

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3230—2012

航空涡轮燃料洁净度的测定 便携式自动颗粒计数器法

Determination of the level of cleanliness of aviation turbine fuel—
Portable automatic particle counter method

2012-10-23 发布

2013-05-01 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准技术内容采用 IP 565/09《航空喷气发动机燃料清洁度的测定 便携式自动颗粒计数器法》，并做了下列编辑性修改：

- 删除了原标准中的所有对仪器和有证标物的供应说明的上角标“1”；
- 删除了原标准中的“13.1 总则”中对精密度数值来源的说明；
- 删除了原标准中“第 14 章实验报告”；
- 删除了原标准中的资料性信息“附录 C”；
- 删除了原标准中的参考文献和变更汇总。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国海南出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王佰华、王军华、黄宏星、张怡、赵亚娟。

航空涡轮燃料洁净度的测定

便携式自动颗粒计数器法

1 范围

本标准规定了测定分散在航空涡轮燃料中颗粒的方法。

本标准适用于粒径在 $4 \mu\text{m}_{(C)} \sim 30 \mu\text{m}_{(C)}$, 总累计计数在 60 000 个/mL 范围内的尘埃和水滴的测定。

注 1: 在本标准中, 水滴被认为是颗粒, 聚集的颗粒以单一的影像个体被检测。尽管测量的是投影的面积, 但在本方法中, 投影面积被作为颗粒直径使用。

注 2: 下标(C)表示粒径大小使用可溯源到 GB/T 18854 仪器来测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法(GB/T 4756—1998, ISO 3170:1988, EQV)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 14039 液压传动 油液 固体颗粒污染等级代号(GB/T 14039—2002, ISO 4406:1999, MOD)

GB/T 18854 液压传动 液体自动颗粒计数器的校准(GB/T 18854—2002, ISO 11171:1999, MOD)

IP 367 石油产品试验方法的精密度的测定和应用

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 颗粒尺寸 particle size

由 NIST 使用扫描电子显微镜确定的, 或使用本标准校准的液体自动颗粒计数器(APC)确定的颗粒投影面积的等效直径(单位: μm)。

3.2 累计计数 cumulative count

在各预设粒径通道($\geq 4 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 6 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 14 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 21 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 25 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 30 \mu\text{m}_{(C)}$)中每毫升样品中的总颗粒数, 以个/mL。

3.3 ISO 代号 ISO codes

用 GB/T 14039 中规定的 ISO 代号的来表示测试结果。该代号用等级代码 X/Y/Z 形式表达, 其中 XYZ 分别表示每毫升试样中粒径 $\geq 4 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 6 \mu\text{m}_{(C)}$ 、 $\geq 14 \mu\text{m}_{(C)}$ 的颗粒累计计数。

4 方法提要

4.1 从试样容器中直接吸取的试样以 30 mL/min 流量通过光学测定池后, 排入废液罐。自动测试程序以用 50 mL 试样冲洗光学测定池和管路开始, 之后以每次 10 mL 的试样量, 测试 3 次, 以 3 次测试结果的平均值报结果。

4.2 样品中的颗粒物通过样品池造成光的衰减, 产生电压降, 电压降与颗粒/液体直径成比例。完成测试后, 仪器自动通过软件计算各预设通道的粒径数目并显示出来。

5 试剂与材料

除非特别规定, 仅使用分析纯及以上试剂; 所用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

5.1 有证标物, 含中等粒径实验颗粒(MTD)。

5.2 正庚烷, 用装有 0.45 μm 滤膜(5.3)的过滤装置(6.4)过滤正庚烷。并贮存于用过滤后的正庚烷冲洗干净的合适材料制造的容器中。

5.3 滤膜, 用纤维素或聚碳酸酯制造, 孔径 0.45 μm。

6 仪器

6.1 便携式自动颗粒计数器(APC): 一种不需要支架的便携式或实验室使用的仪器。该仪器由光学测定池、组合式双泵、电路控制的自动切换阀、样品分析软件、数据显示和打印部件组成(见附录 A)。该仪器的标定应能溯源到符合 GB/T 18854 标准校正过的一级设备。

6.2 试样容器, 圆柱型, 材质玻璃或塑料, 容积至少 125 mL, 确保安装的样品吸入管管口距试样容器底部至少 10 mm 以上, 并有内密封的盖。

注: 为了避免任何可能因某些样品产生静电造成颗粒被吸附到容器内部造成的问题, 建议采用玻璃容器。

6.3 废液容器, 用于收集试验过的试样。

6.4 过滤装置, 可安装 0.45 μm 滤膜过滤正庚烷。

7 取样和试样的准备

7.1 取样

7.1.1 除非特别规定, 实验室样品应按 GB/T 4756 获得, 至少采取 125 mL 试样。

7.1.2 采样容器应能转移样品而不会造成污染。容器材质应是内部为环氧树脂全衬的金属容器、棕色玻璃容器或聚四氟乙烯容器。

7.1.3 采样容器在采样前, 应用待采试样(占该容器的容积的 10%~20%)至少冲洗 3 次。每次冲洗应盖上盖子, 摆动至少 5 s, 倒出废液。

7.1.4 保证采样容器采样后有 10% 的预留空间。

7.2 试样的准备

7.2.1 反复旋转试样容器至少 60 圈来制备测试试样。

7.2.2 取一洁净试样容器, 用待测试样清洗至少 3 次。或者用过滤好的正庚烷(5.2)彻底清洗试样容器, 然后在洁净的环境下干燥后使用。

7.2.3 在试样容器中倒入至少 125 mL 混合好的试样, 用洁净的盖子盖严。

7.2.4 确保试样容器至少留有 10% 的剩余空间。

8 试验步骤

8.1 仪器的准备

8.1.1 按照制造商的说明,安装便携式自动颗粒计数器。

8.1.2 确认已选择并显示 AVTUR 操作模式。打印结果时也应该确认是在该模式下。

8.1.3 在试验前仪器自动进行以下分析前检查:

- 光源操作;
- 光源强度;
- 传感器状况;
- 电源电压。

8.1.4 上述检查的任一项出现问题,便携式自动颗粒计数器将会指示故障。

8.1.5 在每次执行测试程序前用过滤好的正庚烷清洗金属入口管(见 A.1.5),确保其是洁净的。

8.1.6 在任何日常测试开始前,用至少 120 mL 过滤好的正庚烷放入洁净的试样容器中,按照 8.3 规定的步骤进行试验。

8.2 仪器的确认和校准

8.2.1 总则

操作者在使用前应检查便携式自动颗粒计数器的校准是否在有效期内。

8.2.2 确认

8.2.2.1 按照制造商的说明,至少每 6 个月要对便携式自动颗粒计数器是否处于正常工作状态进行确认。

8.2.2.2 按照 8.3 中步骤的要求用有证标物(5.1)进行试验。实验结果波动应该在该有证标物规定值的 1 个 ISO 等级代码之内。如果超过 1 个 ISO 等级代码则要检查确认有证标物是否在有效期内,用过滤好的正庚烷再次进行清洗;然后再重复试验加以确认。如果结果超过证书允许误差,咨询制造商。

注:用 ISO 等级代码表示的每毫升颗粒数请参见 GB/T 14039。

8.2.2.3 流量,按照制造商的说明要求确认公称流量为 30 mL/min。如果流量不正确,则联系制造商。

8.2.3 校准

按照制造商说明要求每 12 个月至少校准一次,或在测量系统进行维护后立即校准。

8.3 样品的测试

8.3.1 在即将进行样品测试前,按照 7.2 的方法,将容器翻转的方式制备试样(频率约为每秒钟一次),该操作不少于 1 min。

注:为了防止夹带空气,在混合试样时,翻转不要太剧烈。

警告:不可对已经进行过洁净度测试的样品容器中的试样进行再测试。因为在测试过程中一些颗粒可能发生沉降。因此所有测试的样品都应该是新制备的试样。

8.3.2 如果所采样品只用于该项目的测试且样品容器和样品体积均满足实验条件的要求,允许直接在采样容器中进行样品试验。

注:直接在采样容器中进行试验可以降低或避免可能出现的检测环境对样品的污染。但是为了避免出现交叉污染,该容器内样品不适合进行其他项目的试验。

- 8.3.3 确保洁净的试样输送管能插到试验所需的约 80 mL 燃料的液面之下。
- 8.3.4 确认洁净的试样输送管没有触碰到试样容器的侧壁或底部。
- 8.3.5 按照仪器操作手册说明,开始自动测试程序。
- 8.3.6 双泵吸取 50 mL 试样对样品输送管和光学测量池管路进行冲洗和清洁。然后分 3 次吸取各 10 mL 的试样进入光学测量池进行测量。记录 3 次测量数据,以 3 次测量数据的平均值报出并打印测试结果。

注 1: 数据可以贮存在非易失性存储器中和也可以再次打印,或下载到计算机或其他计算机设施中。

注 2: 如果在 3 次 $\geq 4 \mu\text{m}_{(c)}$ 的测试中偏差超过 10% 或 200 个颗粒/mL, 则说明采样可能存在问题。

注 3: 在测试不同航空涡轮燃料时,可以通过测试过滤好的正庚烷(5.2)来检查便携式自动颗粒计数器和试样输送管是否完全无上次试验残留的污染物。

8.3.7 记录样品的编号。

9 结果报告

根据打印或显示的结果报告出具最终测试结果:

- 累计计数;
- ISO 等级代码。

10 精密度

10.1 重复性(*r*)

同一操作人员用同一设备,在恒定的操作条件下,采用相同的试验材料,按照试验方法进行正常和正确操作,连续两次测试结果之差,从长期来说,20 个中只有 1 个超过表 1 中的值(95%置信水平)。

表 1 精密度(95%置信水平)

参数	结果范围	重复性	再现性
$\geq 4 \mu\text{m}_{(c)}$	216~45 061	0.078 61(<i>X</i> +2 000)	0.099 59(<i>X</i> +2 000)
$\geq 6 \mu\text{m}_{(c)}$	74~22 483	0.154 5(<i>X</i> +500)	0.199 3(<i>X</i> +500)
$\geq 14 \mu\text{m}_{(c)}$	9~4 105	0.348 5(<i>X</i> +40)	0.456 7(<i>X</i> +40)
$\geq 21 \mu\text{m}_{(c)}$	2~1 444	0.520 2(<i>X</i> +5)	0.727 2(<i>X</i> +5)
$\geq 25 \mu\text{m}_{(c)}$	1~776	0.602 3(<i>X</i> +2)	0.909 6(<i>X</i> +2)
$\geq 30 \mu\text{m}_{(c)}$	1~365	0.793 7(<i>X</i> +0.5)	1.278 1(<i>X</i> +0.5)

注 1: 其中 *X* 是每毫升的平均累计计数。

注 2: 对于 $\geq 21 \mu\text{m}_{(c)}$ 、 $\geq 25 \mu\text{m}_{(c)}$ 和 $\geq 30 \mu\text{m}_{(c)}$ 的粒径范围的颗粒见 10.2 中注 1。

10.2 再现性(*R*)

不同操作人员在不同实验室,采用相同材料,按照试验方法进行正常和正确操作,所得两个独立测试结果之差,长期来看,20 个只有 1 个超过表 1 中的数值(95%置信水平)。

注 1: 对于 $\geq 21 \mu\text{m}_{(c)}$ 、 $\geq 25 \mu\text{m}_{(c)}$ 和 $\geq 30 \mu\text{m}_{(c)}$ 的粒径范围的颗粒由于其累计数小且大粒径颗粒的易沉降等原因,精密度数据较差。同样对最大两个颗粒直径范围 [$\geq 25 \mu\text{m}_{(c)}$ 和 $\geq 30 \mu\text{m}_{(c)}$] ,其再现性难满足 IP 367 推荐的普遍可接受的最小 30 个自由度的要求。

注 2: 在联系 ISO 编码时,由于其特性是属非高斯方式,在用这些分级计算重复性和再现性时统计是不满意的。但是由于 ISO 等级代码使用简便,在工业上已广泛使用,为了帮助用户,附录 B 列出其精密度数值。这些仅是提供信息而已。

附录 A
(规范性附录)
便携式颗粒计数器

A.1 本仪器由计算机控制的双泵系统和通过自动切换阀连接的光学测定池构成。图 A.1 是典型的仪器结构图。

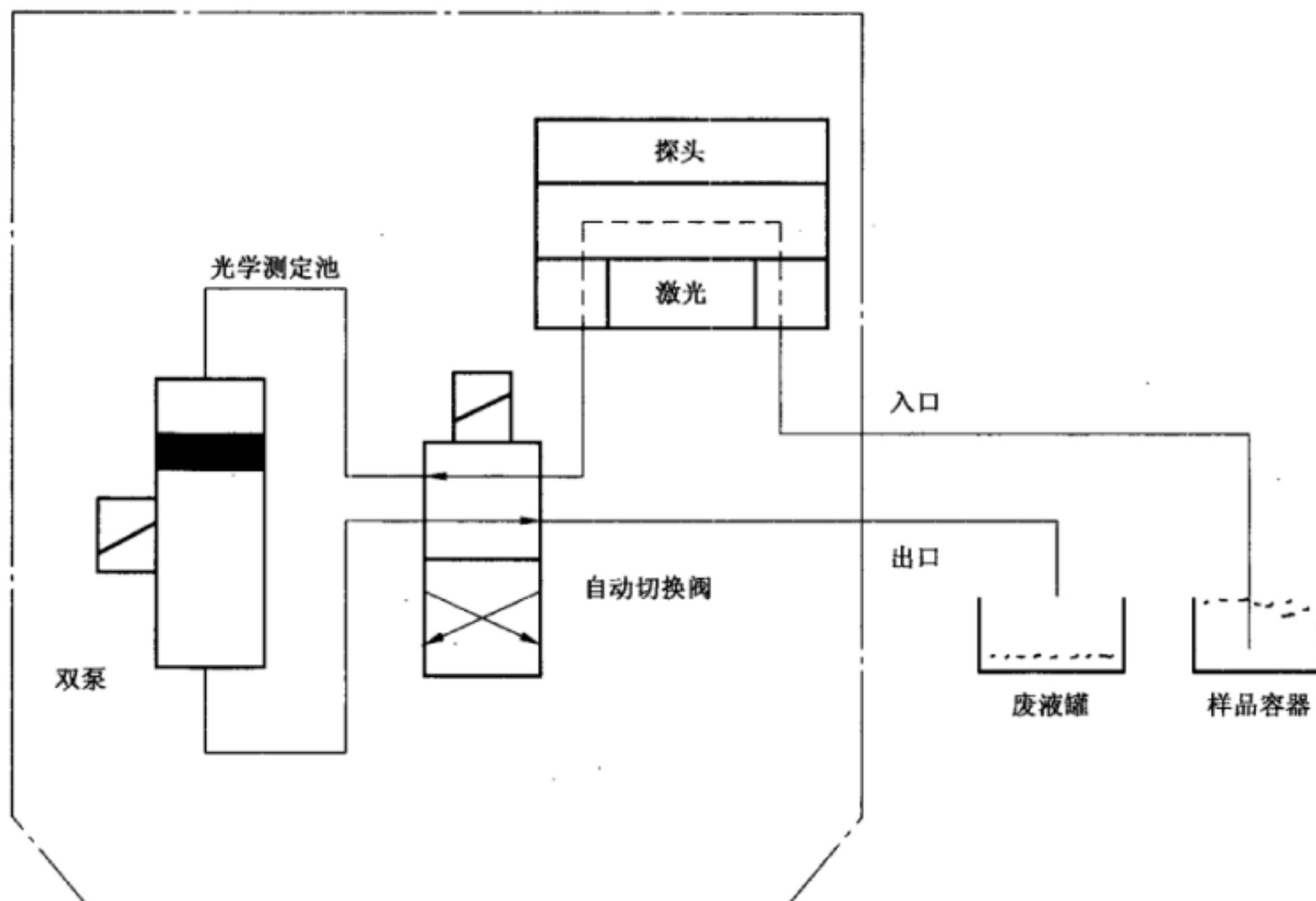


图 A.1 便携式自动颗粒计数器结构图

A.2 自动切换阀: 可以实现在计算机控制下自动进行冲洗和样品测定, 维持样品从样品容器到光学测定池之间单向流动。

A.3 双泵: 在计算机控制下由恒速马达驱动的泵, 能保证样品以稳定的 30 mL/min 流量通过光学测定池。

A.4 光学测定池: 由光学探头和波长为 $670\text{ nm} \pm 5\text{ nm}$, 功率为 5 mW 二极管激光光源组成。

A.5 样品输送管组件, 有以下部件组成:

- a) 与入口接头连接的柔性透明管;
- b) 可调节长度的金属管接头, 便于不同容积的试样容器;
- c) 可避免灰尘进入的试样容器的盖。

A.6 打印机, 记录全部测定信息和测试结果(参见附录 B)。

注: 在实验结束后自动打印结果。测定过程中的分析和结果也能打印(见制造商说明书)。

附录 B
(资料性附录)
ISO 等级代码的精密度描述

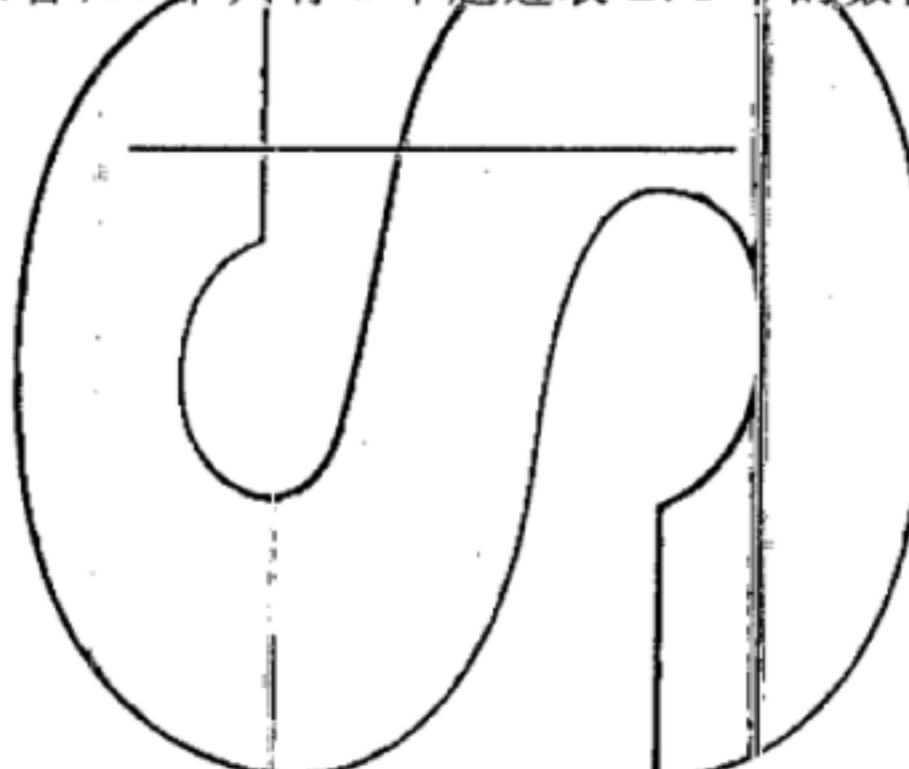
B.1 在涉及 ISO 等级代码分级过程修约时,由于其特性是属非高斯方程,在用这些分级计算重复性和再现性时不符合统计学要求。但是,由于 ISO 等级代码分级使用简单、方便,已在工业上得到广泛的使用,为了方便用户的使用,以下给出了其精密度数值。鉴于以上原因,用户在采用这些数值时应注意:它们仅用在 ISO 分级表示的重复性和再现性上。对本标准精密度的细节,参见本标准的第 10 章和以累计数/毫升表达计算的结果。

B.2 重复性(r),同一操作人员用同一设备,在恒定的操作条件下,采用相同的试验材料,按照试验方法进行正常和正确操作,连续两次测试结果之差,从长期来说,20 个中只有 1 个超过表 B.1 中的值。

表 B.1 精密度(95%置信水平)

参数	结果范围	重复性	再现性
ISO $\geq 4 \mu\text{m}_{(\text{C})}$	14~23	1.101	1.025
ISO $\geq 6 \mu\text{m}_{(\text{C})}$	13~22	0.83	1.025
ISO $\geq 14 \mu\text{m}_{(\text{C})}$	9~19	1.35	1.373

B.3 再现性(R),不同操作人员在不同实验室,采用相同材料,按照试验方法进行正常和正确操作,所得两个独立测试结果之差,长期来看,20 个只有 1 个超过表 B.1 中的数值。



中华人民共和国出入境检验检疫
行业标准
航空涡轮燃料洁净度的测定
便携式自动颗粒计数器法

SN/T 3230—2012

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-24780 定价 16.00 元



SN/T 3230-2012