



**UNIVERSITÁ DEGLI STUDI DI PADOVA**

**Sede di Vicenza**

**DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI  
INDUSTRIALI**

**TESI DI LAUREA IN INGEGNERIA DEI PROCESSI  
INDUSTRIALI E DEI MATERIALI**

(Laurea triennale DM 270/04 – Indirizzo Materiali)

**SVILUPPO DI UN METODO DA LABORATORIO  
PER LA VALUTAZIONE DELLA  
CONTAMINAZIONE DI COMPONENTI PER  
L'INDUSTRIA AUTOMOBILISTICA**

Relatore: Ing. Zambon Andrea

Laureando: Andrea Capuzzo

**ANNO ACCADEMICO 2011/2012**



# **Indice**

<b>1</b>	<b>Introduzione</b>	<b>pag. 5</b>
<b>2</b>	<b>Programmazione delle attività</b>	<b>pag. 7</b>
	2.1 Analisi della normativa ISO 16232	
	2.2 Modalità di esecuzione di analisi di normative nazionali e di altre aziende	
	2.3 Fase sperimentale: piano delle prove	
	2.4 Risultati	
	2.5 Sviluppo di una procedura di analisi	
<b>3</b>	<b>Attività</b>	<b>pag. 11</b>
	3.1 Normativa ISO 16232	
	3.2 Normative nazionali ed aziendali	
	3.3 Sperimentazione e test effettuati	
	3.3.1 Estrazione del contaminante	
	3.3.2 Analisi gravimetrica	
	3.3.3 Analisi quantitativa e dimensionale particellare	
	3.4 Sviluppo di una procedura di analisi	
<b>4</b>	<b>Risultati</b>	<b>pag. 39</b>
	4.1 Risultati nella fase di lavaggio	
	4.2 Risultati sull'analisi gravimetrica	
	4.3 Risultati sull'analisi particellare	
<b>5</b>	<b>Conclusioni</b>	<b>pag. 41</b>
	<b>Appendice</b>	<b>pag. 43</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>pag. 49</b>



# 1 Introduzione

Il principale obiettivo di questo elaborato è la messa appunto di una procedura di determinazione della contaminazione che permetta la valutazione del grado di pulizia superficiale di componenti in lega leggera, destinati ad applicazioni nel settore *automotive*.

Lo scopo principale dell'attività di sviluppo della nuova procedura è mettere a punto una modalità operativa, da applicare in un laboratorio che eroga servizi conto terzi, che consenta a parità di risultato la minimizzazione dei tempi e costi di esecuzione.

I principali punti su cui si è focalizzata questa stesura, sono tre e consistono di una parte riguardante le metodologie di estrazione del contaminante dal componente in esame, l'analisi gravimetrica per la determinazione del peso del contaminante ed un'ultima sezione relativa alla metodologia di analisi di immagine utilizzata per la determinazione quantitativa e qualitativa delle particelle.

Per raggiungere gli obiettivi prefissati, sono state effettuate prove tecnico pratiche, relative ad ogni punto trattato, tali da esaminare ipotesi che spaziano dalla verifica del più vantaggioso metodo di estrazione, alla verifica di ripetibilità nei risultati ottenuti dall'analisi particellare.

In aggiunta a questo, per l'identificazione dei parametri più importanti da considerare per il seguente sviluppo, è stato portato a termine un confronto tra la normativa ISO 16232 - considerata la base per la creazione della nuova metodologia d'indagine - e normative indipendenti, cioè redatte da aziende che effettuano analisi di questo tipo. Il risultato finale è l'ottenimento di un metodo che, oltre a risponde agli obiettivi iniziali prefissati e a rimanere nei limiti imposti dalla normativa ISO, possiede valore aggiunto soprattutto in termini di tempistica di esecuzione e affidabilità nel risultato.



## 2 Programmazione delle attività

### 2.1 Analisi della normativa ISO 16232

La principale normativa a cui si fa riferimento per la creazione di una procedura che comprenda, sia l'analisi gravimetrica che l'analisi particellare, è la ISO 16232.

Questa normativa enuncia le regole principali e i parametri da tenere in considerazione per produrre un processo di analisi che segua una metodologia, riconosciuta internazionalmente, valida ed efficace.

La particolarità di questa ISO è quella di recepire tutte le altre normative, riguardanti l'analisi particellare, antecedenti al 2007.

La procedura ISO si compone di un totale di 10 parti che recensiscono sia tutti i principali metodi di pulizia ed estrazione del contaminante, sia i criteri per una analisi dimensionale, quantitativa e qualitativa delle particelle. I capitoli però fondamentali presi a riferimento per l'elaborazione e creazione della procedura, che verrà esposta in seguito, sono:

- **ISO 16232 – 3 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits**  
– Part 3: Method of extraction of contaminants by pressure rising
- **ISO 16232 – 4 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits**  
– Part 4: Method of extraction of contaminants by ultrasonic techniques
- **ISO 16232 – 6 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits**  
– Part 6: Gravimetric analysis
- **ISO 16232 – 7 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits**  
– Part 7: Particle sizing and counting by microscopic analysis

Un'analisi più approfondita della normativa è data nel paragrafo 3.1.

### 2.2 Modalità di esecuzione di analisi di normative nazionali e di altre aziende

Oltre alla norma ISO, sono state prese in esame anche altre normative.

Queste normative, provenienti da altre aziende, forniscono il modo in cui effettuare l'intera analisi e presentare i risultati ottenuti secondo le proprie esigenze.

Su queste ulteriori metodologie di analisi, è stato fatto un confronto rispetto la ISO 16232 in termini quali:

- il metodo che più di adatta alle diverse tipologie di componente in esame
- tipologia di procedura utilizzata per analisi
- quantità e qualità di informazioni contenute
- differenze nella strumentazione utilizzata per effettuare l'analisi

I metodi principalmente presi in considerazione sono appartenenti a società quali:

- Volvo ( Anno 2007)
- Tesma (Anno 2004)
- Normativa Francese NF E 48-652 1 (Anno 1989)
- New Holland NH-G5001 (Anno 1994)

Per una descrizione dettagliata delle procedure analizzate consultare il paragrafo 3.2.

### **2.3 Fase sperimentale: piano delle prove**

La fase sperimentale si compone di un set di prove effettuate per ognuna delle tre parti di cui la procedura è composta.

I parametri principali su cui si effettueranno queste prove sono derivanti dallo studio approfondito delle varie normative precedentemente menzionate.

Come detto nell'introduzione la procedura è suddivisa principalmente in una parte di estrazione del contaminante, una di analisi gravimetrica ed un'ultima di analisi particellare.

Per l'**estrazione del contaminante** sono stati considerati due tipi di lavaggio, uno ad ultrasuoni ed una a getto in pressione. È stato fatto un confronto secondo :

- quantità di contaminante estratto
- qualità di pulizia
- tempistica di lavaggio

Per l'**analisi gravimetrica**, la fase sperimentale ha avuto l'obiettivo di:

- ottimizzare il tempo di asciugatura dei filtri in forno
- diminuire i problemi legati alla pesatura del filtro tramite bilancia (instabilità del piatto, variazione della misura)

Per l'**analisi particellare** le verifiche ritenute più importanti riguardano:

- identificazione dei parametri ottimali utilizzati per l'analisi particellare
- prove di ripetibilità del conteggio
- ricerca dell'oggettività di risultato

Altre operazioni di cui non è servito fare alcuna verifica, ma che hanno portato ad una diminuzione del tempo di analisi e ottimizzazione del risultato finale, sono state la creazione di un porta-filtro e la semplificazione delle azioni che l'operatore deve svolgere per impostare il microscopio ed ottenere il risultato prefissato.

La consultazione di tutti i test effettuate è consultabile al paragrafo 3.3.

## **2.4 Risultati**

I risultati ottenuti, relativi alle prove effettuate, consistono nel:

- individuazione della tecnica più consona per effettuare il lavaggio
- perfezionamento delle modalità di svolgimento dell'analisi gravimetrica e particellare
- determinazione dell'errore presente al momento del conteggio delle particelle

Per la visione dei risultati ottenuti consultare il capitolo 4.

## **2.5 Sviluppo di una procedura di analisi**

Ottenuti tutti i risultati di verifica delle ipotesi effettuate, si è condotta la stesura di una procedura di analisi che racchiuda dall'inizio alla fine tutte le azioni e strumenti da utilizzare per raggiungere l'obiettivo prefissato.

La procedura è molto dettagliata e permette di condurre un'analisi completa e precisa restando comunque nei valori di errore calcolati grazie alle prove tecnico pratiche effettuate.

Per la procedura completa consultare il paragrafo 3.4.



## **3 Attività**

### **3.1 Normativa ISO 16232**

Di seguito vengono descritti i punti principali, appartenenti alla normativa ISO 16232, utilizzati come base per la creazione della nuova procedura di analisi.

#### **ISO 16232, Parte 3: Metodo di estrazione del contaminante attraverso un getto in pressione**

Consiste nel lavaggio della superficie del pezzo preso in esame con un solvente che sia in grado di rimuovere olio e grasso, avente viscosità  $\leq 5\text{mm}^2/\text{s}$ .

Il pezzo in esame deve essere custodito in un contenitore pulito fino al momento prima dell'effettivo lavaggio in quanto è possibile che venga contaminato da fattori esterni. Il fluido viene inserito in un contenitore in pressione provvisto di un ugello del quale bisogna conoscerne la tipologia, la portata e le dimensioni.

Il solvente viene spruzzato sul componente da pulire e, il liquido di lavaggio, raccolto in un contenitore. Il fluido ottenuto, viene fatto passare attraverso un filtro con pori di dimensioni prefissate sul quale rimangono le particelle solide presenti. Il filtraggio viene aiutato tramite una pompa da vuoto che facilita il passaggio del liquido attraverso il filtro.

Nel caso si abbia a che fare con componentistica di tipo metallico, è importante demagnetizzare e non venire a contatto con magneti durante tutte le varie fasi, in quanto potrebbe venir modificato il risultato soprattutto se le stesse particelle sono di tipo ferromagnetico.

#### **ISO 16232, Parte 4: Metodo di estrazione attraverso tecnica ad ultrasuoni**

Il lavaggio della superficie del pezzo preso in esame avviene in una vasca ad ultrasuoni della quale bisogna conoscere potenza, frequenza e dimensioni del bagno. Il solvente da utilizzare deve essere in grado di rimuovere olio e grasso, e possedere una viscosità  $\leq 5\text{mm}^2/\text{s}$ .

Alcune accortezze da attuare sono che il componente sia immerso completamente nel liquido di lavaggio in modo da far avvenire la pulizia sull'intera superficie del componente e la possibilità di utilizzare un volume inferiore rispetto all'intera vasca di lavaggio in modo da risparmiare sull'uso di solvente e contenere l'eventuale dispersione di particelle nel bagno.

Una volta terminata la pulitura si spengono gli ultrasuoni, si filtra il liquido ottenuto attraverso una membrana a porosità nota e si risciacqua il contenitore del fluido di lavaggio con del nuovo solvente.

## ISO 16232, Parte 6: Analisi gravimetrica

L'analisi gravimetrica, consta della misura della differenza di peso di un filtro, prima e dopo il filtraggio del fluido utilizzato per il lavaggio del pezzo preso in esame.

Il filtro, appena prelevato dal contenitore, viene messo in un forno ad  $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  per 30 minuti in modo da far evaporare l'umidità che eventualmente fosse presente sulla membrana. Estratto dal forno, viene posto su di una bilancia avente un'accuratezza di minimo  $\pm 0,1$  mg ottenendo così la misura  $M_1$ .

Nel caso in cui il filtro non venga usato immediatamente dopo l'asciugatura, è opportuno conservarlo in un contenitore che all'interno non presenti tracce di umidità e che non dia modo all'aria esterna di penetrare all'interno.

Si procede con il filtraggio del liquido di lavaggio ottenuto seguendo una delle due tipologie di pulizia, e dopo un altro passaggio in forno, alla medesima temperatura e per un identico lasso di tempo, si procede con una seconda pesata. Così facendo si ricava il peso  $M_2$ , grazie al quale, attraverso la formula  $M_2 - M_1 = M_C$ , otteniamo il peso netto del contaminante estratto dalla superficie del pezzo.

Oltre alla semplice esposizione di come effettuate l'analisi gravimetrica, questa parte di normativa racchiude anche la procedura vera e propria per la preparazione del filtro contenente il contaminante. Si è evitato però di scrivere l'intera sequenza di azioni in quanto sarebbe una asettica elencazione di mansioni.

## ISO 16232, Parte7: Dimensione particellare e conteggio attraverso analisi al microscopio

Per applicare questa parte di normativa è necessario possedere un microscopio motorizzato dotato di telecamera, nel quale, attraverso un software, viene impostata la modalità di acquisizione e di elaborazione dei dati.

I *range* dimensionali presenti nella suddivisione delle particelle sono chiamati Classe e si dividono in:

Classe	Dimensione ( $\mu\text{m}$ )
B	5-15
C	15-25
D	25-50
E	50-100
F	100-150
G	150-200
H	200-400
I	400-600
J	600-1000
K	> 1000

Le particelle aventi un rapporto di lunghezza/larghezza  $\geq 30$  e lunghezza  $> 100$   $\mu\text{m}$  sono invece da considerarsi fibre e quindi escluse dal conteggio.

La tabella di questo paragrafo espone le modalità di suddivisione delle particelle in base alla loro dimensione.

I parametri che vengono spiegati all'interno della normativa riguardano la modalità con cui la luce colpisce il filtro e la risoluzione della telecamera.

Il fascio luminoso utilizzato deve presentare una elevata omogeneità di illuminazione, la quale può essere ottenuta anche attraverso l'utilizzo di un filtro diffusivo. Un'illuminazione di questo tipo permette al microscopio di effettuare una acquisizione che non presenti imperfezioni di tonalità evitando di conseguenza una imprecisione nel conteggio al momento dell'elaborazione dell'immagine ottenuta.

Il parametro più importante che viene esposto è la risoluzione del chip della telecamera.

La normativa infatti afferma che la più piccola particella considerata come accettabile deve avere dimensioni maggiori o uguali a 10 camerapixel.

Questo implica che per ogni tipologia di obiettivo, si avranno lunghezze del singolo pixel differenti e quindi diverse dimensioni particellari accettabili.

## **Blank Test**

Attività che è presente in tutte le parti della normativa è quella del *Blank Test*. Questo test viene effettuato per verificare che le condizioni operative, l'attrezzatura e i prodotti utilizzati non contribuiscano significativamente alla contaminazione del componente da analizzare.

Consiste nel filtrare un volume di solvente identico a quello che si andrà ad utilizzare per effettuare la pulizia del componente. Secondo norma se l'analisi gravimetrica su questo filtro produce un risultato inferiore al 10% del presunto livello di contaminazione del componente e l'analisi particellare, un conteggio inferiore al 10% del numero presunto di particelle derivante dal pezzo, allora si può procedere con l'analisi.

Se si verificano queste condizioni significa che l'ambiente in cui si va ad effettuare il lavaggio non è causa principale di contaminazione esterna e quindi di errore.

## **Livello di pulizia**

Quest'altro parametro consiste nell'effettuare più lavaggi, e conseguenti analisi, sullo stesso componente fino a quando il livello di contaminazione non risulta inferiore ad un livello minimo di pulizia sotto il quale il pezzo può considerarsi pulito da qualsiasi inquinante superficiale.

Anche in questo caso il livello minimo è da considerarsi il 10% del totale in peso e il 10% del numero totale di particelle estratte per una certa classe dimensionale con i lavaggi precedenti e comprendenti l'ultimo.

Nel caso si ottengano risultati superiori al livello minimo di pulizia si procede con successive analisi fino ad un massimo di 6 oltre le quali, se persiste la presenza di sporco, è necessario rivedere i parametri di pulizia e ricominciare il test.

## 3.2 Normative nazionali ed aziendali

### Volvo

Riguardo la procedura operativa, la normativa Volvo segue pari passo la ISO 16232.

I tipi di componente su cui è possibile effettuare le prove non sono specificati e quindi come per la ISO l'analisi può essere effettuata su qualunque tipo di oggetto a patto che il solvente utilizzato non danneggi il componente. Le informazioni sono presentate in modo molto schematico e semplice.

Le tipologie di lavaggio che si possono utilizzare sono il lavaggio ad ultrasuoni o con getto in pressione.

Gli unici dati su cui questa normativa si discosta dalla 16232 sono le temperature del solvente, il quale deve essere a temperatura di  $55^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  e il valore della dimensione dei pori del filtro utilizzato per il filtraggio, in quanto devono essere uguali al 25% della più piccola particella che si vuole esaminare cioè, se la minima è  $5\ \mu\text{m}$ , significa che deve essere utilizzata una membrana avente pori di  $1,25\ \mu\text{m}$ .

Altri due parametri importanti che vengono introdotti, sono:

- il *G-number* calcolato come il volume di solvente utilizzato diviso la superficie del pezzo pulita ed equivalente a  $0,3\ \text{ml}/\text{cm}^2$  per qualsiasi pezzo. Ciò significa che nel caso si debba pulire ad esempio una superficie avente dimensioni di  $135\text{cm}^2$ , il volume di solvente da utilizzare è pari a 40,5ml. Questo parametro viene utilizzato solamente nell'ambito del lavaggio con ultrasuoni
- la concentrazione di particelle (particelle/ml) calcolato come il rapporto tra il numero di particelle e il prodotto tra la superficie pulita e il *G-number*

### Tesma

Questa normativa descrive solamente le modalità con cui effettuare l'estrazione del contaminante e l'analisi gravimetrica, ma non menziona l'analisi particellare.

La procedura e la strumentazione utilizzata dalla Tesma è molto simile a quella della ISO, e viene applicata prevalentemente su pompe per l'olio e componenti di impianti di lubrificazione.

I vari *step* da seguire e le informazioni sono esposte in modo schematico.

In questa procedura si insiste molto sia sulla tipologia di solvente da utilizzare, infatti vengono menzionati dei marchi precisi di fluidi, sia sull'utilizzo di un magnete tramite il quale è possibile effettuare una separazione delle particelle metalliche da quelle non metalliche.

Altra caratteristica che è stata notata è la tempistica di essiccazione, che consiste nel mantenere il filtro per 1 ora ad una temperatura di  $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

## Normativa francese NF E 48-651 e NF E 48-652

Questa normativa, precedente alla stesura della ISO, è composta da due parti la prima NF E 48-651 che riguarda l'analisi particellare e la seconda NF E 48-652 riguardante l'analisi gravimetrica.

La strumentazione utilizzata per entrambe le due sezioni è la stessa che per la normativa 16232 e anche le modalità di procedere sono più o meno le stesse.

Le informazioni contenute sono le minime indispensabili per effettuare le operazioni. L'analisi per essere effettuata su qualsiasi componente senza particolari specifiche.

Le varianti presenti, sono nei parametri quali la tempistica e la temperatura di essiccazione del filtro che sono di 15 minuti a  $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Invece nella classificazione delle dimensioni particellari vengono considerate solamente 5 classi di grandezza anziché 10 come per la ISO 16232.

## New Holland NH-G5001

La normativa è applicabile specificatamente a componenti, impianti e sistemi appartenenti a trasmissioni oleodinamiche.

In sé, la normativa *New Holland* non contiene nessuna procedura di estrazione del contaminante ma in realtà richiama quella di un'altra norma, la UNI ISO 4405, che a sua volta possiede la medesima procedura della ISO 16232.

Questo comporta che tutta la strumentazione e i parametri da utilizzare siano sempre gli stessi.

La caratteristica che però differenzia la NH-G5001 da tutte le altre normative, è la presenza delle così dette "Classi di Pulizia".

Le classi sono 3 e sono suddivise in base al quantitativo di particelle rilevate sul filtro dopo il filtraggio del liquido di lavaggio.

Entrando nello specifico:

- Contaminazione di **Classe A**: le particelle superiori ai 250 micron presenti in quantità inferiori a  $430/\text{m}^2$ , nessuna particella superiore ai 1020 micron e il peso del contaminante inferiore a  $538 \text{ mg}/\text{m}^2$
- Contaminazione di **Classe B**: le particelle superiori ai 150 micron presenti in quantità inferiori a  $430/\text{m}^2$ , nessuna particella superiore ai 850 micron e il peso del contaminante inferiore a  $323 \text{ mg}/\text{m}^2$
- Contaminazione di **Classe C**: le particelle superiori ai 100 micron presenti in quantità inferiori a  $430/\text{m}^2$ , nessuna particella superiore ai 150 micron e il peso del contaminante inferiore a  $323 \text{ mg}/\text{m}^2$ .

Infine, le fibre di dimensioni superiori ai 1020 micron non sono accettate nel conteggio.

Le classi di contaminazione appena enunciate, si differenziano da quelle presenti nella normativa ISO 16232, in quanto queste ultime delineano una classificazione effettuata sul principio del numero di particelle di contaminante presenti sul pezzo preso in esame e non su una pura e semplice divisione della dimensione particellare.

### 3.3 Utilizzo delle strumentazioni e test effettuati

Di seguito vengono descritte tutte le considerazioni, prove e verifiche delle ipotesi fatte in laboratorio per raggiungere gli obiettivi prefissati.

#### 3.3.1 Estrazione del contaminante

Il contaminante che si va da analizzare consiste di particelle metalliche, e non, che provengono da residui di lavorazione e da pulviscolo presente nell'ambiente con cui il componente viene a contatto. Per asportare questo materiale è necessario effettuare un lavaggio con un opportuno solvente o detergente, in grado di, oltre a togliere le particelle, sciogliere eventuale grasso o olio, presente sulla superficie, che potrebbe in qualche misura trattenere elementi necessari per l'analisi.

I due metodi principalmente utilizzati per il lavaggio sono quello a getto in pressione oppure effettuato tramite una vasca ad ultrasuoni.

Successivamente al lavaggio, avviene la fase di filtraggio che consiste nella deposizione delle particelle appena estratte su di una membrana avente porosità fissata in modo da rendere più agevoli le future analisi.



Fig.1 "Strumentazione per il filtraggio"

#### Lavaggio con getto in pressione

Questa tecnica consiste, come dice il nome, nell'estrazione dei contaminanti della superficie di controllo tramite un getto in pressione di solvente che viene indirizzato verso il pezzo da esaminare in modo da rimuovere le particelle utili alle successive analisi.

L'asportazione avviene grazie a due effetti congiunti.

Un'azione chimica, caratteristica di ogni solvente, la quale porta alla dissoluzione di grassi e oli che potrebbero trattenere contaminanti utili ai nostri scopi; e un'azione meccanica dovuta alla forza d'urto con cui il solvente colpisce

le particelle presenti sul componente in esame, portandole in soluzione con il fluido stesso.

#### Vantaggi

- possibilità di pulire componenti di elevate dimensioni

#### Svantaggi

- tempo di pulizia componente 15 minuti cadauno
- possibilità di disperdere solvente nell'ambiente
- l'operatore deve fare il lavaggio in prima persona



Fig.3 “Apparecchio per il lavaggio con getto in pressione”

### **Lavaggio con vasca ad ultrasuoni**

Nel seguente caso, l'estrazione dei contaminanti, avviene sfruttando gli ultrasuoni generati da trasduttori all'interno di un volume ben definito riempito con liquido.

Un'importante conseguenza dell'utilizzo del lavaggio ad ultrasuoni è la sua particolarità di degassificare la superficie del componente che vi è immerso, portando così ad avere una pulizia superficiale più completa ed estesa.

Il principale effetto è dato da un'altro fenomeno chiamato cavitazione.

La cavitazione, sfrutta il generarsi di alte e basse pressioni all'interno del liquido a causa delle onde sonore prodotte. Questo evento consiste di due fasi, la prima nella quale si ha una generazione di microbollicine di vapore nel punto di depressione d'onda, e una seconda in cui le bolle, incontrando una fase di pressione più elevata, implodono generando energia cinetica che ha la funzione di togliere i residui solidi presenti sui componenti e di trasferirli al liquido di lavaggio per le successive analisi.

L'effetto di cessione di energia è molto più intenso nei luoghi in cui è presente una discontinuità e quindi nel nostro caso sulla superficie dell'oggetto immerso.

Questa tipologia di lavaggio è indicata per la pulizia di componentistica avente una geometria complessa, in quanto gli ultrasuoni riescono a raggiungere indistintamente qualunque punto toccato dal solvente.

#### Vantaggi

- pulizia simultanea di 3 componenti in un tempo di 15 minuti
- non ho dispersione di solvente nell'ambiente
- possibilità di pulire omogeneamente la superficie su scala microscopica anche di pezzi aventi geometrie complesse
- possibilità di utilizzare una quantità inferiore di solvente rispetto al getto in pressione
- l'operatore una volta fatto partire il macchinario, può svolgere altre mansioni

#### Svantaggi

- possibilità di pulire solamente componenti di piccole-medie dimensioni



Fig.2 "Vasca di lavaggio ad ultrasuoni"

#### Considerazioni sul lavaggio

Normalmente per la pulizia ed estrazione del contaminante viene utilizzata la pulizia con getto in pressione ma è stato ipotizzato che questo metodo non elimini completamente i contaminanti dalla superficie in esame, in quanto la qualità della pulizia dipende molto dall'operatore e dai parametri utilizzati quali la pressione del getto utilizzata, la non omogenea distribuzione del volume di fluido utilizzato e l'inclinazione del getto rispetto alla superficie del pezzo.

Si è quindi cercato un metodo che presenti meno variabili soggettive, che possa essere più efficace in termini di pulizia e con il quale si impieghi meno tempo. La tecnica individuata e su cui si è focalizzata l'attenzione è quella ad ultrasuoni.

Per approfondire l'argomento delle tempistiche di lavaggio si sono effettuati dei confronti tra il tempo impiegato e il numero di pezzi puliti.

L'obiettivo è l'ottenimento di una tempistica appropriata di pulizia che porterebbe ad una diminuzione del tempo speso nella prima fase di lavoro, permettendo così all'operatore sia di concentrarsi maggiormente sulle successive fasi di analisi sia di velocizzare l'intera procedura.

I risultati ottenuti sono stati; per la pulizia attraverso getto in pressione il tempo necessario per l'asportazione da un unico componente dei contaminanti si aggira sui 15 minuti in quanto per ogni lavaggio effettuato si deve sia effettuare il conseguente filtraggio, sia ricaricare il flussatore e lavare, con successiva asciugatura, l'imbuto e il contenitore raccogliatore del liquido in modo da evitare contaminazione dovuta a particelle appartenenti al precedentemente pezzo pulito.

Al contrario, per la pulizia con vasca ad ultrasuoni, il tempo necessario si aggira sempre attorno ai 15 minuti però in questo lasso di tempo si riescono ad effettuare lavaggi su 3 componenti simultaneamente. Oltretutto quest'ultimo metodo, rispetto al precedente, permette all'operatore per prima cosa di non essere lui in prima persona ad effettuare il lavaggio e quindi di poter impiegare il tempo con altre mansioni, secondo, il contenitore di raccolta del contaminante è indipendente ed è lo stesso in cui avviene il lavaggio, perciò non è necessario ogni volta seguire la procedura di filtraggio, risciacquo e asciugatura.

C'è comunque da dire che nell'eventualità di dover analizzare componenti di elevate dimensioni, il lavaggio ad ultrasuoni non è applicabile in quanto le dimensioni della vaschetta sono limitate e non modificabili, però pezzi molto grandi sono per adesso in numero molto inferiore rispetto a quelli piccoli.

### **Qualità di pulizia e quantità di contaminante estratto**

Altro test che si è cercato di fare è stato quello della verifica della qualità di pulizia e della ripetibilità del livello di pulizia.

La verifica di queste due tematiche porterebbe a conoscere sia quale tra i due metodi è quello più efficace per la pulizia sia se la qualità di lavaggio è sempre la stessa qualsiasi siano le caratteristiche del pezzo.

Per entrambe queste due ipotesi però, non è stato possibile effettuare alcuna verifica concreta in quanto una eventuale ripetibilità di pulizia comporterebbe l'uso di componentistica che possiede caratteristiche sempre uguali in termini di livello di contaminazione. Questo è impossibile in quanto ogni pezzo, benché provenga dalla stessa linea di produzione, possiede proprietà uniche ed in particolare un livello di sporcizia non riproducibile.

Lo stesso vale per la qualità di pulizia, in quanto è possibile pulire un pezzo con uno o l'altro metodo ma è impossibile conoscere preventivamente se i componenti esaminati abbiano lo stesso grado di contaminazione e quindi non è possibile trovare una relazione tra i risultati ottenuti.

Per dare una valutazione su quale delle due metodologie sia più adatta, ci si affida quindi a ciò che la letteratura dice e cioè che il lavaggio ad ultrasuoni è il più efficace sia perché agisce sull'intera superficie del pezzo, sia perché sfrutta un'azione di pulizia su scala microscopica.

### 3.3.2 Analisi gravimetrica

L'analisi gravimetrica comprende sia una fase di filtraggio del liquido di lavaggio nella quale le particelle di contaminante vengono depositate su di una membrana, sia una fase di pesatura.

Questo tipo di analisi, viene effettuata valutando la differenza di peso tra il filtro avente il contaminante e lo stesso filtro appena estratto dalla confezione e quindi antecedente alla fase di filtraggio.

Il risultato ottenuto è la differenza tra il peso del filtro contenente il contaminante e il filtro nuovo, ed equivale alla massa totale delle particelle estratte dal pezzo.

La misura viene ottenuta tramite una bilancia di precisione, modello "KERN ALT 220+5DAM", avente un'accuratezza di  $\pm 0,01$  mg e un'ampiezza di misura  $0,01\text{mg} \div 60\text{g}$ .

Per evitare eventuali imprecisioni di misurazione dovute alla presenza di umidità e solvente sul filtro, si effettua un'essiccazione della membrana tramite una procedura che prevede lo stazionamento della stessa all'interno di un forno elettrico ad un tempo ed una temperatura prestabiliti.

La formula utilizzata per ricavare il risultato ricercato è:

$$M_2 - M_1 = M_C$$

$M_1$  = Tara o peso del filtro nuovo

$M_2$  = Lordo o peso del filtro contaminato

$M_C$  = Peso netto del contaminante

### Considerazioni sull'analisi gravimetrica

I punti principali su cui si è ragionato riguardo la parte gravimetrica sono la diminuzione dell'imprecisione della misura della massa dovuta a fenomeni ambientali e l'ottimizzazione del tempo di essiccazione dei filtri seguita da un loro eventuale stoccaggio.

### Utilizzo del coperchio

Funzioni

- riduzione del volume d'aria circostante al piatto di misura
- riduzione della quantità di correnti d'aria presenti
- aumento della stabilità della misura

L'avvenimento che denota la presenza di problemi al momento della pesata, consiste nella continua variazione della massa misurata dalla bilancia, in quanto non si stabilizza mai completamente ma continua, anche se nell'ordine dei centesimi di milligrammo, a salire.

Si è quindi cercato di trovare una soluzione all'oscillazione della misura, valutando le cause scatenanti il fenomeno ed eliminandole.

I fattori, causa di instabilità del peso, sono stati identificati nella presenza sia di umidità, sia di correnti d'aria nell'ambiente.

Lo spostamento d'aria crea una certa influenza durante la misura di un qualsiasi oggetto che presenti una massa nell'ordine del centinaio di milligrammi. In quanto la variazione di peso diventa rilevante e non considerabile come rumore di fondo.

Prendendo come esempio la differenza  $M_C$  dei filtri, il valore misurato è solitamente nell'ordine dei 2 mg e quindi anche solo una variazione di 0,10 mg, significherebbe avere un errore di misura eccessivo pari al 5%.

Altro fattore importante è l'umidità. Questo elemento non influenza tanto le masse di tipo metallico, però un filtro appena essiccato presenta un deficit di acqua rispetto l'ambiente esterno e quindi tende ad essere igroscopico. Vista quindi la sua esigua massa, anche solamente una piccola quantità di acqua assorbita influisce di molto sul peso rilevato.

Per diminuire tutte queste influenze si è optato per l'utilizzo di un coperchio in vetro borosilicato "PYREX", da porre al di sopra del piano di misura, in modo da diminuire il volume d'aria interessato dalla presenza di umidità e da movimenti convettivi.



**Immagine della bilancia senza la presenza del coperchio**



**Immagine della bilancia con il coperchio**

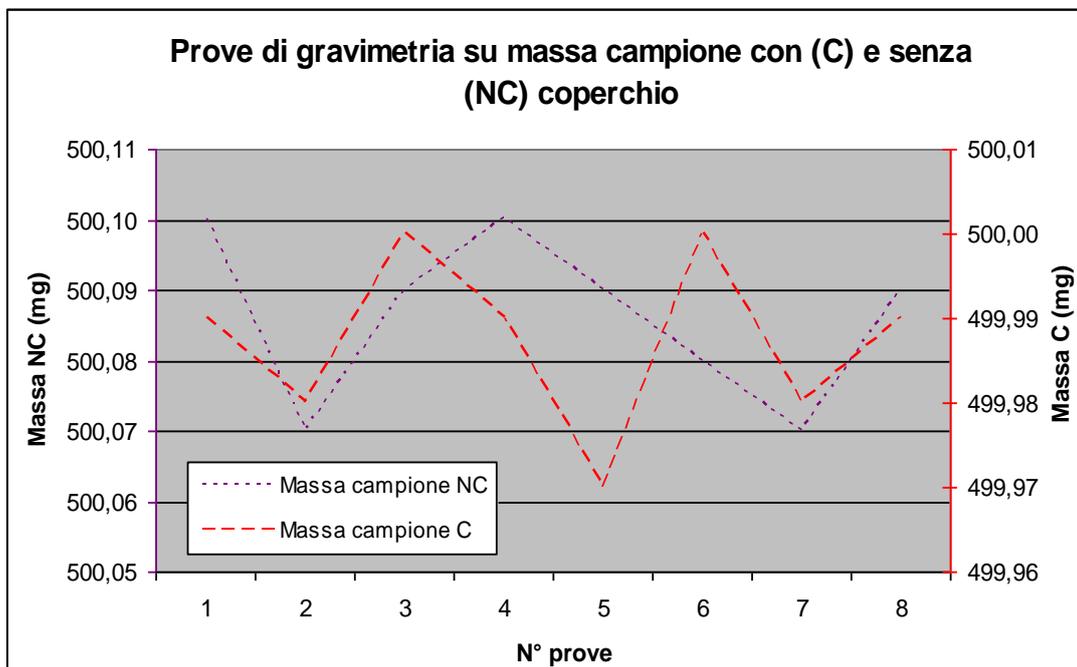


Figura 1

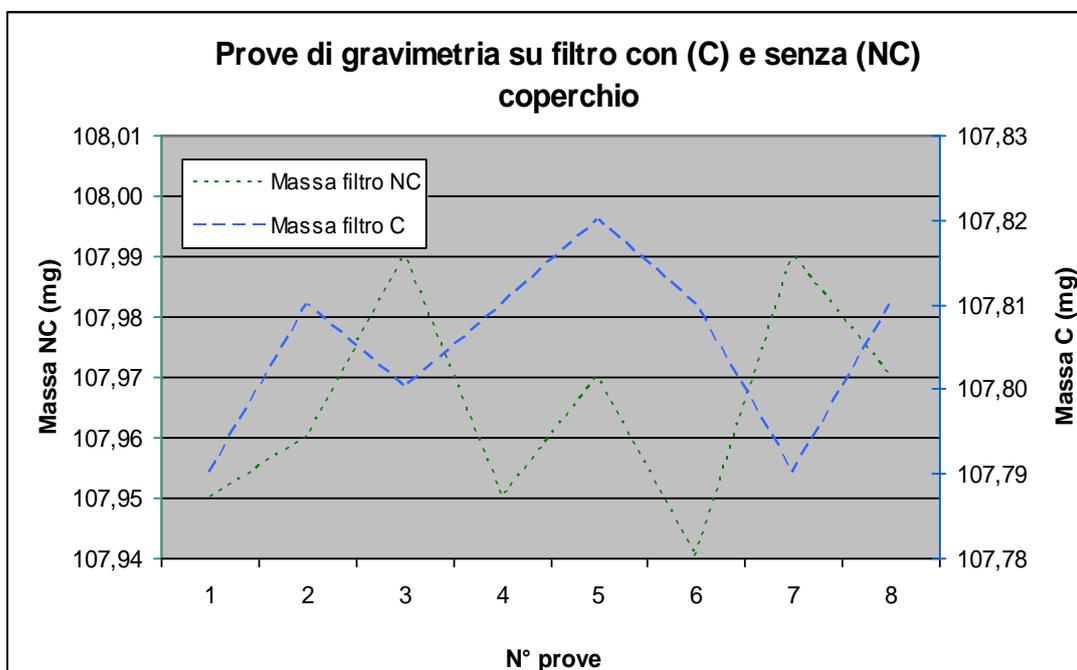


Figura 2

Tipologia prova	Media delle masse	Deviazione Standard	Intervallo di variazione delle misure
Massa campione NC	500,09	0,012	500,10 - 500,07 (0,03mg)
Massa campione C	499,99	0,010	500,00 - 499,97 (0,03mg)
Massa filtro NC	107,97	0,019	107,99 - 107,94 (0,05mg)
Massa filtro C	107,81	0,011	107,82 - 107,79 (0,03mg)

Tabella 1

Nella Figura 1 e nella Figura 2 è possibile vedere i grafici delle misure per una massa campione di 500mg e per un filtro non contaminato, effettuate con e senza l'utilizzo del coperchio.

Come si può vedere nella Tabella 1, riassuntiva di tutte le prove fatte, l'utilizzo del coperchio sembra porti ad avere vantaggi pressoché nulli, infatti, la misura della deviazione standard rispetto alla media dei valori presenta una variazione ininfluenza dell'ordine dei millesimi di milligrammo quando, invece, persino l'accuratezza della bilancia è del centesimo.

Se invece si va ad osservare in termini assoluti la differenza tra le medie misurate e il *range* di variazione delle misure, il coperchio porta nel caso sia della massa campione sia del filtro ad una sensibile riduzione e stabilizzazione del peso.

Questo verifica le ipotesi fatte riguardo l'influenza delle correnti d'aria presenti nel volume attorno al piano di misura in quanto, sia il filtro che la massa campione, posseggono una massa che risente molto degli spostamenti che invece il coperchio utilizzato riduce.

Altro punto a favore dell'utilizzo del coperchio è dato dal confronto tra valore certificato della massa campione e quello calcolato dalla bilancia.

In particolare la certificazione di taratura per la massa campione da 500mg riporta il valore di taratura di  $499,9957 \pm 0,0053$  mg però, la media delle misure effettuate senza coperchio dà come risultato 500,09 mg, mentre la media delle misure effettuate con l'utilizzo del coperchio dà un valore di 499,99 mg.

Questi risultati confermano che il coperchio compensa le variazioni dovute a fattori esterni, portando la misura ad un valore pari a 499,99 mg in linea con quella certificata.

Le considerazioni fino a qui esposte portano a pensare che se per la misura della massa campione il coperchio permette di ottenere il valore certificato dalla taratura, anche per un eventuale altro oggetto o filtro l'uso del coperchio porta all'ottenimento del peso reale.

### Tempistiche di asciugatura

- il tempo ottimale di asciugatura a 100°C è di 15 minuti
- è possibile stoccare i filtri dopo essiccazione però la loro proprietà igroscopica gli permette di assorbire l'umidità presente nell'ambiente aumentando la propria massa in breve tempo

Per ricavare l'ottimale tempo di asciugatura del filtro, sono state effettuate varie prove che consistono nel mantenere il filtro in forno a 100°C per intervalli di tempo di 5 minuti ciascuno fino ad un massimo di 20 minuti totali.

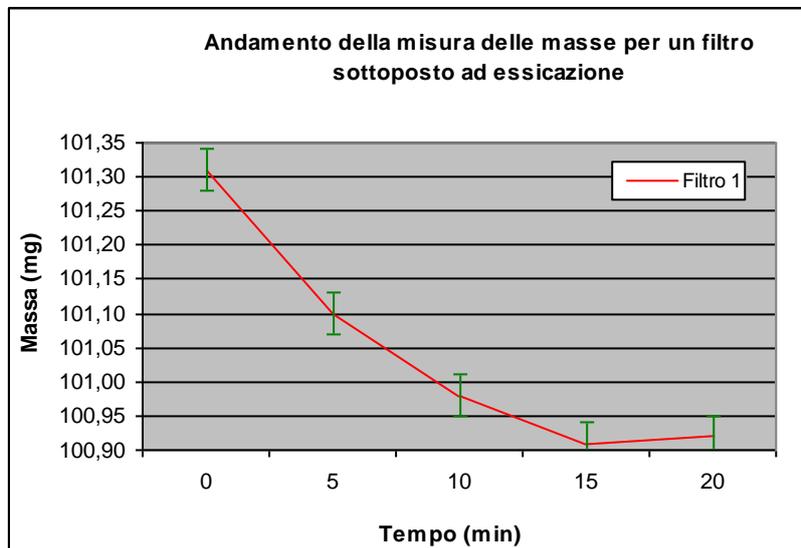


Figura 3a

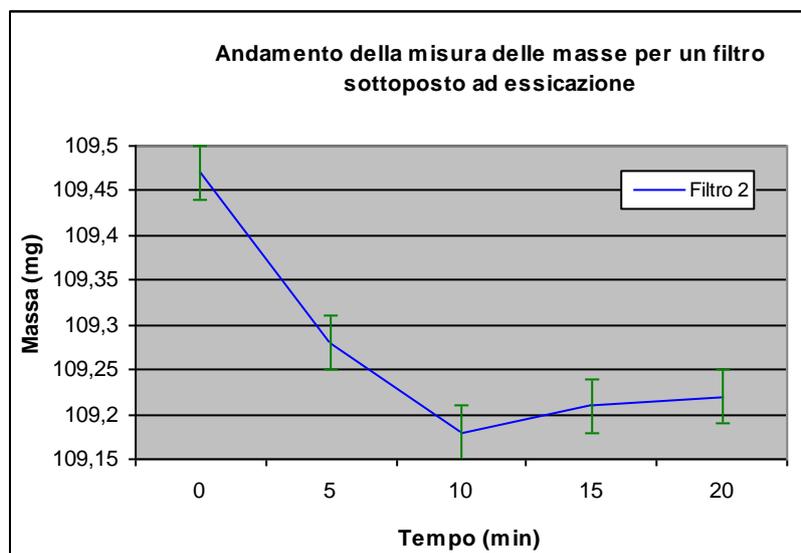
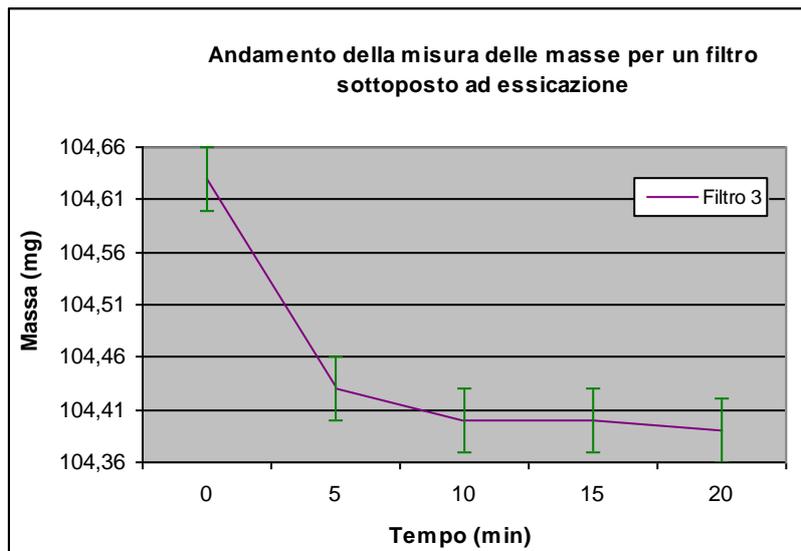


Figura 3b



**Figura 3c**

Come si può vedere dalle Figure 3a-3b-3c, ricavate per tre differenti filtri, durante i primi 10 minuti si ottiene un repentino calo del peso delle membrane, mentre per i successivi dieci minuti, tranne che per un filtro, si ha più o meno una stabilizzazione della misura attorno valori che possono essere considerati come errore dovuto alla presenza di rumore di fondo e imprecisione confrontabile con la deviazione standard.

Secondo queste misure il tempo ottimale di asciugatura ricavato consiste di 15 minuti per una temperatura all'interno del forno di 100°C.

Riguardo invece allo stoccaggio dei filtri appena essiccati si è visto che, secondo la strumentazione utilizzata, è difficile mantenerli ad un livello di umidità costante pari a quello della membrana appena essiccata. Nonostante si sia provato anche ad utilizzare come ambiente di stoccaggio un contenitore con presenza di sali di silice, è stata rilevata una variazione di misura della massa dei filtri attribuibile all'assorbimento di umidità dall'ambiente.



**Contenitore con silice colloidale essiccata utilizzato per lo stoccaggio dei filtri**

### 3.3.3 Analisi quantitativa e dimensionale particellare

L'analisi particellare consiste nella suddivisione per classe di grandezza del numero di particelle presenti sulla superficie di un componente meccanico preso in esame.

Per effettuare questo lavoro è necessario utilizzare un microscopio a luce riflessa con il quale sia possibile avere un contrasto tra le particelle e il materiale su cui sono depositate.

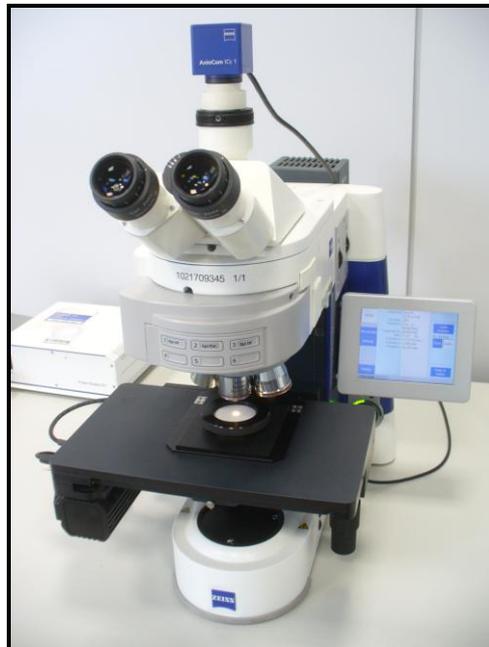
Affinché il contrasto sia ottimale e la superficie da esaminare sia di piccole dimensioni, le particelle vengono asportate tramite un lavaggio, e depositate su di un filtro di colore bianco.

Il microscopio, dopo essere stato impostato, autonomamente procede con l'acquisizione dell'area in cui sono presenti i contaminanti e, dopo l'elaborazione dei dati, dà come risultato la suddivisione ricercata.

#### Microscopio utilizzato

Questo studio viene effettuato tramite un microscopio motorizzato, interfacciato con un software, tramite il quale è possibile impostare i parametri e gli strumenti da utilizzare per procedere con l'analisi.

Nel seguente caso il microscopio utilizzato è uno ZEISS modello Axio Imager.M1m avente ingrandimenti di 25x, 50x e 100x, mentre il software utilizzato per la gestione del microscopio e del conteggio automatico delle particelle presenti sul filtro in esame, è chiamato AxioVision.



Microscopio ZEISS modello Axio Imager.M1m

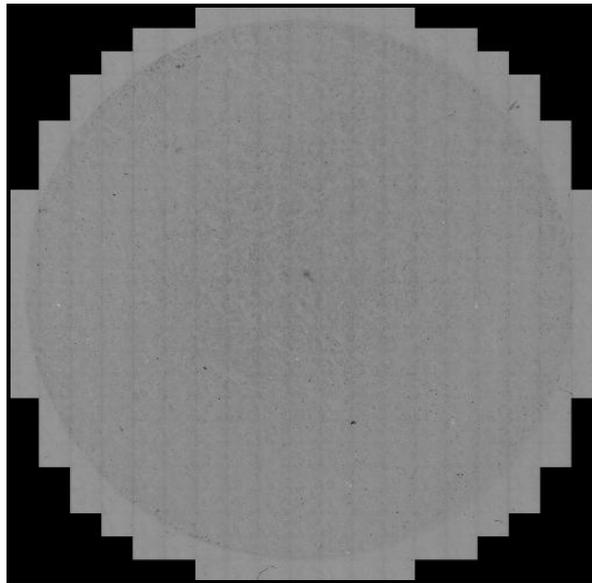
## Modalità di acquisizione e di espressione del risultato

L'immagine del filtro (membrana digitale) su cui si effettua l'analisi, viene ricreata a partire da più frame rilevati tramite il conseguimento di un *rastering* della superficie effettuato grazie ad una telecamera integrata con il microscopio.

L'immagine finale ottenuta, presenta una profondità di pixel di 8 bit; ciò significa che l'acquisizione, rispetto alla foto originale, è formata solamente da sfumature di neri in numero di 256 delle quali 0 è il nero e 255 il bianco.

Solitamente, le particelle sulla membrana presentano colori molto scuri i quali sono opposti al bianco del filtro stesso. Grazie a questo contrasto, è possibile selezionare la sfumatura ottimale da prendere in considerazione per effettuare una più corretta analisi dimensionale e quantitativa.

È presente anche la possibilità di effettuare acquisizioni in modalità RGB ma questo implica difficoltà al momento di scegliere la sfumatura utile da considerare, in quanto la decisione sulla combinazione di tre differenti colori, complica di molto le cose.



**Esempio di acquisizione di una membrana con risoluzione ad 8 bit**

Secondo la normativa ISO 16232 - Parte 7, esiste un limite di accettabilità per la minima dimensione particellare considerabile ed in particolare, si afferma che la più piccola particella conteggiabile deve avere dimensione maggiore o uguale a 10 camerapixel. Nel caso in esame, avendo obiettivi di 2,5x, 5x, e 10x (Magn. 25x, 50x e 100x) e conoscendo la risoluzione  $\mu\text{m}/\text{pixel}$ , caratteristica di ogni obiettivo, possiamo ritenere accettabili o meno diverse classi dimensionali tra quelle disponibili.

Ingrandimento	100x	50x	25x
Risoluzione in $\mu\text{m}/\text{pixel}$	0,73	1,46	2,9
Lunghezza minima $\mu\text{m}$	7	15	29
Classe B (5-15 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Non accettabile	Non accettabile
Classe C (15-25 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Non accettabile
Classe D (25-50 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe E (50-100 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe F (100-150 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe G (150-200 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe H (200-400 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe I (400-600 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe J (600-1000 $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile
Classe K (1000-... $\mu\text{m}$ )	Accettabile	Accettabile	Accettabile

**Tabella 2 : Esposizione di quali classi dimensionali vengono ritenute accettabili in funzione della risoluzione caratteristica per gli obbiettivi da 2,5x, 5x e 10x**

Come possiamo vedere dalla Tabella 2 man mano che l'ingrandimento diminuisce, diminuiscono anche le classi dimensionali da considerare.

Una volta ottenuti i risultati dell'elaborazione, si deve procedere alla rimozione, dal conteggio, delle particelle non metalliche e delle fibre rilevate sul filtro.

Questo compito spetta all'operatore il quale, attraverso una galleria di immagini, elimina le non metalliche e le fibre, lasciando solamente quelle di interesse per la stesura del report.

### **Considerazioni sull'analisi quantitativa e dimensionale particellare**

Le principali prove che si sono attuate riguardo questa importante parte della procedura sono principalmente quelle di:

- identificazione dei parametri ottimali da utilizzare per lo svolgimento delle analisi particellari
- valutazione del *range* di errore commesso a seguito del conteggio
- ottenimento di una buona ripetibilità di conteggio

### **Porta-filtro**

Funzione

- il filtro viene mantenuto piano in modo da avere sempre un'ottima messa a fuoco

Conseguenze

- diminuzione del valore della percentuale di deviazione standard rispetto alla media calcolata
- diminuzione dell'errore commesso per singola misurazione

Dalle prime analisi e acquisizioni è stato notato che la metodologia di fissaggio del filtro al microscopio comprometteva la misura delle dimensioni particellari in quanto, la membrana non rimane completamente piatta, ma presenta una certa ondulazione tale per cui, vista la bassa profondità di campo degli obbiettivi utilizzati, si ottiene una non perfetta messa a fuoco.

È stato quindi creato un nuovo porta-filtro che permetta il fissaggio e la completa distensione della membrana in modo da evitare eventuali imprecisioni nella misura.

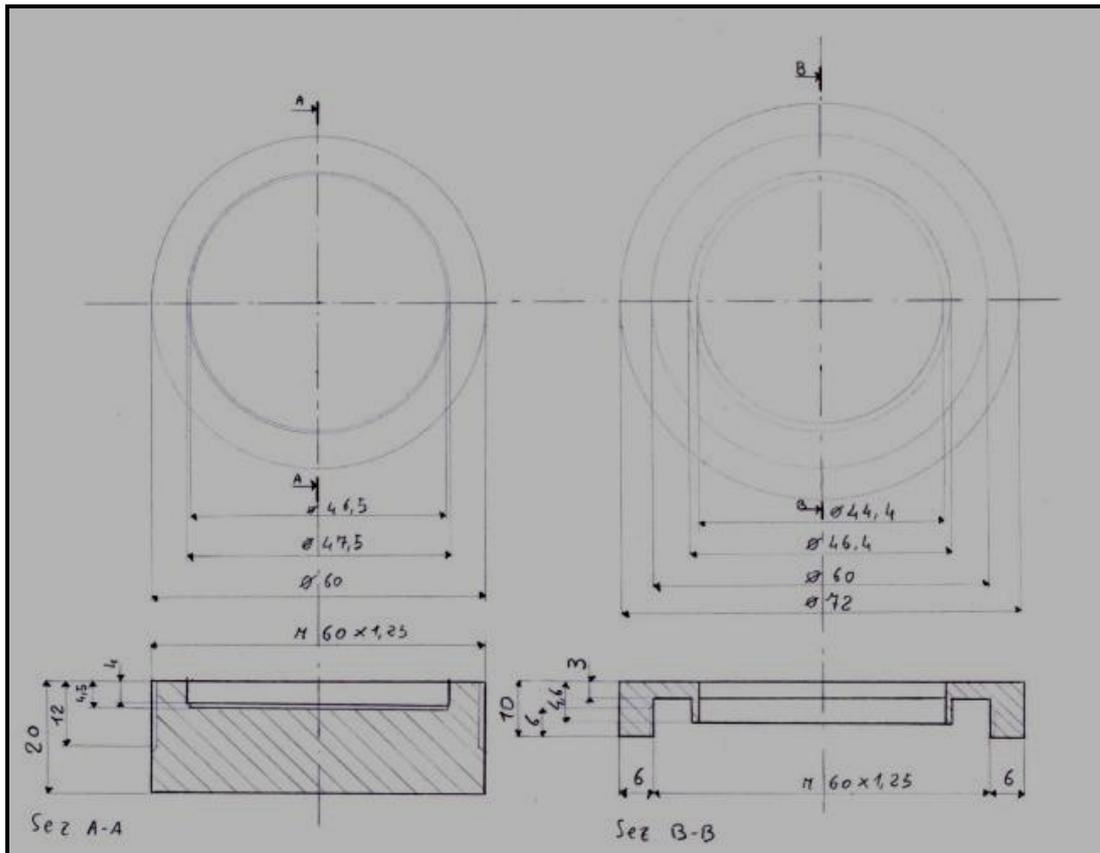


Foto 5: Progettazione e costruzione del porta-filtro in alluminio

Acquisizione con ingrandimento di 25x senza l'utilizzo del porta-filtro								
Classe	1	2	3	4	5	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	5502	5758	5698	6385	6260	5920,6	381,5	6,44
C	3689	3960	3927	4553	4374	4100,6	353,1	8,61
D	1149	1244	1196	1466	1367	1284,4	130,0	10,12
E	143	138	143	174	163	152,2	15,5	10,19
F	16	16	16	16	16	16,0	0,0	-
G	3	3	3	3	3	3,0	0,0	-
H	5	5	5	5	5	5,0	0,0	-
I	1	1	1	1	1	1,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-

**Tabella 3:** dati ottenuti effettuando 5 acquisizioni della membrana con ingrandimento da 25x senza l'utilizzo del porta-filtri. Per ognuna delle 5 prove si è eseguita una rotazione del filtro su se stesso di circa 75°

Acquisizione con ingrandimento di 25x e utilizzando il porta-filtro								
Classe	1	2	3	4	5	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	5402	5658	5598	5425	5623	5541,2	118,8	2,14
C	3689	3660	3727	3553	3374	3600,6	142,2	3,95
D	1149	1244	1196	1166	1167	1184,4	37,4	3,15
E	133	138	143	144	143	140,2	4,7	3,32
F	16	16	16	16	16	16,0	0,0	-
G	3	3	3	3	3	3,0	0,0	-
H	5	5	5	5	5	5,0	0,0	-
I	1	1	1	1	1	1,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-

**Tabella 4:** dati ottenuti effettuando 5 acquisizioni della membrana con ingrandimento da 25x con l'utilizzo del porta-filtri. Per ognuna delle 5 prove si è eseguita una rotazione del filtro su se stesso di circa 75°

Il valore utilizzato per effettuare i vari confronti tra le acquisizioni è quello della **deviazione standard** cioè la stima della variazione di una serie di dati che, in questo caso, può essere considerato come l'errore che si commette al momento dell'ottenimento dei risultati.

Come si può vedere nel confronto tra le misure presenti delle tabelle 3 e 4, la creazione e l'utilizzo del porta filtro, ha prodotto una diminuzione del *range* di errore di misure consecutive effettuate con la rotazione del filtro attorno al proprio centro. Infatti, la percentuale della deviazione standard rispetto alla media dei valori calcolati, nel secondo caso diminuisce bruscamente passando da circa un 9%, ad un 3% data la minore ondulazione del filtro e la maggiore omogeneità di illuminazione.

## **Illuminazione**

Troppo intensa

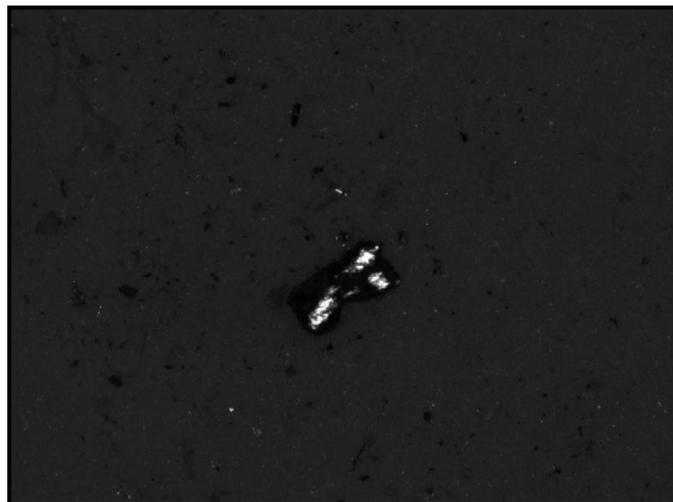
- porta ad un conteggio errato spostato su dimensioni delle particelle inferiori, in quanto la riflessione fa sembrare i contaminanti bianchi come parte del filtro

Poco intensa

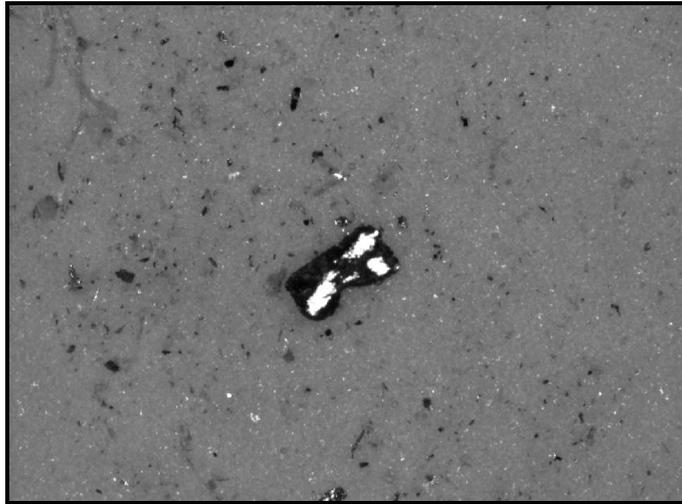
- porta ad un conteggio errato spostato su dimensioni delle particelle superiori, in quanto la tonalità del filtro diventa simile a quello dei contaminanti

Il tema principale di questa esperienza è quello di ottenere una ripetibilità ed una oggettività di conteggio ottimale tale per cui, all'eventuale cliente che richieda un'analisi, sia possibile dare, oltre al risultato, il valore reale del numero di particelle presenti e un *range* di errore in cui il conteggio può oscillare.

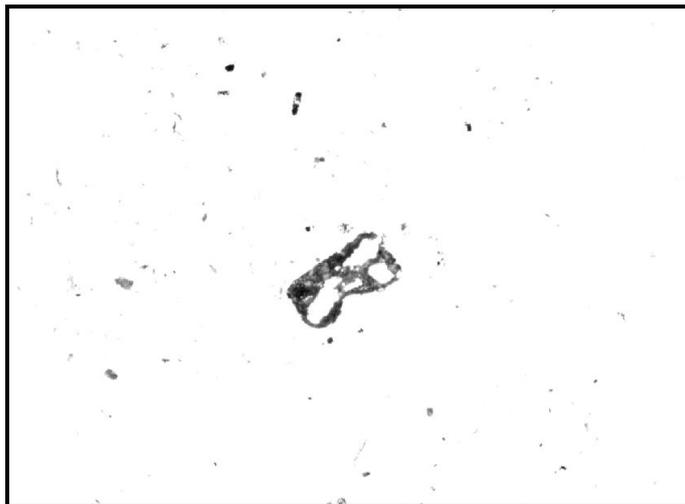
Come primo parametro, si è trovata la regolazione dell'alimentatore più appropriata per le tre diverse tipologie di ingrandimento.



**Immagine di una particella ottenuta utilizzando un ingrandimento di 50x e illuminazione a 2,8 Volt**



**Immagine di una particella ottenuta utilizzando un ingrandimento di 50x e illuminazione a 3,7 Volt**



**Immagine di una particella ottenuta utilizzando un ingrandimento di 50x e illuminazione a 5,0 Volt**

Si è quindi selezionato un voltaggio dell'alimentatore, fisso per ogni tipo di ingrandimento tale da permettere un ottimo contrasto tra particelle e filtro.

Ingrandimento	25x	50x	100x
Volt	5,5	3,7	3,6

**Tabella 5: Indica il voltaggio dato alla lampadina utilizzata per illuminare il filtro durante l'acquisizione in base all'ingrandimento utilizzato**

## Sfumatura di nero utilizzata

Intervallo di valori molto grande

- rischio di considerare due particelle distinte e molto vicine tra loro come un'unica singola particella di dimensioni nettamente maggiori

Intervallo di valori molto piccolo

- rischio di non considerare il bordo delle particelle in quanto il colore più esterno è di tonalità inferiore rispetto al centro

Altro parametro importante analizzato, è la sfumatura di neri da considerare per effettuare lo studio in quanto, in base alla luminosità fissata, è possibile che a parità di sfumatura considerata, e cioè con uno stesso *range* di valori, si abbia una enorme variazione di conteggio.

I valori di sfumatura massimi applicabili oscillano tra 0 e 255, ma quelli realmente utilizzati sono consultabili nella Tabella 6. Questi numeri, sono stati scelti grazie al confronto di molte acquisizioni effettuate e che non vengono mostrate di seguito in quanto sarebbero mere esposizioni di valori.

Il termine discriminatorio che ha permesso di prendere uno e non l'altro valore, è stata la considerazione che, prendere sia un *range* troppo elevato sia troppo inferiore di neri, porta ad una imprecisione nella misura. Questa indeterminazione viene tradotta, nel primo caso, nella possibilità di considerare due particelle molto vicine tra loro come un'unica particella, mentre, nel secondo, nel non riuscire a prendere totalmente la particella da analizzare data la possibile esclusione dei bordi della stessa dal conteggio.

Ingrandimento	25x	50x	100x
Range neri (8 bit)	250-255;0-133	250-255;0-84	250-255;0-84

Tabella 6: Indica le sfumature di nero dell'acquisizione a 8 bit, valutate per ogni tipologia di obiettivo utilizzato

## Calcolo valore di ripetibilità del conteggio

- la ripetibilità ottenuta, nel caso dell'obiettivo da 2,5x, per le varie classi dimensionali è: Classe E 2,9%; Classe D 2,7%
- la ripetibilità ottenuta, nel caso dell'obiettivo da 5x, per le varie classi dimensionali è: Classe E 3,0%; Classe D 1,6%; Classe C 1,7%
- la ripetibilità presente nelle classi dalla K alla F, per qualsiasi ingrandimento, è pari al 100% in quanto per questi *range* dimensionali, è l'operatore in prima persona a verificare l'attendibilità e l'esattezza di conteggio

Le prove di ripetibilità di seguito elencate sono state effettuate con gli ingrandimenti da 25x e 50x.

Con l'obiettivo di eliminare la possibilità che i risultati ottenuti siano dovuti ad una qualsivoglia casualità, le analisi sono state fatte su due differenti filtri contaminati.

I risultati nelle tabelle 7a e 7b sono quelli relativi ai test effettuati sul filtro 1 mentre nelle tabelle 8a e 8b sono presenti quelli del filtro 2. L'intera storia delle prove effettuate è possibile consultarla nell'appendice.

Filtro 1 25x 250-255;0-133 5,5V			
Classe	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	10447,7	226,0	2,16
C	6368,3	146,6	2,30
D	1961,9	52,6	2,68
E	235,2	7,2	3,04
F	8,0	0,0	-
G	0,0	0,0	-
H	1,0	0,0	-
I	0,0	0,0	-
J	0,0	0,0	-
K	0,0	0,0	-

Tabella 7a: Risultati delle 12 acquisizioni effettuate sul filtro 1 con ingrandimento e parametri da 25x

Filtro 1 50x 250-255;0-84 3,7V			
Classe	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	12122,3	275,5	2,27
C	7731,1	126,8	1,64
D	2200,3	34,1	1,55
E	229,8	6,9	3,00
F	8,0	0,0	-
G	0,0	0,0	-
H	1,0	0,0	-
I	0,0	0,0	-
J	0,0	0,0	-
K	0,0	0,0	-

Tabella 7b: Risultati delle 12 acquisizioni effettuate sul filtro 1 con ingrandimento e parametri da 50x

Filtro 2 25x 250-255;0-133 5,5V			
Classe	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	5388,8	203,7	3,78
C	3323,8	73,9	2,22
D	1468,4	47,3	3,22
E	231,4	6,5	2,82
F	16,0	0,0	-
G	1,0	0,0	-
H	0,0	0,0	-
I	0,0	0,0	-
J	0,0	0,0	-
K	0,0	0,0	-

Tabella 8a: Risultati delle 12 acquisizioni effettuate sul filtro 2 con ingrandimento e parametri da 25x

Filtro 2 50x 250-255;0-84 3,7V			
Classe	MEDIA	DEV.ST.	PERC.
B	4457,5	86,5	1,94
C	3401,0	67,8	1,99
D	1589,8	25,7	1,62
E	231,2	7,6	3,28
F	16,0	0,0	-
G	2,0	0,0	-
H	2,0	0,0	-
I	0,0	0,0	-
J	0,0	0,0	-
K	0,0	0,0	-

Tabella 8b: Risultati delle 12 acquisizioni effettuate sul filtro 2 con ingrandimento e parametri da 50x

Attraverso queste prove, si è giunti ad ottenere la percentuale di deviazione standard rispetto alla media calcolata su 12 acquisizioni per ognuno dei filtri presi in considerazione. Questa percentuale si può anche considerare come parte dell'errore che si commette nel conteggio particellare durante la fase di elaborazione dell'acquisizione.

### Ricerca della percentuale di scostamento tra il valore di riferimento e quello calcolato

- per l'obiettivo da 2,5x la percentuale di scostamento risulta elevata in quanto la risoluzione ottenuta e la presenza di accumuli particellari sulla membrana non permettono un'ottimale suddivisione delle particelle.
- per l'obiettivo da 5x le percentuali di scostamento sono inferiori in quanto la migliore risoluzione permette di esaminare meglio la dimensione delle singole particelle

- il numero di particelle ottenute con l'obiettivo da 10x, è soggetto anch'esso a variabili quali la luminosità e l'intervallo di valori di sfumatura considerati e quindi non è propriamente il numero reale di particelle presenti sul filtro

Riguardo la questione della precisione del numero di particelle, si è condotto un confronto tra le varie acquisizioni, fatte a 25x e 50x, in modo da ottenere nel seguente caso un percentuale di scostamento tra il quantitativo conteggiato e quello realmente presente.

Tutti i seguenti risultati, sono stati ottenuti scegliendo come riferimento oggettivo il numero delle particelle presenti sul filtro e rilevate con un ingrandimento di 100x che permette, secondo normativa, di ottenere un'accuratezza di conteggio per valori dai 10 micron in su.

Classe	100x	Media 50x	Perc. Scost.	Media 25x	Perc. Scost.
B	14100	12122,3	-16%	10447,7	-35%
C	8182	7731,1	-6%	6368,3	-28%
D	2241	2200,3	-2%	1961,9	-14%
E	227	229,8	+1%	235,2	+3%
F	8	8,0	-	8,0	-
G	0	0,0	-	0,0	-
H	1	1,0	-	1,0	-
I	0	0,0	-	0,0	-
J	0	0,0	-	0,0	-
K	0	0,0	-	0,0	-

**Tabella 9: Percentuali di scostamento tra il numero di particelle conteggiate con l'obiettivo 10x e quelli da 2,5x e 5x, sul filtro 1**

Classe	100x	Media 50x	Perc. Scost.	Media 25x	Perc. Scost.
B	4933	4457,5	-11%	5388,8	+8%
C	3498	3401,0	-3%	3323,8	-5%
D	1609	1589,8	-1%	1468,4	-10%
E	217	231,2	+6%	231,4	+6%
F	16	16,0	-	16,0	-
G	2	2,0	-	1,0	-
H	2	2,0	-	0,0	-
I	0	0,0	-	0,0	-
J	0	0,0	-	0,0	-
K	0	0,0	-	0,0	-

**Tabella 10: Percentuali di scostamento tra il numero di particelle conteggiate con l'obiettivo 10x e quelli da 2,5x e 5x, sul filtro 2**

Come si può notare dalla Tabella 9 lo scostamento nel conteggio particellare per ogni classe dimensionale è differente ed, in particolare, mentre per l'ingrandimento da 50x la differenza tra conteggi è relativamente bassa, per quello da 25x non si è riusciti ad ottenere una precisione migliore in quanto, vista la presenza di accumuli di particelle e la non dettagliata acquisizione che si ottiene, in base alla sfumatura che si utilizza i risultati variano di molto con un gap tra le classi D ed E di circa il 20%.

Infine però, si intuisce anche che l'acquisizione con l'obbiettivo da 10x (Magn. 100x) è soggetta anch'essa a variabili quali la luminosità e ai valori di sfumatura considerati, questo ci permette quindi di sostenere che i risultati presi a riferimento non sono in realtà il numero preciso di particelle presenti sul filtro ma una migliore approssimazione al reale.

### 3.4 Sviluppo di una procedura di analisi

La procedura sviluppata tiene conto di tutte le ipotesi e verifiche effettuate nei capitoli precedenti ed enuncia quanto segue.

Prima di tutto bisogna togliere il componente da analizzare dall'involucro protettivo ed in base alle dimensioni del pezzo scegliere la procedura di estrazione del contaminante più consona, che sia o con getto in pressione o con ultrasuoni.

La parte di analisi gravimetrica è divisa in 2 *step*:

- asciugare e pesare un filtro nuovo ottenendo  $M_1$
- il fluido di lavaggio contenente le particelle viene filtrato grazie alla membrana appena pesata e, dopo un nuovo passaggio in forno, è ripesata ottenendo  $M_2$

Si applica la formula  $M_2 - M_1 = M_C$ , ottenendo  $M_C$  che è il peso totale del contaminante.

Si prende il filtro contaminato e si inserisce nel porta-filtro sotto al microscopio. Dopo aver deciso i parametri appropriati ed, attraverso il software, aver impostato il macchinario, si dà inizio all'analisi particellare.

Il microscopio acquisisce, tramite una telecamera, un'immagine del filtro la quale viene elaborata dal programma. Come risultato si ottiene il numero di particelle presenti sul filtro, e dopo l'eliminazione di quelle non metalliche di più grosse dimensioni e le fibre, si ottengono i risultati finali.



## **4 Risultati**

Di seguito vengono elencati i risultati ottenuti attraverso le varie prove descritte nei paragrafi precedenti.

### **4.1 Fase di lavaggio**

Nella fase di lavaggio è stato implementato il metodo ad ultrasuoni rispetto al solo getto in pressione. Questo permette una pulizia ottimale di componentistica avente dimensione non troppo elevata e geometria complessa. Oltretutto si può effettuare una estrazione di contaminante da più pezzi allo stesso tempo.

L'introduzione di questa tecnica ha quindi portato ad una fase di lavaggio che comprende sia una riduzione dei tempi di attuazione sia un aumento dell'efficacia estrattiva.

### **4.2 Risultati sull'analisi gravimetrica**

Come descritto nei paragrafi precedenti, sono stati effettuati molti test che hanno portato a risultati relativi alla parte di analisi gravimetrica. L'utilizzo di un coperchio di pyrex ha permesso di diminuire le variazioni di misura derivanti da fattori esterni quali movimenti d'aria o umidità. Altro punto importante è stata la valutazione del tempo ottimale di essiccazione del filtro che nel caso, fino a qui descritto, consiste di 15 minuti a 100°C.

### **4.3 Risultati sull'analisi particellare**

Riguardo all'analisi particellare, attraverso prove di ripetibilità su di uno stesso filtro, sono state ottenute le percentuali di errore di conteggio commesso per ogni classe dimensionale accettabile. (Tabella 11)

Come si può vedere dalla tabella, per le classi dalla F in giù l'errore è nullo in quanto vi è la presenza dell'operatore che elimina eventuali particelle non metalliche ottenendo così il numero preciso delle particelle metalliche presenti.

Per le altre classi prese singolarmente invece, vista l'impossibilità dell'operatore di guardare una ad una tutte le particelle presenti sul filtro, è stato considerato come intervallo di errore accettabile, il valore ottenuto da  $\pm 3$  volte la percentuale della deviazione standard calcolata sulla media delle 12 acquisizioni fatte precedentemente.

Questa considerazione deriva dal fatto che statisticamente se la distribuzione dei risultati è gaussiana, l'intervallo dei valori, ottenuti dalla media  $\pm 2,57$  volte la deviazione standard, permette di includere il 99% del totale delle prove effettuate.

Quindi aggiungere 3 volte il valore percentuale della deviazione standard ad un singolo risultato ottenuto, permette di avere una probabilità molto elevata di racchiudere in questo intervallo il numero reale di particelle presenti sul filtro.

Percentuali di errore dei risultati ottenuti al termine della misurazione						
	25x		50x		TOTALE	
	Deviazione Standard	3 volte Dev.Standard	Deviazione Standard	3 volte Dev.Standard	25x	50x
B	/	/	/	/	/	/
C	/	/	1,7%	5,1%	/	5,0%
D	2,9%	8,7%	1,6%	4,8%	9,0%	5,0%
E	2,7%	8,1%	3,0%	9,0%	8,0%	9,0%
F	0	0	0	0	0	0
G	0	0	0	0	0	0
H	0	0	0	0	0	0
I	0	0	0	0	0	0
J	0	0	0	0	0	0
K	0	0	0	0	0	0

**Tabella 11: Percentuali di errore presenti nel conteggio finale delle particelle per ingrandimenti di 50x e 25x**

## 5 Conclusioni

Basandosi sulle varie normative e sulla verifica delle ipotesi esposte precedentemente, si è riusciti a scrivere una nuova procedura che produca una riduzione dei costi e dei tempi di esecuzione.

Nell'analisi gravimetrica si è trovato il tempo ottimale di asciugatura dei filtri così da poter diminuire l'utilizzo del forno.

Particolarmente importanti, sono i risultati ottenuti nella sezione di lavaggio del componente in quanto, il passaggio ad una pulizia che sfrutta gli ultrasuoni e non un getto in pressione, ha portato ad un risparmio in termini di tempo, data la possibilità di lavare anche più componenti in contemporanea, e ad una pulizia più efficace.

Altri importanti traguardi raggiunti, riguardano l'analisi particellare.

Si è per prima cosa impostato e regolato l'intero microscopio e software su parametri fissati, tali da portare ad una semplificazione dell'intero processo di analisi.

La creazione di un porta-filtri ha permesso sia di collocare il filtro in una posizione sempre uguale durante l'analisi, sia di risparmiare altro tempo durante l'acquisizione data l'ulteriore sua funzione di appiattare la membrana.

Entrando nel merito dell'analisi particellare vera e propria, attraverso diverse prove e acquisizioni, si è ottenuta una ottima ripetibilità di conteggio che ha permesso di trovare parametri di analisi migliori, caratteristici per ogni tipologia di obiettivo e quindi di ingrandimento.

Sempre il calcolo della ripetibilità del conteggio, ha consentito di stabilire un margine di errore entro il quale il conteggio delle particelle può variare e quindi la possibilità di fornire al cliente, che richieda l'analisi, una più completa espressione del risultato.

In conclusione quindi, la procedura che è stata creata risponde alle caratteristiche inizialmente ipotizzate e, oltretutto, aggiunge fattori e termini di affidabilità nel risultato che non sono presenti in nessuna delle normative analizzate.



## **Appendice**

Filtro 1 25x 250-255;0-133 5,5V															
Class	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Media	Dev.St.	Perc.
B	10259	10338	10198	10293	10504	10458	10083	10423	10669	10646	10652	10849	10447,7	226,0	2,16
C	6403	6320	6368	6459	6497	6436	5988	6198	6522	6394	6438	6397	6368,3	146,6	2,30
D	1911	1902	1992	1918	1960	2041	1910	1925	2007	1956	1964	2057	1961,9	52,6	2,68
E	226	230	236	242	229	230	225	238	245	239	236	246	235,2	7,2	3,04
F	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8,0	0,0	-
G	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
H	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1,0	0,0	-
I	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-

Filtro 1 50x 250-255;0-84 3,7V															
Class	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Media	Dev.St.	Perc.
B	11829	11690	11813	12014	12143	12278	12281	12424	12488	12477	12310	11920	12122,3	275,5	2,27
C	7464	7611	7649	7804	7784	7886	7858	7835	7803	7761	7726	7592	7731,1	126,8	1,64
D	2188	2172	2158	2162	2217	2221	2241	2259	2204	2236	2174	2172	2200,3	34,1	1,55
E	220	222	224	222	231	235	233	241	235	234	236	225	229,8	6,9	3,00
F	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8,0	0,0	-
G	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
H	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1,0	0,0	-
I	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-

Filtro 2 25x 250-255;0-133 5,5V															
Class	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Media	Dev.St.	Perc.
B	5347	5492	5937	5560	5296	5351	5214	5260	5345	5226	5415	5222	5388,8	203,7	3,77
C	3415	3143	3420	3333	3332	3287	3266	3295	3356	3371	3352	3315	3323,8	73,9	2,22
D	1468	1421	1568	1515	1405	1467	1419	1433	1451	1496	1471	1507	1468,4	47,3	3,22
E	223	233	247	232	235	229	226	227	229	237	225	234	231,4	6,5	2,82
F	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16,0	0,0	-
G	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2,0	0,0	-
H	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2,0	0,0	-
I	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	60	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-

Filtro 2 50x 250-255;0-84 3,7V															
Class	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	Media	Dev.St.	Perc.
B	4408	4450	4340	4392	4364	4340	4555	4558	4500	4508	4503	4572	4457,5	86,5	1,94
C	3333	3374	3298	3390	3363	3324	3458	3468	3425	3410	3436	3533	3401,0	67,8	1,99
D	1565	1578	1556	1568	1583	1571	1610	1642	1586	1604	1591	1624	1589,8	25,7	1,62
E	222	227	223	228	229	224	240	243	226	233	242	237	231,2	7,6	3,28
F	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16	16,0	0,0	-
G	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2,0	0,0	-
H	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2,0	0,0	-
I	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
J	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-
K	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,0	0,0	-



## **Bibliografia**

- UNI ISO 4405 Contaminazione dei fluidi – Determinazione della contaminazione da particelle solide con il metodo gravimetrico
- UNI ISO 4407 Contaminazione dei fluidi – Determinazione della contaminazione da particelle solide con il metodo del conteggio al microscopio
- ISO 16232 – 3 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 3: Method of extraction of contaminants by pressure rising
- ISO 16232 – 4 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 4: Method of extraction of contaminants by ultrasonic techniques
- ISO 16232 – 6 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 6: Gravimetric analysis
- ISO 16232 – 7 Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 7: Particle sizing and counting by microscopic analysis
- Norma francese NF E 48-651 Determinazione dell'inquinamento particellare tramite il metodo di conteggio al microscopio
- Norma francese NF E 48-652 Determinazione dell'inquinamento particellare globale tramite il metodo gravimetrico
- Norma Volvo STD 107-0002
- Norma Tescma TETS0008 Rev1
- Norma New Holland NH – G5001