МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ИСО 4407 — 2006

ЧИСТОТА ПРОМЫШЛЕННАЯ

Определение загрязненности жидкости методом счета частиц с помощью оптического микроскопа

ISO 4407:2002
Hydraulic fluid power — Fluid contamination — Determination of particulate contamination by the counting method using an optical microscope
(IDT)

Издание официальное

БЗ 9—2005/189

Москва
Стандартинформ
2007

1—2052

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 — 92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 — 97 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (ОАО «НИЦ КД»), Самарским государственным аэрокосмическим университетом имени академика С. П. Королева на основе аутентичного перевода, выполненного ОАО «НИЦ КД», стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 29 от 24 июня 2006 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минторгэкономразвития
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Госпотребстандарт Украины

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 4407:2002 «Гидроприводы объемные. Загрязненность жидкости. Определение загрязненности твердыми частицами методом их подсчета с помощью оптического микроскопа» (ISO 4407:2002 «Hydraulic fluid power — Fluid contamination — Determination of particulate contamination by the counting method using an optical microscope»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в приложении А

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 июня 2007 г. № 152-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ИСО 4407 — 2006 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2008 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращение действия) настоящего стандарта публикуется в информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений — в информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2007

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Термины и определения . . . 2
4 Принцип подсчета . . . 3
5 Аппаратура . . . 3
6 Реактивы и другие химические вещества . . . 5
7 Порядок очистки стеклянной посуды . . . 5
8 Порядок калибровки . . . 5
9 Подготовка мембранного фильтра . . . 6
10 Определение размера и подсчет частиц . . . 9
11 Представление результатов . . . 11
12 Сообщение об идентификации . . . 11
Приложение А (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным (региональным) стандартам . . . 12
Библиография . . . 13

Введение

В гидросистемах объемных гидроприводов передача энергии и управление ею осуществляются с помощью жидкости под давлением внутри закрытой цепи. Жидкость является одновременно смазкой и средством передачи энергии.

Наличие в жидкости твердых частиц снижает ее смазочные свойства, приводит к износу деталей. Загрязненность частицами влияет на надежность и безопасность работы гидросистемы. Степень загрязненности следует контролировать и не допускать превышения уровня, принятого для данной гидросистемы.

Общепринятым методом определения степени загрязненности является подсчет твердых частиц с использованием оптического микроскопа. Точность результатов подсчета зависит от применяемой технологии определения загрязненности, процедуры отбора проб жидкости для анализа (см. [1]).

В настоящем стандарте приведены процедуры отделения твердых частиц в жидких пробах с использованием вакуумного фильтрования и последующего анализа твердых частиц, осевших на аналитическом мембранном фильтре с помощью микроскопа. Установленный стандартом метод гарантирует получение точных и согласующихся результатов.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЧИСТОТА ПРОМЫШЛЕННАЯ

Определение загрязненности жидкости методом счета частиц с помощью оптического микроскопа

Industrial cleanliness. Determination of fluid contamination by the counting method using an optical microscope

Дата введения — 2008—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения степени загрязненности твердыми частицами (далее — частицы) жидкостей, используемых в гидросистемах, путем подсчета частиц на поверхности мембранного фильтра с помощью оптического микроскопа. Подсчет частиц и анализ изображений проводят двумя ручными методами при использовании системы проходящего или отраженного света.

Устанавливаемые настоящим стандартом методы применяют для подсчета частиц размерами не менее 2 мкм, при этом точность результатов зависит от используемой оптической системы и способностей оператора.

Все гидравлические жидкости, имеющие широкий диапазон степени загрязненности, могут быть проанализированы по настоящему стандарту. Неопределенность измерений возрастает при снижении фильтрованного объема для подсчета более крупных частиц, при наличии мелкого осадка или высокой концентрации частиц — для подсчета более мелких частиц.

Примечание — Настоящий стандарт не устанавливает требования к безопасности при применении опасных материалов, а также к процессам и оборудованию, связанному с их использованием. В этом случае следует руководствоваться соответствующими национальными нормами и правилами, относящимися к обеспечению безопасности.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО 3722:1976 Гидроприводы. Сосуды для проб жидкости. Оценка и контроль способов очистки

ИСО 4406:1999 Гидропривод объемный. Рабочие жидкости. Метод кодирования уровня загрязненности твердыми частицами

ИСО 4788:1980 Посуда лабораторная стеклянная. Градуированные мерные цилиндры

ИСО 5598:1985 Гидроприводы объемные, пневмоприводы и их компоненты. Словарь

ИСО 14644-1:1999 Чистые помещения и связанные с ними окружающие среды. Классификация чистоты воздуха

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ИСО 5598, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **фоновый подсчет** (blank count): Оценка загрязненности, возникшая в результате попадания загрязнителей от других источников, таких как реактивы, средства для очистки лабораторной посуды и подготовки мембранного фильтра (см. 9.2).

3.2 **коэффициент подсчета** (calculation factor): Отношение площади рабочей зоны фильтрования к общей обсчитываемой площади.

3.3 **рабочая зона фильтрования;** РЗФ (effective filtration area; EFA): Круговая площадь мембранного фильтра, обращенная к потоку жидкости при ее фильтровании.

Примечание — Рабочая зона фильтрования (РЗФ) и диаметр рабочей зоны фильтрования (ДРЗФ) определены в 8.2.

3.4 **волокно** (fibre): Частица длиной более 100 мкм с соотношением длины к ширине не менее 10:1.

3.5 **фиксирующая жидкость** (fixative liquid): Жидкость, которая в результате процесса тепловой обработки вызывает приклеивание загрязненного мембранного фильтра к предметному стеклу микроскопа, что приводит к закреплению непрозрачного осадка.

3.6 **квадрат сетки** (grid square): Квадрат со стороной 3,1 мм, нанесенный на мембранный фильтр.

Примечание — Градуированные мембранные фильтры могут не подходить для подсчета частиц с использованием методики анализа изображений.

3.7 **анализатор изображений** (image analyzer): Устройство для автоматического определения размера и подсчета частиц, осевших на мембранном фильтре.

Примечание — Цифровое видеоизображение частицы воспроизводится на основе контрастности частицы и фона по серой шкале; таким образом, размер частицы вычисляется автоматически. Размер частицы также можно определять на видеоэкране.

3.8 **осветляющая жидкость** (mountant liquid): Жидкость, которая в результате тепловой обработки делает осадок на мембранном фильтре, приклеенном к покровному стеклу с помощью фиксируемой жидкости, прозрачным и вызывает прилипание к покровному стеклу (см. 5.7).

3.9 **размер частицы** (particle size): Наибольший линейный размер частицы.

3.10 **разбавитель** (solvent): Жидкость, физически и химически совместимая с жидкостью пробы и смешивающаяся с ней.

Примечание — Разбавитель используют для разбавления пробы жидкости. Он также может быть использован для очистки и ополаскивания аппаратуры. Разбавитель должен быть химически совместим с аппаратурой, особенно с мембранным фильтром, и не должен растворять частицы.

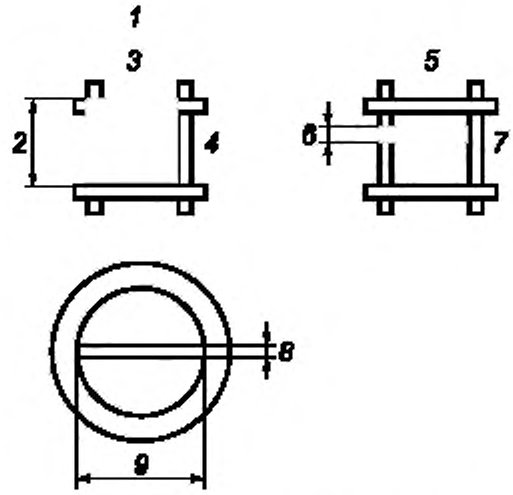
3.11 **статистический подсчет** (statistical counting): Подсчет и определение размера частиц с использованием части поверхности мембранного фильтра, где подсчитывают не менее 150 частиц не менее чем в 10 единичных зонах.

Примечание 1 — Статистический подсчет требует равномерного распределения частиц по всей поверхности мембранного фильтра. Мембранные фильтры, не удовлетворяющие этому требованию, не принимают для подсчета.

Примечание 2 — При подсчете 150 частиц неопределенность измерений составляет 8 %, при увеличении числа подсчитываемых частиц неопределенность падает.

3.12 **единичная зона** (unit area): Часть мембранного фильтра, выделяемая для статистического подсчета.

Примечание — При ручном подсчете единичная зона определяется как площадь мембранного фильтра, ограниченная в горизонтальной плоскости двумя смежными вертикальными координатными линиями сетки мембранного фильтра, а в вертикальной плоскости — двумя параллельными линиями на микрометрическом окуляре или нанесенными на проекционном экране. Примеры единичных зон приведены на рисунке 1. Для анализа изображений — это фиксированное поле зрения, определяемое оптическими и электронными системами.



1 — координатный квадрат; *2* — ширина координатного квадрата, мм; *3* — длина координатного квадрата, мм; *4* — заполненный координатный квадрат; *5* — единичная зона на градуированной мембране; *6* — высота сетки для определения единичной зоны, мкм; *7* — единичная зона; *8* — круговая единичная зона на неградуированной мембране; *9* — диаметр рабочей зоны фильтрования мембранного фильтра

Рисунок 1 — Примеры единичных зон

4 Принцип подсчета

Известный объем гидравлической жидкости фильтруют под вакуумом через мембранный фильтр, собирающий загрязнитель на своей поверхности. После того как мембранный фильтр сделают прозрачным, определяют размер и подсчитывают число частиц загрязнителя и классифицируют частицы по наибольшему размеру с помощью оптического микроскопа при использовании проходящего или отраженного света.

5 Аппаратура

5.1 Сушильный шкаф, температуру в котором можно регулировать до (70 ± 2) °С.

5.2 Внешняя лампа, интенсивность которой можно регулировать для бокового освещения предметного столика.

5.3 Держатель фильтра, состоящий из:

- градуированной мерной воронки вместимостью 300 мл [с ценой деления, например, (25 ± 2) мл];
- крышки для воронки (например, чашка Петри);
- зажимного устройства;
- подставки для поддержки мембранного фильтра;
- средства нейтрализации статического электричества, образованного в результате процесса очистки.

5.4 Градуированные цилиндры для измерения объема испытательной жидкости. Точность измерения объема должна соответствовать ИСО 4788, либо используют сосуд для проб жидкости с соответствующей градуировкой объема. Точность градуировки объема должна составлять ± 2 %.

5.5 Анализатор изображений, содержащий микроскоп с различными объективами и трехокулярной головкой с видеокамерой, соединенной с соответствующим видеомонитором. Сигнал с видеокамеры передается на компьютер, воспроизводящий изображение в электронном виде, на котором частицы подсчитываются и классифицируются по размеру с помощью специального программного обеспечения.

Несмотря на возможность подсчета с использованием ручного координатного стола, рекомендуются механизация и контроль с использованием программного обеспечения, поскольку это позволяет локализовать частицы.

5.6 Мембранные фильтры, совместимые с жидкостью пробы, а также с любыми применяемыми разбавителями или другими химическими реагентами. Мембранный фильтр должен быть диаметром 47 мм, белым, с нанесенной сеткой [каждый квадрат сетки стороной в (3,08 ± 0,05) мм и площадью, равной 1/100 площади РЭФ], с размером пор менее 1,5 мкм, при ручном подсчете — до 2 мкм. Для анализа изображе-

ния рекомендуется белый неградуированный мембранный фильтр диаметром 47 мм с номинальным размером пор менее 1,5 мкм. Допускается использование мембранных фильтров других диаметров.

Возможно использование мембранных фильтров с различными номинальными размерами пор для определения минимального размера подсчитываемых частиц в пробе жидкости. Размер пор мембранного фильтра должен быть таким, чтобы эффективность удаления частиц составляла 99,9 % для их минимального учитываемого размера.

Цвет мембранного фильтра выбирают для достижения максимального контраста с загрязнением. Например, если большинство загрязнителей прозрачные или белые, используют темный мембранный фильтр.

5.7 Предметные и покровные стекла микроскопа (только в проходящем свете) размерами, превышающими диаметр мембранного фильтра. Толщину покровного стекла выбирают таким образом, чтобы частицы находились в фокусе увеличения.

5.8 Контейнер мембранного фильтра, изготовленный из пластика или эквивалентного материала, с крышкой для обеспечения сохранности мембранного фильтра (только в отраженном свете).

5.9 Микроскоп для подсчета частиц с различными объективами и окулярными линзами, позволяющий рассматривать частицы размером большим или равным 2 мкм. Микроскоп должен быть оборудован устройствами:

- точного и грубого контроля фокусировки;
- сквозного освещения линз при использовании проходящего света и/или нижним источником света при использовании отраженного света;
- предметным механическим столиком, позволяющим просматривать рабочую зону фильтрования мембранного фильтра;
- средствами обеспечения предметного механического столика, необходимыми для безопасного крепления держателя мембранного фильтра или предметных стекол;
- окулярным микрометром с соответствующей градуировкой, минимальное деление которого должно охватывать расстояние не более одной наименьшей рассматриваемой частицы при увеличении частиц.

При применении отраженного света для подсчета частиц оптимальным является проекционный микроскоп с подходящим экраном, окулярным зеркалом и вращающимся предметным столиком.

Примечание 1 — Для анализа изображений предпочтительнее использовать стабильный источник света, контролируемый программным обеспечением обработки изображений, это позволит избегать колебаний света и проводить автоматическую корректировку отклонений интенсивности освещения.

Примечание 2 — Для точной характеристики частиц с помощью микроскопа с использованием проходящего света может потребоваться дополнительный источник бокового освещения (см. 5.2).

Номинальное увеличение и комбинации оптических элементов ручного подсчета приведены в таблице 1.

Примечание 3 — Изготовитель анализатора изображений должен указать увеличение, обеспечиваемое комбинацией трехокулярной головки и видеокамеры.

Таблица 1 — Номинальное увеличение микроскопа и комбинации оптических элементов

Увеличение (номинальное)	Окуляр	Объектив	Предполагаемый минимальный размер частиц, мкм
·50	·10	· 5	20
·100	·10	·10	10
·200	·10	·20	5
·500	·10	·50	2

5.10 Полимерная пленка толщиной 0,05 мм, размерами 50 · 50 мм, помещаемая между крышкой и горлышком сосуда с пробой, если у крышки нет внутреннего уплотнения. Пленка должна быть совместимой с жидкостью для очистки и с жидкостью пробы.

5.11 Сосуды для проб объемом 250 мл предпочтительнее с плоским дном и широким горлышком с навинчивающейся крышкой с соответствующим внутренним полимерным уплотнением.

5.12 Устройство для встряхивания пробы, позволяющее равномерно распределять частицы загрязнителя в жидкой пробе. Устройство, такое как лабораторный роллер для сосуда, трехосевой аппарат для встряхивания краски или ультразвуковая ванна мощностью от 3000 до 10000 Вт на квадратный метр базовой площади, которое не должно изменять распределение частиц загрязнителя по основным размерам.

5.13 Дозатор разбавителя — герметичный сосуд, позволяющий пропускать под давлением разбавитель (см. 6.1.4) через встроенный мембранный фильтр с размером пор не более 1 мкм.

5.14 Ступенчатый микрометр, градуированный (цена деления 0,1 и 0,01 мм), поверяемый в соответствии с национальными стандартами.

5.15 Регистрирующий счетчик с секторами достаточных размеров для накопления числа подсчитанных частиц и единичных зон.

5.16 Пинцет из нержавеющей стали с плоскими концами.

5.17 Вакуумирующее устройство, способное создать вакуум при 86,6 кПа (≈ 0,87 бар, 650 мм рт. ст.).

5.18 Вакуумный сосуд, соответствующий держателю фильтра и позволяющий вместить полный объем отфильтрованной пробы жидкости.

6 Реактивы и другие химические вещества

6.1 Химические реактивы для очистки и ополаскивания

6.1.1 Пропан-2-ол [изопропиловый спирт (IPA)].

6.1.2 Жидкое моющее средство без твердого осадка.

6.1.3 Дистиллированная или деминерализованная вода.

6.1.4 Разбавитель для ополаскивания аппаратуры и разбавления проб, в качестве которого пригодны петролейный спирт (уайт-спирит) (температура кипения от 100 °С до 120 °С) или аналогичный разбавитель, для пробы жидкости на нефтяной основе или на синтетическом масле; для пробы жидкости на водной основе — дистиллированная или деминерализованная вода. Разбавитель должен быть физически и химически совместим с жидкостью пробы и аппаратурой.

Примечание — Следует: проявлять осторожность при использовании растворителей с низкой температурой воспламенения (увеличивает риск взрыва); применять меры предосторожности во избежание вдыхания паров данных растворителей; всегда использовать соответствующее оснащение для защиты и уделять внимание внутренним мерам гигиены и безопасности.

6.2 Жидкости для обеспечения прозрачности мембранного фильтра (в проходящем свете)

6.2.1 Фиксирующая жидкость (см. 3.5).

6.2.2 Осветляющая жидкость (см. 3.8) с коэффициентом преломления, аналогичным коэффициенту преломления покровного стекла.

7 Порядок очистки стеклянной посуды

7.1 Очищают и подтверждают уровень чистоты аппаратуры для фильтрования, в т.ч. градуированных цилиндров (5.4), сосудов для проб (5.11), предметных и покровных стекол (5.7) и контейнеров мембранных фильтров (5.8) в соответствии с ИСО 3722. В качестве окончательной жидкости для ополаскивания используют либо отфильтрованный петролейный спирт (или аналогичный разбавитель) для жидкостей на нефтяной основе или синтетических масел, либо пропан-2-ол, либо деминерализованную воду для жидкостей на водной основе.

7.2 Требуемый уровень чистоты (RCL) аппаратуры должен быть таким, чтобы загрязнитель не мог значительно влиять на общий результат. Рекомендуемый RCL: менее 250 частиц размером более 5 мкм на 100 мл объема сосуда с пробой.

Все жидкости, используемые для очистки и ополаскивания, должны быть отфильтрованы через мембранный фильтр номинальной тонкостью фильтрации 1 мкм или лучший.

8 Порядок калибровки

8.1 Калибровка микроскопа

8.1.1 Калибровку микроскопа проводят не менее одного раза в год после либо серьезного ремонта, либо изменений в оптической системе. Ступенчатый микрометр (5.14) калибруют каждые 5 лет.

8.1.2 Выбирают увеличение микроскопа, используемого для ручного подсчета, устанавливают ступенчатый микрометр на предметный столик таким образом, чтобы изображение координатной сетки было совмещено с окуляром или трехокулярной сеткой. Проверяют, чтобы шкала и координатная сетка находились в фокусе.

8.1.3 Сравнивают две совмещенные шкалы и выравнивают нижнее деление окуляра так, чтобы оно совпадало с первым делением ступенчатого микрометра и чтобы верхнее деление координатной сетки попадало между делениями ступенчатого микрометра. Выбирают подходящее число делений окуляра (например, 50) и определяют число соответствующих делений ступенчатого микрометра. Определяют масштаб делений координатной сетки при используемом увеличении.

8.1.4 Повторяют процедуры 8.1.2 — 8.1.3 для всех увеличений и записывают данные в соответствующей системе записи калибровок.

8.1.5 Процедуру, аналогичную 8.1.3, проводят для анализатора изображений, но эта процедура может быть изменена в зависимости от используемого анализатора. Проводят калибровку в соответствии с инструкциями изготовителя прибора.

8.2 Определение рабочей зоны фильтрования

8.2.1 Данная процедура калибровки выполняется перед первоначальным использованием новой вакуумной воронки с периодичностью один раз в пять лет.

8.2.2 Приготавливают суспензию из соответствующего красящего загрязнителя (далее — суспензия), которая при фильтровании будет определять РЗФ мембранного фильтра. В качестве красящего загрязнителя можно использовать красные оксиды. Суспензию подготовляют рассеиванием красного оксида в соответствующем объеме разбавителя для достижения его содержания приблизительно в 1 мг/л и энергично встряхивают или перемешивают с помощью ультразвука в течение 1 мин.

8.2.3 Монтируют мембранный фильтр номинальной тонкостью фильтрации 1 мкм в воронку вакуумирующего устройства для калибровки и жестко фиксируют. Суспензию объемом 25 мл или другого достаточного объема пропускают через фильтр под вакуумом для окрашивания мембранного фильтра и отсасывают до осушения.

8.2.4 Вынимают мембранный фильтр и измеряют диаметр пятна (ДРЗФ) по крайней мере в двух плоскостях с точностью 0,1 мм. Результат усредняют и рассчитывают РЗФ. Помечают используемую воронку соответствующим кодом и записывают результат в соответствующей системе записи калибровок.

9 Подготовка мембранного фильтра

9.1 Подготовка пробы

9.1.1 После осмотра и сохранения составляющих идентификации пробы привязанные и слабо прикрепленные к ним ярлыки удаляют. Тщательно очищают внешнюю сторону сосуда с пробой, особенно вокруг крышки, фильтрованным разбавителем, направляя его из дозатора под давлением. Следует проявлять осторожность, чтобы избежать попадания загрязнителя в сосуд с пробой.

9.1.2 Если пробу не использовали в течение некоторого периода времени, могут образоваться осадок и скопление частиц. Перед началом анализа рассеивают скопления частиц загрязнителя по всей пробе.

9.1.3 Перераспределяют частицы загрязнителя по всему сосуду с пробой, энергично встряхивая его вручную в течение не менее 1 мин, или применяют другой подходящий способ перемешивания, например использование трехосевого аппарата для встряхивания краски, в течение не менее 5 мин. Выбранный способ не должен изменять первоначального распределения загрязнителя.

9.1.4 Если для того, чтобы разбить скопления частиц, используют ультразвук, погружают сосуд с пробой в ультразвуковую ванну так, чтобы уровень жидкости в ванне был либо чуть ниже уровня жидкости в сосуде с пробой, либо составлял 3/4 ее уровня. Период погружения не превышает 1 мин. Затем сосуд с пробой встряхивают вручную в течение 30 с.

9.2 Фоновый подсчет

9.2.1 Фоновый подсчет проводят до начала анализа каждой пробы, кроме случаев, когда доказано, что приемлемые результаты могут быть получены постоянно. В этом случае фоновый подсчет проводят до начала программы подсчета и по крайней мере один раз во время нее.

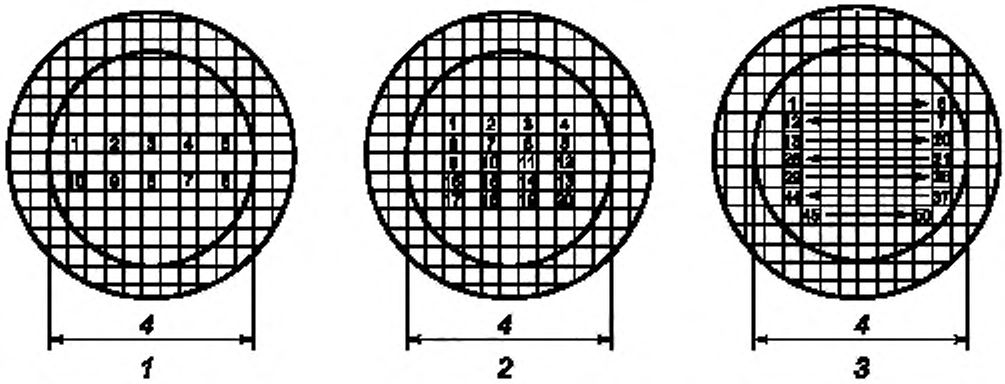
9.2.2 Проводят действия согласно 9.3 при использовании разбавителя вместо жидкости пробы. Вливают 100 мл отфильтрованного разбавителя в воронку вакуумирующего устройства с выбранным мембранным фильтром, подключают вакуум и затем отсасывают до осушения.

9.2.3 Выполняют анализ размеров согласно 10.3 для частиц размером более или равным 5 мкм. Превышение результатов подсчета для частиц размером более или равным 5 мкм над уровнями фонового подсчета свидетельствует о недостаточной очистке. Очищают аппаратуру и повторяют процедуры 9.2.2 — 9.2.3.

Примечание — Результат фонового подсчета не должен превышать 10 % общего результата, иначе фильтруют больший объем пробы. Рекомендуется фоновый подсчет менее 100 частиц размером более или равным 5 мкм в 100 мл разбавителя.

9.2.4 Если после повторной очистки получены высокие результаты фонового подсчета, исследуют все процессы, включая процедуры очистки, фильтрования разбавителя, подготовки пробы и контроля чистоты окружающей среды.

9.2.5 Результаты фонового подсчета вносят в рабочую таблицу. Схема подсчета частиц приведена на рисунке 2.



1 — 10 единичных зон; *2* — 20 единичных зон; *3* — 50 единичных зон; *4* — диаметр рабочей зоны фильтрования мембраны.

Рисунок 2 — Схема подсчета частиц

9.3 Отделение загрязнителей путем вакуумного фильтрования

9.3.1 Проводят подготовку в соответствии с 9.1 в контролируемой окружающей среде. Рекомендуемая чистота помещения: класс 5 ИСО по ИСО 14644-1.

9.3.2 Гарантируют чистоту аппаратуры на соответствующем стандартном уровне.

9.3.3 Ополаскивают пинцет отфильтрованным разбавителем, вынимают выбранный мембранный фильтр из упаковки, осторожно промывают верхнюю поверхность отфильтрованным разбавителем и затем помещают мембранный фильтр по центру на воронку держателя фильтра.

Для предосторожности ополаскивают воронку изнутри отфильтрованным разбавителем, затем осторожно опускают фильтр на воронку, установленную без скольжения. Закрепляют зажимным приспособлением и прикрепляют антистатический проводник. Накрывают воронку крышкой и не открывают до начала фильтрования. Соединяют вакуумирующее устройство с боковым отводом вакуумного сосуда.

9.3.4 Перераспределяют загрязнитель в сосуде с пробой согласно 9.1.3 и наливают требуемый объем пробы в градуированный цилиндр (сосуд) либо непосредственно в градуированную воронку. Если пробу наливают в воронку после измерения объема (жидкости) с помощью градуированного цилиндра, остатки жидкости пробы смывают со стенок градуированного цилиндра в воронку с использованием отфильтрованного разбавителя. Может потребоваться многократное ополаскивание. Закрывают воронку и подключают вакуумирующее устройство.

9.3.5 Когда содержимое воронки снижается до небольшого объема (например, 20 мл), фильтрование прекращают и отключают вакуум. Ополаскивают стенки воронки струей отфильтрованного разбавителя, направленной по спирали во избежание смещения частиц на поверхности мембранного фильтра. Достаточное количество разбавителя наливают в воронку для очистки мембранного фильтра от жидкости пробы. Накрывают воронку крышкой, подключают вакуум и затем отсасывают до осушения.

9.3.6 Чистым пинцетом извлекают мембранный фильтр из воронки держателя фильтра, аккуратно помещают в чистый контейнер мембранного фильтра, накрывают для защиты от загрязнения и маркируют для идентификации.

9.3.7 При использовании некоторых жидких проб на водной основе для сушки мембранного фильтра может быть недостаточно отсасывания, тогда требуется сушка в сушильном шкафу. В этом случае мембранный фильтр должен быть защищен от загрязнения соответствующим чехлом, пропускающим влагу в окружающую среду, и помещен в нерециркулирующий сушильный шкаф температурой от 55 °С до 60 °С на 1 ч или более. Если мембранный фильтр содержит остаток жидкости пробы, процедуры 9.3.2 — 9.3.6 повторяют, несмотря на риск смещения загрязнения на мембранном фильтре.

9.4 Оценка пригодности мембранного фильтра для подсчета

9.4.1 Подготовляют мембранный фильтр, используя (100 ± 5) мл жидкой пробы в соответствии с 9.3. Рассматривают мембранный фильтр при увеличении ·50 в отраженном свете и анализируют поверхность на предмет равномерного распределения частиц по всей РЗФ.

Примечание — Может потребоваться анализ мембранного фильтра при увеличении ·100 или ·200 на присутствие перекрывающихся или соприкасающихся частиц, которые могут быть измерены как одна частица большего размера.

9.4.2 Если равномерное распределение частиц достигается без перекрывающихся частиц, число частиц подсчитывают согласно разделу 10. При наблюдении неравномерного распределения частиц мембранный фильтр отклоняют и подготовляют другой.

9.4.3 При наличии перекрывающихся частиц оценивают плотность частиц размером более или равным 5 мкм и рассчитывают объем жидкой пробы для фильтрования, гарантирующий должное разделение частиц для точного подсчета. Повторяют процедуру, указанную в 9.3, при новом объеме и отмечают фильтрованный объем в рабочей таблице.

9.4.4 Если мембранный фильтр засоряется до того, как отфильтровано 100 мл, удаляют лишнюю жидкость из воронки с помощью вакуумирующего устройства, ополаскивают внутренние стенки воронки разбавителем, держат фильтр под вакуумом и отсасывают до осушения. Рассматривают мембранный фильтр под микроскопом в отраженном свете для определения причины засорения.

9.4.4.1 Если засорение произошло из-за высокой плотности частиц, оценивают, достаточен ли объем для должного разделения частиц, и повторяют процедуру по 9.3. Отмечают отфильтрованный объем в рабочей таблице.

9.4.4.2 Если засорение произошло из-за хорошо отделенного осадка, использования более грубого мембранного фильтра и/или пониженного объема для фильтрования, повторяют процедуру по 9.3. Отмечают отфильтрованный объем в рабочей таблице.

Примечание 1 — При использовании более грубого мембранного фильтра эффективность отбора при меньших размерах частиц может снизиться.

Примечание 2 — При использовании более грубого мембранного фильтра наименьший размер подсчитываемых частиц, вероятно, должен быть увеличен. Ориентировочно минимальный размер частиц должен быть в 1,5 раза больше среднего размера пор.

9.4.5 После оптимизации фильтруемого объема и/или размера пор мембранного фильтра проводят подсчет частиц с помощью микроскопа в отраженном свете (раздел 10) или подготовляют мембранный фильтр к подсчету с помощью микроскопа в проходящем свете (9.5).

9.5 Подготовка мембранных фильтров к рассмотрению под микроскопом в проходящем свете

9.5.1 Берут чистое предметное стекло, ополаскивают его отфильтрованным разбавителем и применяют фиксирующую жидкость в количестве, достаточном для насыщения мембраны.

9.5.2 Берут аккуратно пинцетом загрязненный мембранный фильтр и помещают на предметное стекло с фиксирующей жидкостью загрязненной поверхностью вверх. Маркируют стекло для идентификации.

9.5.3 Покрывают крышкой предметное стекло с загрязненным мембранным фильтром, затем помещают в нерециркулирующий сушильный шкаф температурой от 55 °С до 60 °С, оставляют в шкафу в течение приблизительно 1 ч. Когда мембранный фильтр прилипает к предметному стеклу, он должен быть непрозрачным и белым.

9.5.4 По окончании сушки вынимают покрытое предметное стекло с загрязненным мембранным фильтром из шкафа и охлаждают до температуры окружающей среды в течение 2 — 3 мин. После остывания берут покровное стекло, промывают контактную сторону отфильтрованным разбавителем, высушивают и немедленно наносят осветляющую жидкость на очищенную поверхность.

9.5.5 Берут предметное стекло, к которому прикреплен мембранный фильтр, удаляют крышку и опускают покровное стекло с осветляющей жидкостью на мембранный фильтр таким образом, чтобы исключить попадание воздуха. Проверяют, чтобы стороны обоих стекол совпали и дают покровному стеклу зафиксироваться.

Примечание — Следует проявлять осторожность во избежание дробления частиц при опускании покровного стекла.

9.5.6 Осторожно помещают собранные предметное и покровное стекла в сушильный шкаф и прогревают по крайней мере 90 мин при температуре от 55 °С до 60 °С.

Примечание — Предпочтителен период сушки до 36 ч, так как при этом повышается прочность склеивания.

9.5.7 После завершения сушки вынимают собранные стекла из сушильного шкафа и дают им остыть до температуры окружающей среды.

10 Определение размера и подсчет частиц

10.1 Определение размеров частиц

Классифицируют частицы на требуемые размерные интервалы. Выбранные размеры зависят от конкретных требований, но должны включать в себя некоторые или все из следующих размеров: ≥ 2, ≥ 5, ≥ 15, ≥ 25, ≥ 50 и ≥ 100 мкм, — для соответствия системам кодирования загрязнений. Если данные требуются в размерных диапазонах, проводят дифференцированные подсчеты с последующим расчетом накопленных результатов.

Волокна (см. 3.4) включают в подсчет для размеров более или равных 100 мкм и идентифицируют отдельно.

10.2 Выбор номинального увеличения

Выбирают увеличение микроскопа, соответствующее диапазону размеров подсчитываемых частиц согласно таблице 1.

10.3 Порядок статистического подсчета

10.3.1 После подготовки мембранного фильтра помещают контейнер мембранного фильтра без крышки (для отраженного света) или подготовленные стекла (для проходящего света) на предметный столик микроскопа и устанавливают фокус на поверхность мембранного фильтра или линию координатной сетки. При использовании бокового освещения настраивают угол и интенсивность освещения для достижения максимальной четкости изображения частиц.

10.3.2 Для анализа изображений устанавливают освещение, параметры обнаружения и корректировку затемнения в соответствии с инструкциями производителя.

10.3.3 Выбирают зону мембранного фильтра и увеличение микроскопа, соразмерные максимальному размеру подсчитываемых частиц (см. таблицу 1). Выделяют первую единичную зону и подсчитывают число частиц, размер которых соответствует критерию 3.9.

Примечание — Подсчитывают в первую очередь частицы наибольшего размера для сведения к минимуму влияния пропуска частиц и, следовательно, увеличения представительности подсчета.

10.3.4 Оценивают общий результат подсчета частиц для мембранного фильтра и выбирают единичную зону в соответствии с критерием статистического подсчета 3.11.

10.3.5 Выбирают другую зону мембранного фильтра и подсчитывают число частиц в следующей единичной зоне. Подсчитывают все частицы, включая волокна, которые идентифицируют отдельно. Продолжают выбор отдельных зон мембранного фильтра либо согласно схеме, приведенной на рисунке 2, либо произвольно и подсчитывают число частиц выбранного размера до тех пор, пока не будет подсчитано минимум 150 частиц не менее чем в 10 отдельных зонах. Записывают число подсчитанных частиц и единичных зон в таблице данных (см. рисунок 3).

Примечание 1 — Выбранные единичные зоны должны быть распределены по РЗФ мембранного фильтра, а не взяты с одной зоны.

Примечание 2 — Если частица расположена на верхней или левой граничной линии координатной сетки, ее подсчитывают как находящуюся в пределах зоны подсчета. Не подсчитывают частицы, расположенные на нижней или правой граничной линии зоны подсчета.

Примечание 3 — Если концентрация частиц на мембранном фильтре мала и в результате подсчета 10 отдельных зон требуемое число частиц не достигнуто, продолжают подсчет в отстоящих друг от друга зонах до тех пор, пока число частиц не достигнет критерия подсчета.

Примечание 4 — Волокна (см. 3.4) включают в подсчет для размеров частиц более или равных 100 мкм и идентифицируют отдельно в таблице данных.

10.3.6 Выбирают увеличение для остальных размеров частиц и выполняют требования 10.3.1 — 10.3.5.

10.4 Расчет общего результата подсчета

Результат подсчета в 100 мл пробы числа частиц N размером больше выбранного вычисляют по формуле

$$N = \frac{A \cdot n \cdot 10^5}{f \cdot L \cdot W \cdot V} \cdot 100,$$

где A — рабочая зона фильтрования (РЗФ) мембранного фильтра, мм^2;
n — подсчитанное число частиц больше выбранного размера;
f — число подсчитанных единичных зон;
10^5 — фактор нормализации использованных единиц измерений;
L — длина единичной зоны, длина размера координатной сетки либо длина диаметра, мм;
W — ширина единичной зоны, мкм;
V — объем отфильтрованной жидкой пробы, мл;
100 — объем пробы, к которому относят результат подсчета, мл.

Идентификация пробы		Серийный номер микроскопа				Специалист по анализу			
Диаметр рабочей зоны фильтрования мембранного фильтра ..... (мм)		Площадь рабочей зоны фильтрования мембранного фильтра ..... (мм^2)				Размер пор мембранного фильтра ..... (мкм)			
Длина единичной зоны, L ..... (мм)		Объем пробы, V ..... (мл)				Метод освещения: (проходящий/ отраженный)			
Размер частиц (мкм)		.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	Волокна (см. примечание 1)
Фоновый подсчет	Число подсчитанных частиц n	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Число подсчитанных единичных зон f	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Ширина единичной зоны W (мкм)	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Результат подсчета N (см. примечание 2)	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
Подсчет с пробой	Число подсчитанных частиц n	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Число подсчитанных единичных зон f	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Ширина единичной зоны W (мкм)	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
	Результат подсчета N в 100 мл (см. примечание 2)	.....	.....	.....	.....	.....	.....	.....	
Комментарии ..... Дата анализа ..... Подпись									
Примечание 1 — Волокна определяют как частицы размером более или равным 100 мкм с соотношением длины и ширины, превышающим 10. Примечание 2 — Результат подсчета получен по формуле $N = \frac{A \cdot n \cdot 10^5}{f \cdot L \cdot W \cdot V}$ на 100 мл.									

Рисунок 3 — Пример таблицы данных подсчета частиц

10.5 Проверка данных подсчета частиц

Проверяют достоверность данных подсчета частиц до представления отчета:

- посредством контроля данных и подтверждения прогрессивного снижения числа частиц при увеличении их размера,

- или посредством изображения данных на графике загрязнения [Log N к (Log d)^2, где d — размер частиц] (см. рисунок А.1 ИСО 4406) и проверки резкого снижения числа частиц при увеличении их размера или очень небольшого изменения результатов подсчета при увеличении размера.

Оба метода могут содержать ошибки вследствие неравномерного распределения частиц на мембранном фильтре. В этом случае данные проверяют на предмет наличия ошибок расчета и при достоверности пересчитывают для конкретного размера или размеров.

11 Представление результатов

Все подробности, относящиеся к проведению и результатам определения загрязненности жидкости, отражают в рабочей таблице и представляют следующую минимальную информацию:

a) обозначение пробы ;

b) число частиц на 100 мл — результат анализа пробы жидкости при заданных размерах частиц;

c) число частиц на 100 мл жидкости — результат фонового подсчета;

d) диаметр рабочей зоны фильтрования и размер пор мембранного фильтра;

e) методика подсчета (ручной анализ или анализ изображений) и тип используемого освещения (отраженный или проходящий);

f) анализируемый объем (мл);

g) другие комментарии.

12 Сообщение об идентификации

В отчеты, протоколы о результатах определения загрязненности жидкости методом счета частиц с помощью оптического микроскопа, а также в каталоги и рекламные материалы включают следующее сообщение о соответствии настоящему стандарту:

«Определение уровня загрязненности твердыми частицами методом счета под микроскопом с использованием проходящего/отраженного света — в соответствии с ГОСТ ИСО 4407 — 2006».

Приложение А
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным (региональным) стандартам

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта Российской Федерации
ИСО 3722:1976	*
ИСО 4406:1999	ГОСТ 17216 — 2001 Чистота промышленная. Классы чистоты жидкостей
ИСО 4788:1980	ГОСТ 1770 — 74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
ИСО 5598:1985	ГОСТ 17752 — 81 Гидропривод объемный и пневмопривод. Термины и определения; ГОСТ 26070 — 83 Фильтры и сепараторы для жидкостей. Термины и определения
ИСО 14644-1:1999	ГОСТ ИСО 14644-1 — 2002 Чистые помещения и связанные с ними контролируемые среды. Часть 1. Классификация чистоты воздуха

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта или гармонизированный с ним национальный (государственный) стандарт страны, на территории которой применяется настоящий стандарт. Информация о наличии перевода данного международного стандарта в национальном информационном фонде стандартов или в ином месте, а также информация о действии на территории страны соответствующего национального (государственного) стандарта может быть приведена в национальных информационных данных, дополняющих настоящий стандарт.

На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 50557 — 93 (ИСО 3722—76) Гидропривод объемный. Сосуды для проб жидкости. Оценка и контроль способов очистки.

Библиография

[1] ИСО 4021:1992 Гидропривод объемный — Анализ загрязненности частицами — Отбор проб жидкости из трубопроводов работающих систем

УДК 628.5:621.892:006.354 МКС 23.100.60 Т58 ОКП 02 5000 41 4000

Ключевые слова: чистота промышленная, загрязненность жидкости, твердые частицы, метод подсчета, мембранный фильтр, оптический микроскоп

Редактор *Л. В. Афанасенко*
Технический редактор *Л. А. Гусева*
Корректор *Н. И. Гаврищук*
Компьютерная верстка *З. И. Мартыновой*

Сдано в набор 02.08.2007. Подписано в печать 27.08.2007. Формат 60 84 $^1/_8$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,55. Тираж 221 экз. Зак. 2052.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано и отпечатано в Калужской типографии стандартов, 248021 Калуга, ул. Московская, 256.

gost.e-ecolog.ru