



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101283267 B

(45) 授权公告日 2010. 12. 22

(21) 申请号 200680037031. 8

(22) 申请日 2006. 10. 06

(30) 优先权数据

102005048151. 5 2005. 10. 06 DE

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 04. 03

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2006/067143 2006. 10. 06

(87) PCT申请的公布数据

W02007/039644 EN 2007. 04. 12

(73) 专利权人 空中客车德国有限公司

地址 德国汉堡

(72) 发明人 约尔格·莫尔特拉恩

克里斯蒂安·林道尔 尤里·巴里洛

(74) 专利代理机构 北京康信知识产权代理有限

责任公司 11240

代理人 章社杲 李丙林

(51) Int. Cl.

G01N 21/90 (2006. 01)

G01N 21/94 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4858768 A, 1989. 08. 22, 全文.

CN 1037218 A, 1989. 11. 15, 全文.

US 4996160 A, 1991. 02. 26, 全文.

CN 1102882 A, 1995. 05. 24, 全文.

WO 93/25891 A1, 1993. 12. 23, 全文.

民航 101 厂. 用无机酸去除工件上的胶、漆、
积碳和有机纤维. 航空制造技术. 1980, (第 9
期), 48.

审查员 张晶

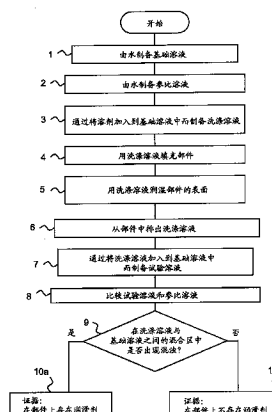
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

(54) 发明名称

用于检测部件上的残留物的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种用于检测部件上并且特别是该部件表面上的残留物的方法。为了还允许试验难以接近的表面而无需增加设备费用, 根据本发明的方法包括以下步骤: 由水制备基础溶液 (1) 和由水制备参比溶液 (2), 通过将新鲜溶剂加入到基础溶液中而制备洗涤溶液 (3), 用洗涤溶液填充待检验的部件 (4), 用洗涤溶液润湿部件的整个内表面 (5), 从部件中排出洗涤溶液 (6), 通过将洗涤溶液加入到基础溶液中而制备试验溶液 (7), 比较试验溶液与参比溶液 (8), 以及检验在洗涤溶液与基础溶液之间的混合区中是否发生混浊 (9), 作为在部件的表面上的润滑剂的证据 (10a, 10b)。



1. 一种用于检测部件表面上的润滑剂残留物的方法,所述方法包括以下步骤:
由水制备基础溶液和由水制备参比溶液,
通过将具有分析纯的新鲜水溶性溶剂加入到所述基础溶液中而制备洗涤溶液,
用所述洗涤溶液填充待检验的所述部件,
用所述洗涤溶液润湿所述部件的整个内表面,
从所述部件中排出所述洗涤溶液,
通过将所述洗涤溶液加入到所述基础溶液中而制备试验溶液,
比较所述试验溶液与所述参比溶液,以及检验在所述洗涤溶液与所述基础溶液之间的混合区中是否发生混浊,作为在所述部件的所述内表面上的润滑剂的证据。
2. 根据权利要求1所述的方法,其中,为了制备所述基础溶液和所述参比溶液,将9ml水放入试管中,所述水是去离子水或蒸馏水。
3. 根据权利要求2所述的方法,其中,为了制备所述洗涤溶液,利用巴斯德移液管将1ml新鲜溶剂加入到所述基础溶液中,使得溶剂-水混合区出现在所述试管填充物的上部区域。
4. 根据权利要求1-3中任一项所述的方法,其中,用所述洗涤溶液将所述待检验的部件填充至空容积的约5%至10%,但所述洗涤溶液不大于0.1l。
5. 根据权利要求1-3中任一项所述的方法,其中,在经过预定的暴露时间以后,摇动和/或旋转所述部件,以改善来自所述表面的所述润滑剂的溶液。
6. 根据权利要求4所述的方法,其中,在经过预定的暴露时间以后,摇动和/或旋转所述部件,以改善来自所述表面的所述润滑剂的溶液。
7. 根据权利要求5所述的方法,其中,所述暴露时间为至少10分钟,并且进行所述摇动和旋转10至15次,对于复杂的表面所述暴露时间加倍。
8. 根据权利要求6所述的方法,其中,所述暴露时间为至少10分钟,并且进行所述摇动和旋转10至15次,对于复杂的表面所述暴露时间加倍。
9. 根据权利要求1-3中任一项所述的方法,其中,为了制备所述试验溶液,利用巴斯德移液管将1.0ml所使用的洗涤溶液从上方倾析到装有9.0ml水的试管中,所述水是去离子水或蒸馏水,并且所述试管在倾析所使用的洗涤溶液期间不移动。
10. 根据权利要求4所述的方法,其中,为了制备所述试验溶液,利用巴斯德移液管将1.0ml所使用的洗涤溶液从上方倾析到装有9.0ml水的试管中,所述水是去离子水或蒸馏水,并且所述试管在倾析所使用的洗涤溶液期间不移动。
11. 根据权利要求5所述的方法,其中,为了制备所述试验溶液,利用巴斯德移液管将1.0ml所使用的洗涤溶液从上方倾析到装有9.0ml水的试管中,所述水是去离子水或蒸馏水,并且所述试管在倾析所使用的洗涤溶液期间不移动。
12. 根据权利要求1-3中任一项所述的方法,其中,使用2-丙醇、变性酒精、或丙酮作为用于制备所述洗涤溶液的所述溶剂。
13. 根据权利要求4所述的方法,其中,使用2-丙醇、变性酒精、或丙酮作为用于制备所述洗涤溶液的所述溶剂。
14. 根据权利要求5所述的方法,其中,使用2-丙醇、变性酒精、或丙酮作为用于制备所述洗涤溶液的所述溶剂。

用于检测部件上的残留物的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于检测部件上并且特别是该部件表面上的残留物的方法。

背景技术

[0002] 大多数部件在其生产以后仍然具有来自制造过程的残留物。这些残留物可以是宏观的或可以包括表面的微观变化。特别是,表面可以被化学污染。根据其计划的用途,部件必须没有污染并相应地加以清洗。然而,为此目的,污染的类型必须事先知道。以下说明的方法用于现有技术中,用于测试部件表面的纯度。

[0003] 在用肉眼对部件进行外观检查(表观检查)时,检查在金属的、光泽表面上不规则性是否可以识别。根据清洗后部件的斑点(spottiness),可以决定是否必须再次清洗。在空心体的内部,经常不能对表面进行外观检查,以致外观检查是不可能的。

[0004] 当利用特殊介质(纸,滤纸)擦净表面(DIN 65078)时,要检查颗粒是否仍然附着在擦净介质上。然而,仅当要检验(测试)的表面可接近时,擦净表面才是可能的。

[0005] 在利用粘合带的快速试验方法(“Tesa 膜试验”)中,将透明的粘合带粘附于部件上。当拉出(撕掉,pull off)粘合带时,位于表面上的杂质(尤其是粉尘、金属粉末、磨料(abrasion)、碎屑)仍然附着于粘合带。其后,将粘合带粘附到白色背景上,以致可以很好地看到单个杂质颗粒,然后在显微镜下进行计数(数目)或利用光度计进行测量(灰度级)。

[0006] 在连同适宜的化学检测方法的溶解方法中,化学溶解在表面上的污染物。然后可以利用气相色谱,例如(EN ISO 9377-2),检查溶液。可替换地,可以在例如旋转蒸发器中蒸发溶液,并且随后用下游方法(downstream method)检查蒸发后的残留物。

[0007] 可以利用 2-丙醇洗涤部件,并且随后计数颗粒。在这种情况下,一个缺点在于,当润滑剂溶液(lubricant solution)作为实际溶液进入 2-丙醇时,没有检测该润滑剂溶液。

[0008] 在借助于润湿性来检测污染物中,可以利用与清洁或污染表面的表面张力差异(DIN 65079(12/87)、DIN 53364(06/75)、DIN EN828(01/98)、QVA-Z10-57-00(08/96))。具体地说,为了在此基础上检测污染物,可以进行 Fettrot 试验、利用试验油墨的测量、苯胺黑试验、接触角测量等。

[0009] 在直到目前为止提到的所有方法中,要求待检验(测试,test)的表面是很好地可见的或可以获得表面样品。因此,在没有另外措施的情况下,利用这些方法经常不能检验在空心体内部表面的润滑剂清洁度,因为它们不可接近。

[0010] 通过确定清洗和未清洗部件之间的重量差异可以推断出污染物的量(“称量法”)。然而,这种方法仅可用于小部件,因为仅在上述情况下可以足够精确地进行称量。另外,称量的结果尤其受到部件的环境湿度和干燥程度的影响。称量法有限地适合于或不适合于湿部件。

[0011] 许多矿物油产品包含在利用紫外光(紫外线)照射以后发荧光或显示颜色的物质。如果存在怀疑在部件上的残留物包括这种类型的物质,则这样的紫外线试验可以用于

检测污染物。然而,润滑剂的化学组成限制了这种方法的适用性。还需要存在适宜的测量仪器。

[0012] 洁净薄钢板在酸性硫酸铜 (CuSO_4) 溶液 (浓度为约 25g/l) 中形成粘附铜涂层,因为铜是更为惰性的 (noble) 金属。因此,在硫酸铜试验中可以观察到脱色。要明确,在这种情况下,是否可以对相对惰性的钢应用该方法。由于铜离子的毒性和对在导电连接于铜中所使用材料的腐蚀倾向的可能影响,硫酸铜被排除用于饮用水系统中。

[0013] 在“柏林蓝试验”中,将要检查的部件放置在指示剂溶液 (柏林蓝) 中或将一小滴这种指示剂溶液滴在部件上。如果表面染上蓝色,则它不是惰性的 (钝态的, passive)。“柏林蓝试验”是基于化合物的形式 (形成, formation), 其中化合物是洁净钢表面与铁形成的。发生了显色反应。然而,在空心部件的内表面上,可能更难或不可能进行观察。然而,物质与铁 (II) 和铁 (III) 离子的反应的影响可以限制柏林蓝试验的适用性。

[0014] 在电解液中,在存在电流或电压以后,可以提供表面状态信息 (活性的或惰性的) 的电化学步骤发生在金属导电表面上。在阳极极化测量中,将电解液滴施加在部件表面与反电极 (对电极) 之间,并将电源连接在部件与反电极之间。记录所得到的电压和电流的时间曲线并用作判断表面状态的基础。两种方法变量是有差别的:两种电极技术和三种电极技术。然而,为进行该测量所需要的设备费用相对较大。

[0015] 尤其是,利用辉光放电光谱术分析了亚硝酸盐层形式的残留物。然而,仅在 μm 范围内的相对较厚的层可以检测。在 nm 范围内的薄污染层仅可以困难地检测。

[0016] 与利用 X 射线荧光分析 (XFA) 的其它技术相比,也可以仅分析在 μm 范围内的比较厚的层。利用该方法,尤其可以很好地检测亚硝酸盐层。然而,利用该方法,仅可以分析光滑表面。该方法尤其适合于在测量实验室中的检查,它不适合于在生产现场检验部件。

[0017] 利用电子能谱术可以测定在 nm 范围内的污染物。然而,它需要反映在该方法的成本中的高设备费用。在生产中,由于高费用,可以通常不采用 (执行) 这种类型的方法。

[0018] 对于电子显微术和原子力显微术 (电子力显微术) 这也是正确的,利用上述方法还可以检测纳米范围的污染层。电子和原子力显微术同样需要反映在该方法的成本中的高设备费用。在生产中,常规地由于高费用,可以通常不采用这种类型的方法。

[0019] 利用通过氧化的碳确定,可以定量地确定在部件表面上的烃链。在加热炉中将待测定的部件加热至 200°C 至 800°C 的温度。需要的温度是杂质组成的函数。有机污染物的烃链被分解和解吸,在加热炉中碳与含氧运输气体 (transport gas) 结合,以形成 CO/CO_2 混合物。其中气体与氢氧化钠 (NaOH) 混合的电导率测量池用于测量运输气体的碳含量。由于所释放碳的差异,所以通过在不同温度下的分解,可以在不同的烃链之间进行区分。

发明内容

[0020] 本发明基于以下目的:在没有设备费用增长的情况下,允许对难以接近的表面进行检验。

[0021] 通过根据权利要求 1 所述的清洗方法根据本发明可以达到上述目的。本发明的优选的具体实施方式是从属权利要求 (subclaim) 的主题。

[0022] 本发明基于以下想法:通过目视比较“杂质溶液”和参比溶液,快速和敏感地检测污染物。特别是观察试管中的窄区域 (溶剂-水混合区),其中杂质颗粒的溶液尤其容易看

见。

[0023] 根据本发明的用于检测部件表面上的残留物的方法包括以下步骤：由水制备基础溶液（底液，base solution）和参比溶液，通过将新鲜溶剂加入到基础溶液中而制备洗涤溶液，用该洗涤溶液填充待检验（测试）的部件，用洗涤溶液润湿部件的整个内表面，从部件中排出洗涤溶液，通过将洗涤溶液加入到基础溶液中而制备试验溶液（检验溶液，测试溶液，test solution），比较试验溶液与参比溶液，以及检验在洗涤溶液与基础溶液之间的混合区中是否发生混浊，作为在部件表面上的润滑剂的证据。

[0024] 根据本发明的方法优选具有一个或如果可能的话多个以下特点：

[0025] 为了制备基础溶液和参比溶液，将 9ml 水放入试管中，其中水是去离子水或蒸馏水；

[0026] 为了制备洗涤溶液，利用巴斯德移液管将 1ml 新鲜溶剂加入到基础溶液中，使得溶剂-水混合区出现（arise）在试管填充物的上部区域；

[0027] 用洗涤溶液填充待检验部件的空容积（empty volume）的约 5 至 10%，但洗涤溶液不大于 0.11；

[0028] 在经过预定的暴露时间以后，摇动和 / 或旋转部件，以改善来自表面的润滑剂的溶液；

[0029] 暴露时间为至少 10 分钟，并且进行摇动和旋转 10 至 15 次，对于复杂表面暴露时间加倍；

[0030] 为了制备试验溶液，利用巴斯德移液管将 1.0ml 使用的洗涤溶液从上方便析（倒入，吸入，decant）到装有 9.0ml 水的试管中，其中水是去离子水或蒸馏水，并且在倾析使用的洗涤溶液期间不移动试管；

[0031] 使用 2- 丙醇、变性酒精（工业酒精，denatured ethanol）、或丙酮来制备洗涤溶液。

[0032] 本发明的一个优点在于，本发明使得可以检验视觉上不可接近的表面。在根据本发明的方法中，无需对提取物或蒸发的残留物进行复杂的（气相色谱法）测定，简化了部件纯度的检测，还可以检测化学地溶解在溶剂中的润滑剂或润滑剂成分，根据本发明的方法可以独立于部件尺寸加以使用，它与环境湿度无关，不需要测量仪器，它与润滑剂的化学组成无关，不使用在空心部件中和在其它表面上导致沉积物和 / 或腐蚀核心（corrosion nuclei）的物质，根据本发明的方法可以用于贵金属和贱金属以及用于玻璃、陶瓷、以及许多聚合物，避免了因为试验方法引起的化学反应，不需要测量仪器，根据本发明的方法与污染物的层厚度无关，不需要分析装置，因此该方法适用于现场使用。

[0033] 根据以下参照附图的优选的示例性具体实施方式的描述，可以获得本发明的另外的特征和优点。

附图说明

[0034] 图 1 示出了根据本发明的方法的优选的具体实施方式的工序。

具体实施方式

[0035] 在根据本发明的方法中，其工序示于图 1 中，在步骤 1 中，将作为基础溶液的 9ml

去离子或蒸馏水放置于试管中。在与其平行的步骤 2 中,制备相同组成的参比样品(还称作盲值或空样品),即,作为在试管中的 9ml 去离子或蒸馏水。

[0036] 为了制备实际的洗涤溶液,在步骤 3 中,利用清洁的巴斯德移液管并以以下的方式将新鲜溶剂加入其中,使得溶剂-水混合区出现在试管填充物的上部区域。溶剂的量优选为 1ml。在混合期间,由于混合物的折射指数的变化,可以发生透明度的变化,然而其并不表示混浊,并在一分钟内消失。如果形成了持久混浊,则溶剂和/或水受到污染,并且不可以用于进行试验。然后用新鲜的物质更换水和溶剂。

[0037] 在步骤 4,用洗涤溶液填充待检验的部件,其中使用适量的洗涤溶液。该洗涤溶液量是部件容积的函数。优选地,用溶剂填充部件的空容积的大约 5 至 10%,然而,出于环境保护的原因,该量不超过 0.11。在步骤 5,用适合的塞子封闭部件并以以下方式旋转和转动使得用洗涤溶液润湿整个内表面。为了呈现其所期望的效应,洗涤溶液必须作用至少 10 分钟。对于复杂的内表面,暴露时间加倍,使得洗涤溶液润湿所有表面。为了确保整个表面的润湿,优选摇动或旋转部件 10 至 15 次。因此,通过洗涤溶液沿着部件表面的流动,改善了润滑剂溶液。

[0038] 在步骤 6 中,从部件中排出洗涤溶液。在步骤 7,利用使用的洗涤溶液和剩余的清洁的基础溶液制备试验溶液。为此目的,利用巴斯德移液管除去 1.0ml 使用的洗涤溶液,然后从上方加入到试管中,该试管装有 9.0ml 的基础溶液,即,去离子或蒸馏水。优选固定试管,使得它不会移动并且洗涤溶液和基础溶液可以在试管的层中一个位于另一个的上方。

[0039] 如果存在于部件上的润滑剂被溶剂溶解,则或多或少明显的(一定的, definite)混浊会出现在试验溶液中,其可以在洗涤溶液与基础溶液之间的混合区中很好地观察到。在试验溶液中发生混浊和/或很好地可识别混浊以前,可能需要长达 5 分钟。混浊如何快速地发生是润滑剂的类型和浓度的函数。对于某些有机硅(硅酮)润滑剂以及对于基于多氟化烷烃或全氟聚醚的润滑剂,在某些情况下,该方法必须被应用多次。

[0040] 在步骤 8 中,为了识别试验溶液中的混浊(浊度),优选比较试验溶液与(清澈的)参比溶液,尤其是在弱混浊的情况下。在步骤 9 中,在已确立是否存在混浊以后,提供证据:或者在步骤 10a 中,润滑剂存在于部件上,因为与参比相比,混浊是可识别的;或者在步骤 10b 中,没有润滑剂存在于部件上,因为与参比相比,没有混浊是可识别的。

[0041] 为了实施根据本发明的方法,仅需要 2 个试管、2 个容积为 1.0ml 的巴斯德移液管、容积为 10.0ml 的量筒、烧杯、以及用于待测定部件的各种各样的塞子。

[0042] 在根据本发明的方法中,重要的是,所有使用的装置是清洁的且没有润滑剂。污染的装置导致假结果,因此不可以使用。此外,仅考虑水溶性液体作为溶剂。如果使用的溶剂不良地溶于或不溶于水中,则没有混合区或仅有非常有限的混合区出现。即使润滑剂被溶解,也可能不会发生混浊,并且不正确地导致“部件清洁”的陈述。具有不良或有限水溶性的溶剂可以引起与混合区中的水的混浊并冒充(simulate)润滑剂含量。使用的溶剂必须具有纯度 p. a. (分析纯,分析用, pro analysi) 的等级。纯度的等级由生产商规定在化学瓶上。较低质量的溶剂的使用可以导致假试验结果并且是不容许的。蒸馏或去离子水将被用于参比试验和用于施加于部件的溶剂的测定。如果使用其它水质量,则可能在识别样品中和/或参比中的混浊时会发生干扰。于是,样品和参比不再可以彼此比较。

[0043] 本发明适用于可以容易地仅由一人举起和转动的小部件。出于工作和环境保护的

原因,使用的溶剂的量优选限于至多 0.11。

[0044] 待清洗的部件表面的温度不可以超过所用溶剂的沸点,因为那时它会立即蒸发。优选避免超过 25℃ 的温度,因为那时许多溶剂显著蒸发,并且润滑剂溶液会变得更差。还优选避免低于 +0.1℃ 的温度,因为那时含水润滑剂系统可能部分或完全冻结,并且可以从被溶剂溶解的状态完全或部分地退出 (withdraw)。

[0045] 在实验系列中,观察到润滑剂仅部分地溶解在溶剂中。因此润滑剂的溶液并不是完全的并且不会代替部件清洗。与 2-丙醇和变性酒精相比,在实验中丙酮已表明是最适宜的溶剂。通过在实验室丙酮提取中所使用的润滑剂的 IR 光谱记录,能够证实润滑剂至少部分地被丙酮溶解并且在用水稀释丙酮提取物以后观察到的混浊起因于溶解在丙酮中的润滑剂或润滑剂成分。

[0046] 本发明的优点尤其是,本发明在几分钟内提供了污染程度的测定结果。此外,本发明可以应用于所有耐溶剂表面,如玻璃、钢、陶瓷、以及许多聚合物材料。此外,可以在没有水或电源接头存在的情况下,即,“在现场”或在进行生产 (running production) 中应用本发明。为了实施在本发明的范围内描述的润滑剂检测方法,不需要专门训练的人员。同样不需要实验室仪器或试验装置。某些消耗物质 (耗材) 如溶剂、去离子或蒸馏水、以及巴斯德移液管是必要的。因此,本发明的应用并没有引起成本增加。此外,根据本发明的方法显示出高效率,尤其是如果润滑剂完全或部分地溶解在洗涤溶液中。因此,根据本发明的方法相当于基于溶解的其它检测方法,并且没有进一步的实验室分析也行。根据本发明的方法还与润滑剂层的厚度无关。

[0047] 参考标号

[0048] 1 : 由水制备基础溶液

[0049] 2 : 由水制备参比溶液

[0050] 3 : 通过将溶剂加入到基础溶液中而制备洗涤溶液

[0051] 4 : 用洗涤溶液填充部件

[0052] 5 : 用洗涤溶液润湿部件的表面

[0053] 6 : 从部件中排出洗涤溶液

[0054] 7 : 通过将洗涤溶液加入到基础溶液中而制备试验溶液

[0055] 8 : 比较试验溶液与参比溶液

[0056] 9 : 问题 : 在洗涤溶液与基础溶液之间的混合区中是否出现混浊?

[0057] 10 : 证据 : 10a 在部件上存在润滑剂, 10b 在部件上不存在润滑剂。

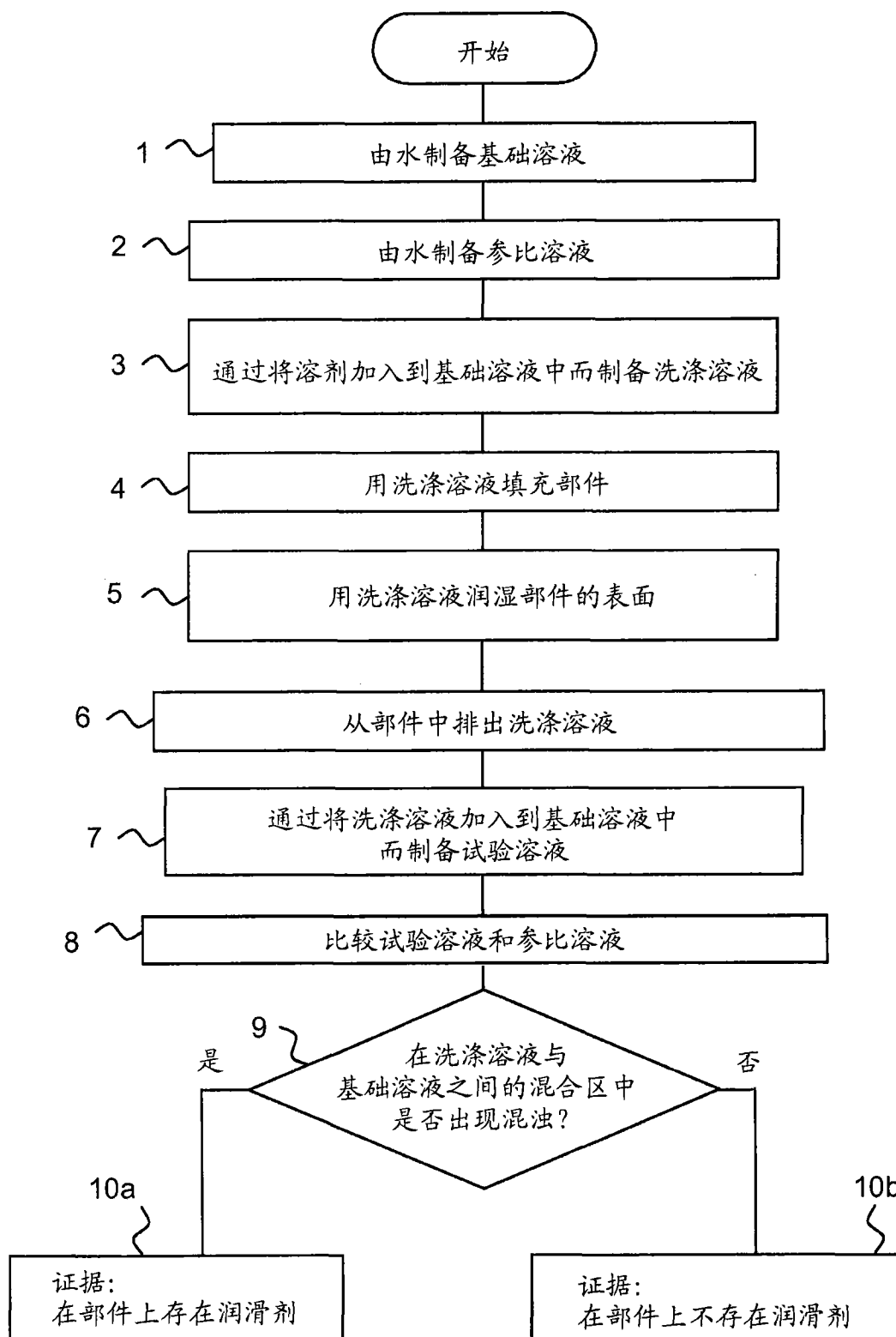


图 1