萃取液中有碳黑，则过滤后会得到一个黑色背景的滤膜。在这种情况下，颗粒的光学分析往往是不可能的。出于这个原因，VDA-19 标准推荐一种孔径大小为 5 μ m 的聚乙烯（PET）的网膜作为标准膜。网膜不会出现黑色的背景，因此，5 μ m 的 PET 过滤膜非常适合于光学粒度分析。此外，PET 膜在许多萃取液下都可以表现出很好的化学稳定性。然而，最小的网孔直径为 5 μ m，所以，光学分析限于颗粒大于 25 μ m 到 50 μ m。请注意，这两种类型的滤膜需要时可

以结合使用。

对于提取和过滤，两个技术的在市场上都可以实现。一种简单而经济的方法是使用一个实验室喷水器用于粒子提取和一个玻璃真空过滤器用于过滤制备滤膜。此方法对于可以在一个烧杯中进行提取的小到中尺寸的零部件非常适用且很好建立。另一种可能性是使用集喷水器、过滤、液体循环于一体的自动提取柜。相对于实验室的简单装置，使用提取柜手动操作的提取物会少一些，同时成本会更高。

称重法颗粒分析

通过称重，获取颗粒的总质量是相当简单的。也就是只需称出过滤膜在过滤前和过滤后的重量，两者之间的差异就等于颗粒的总质量。为了得到正确的结果，对过滤膜进行前处理是非常重要的。通常的，将膜浸入萃取液中，然后在烘箱中干燥，最后储存在预先设置好时间的干燥器中。请注意，在技术上是很难去量化颗粒质量小于 3mg 的颗粒。因此要求一个高端的天平和一间环境条件恒定的房间。如果重量要求严格，则建议一大批样品一起测试。

粒度式颗粒分析 (Granulometric Particle Analysis)

新 VDA-19 标准已经认可简化粒子分析的仪器如光学扫描仪的发展趋势。在修订过程中，VDA-19 工作组将多家自动化光学显微镜与 MicroQuick™ 颗粒清洁度扫描仪进行了循环测试的考验。这种比较的目的是建立一套仪器参数，可针对结果进行更好对比。测试结果发现，通过以一致的方式调节照明水平和颗粒检测阈值，所得到的定量结果几乎一致。关于粒度标准分析，光学显微镜和平板扫描仪被认为是可以同等的依据新的 VDA-19(图 5)提到的程序工作。

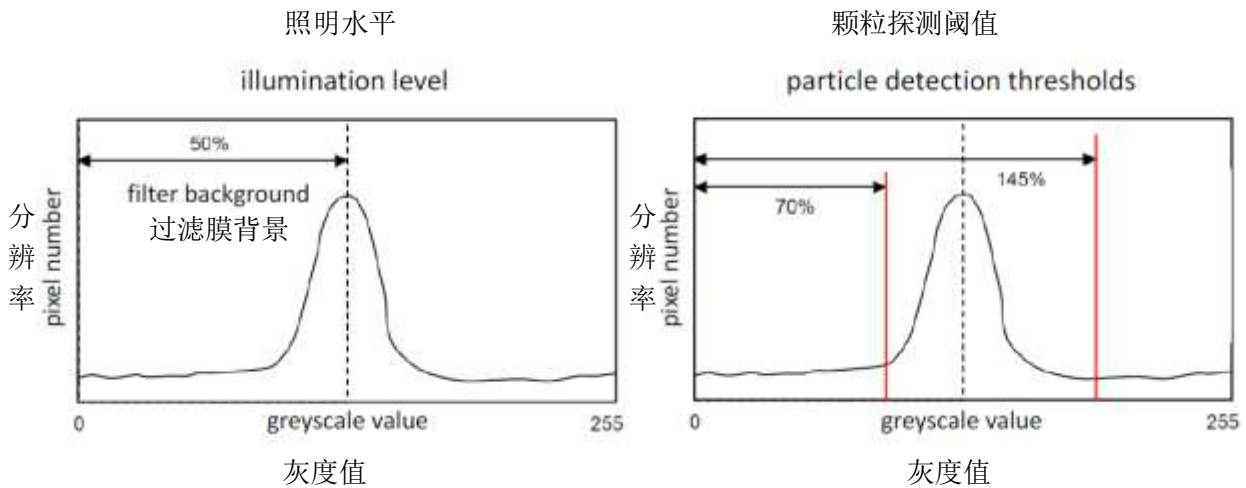


图 5: 光学颗粒分析的仪器设置[VDA-19.1]

根据 VDA-19 的描述，弱化/避开最小颗粒测试是近来的发展趋势。对于许多实际案例，5-50 μm 是没有相关性的，并且对那么小的颗粒进行分析甚至是一种工作的阻碍，因为对那么小的颗粒进行分析工作量很大。因此，现在已将颗粒大于 50 μm 的颗粒分析作为标准化。而只有少数的特殊案例需要分析颗粒小于 50 微米的。通常的，大小分布表示为不同粒级以及对应可容纳的颗粒数量（图 6）。

Number per length class (μm)	Total Σ	[25; 50)	[50; 100)	[100; 150)	[150; 200)	[200; 400)	[400; 600)	[600; 1000)	[1000; 1500)	[1500; 2000)	[2000; 3000)	[3000; ...)
Granules matt*	1570	527	469	218	135	172	33	13	1	1	1	0
Granules metallic glossy*	42	19	10	1	1	3	3	3	2	0	0	0
Fibres matt	89	3	6	9	8	29	16	11	5	2	0	0
Fibres glossy	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Particles in selected classes**	1612	546	479	219	136	175	36	16	3	1	1	0
tolerable particles	-	-	-	-	-	-	-	20	0	0	0	0

图 6: 零部件清洁度分析中的颗粒尺寸分布的标准表达式

根据定义，在过滤膜上检测到的任何物状都称为颗粒。在这些颗粒中，有软纤维和硬粒子。在任何的光学系统中，纤维和粒子之间是根据形状来识别区分的，另外，光学仪器能够检测金属反射。因此，这样通过看颗粒上的金属光泽可更简单的区分无光泽和金属光泽粒子。

DMAX (µm)	Total		[5.0-	[15.0-	[25.0-	[50.0-	[100.0-	[150.0-	[200.0-	[400.0-	[600.0-	
Klasse/class	Particles	Maximum	15.0)	25.0)	50.0)	100.0)	150.0)	200.0)	400.0)	600.0)	1000.0)	>>>
Steel	45	279.6	26	17				1	1			
Low-Cr Steel	50	140.7	38	2	7	1	1					
Low-Mn Steel	73	116.2	34	24	10	4	2					
Low-Alloy St. Other	147	296.0	105	17	19	3			3			
High-Alloy Steel	2369	959.6	1292	526	256	91	29	35	105	32	3	
Iron Rich	606	811.5	345	103	46	35	11	12	43	10	2	
Ferrous Blasting	249	674.7	86	72	43	14	7	13	13		1	
Coating Mn-P	19	66.3	2	7	7	2						
Coating V												
Coating Cr	1730	1120.5	699	333	299	89	60	86	135	26	2	2
Coating Zn-Cr	65	328.0	41	12	7	2	1	1	1			
Coating Zn-Ni	15	117.2	12	2			1					
Coating Zn	67	229.3	48	12	5	1			1			
Coating Zn-P	12	23.1	7	5								
Brass Cu-Zn	2	22.0		2								
Bronze Cu-Sn	5	13.9	5									
Titanium	42	472.8	31	7		2		1		1		
Non-Ferrous Metals	152	797.9	112	34	2				3		1	
Al Alloy Si<5	49	64.2	31	10	7	1						
Al Alloy Si>5	42	125.8	10	10	7	15	1					
Solder Flux Al-K-F	5	12.2	5									
Mineral Blasting	49	182.4	26	10	7	4	1	1				
Corundum Al2O3	2	5.6	2									
Zr	12	26.7	10		2							
SiO2	141	429.6	67	31	26	8	2	2	4	1		
Si/Si-C/Si-N	154	219.6	89	26	19	6	10	2	2			
Mineral Si-Al-O	29	133.2	19	5		2	3					
Mineral Si-Al-Ca-O	96	127.2	65	22	2	5	2					
Mineral Fibre	361	268.0	251	72	34	1	1	1	1			
Mineral Si-Al-K-O	295	281.3	196	55	26	7	4	3	3			
Mineral With Na	769	242.0	555	139	46	16	7	4	3			
Other Mineral	732	590.5	457	144	62	32	12	5	16	4		
Talc Si-Mg-(Al)-O	199	40.8	168	24	7							
Calcium Carbonate	595	395.1	474	74	24	10	6	2	5			
Calcium Compounds	13	60.8	12			1						
Salts	1000	197.5	802	136	48	10	3	1				
Lubricants Mo/Ba-S	32	277.9	24	2		2		2	2			
F Rich, PTFE												
Cl Rich, PVC	3	121.2			2		1					
Other Particles	324	883.9	146	84	43	12	8	3	17	8	3	

图 7：用自动化 SEM-EDX 技术得出的颗粒材料分类结果表

扩展式颗粒分析

如 VDA-19 标准中描述的扩展式颗粒分析技术。用 X 射线元分析 (SEM-EDX) 的自动扫描电子显微镜广泛用于世界各地的清洁度实验室。

由德国安捷莱公司制造的颗粒物清洁度仪是针对汽车清洁中颗粒分析的特殊需求而定制的仪器。该系统能够以惊人的速度全自动地识别颗粒的各类材料 (见图 7)，



德国安捷莱[清洁度检测仪](#)

清洁实验室如果不愿意购置一台高成本的设备，则可将其实验的分析任务逐案外包给有资质的实验室服务机构。

推荐以下的设备和服务机构

Extraction	MicroEx laboratory extraction system
Filtration	Sartorius glass vacuum filtration, included in MicroEx package
Membranes	CN and PET membranes, included in MicroEx package
Exsiccator	included in MicroEx package
Cold-cleaning solvent	Kluthe Haku 1025-921
Water-based solvent	Kluthe Hakupur 325
Membrane drying	Memmert universal oven series UN
Gravimetric analysis	Kern precision laboratory balance, accuracy 0.1 mg or 0.01 mg
Granulometric analysis	Optical particle scanner MicroQuick 1001
Particle standard	Proof of measuring capability, included in MicroQuick package
Visual inspection	MicroMag mini microscope
Inorganics typing	FEI Aspex SEM-EDX for automated particle analysis
Organics typing	Lumoscope-R dual laser Raman microscope
Analytical services	RJL Micro & Analytic GmbH, ISO accredited contract laboratory

参考文献

[VDA-19.1]2015 年 3 月出版的 VDA-19 的第一部分 “Inspection of Technical Cleanliness” (技术清洁的检验)。