

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI

TESI DI LAUREA MAGISTRALE

DELL'INNOVAZIONE DEL PRODOTTO

ANALISI DELLA CONTAMINAZIONE INDUSTRIALE

CRITICITÀ DEI RISULTATI OTTENUTI DALL'APPLICAZIONE

DEI REQUISITI DELLA NORMA ISO 16232

Relatore

Prof. Guido Berti

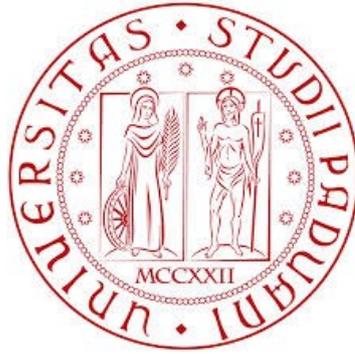
Correlatore

Ing. Roberto Guggia

Candidato

Enrico Cestari

Anno Accademico 2016/2017



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI

TESI DI LAUREA MAGISTRALE IN
INNOVAZIONE DEL PRODOTTO

ANALISI DELLA CONTAMINAZIONE INDUSTRIALE

**CRITICITÀ DEI RISULTATI OTTENUTI DALL'APPLICAZIONE
DEI REQUISITI DELLA NORMA ISO 16232**

Relatore

Prof. Guido Berti

Correlatore

Ing. Roberto Guggia

Candidato

Enrico Cestari

Anno Accademico 2016/2017

INDICE

1	Introduzione	9
2	Contaminazione industriale	11
3	Norma ISO-16232.....	15
3.1	ISO 16232, Parte 4: Metodo di estrazione attraverso tecnica ad ultrasuoni	16
3.2	ISO 16232, Parte 6: Analisi gravimetrica	16
3.3	ISO 16232, Parte7: Dimensione particellare e conteggio attraverso analisi al microscopio.....	17
3.4	Le fasi della procedura di un test di contaminazione.....	18
3.4.1	Fase di lavaggio	18
3.4.2	Fase di Filtraggio	21
3.4.3	Fase di essiccazione del filtro	21
3.4.4	Fase di permanenza in ambiente controllato.....	22
3.4.5	Fase di analisi.....	22
3.5	Criticità del test di contaminazione.....	23
4	Descrizione della procedura e della strumentazione per l'analisi gravimetrica	25
4.1	Procedura dell'analisi gravimetrica.....	25
4.2	Strumento di misura e condizioni ambiente di pesatura	25
4.3	Analisi critica sullo strumento di misura	26
5	Analisi gravimetrica (variabili dell'analisi).....	29
5.1	Introduzione alle prove di laboratorio.....	29
5.2	Numero di analisi svolte.....	29
5.2.1	Test 1.....	29
5.2.2	Test 2.....	29
5.2.3	Test 3.....	29
5.2.4	Test 4.....	30
5.2.5	Test 5.....	30
5.2.6	Test 6.....	30
5.2.7	Test 7.....	30
5.2.8	Test 8.....	30
5.3	Prove di laboratorio.....	31

5.3.1	Test 1: Ripetibilità di pesatura su provino metallico certificato	31
5.3.2	Test 2: Valutazione parametri di esecuzione test normato: tempo forno, essiccazione	34
5.3.3	Test 3 : Ripetibilità di pesatura su filtri di contaminazione	36
5.3.4	Test 4: Significatività sull'utilizzo dell'essiccatore su test normato.....	38
5.3.5	Test 5: Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione.....	40
5.3.6	Test 6: Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione nel lungo periodo	49
5.3.7	Test 7: Influenza del fluido di lavaggio sul peso del filtro (acqua, ecoras, test normato con acqua)	53
5.3.8	Test 8: Procedura secondo normativa (confronto acqua ed ecoras).....	70
5.4	Conclusioni relative all'analisi gravimetrica	71
6	Descrizione della procedura e della strumentazione per l'analisi gravimetrica.....	73
6.1	Procedura dell'analisi granulometrica	73
6.2	Strumento di misura (Microscopio).....	75
6.3	Membrana di analisi	75
7	Analisi granulometrica	77
7.1	Introduzione alle prove di laboratorio	77
7.2	Saturazione del filtro di analisi	77
7.3	Analisi ottica e software di analisi del microscopio	80
7.3.1	Principio di funzionamento del riconoscimento particellare.....	81
7.3.2	Logiche di misura del software di analisi di immagine (modalità di campionamento ed estrazione dell'informazione)	83
8	Round robin.....	87
8.1.1	Introduzione al Round robin interaziendale	87
8.1.2	Descrizione del campione	87
8.1.3	Obiettivi del test	89
8.1.4	Procedura del test	90
8.1.5	Risultati del test.....	91
8.1.6	Considerazione conclusive.....	100

9	Conclusioni	101
10	Appendice	103
10.1	Incertezza di misura.....	103
10.2	Lettura risultato di contaminazione	103
11	Indice delle figure	107
12	Indice delle tabelle	110
13	Bibliografia	113

1 INTRODUZIONE

L'obiettivo del seguente lavoro di tesi è la messa a punto di un metodo per la determinazione della contaminazione industriale, che consenta la valutazione del grado di pulizia superficiale di componenti in lega leggera, destinati ad applicazioni nel settore automotive, minimizzandone tempi e costi di esecuzione; attraverso tale metodo si vuole focalizzare l'attenzione su quelle parti che evidenziano maggiori criticità della normativa di supporto nell'ambito della contaminazione industriale (Norma ISO 16232).

Un ulteriore obiettivo di questa tesi è la verifica della riproducibilità e della ripetibilità di un test di contaminazione mediante norma ISO 16232 tramite una metodologia di confronto tra diversi soggetti che eseguono attività secondo procedure condivise e che periodicamente si trovano per discutere i contenuti e i risultati (round robin inter-laboratorio)

L'articolazione del lavoro svolto prevede le seguenti fasi:

1. Studio normativa

Questa prima fase tratta lo studio, e la successiva applicazione, della norma ISO 16232 su casi pratici industriali;

2. Test di laboratorio

Questa seconda fase prevede l'esecuzione di varie e molteplici prove di laboratorio;

3. Raccolta e rielaborazione dati

In quest'ultima fase i dati raccolti vengono studiati ed analizzati;

Per raggiungere gli obiettivi prefissati sono state eseguite prove pratiche (utilizzo di microscopio elettronico e bilancia di precisione) e sono stati necessari, oltre alla normativa ISO 16232, strumenti del calcolo statistico (deviazione standard, valore medio, curve di interpolazione lineare), nozioni per la valutazione dell'incertezza di misura e l'utilizzo di software d'analisi per il conteggio particellare;

2 CONTAMINAZIONE INDUSTRIALE

Prima di introdurre la norma ISO 16232, punto di partenza del seguente lavoro di tesi, è bene spiegare chiaramente il concetto di contaminazione industriale;

Per contaminazione si intende il livello di particolato presente in modo non controllato sulla superficie di un componente meccanico (o un fluido).

Le particelle inevitabilmente presenti in un sistema meccanico possono:

- Causare rotture e malfunzionamenti
- Presentare criticità di assemblaggio e tenuta
- Portare ad un precoce intasamento di filtri a bordo macchina
- Generare un'elevata usura superficiale (usura abrasiva)

Nella figura 2.1 vengono evidenziate le problematiche precedentemente elencate: consideriamo un sistema meccanico formato da un pistone che muove un liquido in pressione in un circuito chiuso; è possibile notare come vi siano diverse tipologie di particelle:

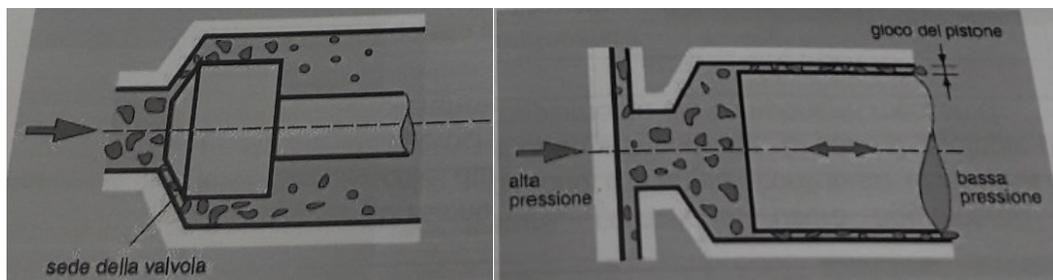


Figura 2.1_ Tipologie di particelle all'interno di un sistema meccanico

1. **Particelle più grandi dei giochi interni:** queste particelle, trasportate dal fluido, bloccandosi tra la superficie del pistone e quella esterna creano la condizione di grippaggio (rottura);
2. **Particelle della stessa dimensione dei giochi interni:** queste particelle riescono a passare tra i giochi interni del sistema meccanico usurando eccessivamente e in modo rapido il sistema meccanico;
3. **Particelle molto più piccole dei giochi interni:** queste particelle sono molto piccole (dimensioni inferiori a $5\ \mu\text{m}$) e numerose; creano usura a lungo termine e l'unico modo per poter eliminarle è di cambiare il fluido in pressione.

Negli ultimi anni l'estremizzazione delle tolleranze dimensionali e degli accoppiamenti su componenti meccanici ha fatto nascere sempre più la necessità di garantire un elevato livello di pulizia dei componenti per evitare, come detto in precedenza, usura eccessiva, guasti e rotture impreviste, non solo in ambito automotive ma in molteplici settori:

- Ambito medicale: in questo settore la contaminazione è un tema estremamente importante; il particolato può influenzare negativamente la velocità di guarigione o creare complicazioni al paziente;



Figura 2.2_ Protesi in titanio

- Settore automotive: automobili, autoveicoli, sistemi di trasporto in generale, sistemi chiusi sono critici per la sicurezza umana; l'usura o la rottura prematura di un componente meccanico, dovute alla presenza di particolato, possono mettere a rischio la vita del passeggero ed essere responsabili di enormi costi di richiamo e di riparazione dei veicoli, nonché portare ad un grande danno di immagine;



Figura 2.3_Ferrari 365-P2

- Settore sistemi di condizionamento: nei sistemi utilizzati per lo scambio termico la presenza di particolato che si deposita sulla superficie può influenzare l'efficienza dello scambio termico;



Figura 2.4_Scambiatore a piastre

- Settore Elettronica: il particolato se depositato sulle parti di contatto tra componenti elettrici può causare corti circuiti indesiderati.



Figura 2.5_Scheda elettronica

Per controllare il livello di pulizia dello strato superficiale di un elemento, è necessario eseguire un test di contaminazione mediante procedura specificata nella norma ISO 16232 che verrà introdotta e analizzata nei seguenti capitoli.

3 NORMA ISO-16232

La principale normativa a cui si fa riferimento per il settore della contaminazione è la norma ISO-16232: essa indica i metodi di analisi da utilizzare in laboratorio ma non supporta l'azienda nella gestione della problematica a livello industriale.

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 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:

- **ISO 16232 – 1** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 1: Vocabulary
- **ISO 16232 – 2** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 2: Method of extraction of contaminants by agitation
- **ISO 16232 – 3** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 3: Method of extraction of contaminants by pressure rinsing
- **ISO 16232 – 4** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 4: Method of extraction of contaminants by ultrasonic techniques
- **ISO 16232 – 5** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 5: Method of extraction of contaminants on functional test bench
- **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
- **ISO 16232 – 8** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 8: Particle nature determination by microscopic analysis
- **ISO 16232 – 9** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 9: Particle sizing and counting by automatic light extinction particle counter
- **ISO 16232 – 10** Road Vehicles – Cleanliness of components of fluid circuits – Part 10: Expression of results

I capitoli fondamentali presi a riferimento per la seguente tesi sono:

- ISO 16232, Parte 4: Metodo di estrazione attraverso tecnica ad ultrasuoni
- ISO 16232, Parte 6: Analisi gravimetrica
- ISO 16232, Parte 7: Dimensione particellare e conteggio attraverso analisi al microscopio

3.1 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 dello stesso 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 pulizia 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.

3.2 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 $\pm 0,1\text{ mg}$ 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 (essiccatore).

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 effettuare 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.

3.3 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 (μm)
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

Tabella 3-1: Classi dimensionali ISO 16232-7

Le particelle aventi un rapporto di lunghezza/larghezza ≥ 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.

3.4 Le fasi della procedura di un test di contaminazione

Lo scopo di un test di contaminazione è quello di fornire delle informazioni sulla qualità di pulizia dello strato superficiale di un componente meccanico. Per ottenere tali informazioni il test prevede una serie di operazioni da svolgere: nella **Errore. L'origine iferimento non è stata trovata.** viene riassunta la procedura completa di un test di contaminazione.

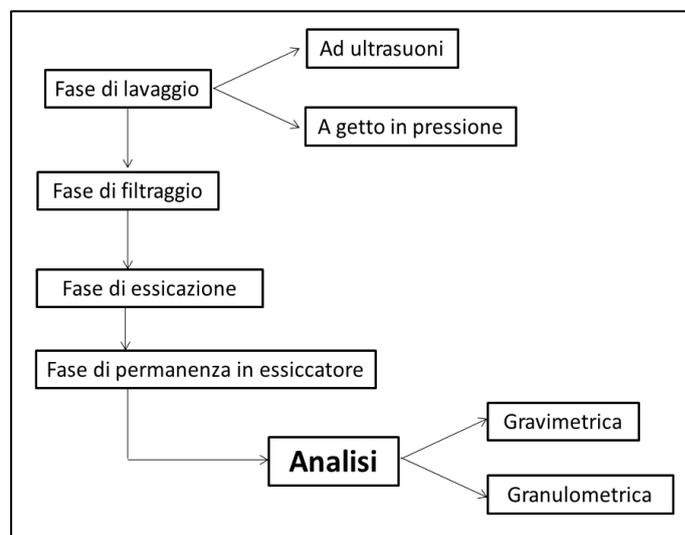


Figura 3.1_Procedura test di contaminazione secondo norma ISO16232

3.4.1 Fase di lavaggio

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.

1) 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.



Figura 3.2_ Strumento per il lavaggio con getto in pressione

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

2) 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 micro bollicine 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 si ha 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



Figura 3.3_Vasca ad ultrasuoni

Per il seguente elaborato verrà analizzato solo questo secondo metodo alla luce dei molteplici vantaggi rispetto al caso precedente.

3.4.2 Fase di Filtraggio

Successivamente al lavaggio, avviene la fase di filtraggio che consiste nella deposizione delle particelle appena estratte su di una membrana avente porosità fissata ($5\ \mu\text{m}$) in modo da rendere più agevoli le future analisi.

Tramite l'aiuto di una pompa si aspira tutto il liquido presente sulla membrana: le particelle di sporco del componente vengono intrappolate dal filtro mentre il liquido di lavaggio è libero di scorrere e viene raccolto in un apposito contenitore.



Figura 3.4_Pompa a vuoto e membrana per filtraggio

3.4.3 Fase di essiccazione del filtro

L'operazione seguente al filtraggio è quella di essiccazione in cui il filtro ancora umido viene completamente asciugato in forno per poter poi essere analizzato. I parametri di essiccazione (tempo in forno, temperatura del forno) non sono precisati nella norma e vengono lasciati a discrezione dell'operatore che esegue il test;

Nei capitoli seguenti verranno valutati i parametri ottimali di essiccazione da utilizzare per un test di contaminazione (vedi capitolo 5.3.2).



Figura 3.5_ Forno per l'essiccazione membrana

3.4.4 Fase di permanenza in ambiente controllato

Una volta tolto dal forno il filtro deve assestarsi termicamente, cioè raffreddarsi, prima di poter essere analizzato (pesato) per evitare che la differenza di temperatura tra il filtro, caldo, e la stanza, più fredda (temperatura ambiente) generino correnti d'aria ascensionali andando così a modificare il valore corretto di pesatura: un oggetto freddo risulta più pesante, mentre un oggetto caldo risulta più leggero.

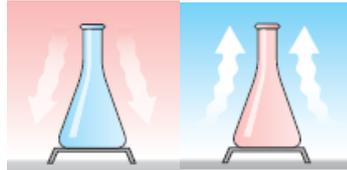


Figura 3.6_Effetto della spinta dinamica

Per evitare dunque questo effetto di spinta dinamica, viene fatto raffreddare il filtro in un essiccatore: questo strumento impedisce che il filtro possa acquisire l'umidità della stanza di pesatura durante il raffreddamento.

Il tempo di permanenza in essiccatore è di circa 10/15 minuti.



Figura 3.7_Essiccatore: contenitore con silice colloidale essiccata utilizzato per lo stoccaggio dei filtri

3.4.5 Fase di analisi

Tolto dall'essiccatore il filtro può essere analizzato nei 2 modi precedentemente citati:

1. Analisi gravimetrica
2. Analisi particellare

3.5 Criticità del test di contaminazione

Durante un test di contaminazione le variabili in gioco sono molteplici e diversificate : il metodo di pulizia, il liquido di lavaggio, gli strumenti utilizzati, l'ambiente di lavoro, gli operatori, i software di analisi. Tutti questi aspetti rendono critico il test da un punto di vista di riproducibilità e ripetibilità: il risultato del test, non essendo ripetibile, viene considerato più di carattere qualitativo che quantitativo.

Il test inoltre è di tipo distruttivo e rende dunque impossibile il confronto inter-laboratorio dei risultati ottenuti.

Queste criticità, oggetto di studio della seguente tesi, sono esaminate nei seguenti capitoli in base al tipo di analisi richiesta:

1. CRITICITÀ DELL'ANALISI GRAVIMETRICA

- Risoluzione ed accuratezza dello strumento di misura (bilancia)
- Tipo di liquido di lavaggio
- Condizioni ambiente di lavoro
- Materiale membrana di filtrazione
- Modalità di asciugatura ed essiccazione della membrana
- Procedura test di contaminazione

2. CRITICITÀ DELL'ANALISI GRANULOMETRICA

- Risoluzione ed accuratezza dello strumento di misura (microscopio)
- Ingrandimento, qualità ottica e modalità di illuminazione dello strumento di misura
- Parametri di scansione del Software di analisi
- Ripetibilità e riproducibilità

4 DESCRIZIONE DELLA PROCEDURA E DELLA STRUMENTAZIONE PER L'ANALISI GRAVIMETRICA

4.1 Procedura dell'analisi gravimetrica

Eseguito il test di contaminazione secondo normativa ISO16232, come detto in precedenza, si ottengono risultati in termini di peso tramite la seguente formula:

$$4.1 \quad M_c = M_2 - M_1$$

Mc= Massa particolato (in mg)

M1 = Massa filtro prima del test di contaminazione (in mg)

M2 = Massa filtro dopo del test di contaminazione (in mg)

Il risultato può essere espresso come:

- Peso per numero di componente lavato
- Peso per unità di superficie del componente (es: peso per 1000 cm²)
- Peso per unità di volume bagnata (es: peso per 100 cm² di superficie lavata)

Il dato ottenuto con la formula 4.1 è affetto da errori principalmente imputabili all'incertezza della bilancia utilizzata e alle condizioni ambientali della sala in cui si effettua la pesatura e il test di contaminazione;

Nei paragrafi seguenti si analizzeranno in dettaglio tutte le possibili fonti di errore o criticità sulla rilevazione del peso in un test di contaminazione cercando di fornire inoltre delle possibili soluzioni per la riduzione di tale errore.

4.2 Strumento di misura e condizioni ambiente di pesatura

Lo strumento utilizzato per la pesatura di un filtro per un test di contaminazione, è una Bilancia KERN ALT 220-5DAM a 4 cifre decimali (unità di misura il grammo);



Figura 4.1_Bilancia KERN ALT 220-5 DAM

Nella tabella seguente vengono elencati in dettaglio i dati della bilancia;

KERN ALT 220-5 DAM	
Leggibilità	0,01 mg/0,1mg
Range di pesatura	60g/220 g
Carico minimo	1 mg
Riproducibilità	0,02 mg/0,1mg
Linearità	± 0,1 mg /0,2 mg
Peso minimo per il conteggio	> 0,1 mg
Tempo di riscaldamento	8 h
Valore di verifica	1 mg
Tempo di stabilizzazione del peso	13 sec/5 sec
Range di temperatura	da + 18 °C a + 30°C
Umidità dell'aria	max 80%
Piatto di pesatura	80 mm
Dimensioni	205 x 500 x 290 mm

Tabella 4-1_Dati bilancia KERN ALT 220-5 DAM

4.3 Analisi critica sullo strumento di misura

Per poter utilizzare correttamente la bilancia, l'ambiente di pesatura deve rispettare determinate condizioni che vengono riassunte nella *Tabella 4-2* Condizioni ambiente di pesatura;

Come è possibile notare dalla tabella alcune condizioni, per problemi logistici, non possono essere rispettate:

- Area di lavoro: le correnti d'aria sono inevitabili a causa del frequente utilizzo della camera di lavoro per altre attività oltre a quella della pesatura (lavaggio dei componenti, essiccazione filtri, preparazione dei filtri); la porta della stanza inoltre non è scorrevole ma bensì a finestra e quindi fonte anch'essa di correnti d'aria indesiderate. Durante la pesatura si deve dunque cercare di limitare il più possibile le correnti d'aria in modo tale da non influenzare la pesata.
- Temperatura e umidità: la camera di lavoro non è un "ambiente controllato" e la temperatura o l'umidità possono variare durante l'esecuzione di un test;

Le variabili che possono dunque influenzare la pesatura sono le seguenti:

1. Condizioni ambientali della stanza
2. Assorbimento o rilascio di umidità del materiale di pesata
3. Materiale o recipiente di pesata carichi elettrostaticamente

Per limitare il più possibile l'insorgere di ulteriori variabili che possono influenzare la bilancia è bene:

- Prendere il campione (filtro) con una pinza;
- Non prendere mai nulla nella camera di pesata a mani nude;
- Scegliere recipienti per il campione con un'apertura limitata;
- Pulire ripetutamente i portafiltri mantenendoli il più possibile asciutti;
- Cercare di posizionare il filtro al centro del piatto durante la pesatura;

CORRETTO FUNZIONAMENTO BILANCIA	
LUOGO DI INSTALLAZIONE (BANCO DI PESATA)	
Stabile (banco da laboratorio, telaio da laboratorio, piano in pietra)	OK
Non deve flettersi all'appoggio e deve essere possibilmente privo di vibrazioni	OK
Antimagnetico (no piano in acciaio)	OK
Antisismico (no plastica e vetro)	OK
Deve essere posizionato sul pavimento o essere fissato alla parete.	OK
Deve essere riservato alla bilancia.	OK
Bilancia posizionata sopra le gambe del tavolo per evitare il più possibile le vibrazioni	OK
AREA DI LAVORO	
Deve essere un ambiente privo di vibrazioni (negli angoli della stanza)	OK
Privo di correnti d'aria	NO
Porta scorrevole per evitare influsso movimento della porta	NO
TEMPERATURA	
Costante (deriva termica tipica 1-2 ppm/°C)	NO
Evitare di pesare vicino a caloriferi o alle finestre	≈
UMIDITA' DELL'ARIA	
L'umidità relativa (% rU) si trova idealmente tra il 45 e il 60 %. Il campo di misurazione tra il 20 e l'80 % rU non dovrebbe mai essere superato	39%
LUCE	
Evitare esposizione raggi solari (calore influenza la pesata)	OK
Posizionare la bilancia a debita distanza dai dispositivi di illuminazione,	OK
ARIA	
Posizionare la bilancia lontano dai getti d'aria dei condizionatori o degli strumenti con dispositivi di ventilazione come computer o grandi strumenti da laboratorio.	OK
Posizionare la bilancia a debita distanza dai caloriferi.	NO
Non posizionare la bilancia vicino alla porta	NO
Evitare i luoghi molto frequentati. Chi passa normalmente genera una corrente d'aria sul luogo di pesata	NO

Tabella 4-2_Condizioni ambiente di pesatura

5 ANALISI GRAVIMETRICA (VARIABILI DELL'ANALISI)

5.1 Introduzione alle prove di laboratorio

Le prove eseguite per lo studio dell'analisi gravimetrica sono le seguenti:

1. Ripetibilità di pesatura su provino metallico certificato
2. Valutazione parametri di esecuzione test normato (tempo di permanenza in forno di un filtro di contaminazione)
3. Ripetibilità di pesatura su filtri di contaminazione
4. Significatività della permanenza del filtro di contaminazione in un ambiente controllato mediante test normato
5. Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione sul breve periodo
6. Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione sul lungo periodo
7. Influenza del tipo di fluido di lavaggio sul peso del filtro (liquidi usati: acqua, ecoras)
8. Procedura secondo normativa test normato: confronto acqua ed ecoras

5.2 Numero di analisi svolte

5.2.1 Test 1

Eseguite 9 misurazioni del peso di un provino metallico di 100 mg ogni giorno per 3 giorni per un totale di 27 misurazioni per valutare la ripetibilità di pesatura.

5.2.2 Test 2

Eseguite 5 misurazioni del peso su 3 filtri di contaminazione ogni 5 minuti per un totale di 15 misurazioni per calcolare il tempo ottimale di essiccazione.

5.2.3 Test 3

Eseguite 20 misurazioni del peso su 3 filtri di contaminazione per un totale di 60 misurazioni (permanenza del filtro in ambiente controllato) per valutare la ripetibilità di pesatura.

5.2.4 Test 4

Eseguite 20 misurazioni del peso su 3 filtri di contaminazione per un totale di 60 misurazioni senza permanenza del filtro in ambiente controllato.

5.2.5 Test 5

Eseguite 20 misurazioni del peso di 3 filtri di contaminazione per un totale di 60 misurazioni; per ogni misurazione del peso sono state misurate anche temperatura e umidità della stanza in cui è stato effettuato il test per valutare la loro influenza nella misurazione.

5.2.6 Test 6

Eseguite 20 misurazioni del peso di 3 filtri di contaminazione per un totale di 60 misurazioni (mese di dicembre); Tali misurazioni sono state rieseguite sugli stessi filtri a distanza di un mese (mese di gennaio) per valutare l'influenza di umidità e temperatura nella misurazione nel lungo periodo. Misurazioni totali del test 120.

5.2.7 Test 7

Test preliminare

Eseguite 9 misurazioni del peso di un filtro di contaminazione bagnato con acqua ed eseguite altre 6 misurazioni del peso di un filtro di contaminazione bagnato con ecoras per valutare il tempo di permanenza in forno del filtro se bagnato con fluidi differenti.

Test con acqua

Eseguite 14 misurazioni del peso su 3 filtri di contaminazione in due giorni per un totale di 84 misurazioni.

Test con Ecoras

Eseguite 14 misurazioni del peso su 3 filtri di contaminazione in due giorni per un totale di 84 misurazioni.

5.2.8 Test 8

Eseguite 2 misurazioni del peso della membrana di contaminazione (prima e dopo averlo bagnato con il fluido) per 6 filtri diversi secondo normativa: 3 filtri sono stati bagnati con l'acqua e 3 con l'ecoras. Totale misurazioni 12.

5.3 Prove di laboratorio

Le metodologie statistiche utilizzate durante questi test, quali deviazioni standard, incertezza di misura, funzioni interpolanti, sono specificate in appendice.

5.3.1 Test 1: Ripetibilità di pesatura su provino metallico certificato

Come prima operazione si verifica l'errore sistematico di ripetibilità dello strumento di misura utilizzato per l'analisi gravimetrica grazie all'utilizzo di un provino metallico certificato di peso compatibile al peso del filtro utilizzato in un test di contaminazione (provino con peso di 100 mg);

Per non introdurre fonti di errore indesiderate le misurazioni sono state eseguite rispettando le seguenti condizioni:

- Stessa procedura di misurazione;
- Stesso operatore;
- Stesso strumento di misura;
- Stesso luogo di misurazione;
- Medesime condizioni di utilizzo dello strumento e del misurando;

La procedura di pesatura per tale verifica è la seguente:

- 1) Azzeramento bilancia
- 2) Posizionamento del peso calibrato sul piatto della bilancia
- 3) Pesatura
- 4) Spostamento del peso certificato dal piatto
- 5) Assestamento dello zero della bilancia

Questa procedura è stata ripetuta per 9 volte e in 3 giorni successivi per un totale di 27 misurazioni.

N° Pesate	1	2	3	4	5	6	7	8	9
28/11/2016	100,11	100,15	100,18	100,14	100,10	100,16	100,18	100,15	100,09
29/11/2016	100,14	100,15	100,13	100,16	100,2	100,13	100,2	100,07	100,11
30/11/2016	100,1	100,11	100,16	100,08	100,13	100,17	100,17	100,14	100,17

Tabella 5-1_Misurazioni peso da 100 mg

Nei grafici seguenti vengono inseriti in ascissa i valori del peso del campione e in ordinata il numero della misurazione; viene indicata inoltre la deviazione standard su ciascuna misurazione:

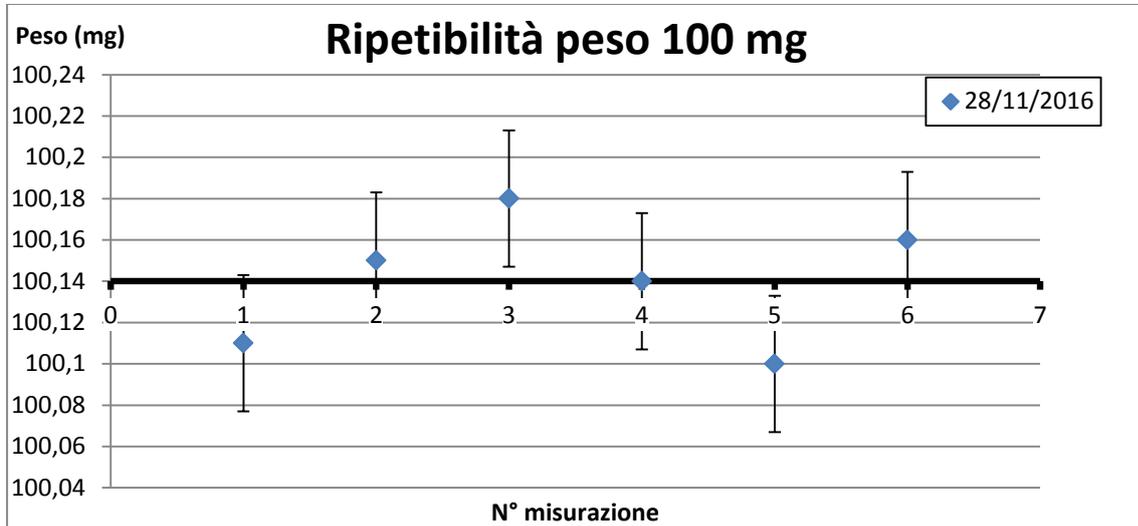


Figura 5.1_Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 1)

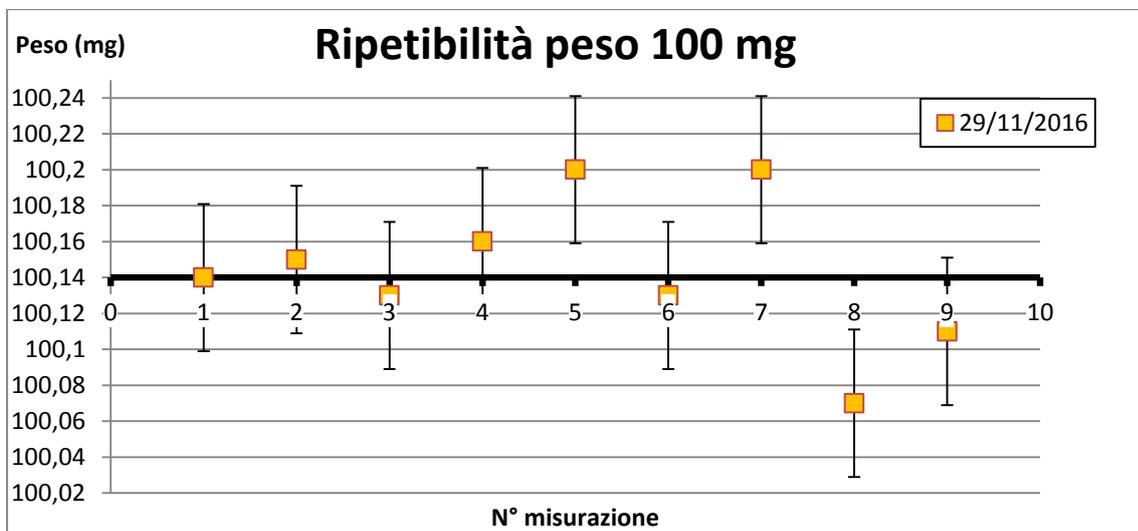


Figura 5.2_Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 2)

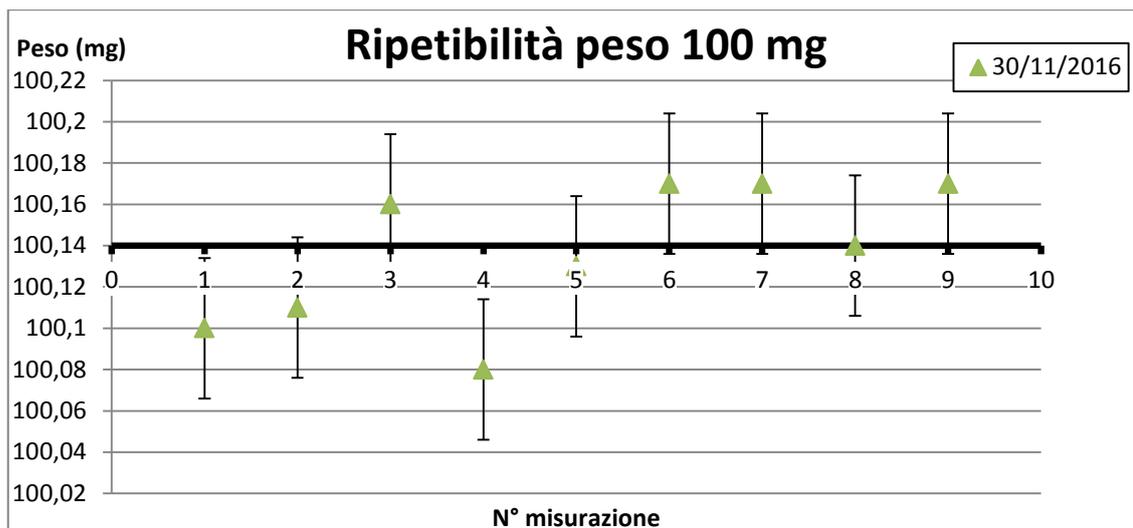


Figura 5.3_Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 3)

Nella *Tabella 5-2* Deviazione standard e errore massimo del peso di 100 mg vengono indicati i risultati di deviazione standard ed errore massimo commesso nelle varie giornate di test; è possibile notare come il valore medio del peso calibrato, pari a 100,14 mg, rimane invariato nelle 3 giornate di pesatura nonostante temperatura e umidità assumono valori diversi (umidità dal 44% passa al 35%; temperatura da 21,3 °C a 23 °C).

La deviazione standard risulta di 0,036 mg (calcolata facendo la media delle deviazioni standard sui 3 filtri); rispetto a quella dichiarata dal fornitore (0,02 mg) è leggermente superiore ma rimane comunque un valore accettabile.

Giorno pesatura	Errore massimo	Deviazione standard	Valore medio (mg)	Umidità (%)	Temperatura media (°C)
28/11/2016	0,09	0,033	100,14	44	21,3
29/11/2016	0,13	0,041	100,14	35	23
30/11/2016	0,09	0,034	100,14	35	23

Tabella 5-2_Deviazione standard e errore massimo del peso di 100 mg

RISULTATO DEL TEST

Il risultato di pesatura ottenuto evidenzia dunque l'esistenza di un errore casuale molto contenuto (deviazione standard media pari a 0,036 mg) e tale da non incidere significativamente sul risultato di misura.

Le possibili cause di tale errore potrebbero essere correnti d'aria impossibili da eliminare o il rumore della stanza; è importante sottolineare però come la misurazione

non risenta delle condizioni ambientali dell'ambiente: al variare di temperatura e umidità il risultato non cambia.

5.3.2 Test 2: Valutazione parametri di esecuzione test normato: tempo forno, essiccazione

Come specificato nella norma è necessario determinare i parametri di essiccazione del filtro utilizzato nel test di contaminazione; i due parametri da determinare sono la temperatura del forno e il tempo di permanenza. Fissata la temperatura del forno a 80° C, tramite la seguente procedura di valutazione è stato possibile determinare il tempo di essiccazione:

- Preparazione filtro e porta filtro
- Bagno del filtro con Ecoras 70
- Permanenza in forno
- Ogni 5 minuti rilevamento del peso del filtro per un totale di 20 minuti

Questa procedura è stata eseguita su 3 filtri differenti; i risultati ottenuti sono indicati nella tabella seguente:

	Tempo in forno (min)	0	5	10	15	20
Filtro 1	Massa (mg)	101,30	101,10	100,98	100,91	100,90
Filtro 2	Massa (mg)	109,47	109,27	109,18	109,20	109,19
Filtro 3	Massa (mg)	104,68	104,53	104,42	104,40	104,41

Tabella 5-3_ Dati di essiccazione filtro

È possibile notare come l'andamento del peso (espresso in mg) del filtro decresca all'aumentare del tempo (vedi Figura 5.4_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (filtro 1): il filtro via via che passano i minuti si asciuga e il peso diminuisce fino ad assestarsi dopo un tempo di circa 15 minuti. Questo comportamento è stato confermato su tutti e 3 i filtri analizzati.

RISULTATO DEL TEST

Il tempo di essiccazione dunque per un filtro bagnato con ecoras è di 15 minuti.

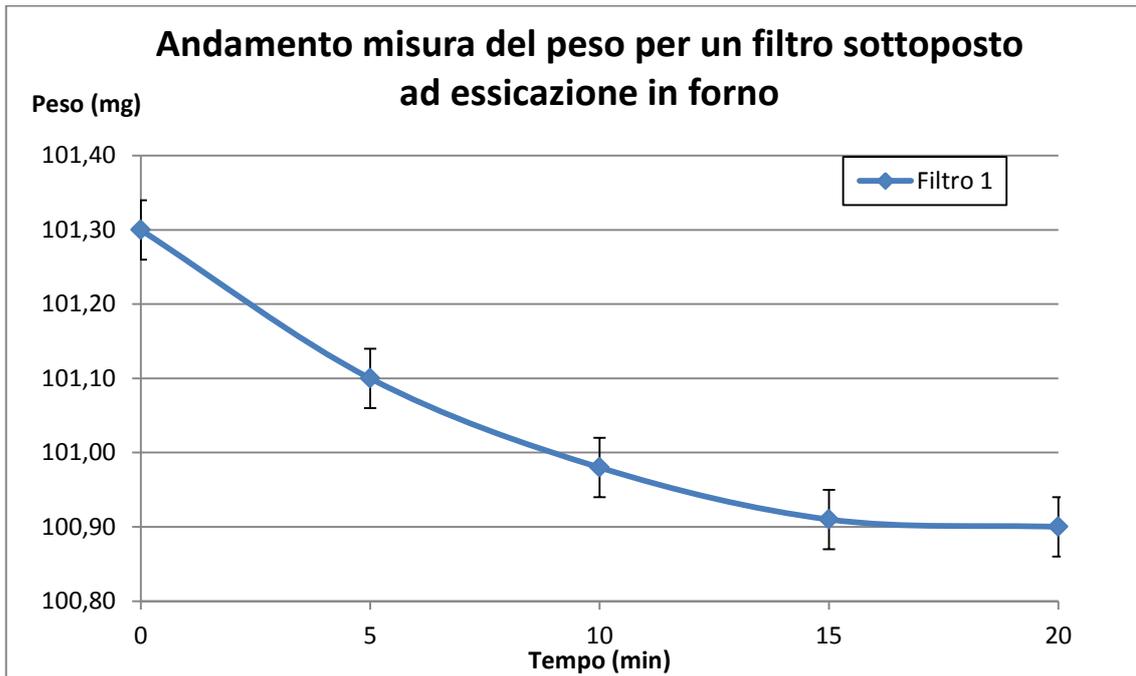


Figura 5.4_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (filtro 1)

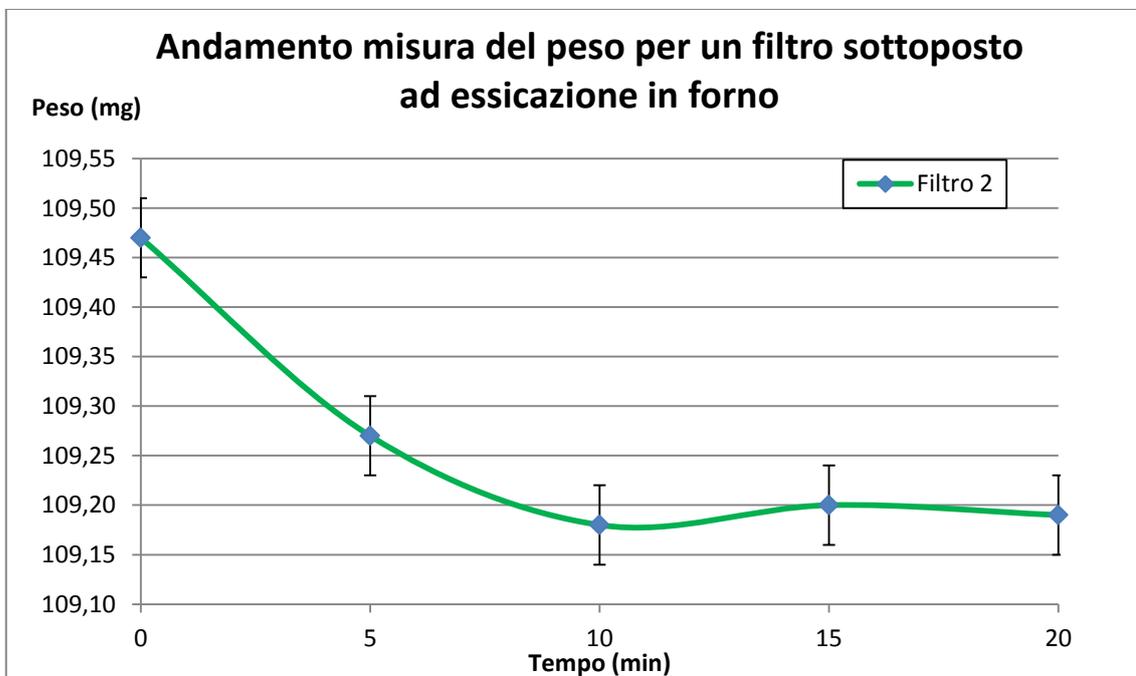


Figura 5.5_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (Filtro 2)

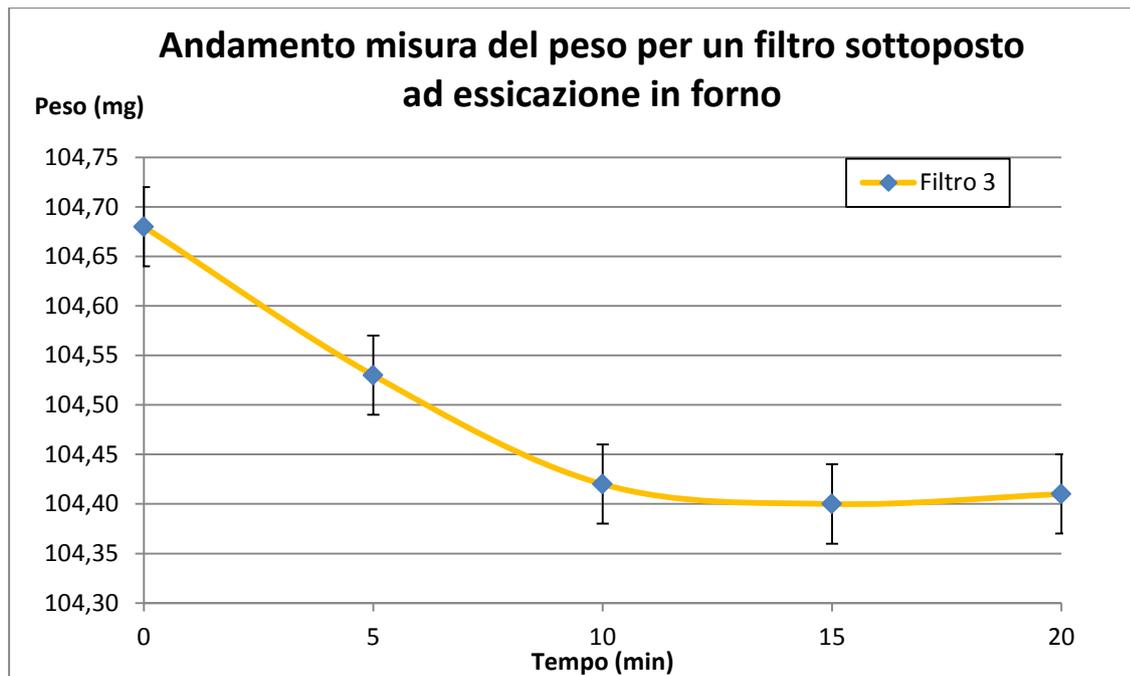


Figura 5.6 _Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (Filtro 3)

5.3.3 Test 3 : Ripetibilità di pesatura su filtri di contaminazione

Determinata la ripetibilità del peso del filtro di un campione in metallo è necessario valutare se essa coincide con la ripetibilità del filtro in nylon, materiale molto più sensibile alla variazione di umidità e di temperatura.

La procedura utilizzata è la seguente:

- 1) Azzeramento bilancia
- 2) Posizionamento del filtro in forno per 15 minuti
- 3) Mantenimento in essiccatore per 10 minuti
- 4) Pesatura
- 5) Spostamento del filtro dal piatto della bilancia
- 6) Assestamento dello zero della bilancia

Questa procedura è stata ripetuta per 20 misurazioni totali su 3 filtri diversi;

Di seguito vengono indicati i valori del peso (espresso in mg) per i 3 filtri ottenuti dalle pesature:

Misura	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Filtro 1	109,19	109,05	109,16	109,16	109,17	109,22	109,25	109,33	109,16	109,1
Filtro 2	108,98	108,9	108,99	108,88	108,99	108,85	108,99	109,04	108,89	108,92
Filtro 3	108,76	108,76	108,84	108,84	108,88	108,89	108,84	108,83	108,83	108,82
Misura	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Filtro 1	109,06	109,12	109,13	109,06	109,08	109,15	109,14	109,21	109,23	109,14
Filtro 2	108,93	108,89	108,99	108,85	108,99	108,82	108,86	108,85	108,91	108,96
Filtro 3	108,77	108,77	108,77	108,74	108,89	108,82	108,84	108,86	108,78	108,83

Tabella 5-4_Valori della massa del filtro con essiccatore

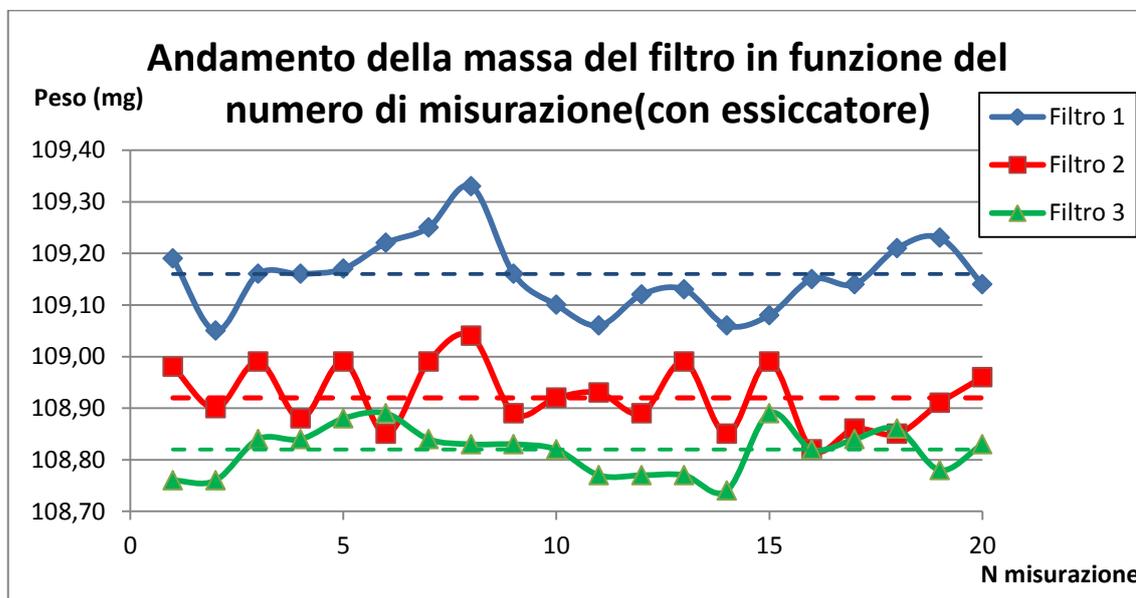


Figura 5.7_Andamento del peso della membrana (con essiccatore)

Calcolata la deviazione standard e il valor medio del peso su tutti i filtri otteniamo i seguenti risultati:

	Deviazione standard	Valore medio (mg)
Filtro 1	0,07	109,16
Filtro 2	0,06	108,92
Filtro 3	0,05	108,82

Tabella 5-5_Misurazioni del peso della membrana

RISULTATO DEL TEST:

Il valore del peso del filtro è soggetto ad un errore molto più grande rispetto al valore del peso del campione di metallo;

- Deviazione standard media su filtro: 0,06 mg
- Deviazione standard media su campione di metallo: 0,036 mg

Questo risultato è principalmente dovuto al fatto che la membrana è molto sensibile ai cambiamenti di umidità e di temperatura della stanza in cui si esegue il test;

La deviazione standard inoltre varia molto a seconda del tipo di filtro: se nel primo filtro abbiamo una deviazione di 0,07 mg nel terzo essa è pari a 0,05 mg;

Riassumendo:

- Errore della misurazione del peso sul filtro è pari a 0,06 mg;
- Ogni membrana reagisce diversamente al cambiamento di umidità e di temperatura dell'ambiente di lavoro;

5.3.4 Test 4: Significatività sull'utilizzo dell'essiccatore su test normato

Per verificare l'influenza dell'umidità e della temperatura sulla membrana si è eseguito un ulteriore test di ripetibilità del peso.

La procedura utilizzata è la stessa del capitolo precedente (5.3.3) con l'esclusione del punto 3: la membrana, una volta tolta dal forno, è stata subito pesata senza essere posizionata nell'essiccatore;

[NB: I filtri utilizzati sono gli stessi del test precedente]

L'obiettivo del test è verificare come la mancanza di permanenza in essiccazione del filtro generi maggiori fonti di errore sulla pesata;

Di seguito vengono indicati i valori del peso (espresso in mg) per i 3 filtri ottenuti dalle pesature:

Misura	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Filtro 1	109,05	109,18	109,20	109,09	109,19	109,20	109,23	109,18	109,24	109,16
Filtro 2	108,94	108,98	108,92	108,94	109,02	109,00	108,94	109,01	108,94	108,93
Filtro 3	108,80	108,83	108,72	108,80	108,86	108,78	108,83	108,87	108,79	108,79
Misura	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Filtro 1	109,17	109,24	109,18	109,24	109,23	109,17	109,08	109,16	109,12	109,17
Filtro 2	108,95	108,92	108,95	108,99	108,96	108,93	108,99	108,98	108,93	108,95
Filtro 3	108,81	108,78	108,79	108,76	108,74	108,73	108,81	108,76	108,77	108,75

Tabella 5-6_ Valori della massa del filtro senza essiccatore

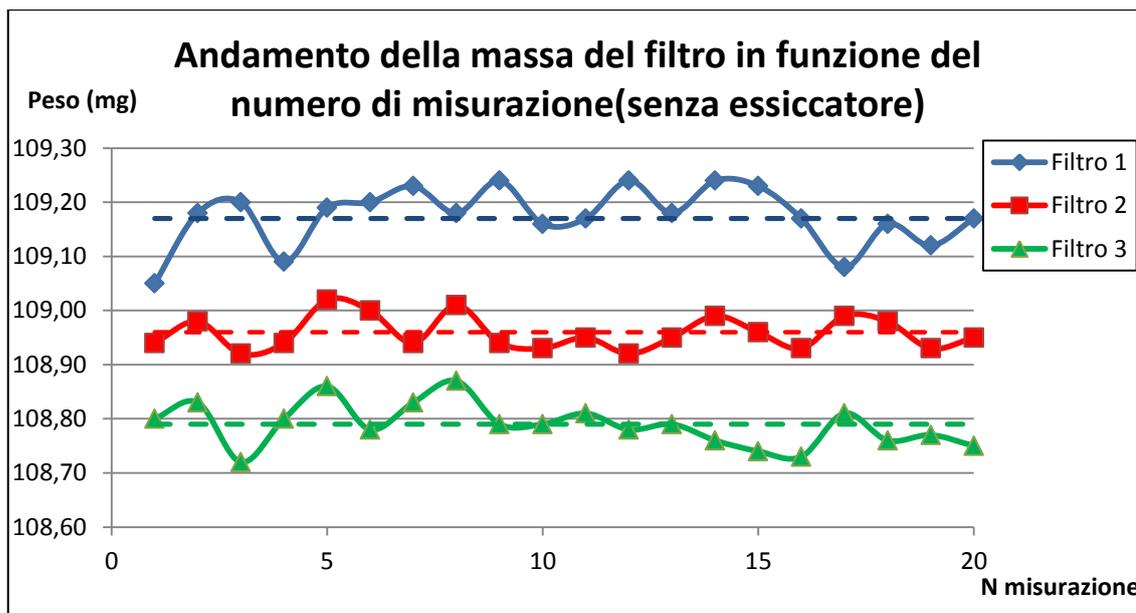


Figura 5.8_Andamento del peso della membrana (senza essiccatore)

Calcolata la deviazione standard e il valor medio del peso su tutti i filtri otteniamo i seguenti risultati:

	Deviazione standard	Valore medio (mg)
Filtro 1	0,05	109,17
Filtro 2	0,03	108,96
Filtro 3	0,04	108,79

Tabella 5-7_Misurazioni del peso della membrana

RISULTATO DEL TEST:

Contrariamente a quanto ipotizzato, i dati raccolti hanno evidenziato come l'utilizzo dell'essiccatore non porti ad un miglioramento della misurazione, ma anzi risulti essere un'ulteriore fonte di errore: da una deviazione standard (con essiccatore) di 0,06 mg si passa ad una deviazione standard di 0,04 mg(senza essiccatore).

	Con essiccatore		Senza essiccatore	
	Deviazione standard	Valore medio (mg)	Deviazione standard	Valore medio (mg)
Filtro 1	0,07	109,16	0,05	109,17
Filtro 2	0,06	108,92	0,03	108,95
Filtro 3	0,05	108,82	0,04	108,79

Tabella 5-8_Confronto risultati pesatura

Il valore medio del peso risulta essere pressoché invariato nei due test e presenta variazioni contenute di 0,03 mg in tutti i filtri;

E' logico pensare dunque che l'utilizzo dell'essiccatore non sia indispensabile in una stanza in cui le condizioni ambientali non sono controllate: il filtro appena viene prelevato dall'essiccatore potrebbe acquistare subito l'umidità della stanza.

Contrariamente a quanto specificato nella norma, il mantenimento della membrana nell'essiccatore risulta essere una fonte di errore aggiunto oltre che ad una perdita di tempo.

(Conseguentemente a tali risultati i test che verranno svolti in seguito non presenteranno più nella procedura l'utilizzo dell'essiccatore).

5.3.5 Test 5: Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione

Per verificare se le condizioni dell'ambiente di lavoro (in particolare temperatura e umidità della stanza) influenzano il risultato di pesatura della membrana è stato eseguito un test di pesatura su 3 membrane di filtraggio in due giornate successive;

Sono state effettuate 20 misurazioni totali per ogni filtro: durante ogni misurazione, oltre al valore del peso in mg, sono stati rilevati la temperatura e il grado di umidità della camera di lavoro e l'ora di esecuzione della prova.

La procedura utilizzata è la seguente:

- 1) Azzeramento bilancia
- 2) Posizionamento del filtro in forno per 15 minuti
- 3) Pesatura
- 4) Spostamento del filtro dal piatto della bilancia
- 5) Assestamento dello zero della bilancia

Di seguito vengono indicati i valori del peso (espresso in mg) per i 3 filtri (A,B,C) ottenuti dalle pesature:

FILTRO A_15/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	14:35	15:00	15:16	15:32	15:54	16:10	16:34	16:53	17:09	17:27
Temperatura (°C)	20,9	21,1	21,2	21,3	21,4	21,5	21,4	21,5	21,6	21,7
Umidità (%)	39	38	38	38	38	38	38	38	38	38
Pesata (mg)	109,26	109,18	109,20	109,13	109,19	109,20	109,23	109,18	109,24	109,16
FILTRO A_16/12/2016										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	10:40	11:05	11:28	11:45	12,05	12:40	14:22	14:40	14:58	15:10
Temperatura (°C)	19,3	19,9	20,1	20,4	20,5	20,5	20,6	21	21	21,1
Umidità (%)	38	38	38	38	38	37	37	37	36	36
Pesata (mg)	109,17	109,24	109,18	109,24	109,23	109,17	109,08	109,16	109,12	109,17

Tabella 5-9_Dati di pesatura (Filtro A)

FILTRO B_15/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	14:39	15:01	15:16	15:35	15:56	16:11	16:35	16:54	17:11	17:27
Temperatura (°C)	21	21,1	21,2	21,3	21,4	21,5	21,4	21,5	21,6	21,7
Umidità (%)	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38
Pesata (mg)	111,94	111,98	111,92	111,94	112,02	112,00	111,94	112,01	111,94	111,93
FILTRO B_16/12/2016										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	10:44	11:13	11:30	11:46	12:06	12:43	14:24	14:42	15:00	15:12
Temperatura (°C)	19,3	20	20,2	20,4	20,5	20,5	20,7	21	21	21
Umidità (%)	38	38	38	38	38	37	37	37	36	36
Pesata (mg)	111,99	111,92	111,95	111,99	111,96	111,93	111,99	111,98	111,93	111,95

Tabella 5-10_Dati di pesatura (Filtro B)

FILTRO C_15/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	14:36	15:02	15:15	15:32	15:37	15:58	16:12	16:38	16:57	17:13
Temperatura (°C)	21	21,1	21,2	21,3	21,4	21,5	21,5	21,4	21,6	21,7
Umidità (%)	38	38	38	38	38	38	38	38	38	38
Pesata (mg)	108,86	108,83	108,72	108,80	108,86	108,78	108,83	108,87	108,79	108,79
FILTRO C_16/12/2016										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	10:46	11:15	11:32	11:47	12:08	12:44	14:26	14:44	15:03	15:13
Temperatura (°C)	19,3	20	20,2	20,5	20,5	20,6	20,7	21	21	21,1
Umidità (%)	38	38	38	38	38	37	37	37	36	36
Pesata (mg)	108,81	108,78	108,79	108,76	108,74	108,73	108,81	108,76	108,77	108,75

Tabella 5-11_Dati di pesatura (Filtro C)

Per ogni filtro viene calcolata la sua deviazione standard e il suo valor medio di pesatura; vengono inoltre indicati i range di umidità e di temperatura rilevati nell'arco di una giornata di test (valori massimi e minimi):

FILTRO A	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,039	0,051
Valore medio (mg)	109,19	109,18
Umidità max e min (%)	39-38	38-36
Umidità media (%)	38,1	37,3
Variazione umidità (%)	1	2
Temperatura max e min (°C)	21,7-20,9	21-19,3
Temperatura media (°C)	21,36	20,44
Variazione Temperatura (°C)	0,8	0,6

Tabella 5-12_Dati pesatura filtro A

FILTRO B	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,037	0,027
Valore medio (mg)	111,96	111,96
Umidità max e min (%)	39-38	38-36
Umidità media (%)	38	37,3
Variazione umidità (%)	0	2
Temperatura max e min (°C)	21,7-20,9	21,1-19,3
Temperatura media (°C)	21,37	20,46
Variazione Temperatura (°C)	0,7	0,7

Tabella 5-13_Dati pesatura filtro B

FILTRO C	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,046	0,027
Valore medio (mg)	108,81	108,77
Umidità max e min (%)	39-38	38-36
Umidità media (%)	38	37,3
Variazione umidità (%)	0	2
Temperatura max e min (°C)	21,7-20,9	21,1-19,3
Temperatura media (°C)	21,37	20,49
Variazione Temperatura (°C)	0,7	0,8

Tabella 5-14_Dati pesatura filtro C

Per poter capire se umidità e temperatura della stanza influiscono sul valore di pesatura del filtro si costruiscono, per ogni filtro, due grafici che mostrano :

1. L'Andamento del peso del filtro (in nero) e l'andamento della temperatura (in rosso) in funzione del numero di misurazione;
2. L'Andamento del peso del filtro (in nero) e l'andamento dell'umidità (in blu) in funzione del numero di misurazione;

I grafici ottenuti, ripetuti nei due giorni in cui è stato eseguito il test, sono i seguenti:

Filtro A

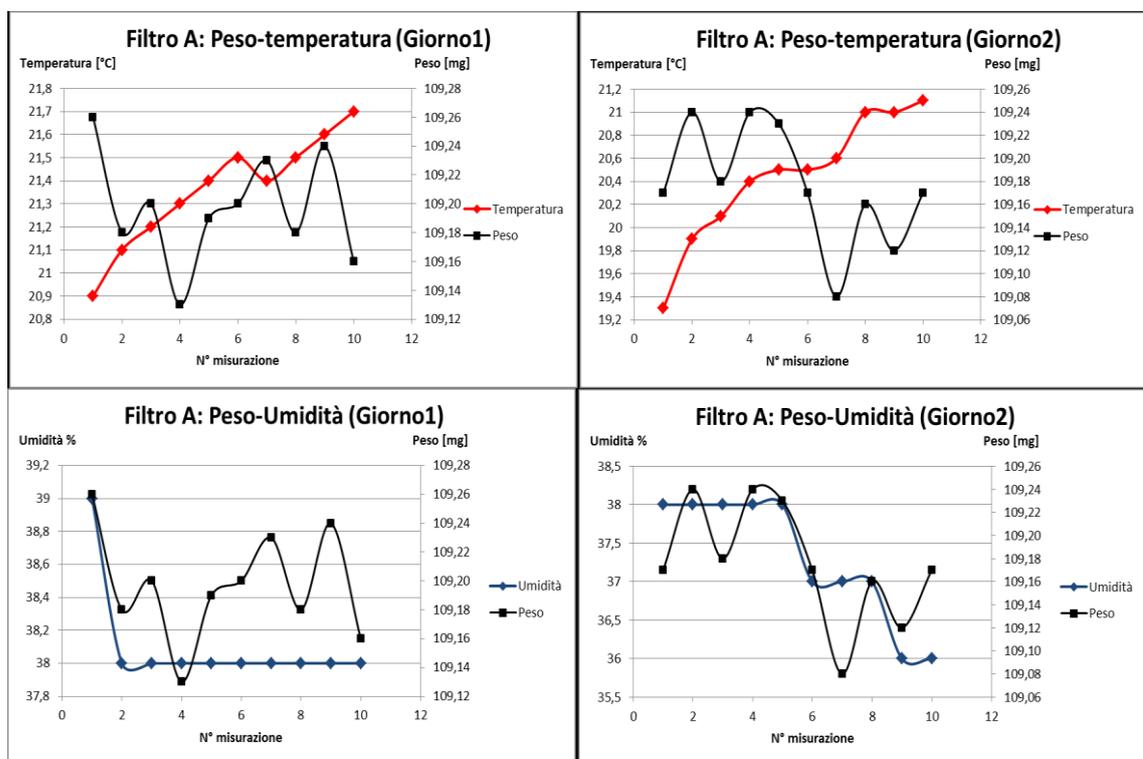


Figura 5.9_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A

Nel primo giorno di test il filtro A presenta una deviazione standard contenuta e compatibile con i valori trovati nei test precedenti (pari a circa 0,04 mg) che aumenta leggermente nel secondo giorno di test (deviazione standard pari a 0,05 mg).

Il valore medio del peso tra il primo e il secondo giorno di pesatura presenta una lieve differenza di peso pari a 0,01 mg (109,19 mg e 109,18 mg): tale differenza è coerente con i valori di incertezza forniti dal fornitore della bilancia ed è dunque irrilevante sul risultato di pesatura.

Filtro B

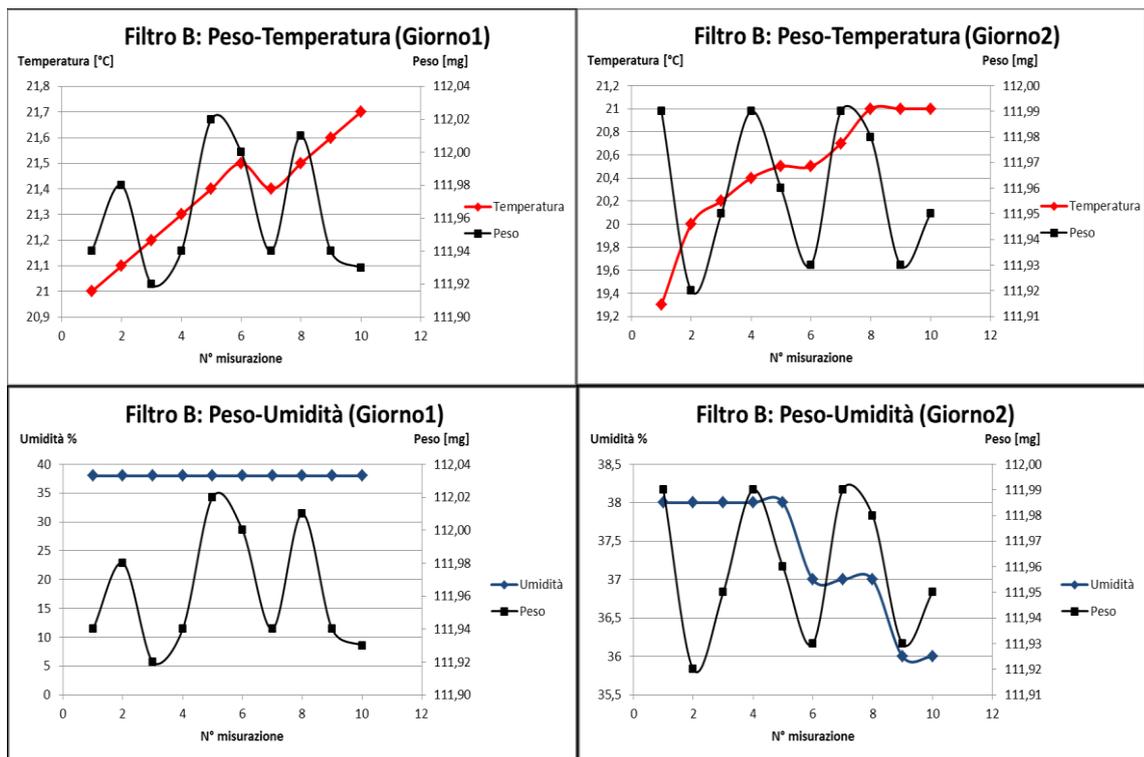


Figura 5.10_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B

Per il filtro B la deviazione standard del peso rimane coerente con i risultati dei test precedenti: nel primo giorno di test la deviazione standard è pari a 0,04 mg mentre nel secondo giorno presenta un miglioramento pari a 0,02 mg.

Il valore medio del peso tra il primo e il secondo giorno di pesatura rimane invariato (valore pari a 111,96 mg) a conferma dei risultati ottenuti con il primo filtro.

Filtro C

Il comportamento del filtro C, durante le misurazioni, risulta essere coerente con quello riscontrato nel filtro B: nel primo giorno di test la deviazione standard è di circa 0,05 mg mentre nel secondo giorno presenta un miglioramento pari a 0,02 mg (deviazione standard pari a 0,036 mg).

Il valore medio del peso tra il primo e il secondo giorno di pesatura non rimane invariato come in precedenza ma presenta una differenza pari a 0,04 mg (108,81 mg e 108,77): tale differenza, come detto in precedenza, risulta coerente con i valori trovati nei test precedenti.

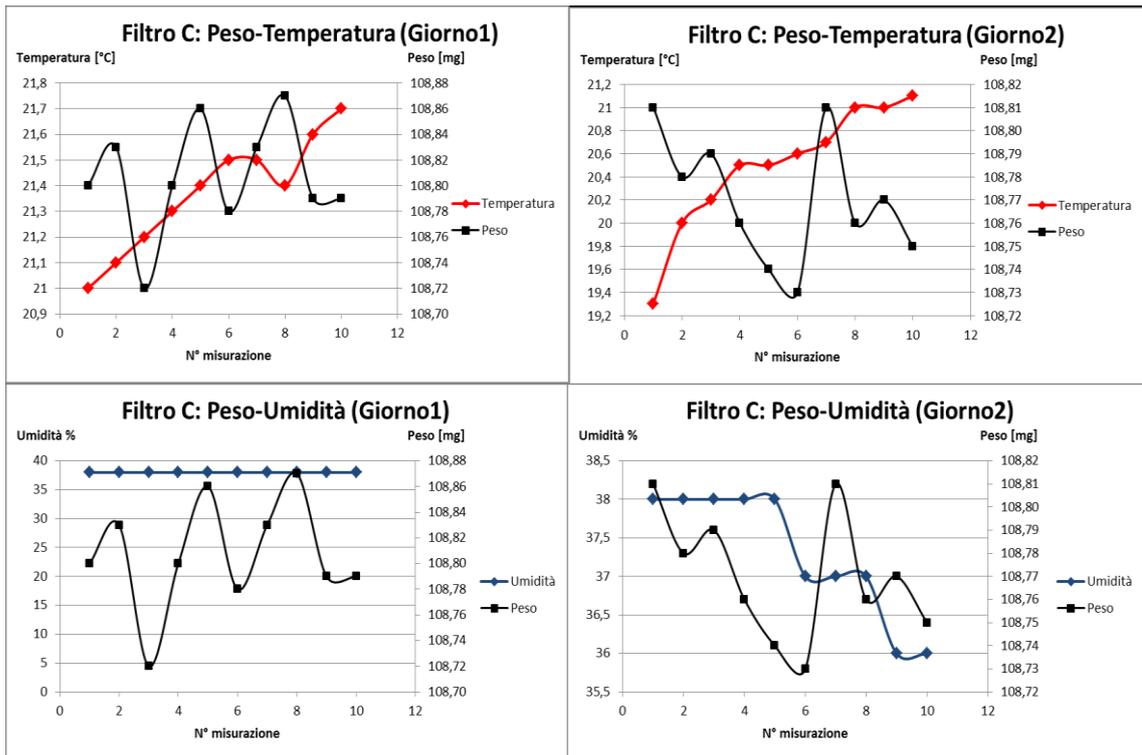


Figura 5.11_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C

A differenza dei primi due filtri inoltre è possibile notare come vi sia un comportamento diverso nel secondo giorno di test per il filtro C: mentre tutte le altre misurazioni sono caratterizzate da un andamento di sali-scendi del valore del peso, notiamo come in questo caso (ovvero filtro C, giorno 2) vi è inizialmente, nelle prime 6 misurazioni, una progressiva diminuzione del valore del peso e successivamente il comportamento di Sali-scendi riscontrato in precedenza (vedi Figura 5.12_Dettaglio misurazione del filtro C (Giorno 2)).

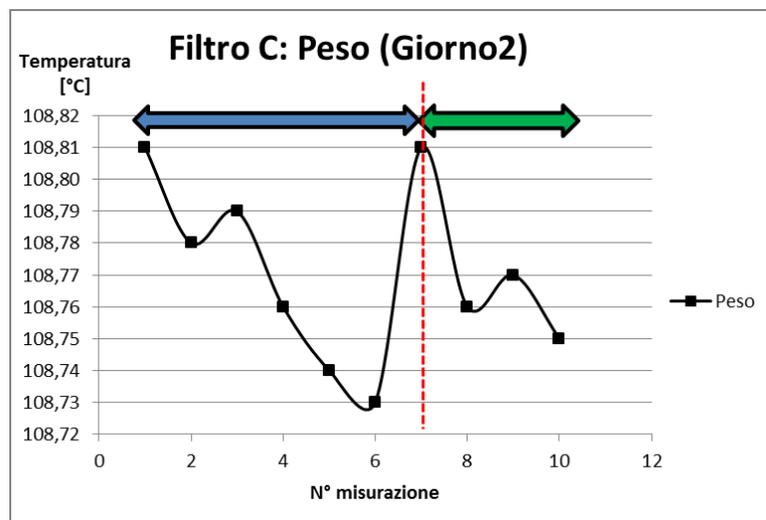


Figura 5.12_Dettaglio misurazione del filtro C (Giorno 2)

Durante la fase di misurazione, in entrambi i giorni, vi è un progressivo aumento di temperatura (range di temperatura tra inizio e fine test pari a 1 °C) mentre l'umidità della stanza risulta essere costante durante il primo giorno di test e decrescente nel secondo giorno del test con un range di variazione tra inizio e fine prova di 2 punti percentuali.

Applicando ad ogni serie di dati rilevati (massa, temperatura e umidità) una curva di tendenza lineare è possibile valutare in maniera più chiara i dati ottenuti in precedenza valutando come temperatura e umidità influenzano la misurazione del peso del filtro;

Nei grafici seguenti le curve di tendenza lineare sono indicate da un tratteggio continuo (rosso per la temperatura, nero per il peso del filtro e blu per l'umidità):

Filtro A

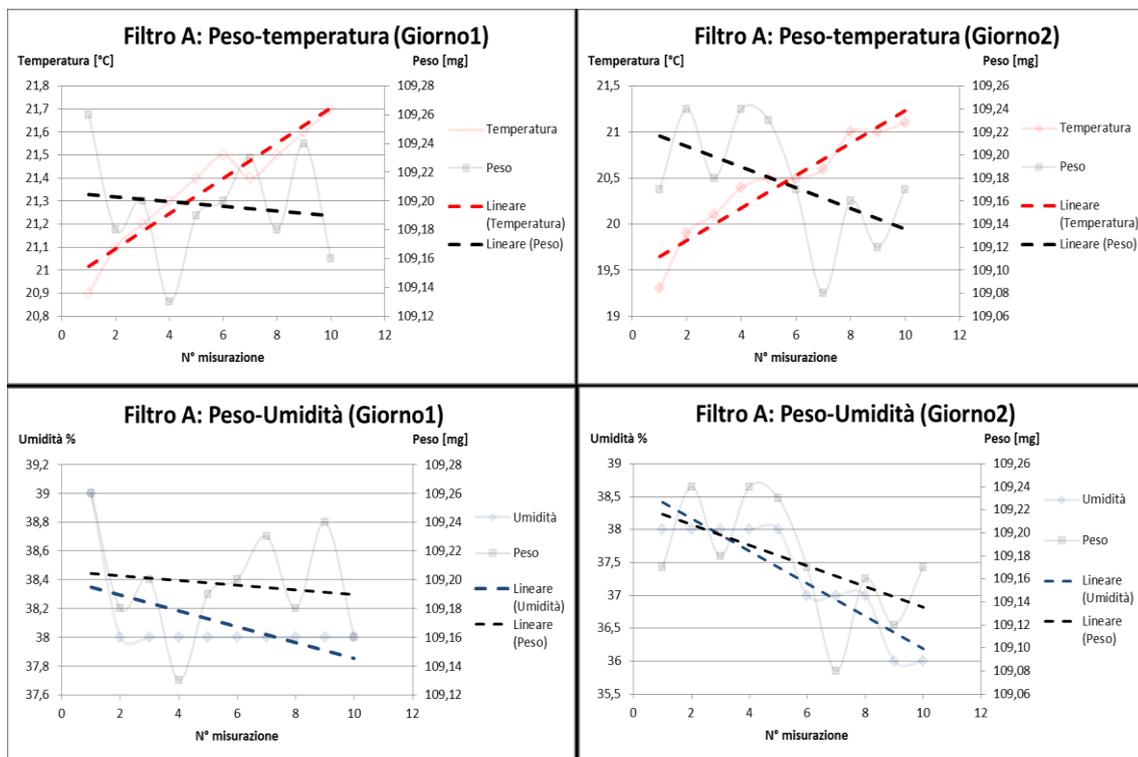


Figura 5.13_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A)

In entrambi i giorni di test è possibile notare chiaramente come:

1. Ad un aumento di temperatura corrisponde una diminuzione del peso del filtro;
2. Ad un calo di umidità corrisponde una diminuzione del peso;

Filtro B

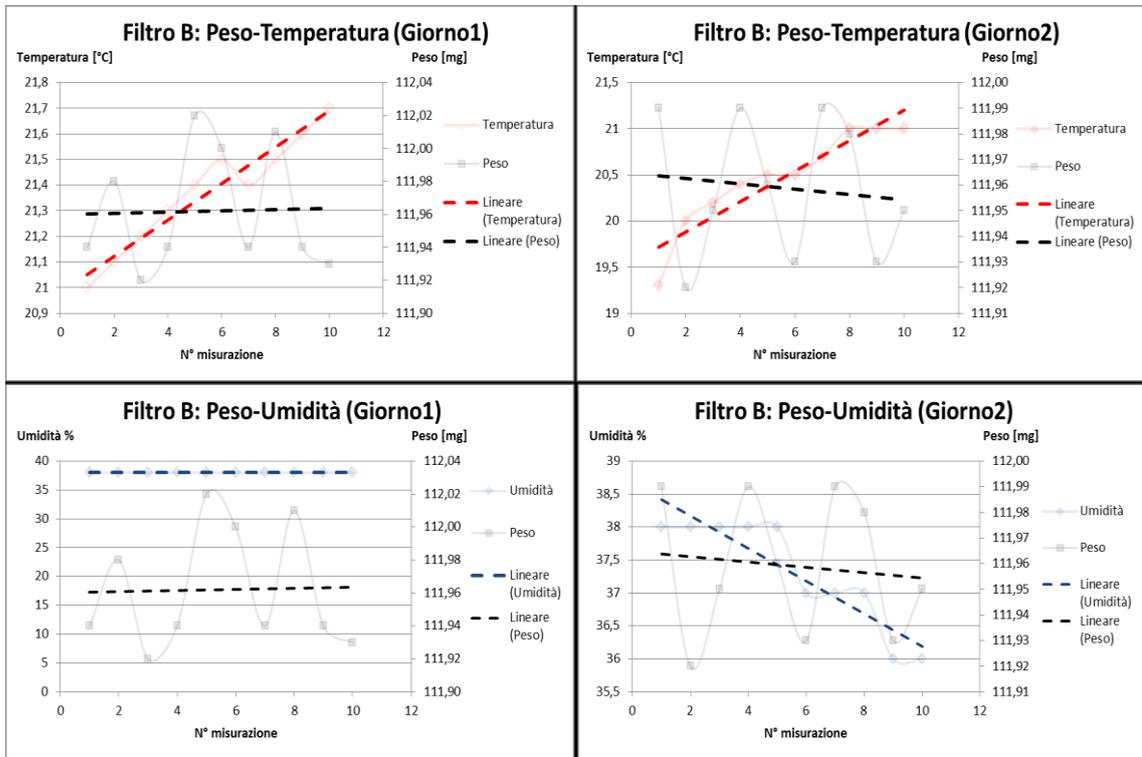


Figura 5.14_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B)

Nel primo giorno di test ad un aumento di temperatura non corrisponde una variazione evidente del peso che rimane costante; L'umidità inoltre non varia durante la fase di misurazione;

Nel secondo giorno di test è possibile notare un comportamento coerente con i risultati trovati in precedenza::

1. Ad un aumento di temperatura corrisponde una diminuzione del peso del filtro;
2. Ad un calo di umidità corrisponde una diminuzione del peso;

Osservando tali dati è possibile supporre come sia la variazione di umidità, più che quella della temperatura, ad aver una maggiore significatività sulle misurazioni del peso del filtro di contaminazione: se l'umidità della stanza rimane costante il peso del filtro rimane costante mentre se cala l'umidità diminuisce anche il valore del peso del filtro.

Filtro C

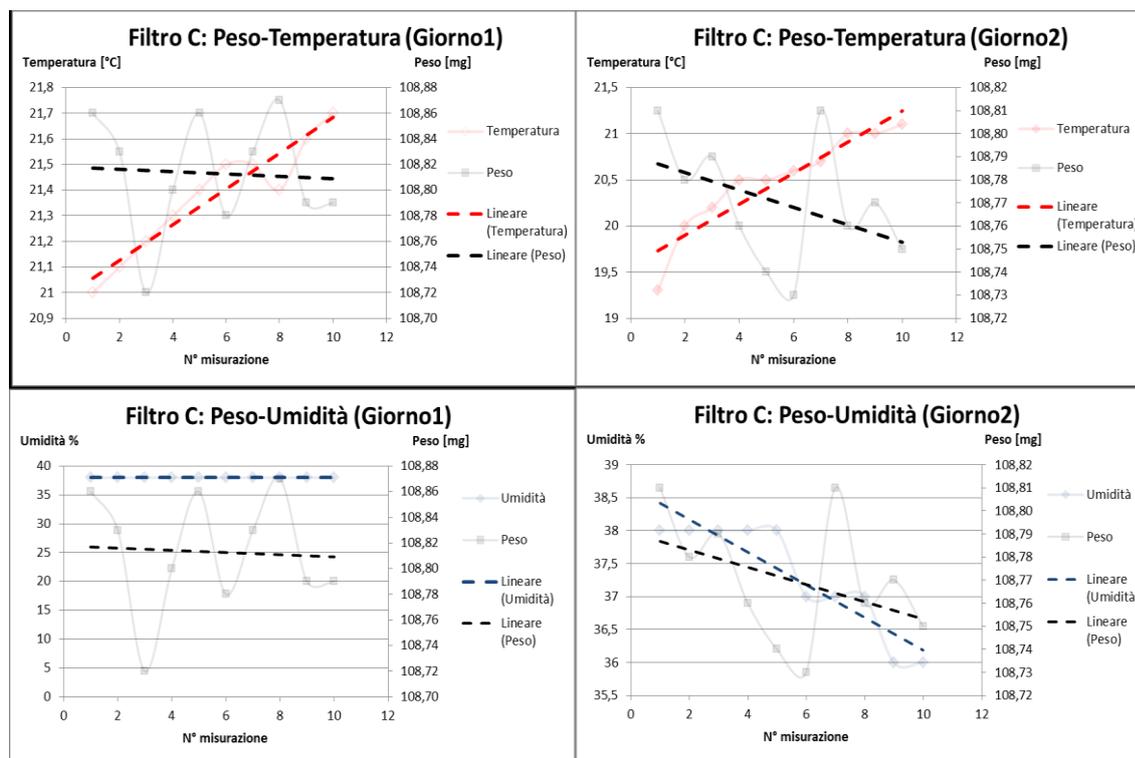


Figura 5.15_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C)

La tendenza del filtro C corrisponde alla stessa trovata nel filtro B: nel primo giorno si riscontra una costanza del valore del peso mentre nel secondo ad un calo di umidità, con contemporaneo aumento di temperatura, corrisponde una diminuzione del peso del filtro.

RISULTATO DEL TEST

In merito alle considerazioni fatte in precedenza e ai dati raccolti, è possibile riassumere il seguente risultato sul test condotto:

- La deviazione standard calcolata sulla pesatura di un filtro di contaminazione in ambiente a temperatura e umidità non controllate è pari a 0,04 mg;
- Al diminuire dell'umidità della stanza il peso del filtro cala progressivamente mantenendo comunque un andamento irregolare di sali-scendi durante le misurazioni: più elevata è l'umidità della stanza più il filtro accumula facilmente le particelle di acqua presenti nell'aria andando così a pesare molto di più;
- All'aumentare della temperatura il filtro tende leggermente a diminuire di peso: un clima più caldo nella stanza fa sì che il filtro risulti più caldo e quindi più leggero.

5.3.6 Test 6: Verifica dell'influenza di umidità e di temperatura sul peso del filtro di contaminazione nel lungo periodo

Come visto nel capitolo precedente, temperatura e umidità influiscono sul valore della misurazione del peso. L'influenza di tali fattori non risulta essere significativa se le misurazioni vengono effettuate in tempi brevi tra l'una e l'altra: è possibile notare come il valore medio del peso dei filtri coincide tra la prima e la seconda giornata di test.

Questo ragionamento però non è valido sul lungo periodo: la misurazione del peso di un filtro effettuata in un certo periodo dell'anno dà risultati non compatibili con quelli ottenuti da una misurazione effettuata sullo stesso filtro in un periodo dell'anno differente.

A dimostrazione di ciò si esegue un test di pesatura su 3 filtri in due periodi dell'anno diversi: una prima misurazione viene fatta a fine dicembre (valore medio di umidità pari a 35%) e una seconda a fine gennaio (valore medio di umidità pari a 27%).

La procedura del test è seguente:

1. Azzeramento bilancia
2. Posizionamento del filtro in forno per 15 minuti
3. Pesatura
4. Spostamento del filtro dal piatto della bilancia
5. Assestamento dello zero della bilancia

I dati raccolti sono riassunti nelle successive tabelle:

FILTRO A 21/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	11:22	11:43	12:00	12:16	14:31	14:48	15:30	16:36	16:44	16:50
Temperatura (°C)	20,5	20,8	21	21,1	20,8	21,2	21,2	21,4	21,6	21,6
Umidità (%)	35	35	35	34	35	35	35	35	35	35
Pesata (mg)	110,29	110,28	110,26	110,28	110,30	110,27	110,32	110,33	110,30	110,31
FILTRO A 26/01/2017										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	11:07	11:21	11:32	11:42	11:52	12:03	12:13	12:23	14:31	14:48
Temperatura (°C)	20,8	20,7	20,8	21	21	21,1	21,1	21,2	21,4	21,5
Umidità (%)	28	28	28	27	27	27	27	27	27	27
Pesata (mg)	110,17	110,11	110,08	110,08	110,07	110,14	110,06	110,13	110,08	110,13

Tabella 5-15_Misurazioni del peso sul filtro A (Dicembre-Gennaio)

FILTRO B 21/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	11:25	11:44	12:01	12:17	14:33	14:50	15:32	16:37	16:44	16:50
Temperatura (°C)	20,6	20,8	21	21,1	20,9	21,2	21,2	21,5	21,6	21,6
Umidità (%)	35	35	35	34	35	35	35	35	35	35
Pesata (mg)	106,21	106,28	106,35	106,36	106,30	106,33	106,38	106,31	106,35	106,37
FILTRO B 26/01/2017										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	11:09	11:23	11:33	11:43	11:53	12:04	12:14	12:24	14:33	14:50
Temperatura (°C)	20,7	20,7	20,8	21	21	21,1	21,1	21,2	21,3	21,4
Umidità (%)	28	28	28	27	27	27	27	27	27	27
Pesata (mg)	106,11	106,07	106,15	106,09	106,06	106,09	106,05	106,12	106,07	106,08

Tabella 5-16_Misurazioni del peso sul filtro B (Dicembre-Gennaio)

FILTRO C 21/12/2016										
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Ora di pesatura	11:27	11:46	12:04	12:21	14:35	14:51	15:34	16:38	16:44	16:50
Temperatura (°C)	20,6	20,9	21,1	21,2	21	21,2	21,3	21,5	21,6	21,6
Umidità (%)	36	35	35	34	35	35	35	35	35	35
Pesata (mg)	103,70	103,73	103,72	103,79	103,71	103,74	103,76	103,75	103,78	103,76
FILTRO C 26/01/2017										
N° PESATA	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Ora di pesatura	11:10	11:25	11:35	11:45	11:55	12:06	12:16	12:26	14:35	14:51
Temperatura (°C)	20,7	20,9	21	21	21,1	21,1	21,1	21,2	21,3	21,4
Umidità (%)	28	28	28	27	27	27	27	27	27	27
Pesata (mg)	103,58	103,57	103,62	103,57	103,54	103,60	103,61	103,58	103,58	103,63

Tabella 5-17_Misurazioni del peso sul filtro C (Dicembre-Gennaio)

Per ogni filtro viene calcolata la deviazione standard e il valor medio di pesatura; vengono inoltre indicati i range di umidità e di temperatura rilevati nell'arco di una giornata di test (valori massimi e minimi):

	FILTRO A		FILTRO B		FILTRO C	
	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,022	0,036	0,051	0,030	0,030	0,027
Valore medio (mg)	110,29	110,11	106,32	106,09	103,74	103,59
Umidità max e min (%)	35-34	28-27	35-34	28-27	35-34	28-27
Umidità media (%)	34,9	27,3	34,9	27,3	35	27,3
Variazione umidità (%)	1	1	1	1	1	1
Temperatura max e min (°C)	21,6-20,5	21,1-19,3	21,6-20,5	21,1-19,3	21,6-20,5	21,1-19,3
Temperatura media (°C)	21,12	21,06	21,15	21,03	21,2	21,08
Variazione Temperatura (°C)	1,1	0,8	1	0,7	1	0,7

Tabella 5-18_Valori di deviazione standard del peso dei filtri A,B,C

Come fatto nel capitolo precedente si costruiscono, per ogni filtro, due grafici che mostrano :

1. L'Andamento del peso del filtro (in nero) e l'andamento della temperatura (in rosso) in funzione del numero di misurazione;
2. L'Andamento del peso del filtro (in nero) e l'andamento dell'umidità (in blu) in funzione del numero di misurazione;

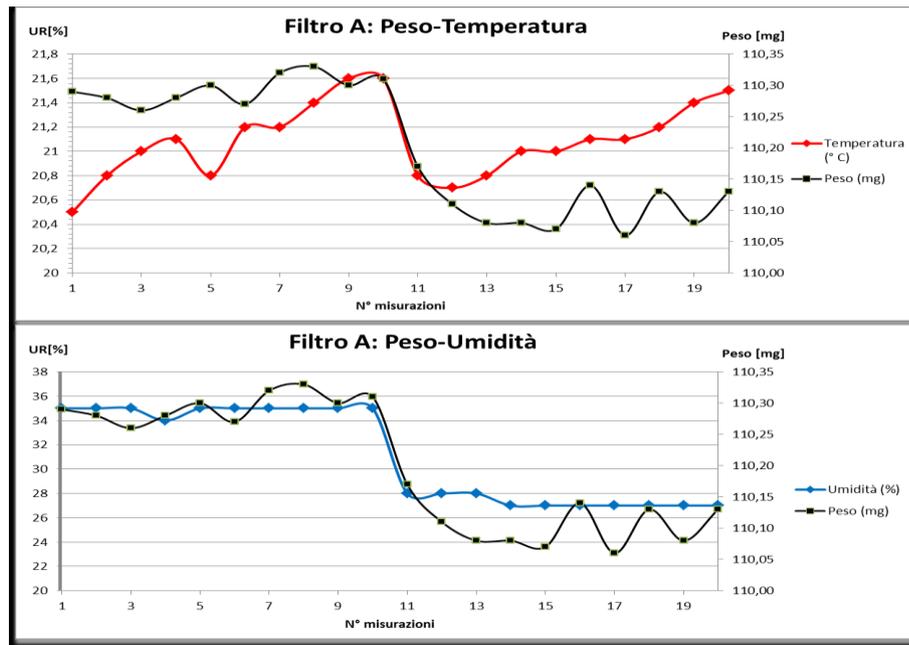


Figura 5.16_Andamento del peso del filtro A

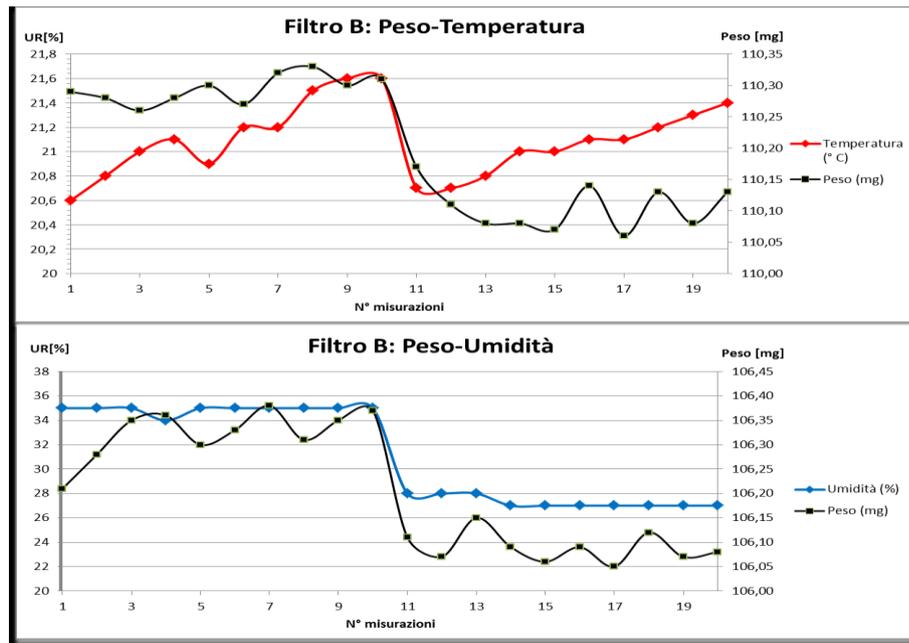


Figura 5.17_Andamento del peso del filtro B

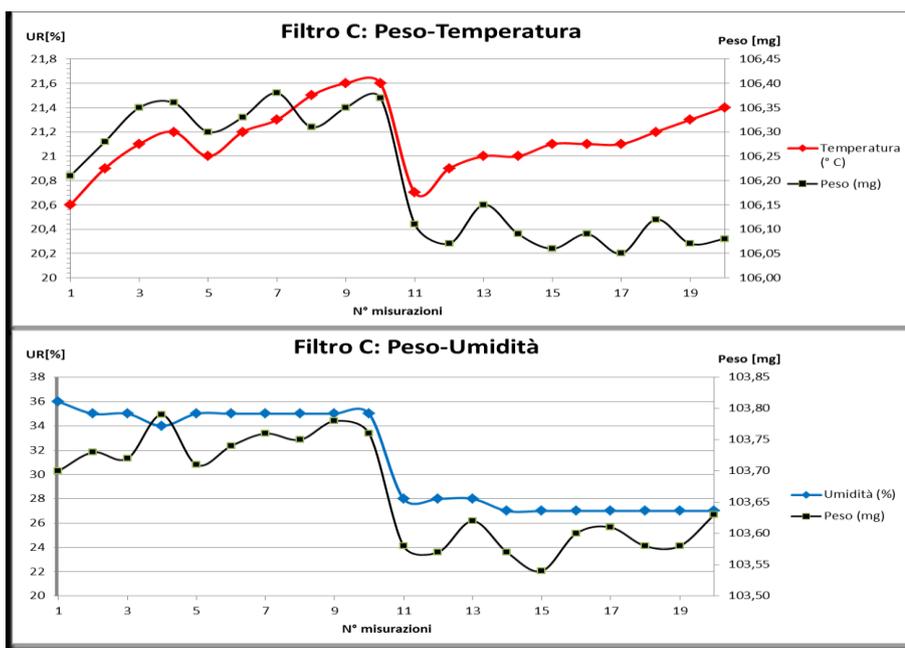


Figura 5.18_Andamento del peso del filtro C

RISULTATO DEL TEST

Il comportamento riscontrato su tutti i filtri è il medesimo e l'analisi prenderà in considerazione come riferimento solo i dati ottenuti nel filtro A.

Come è possibile notare nelle Figura 5.19 nelle prime 10 misurazioni (effettuate in Dicembre) il valore del peso del filtro è nettamente maggiore rispetto a quello delle successive 10 (effettuate in gennaio).

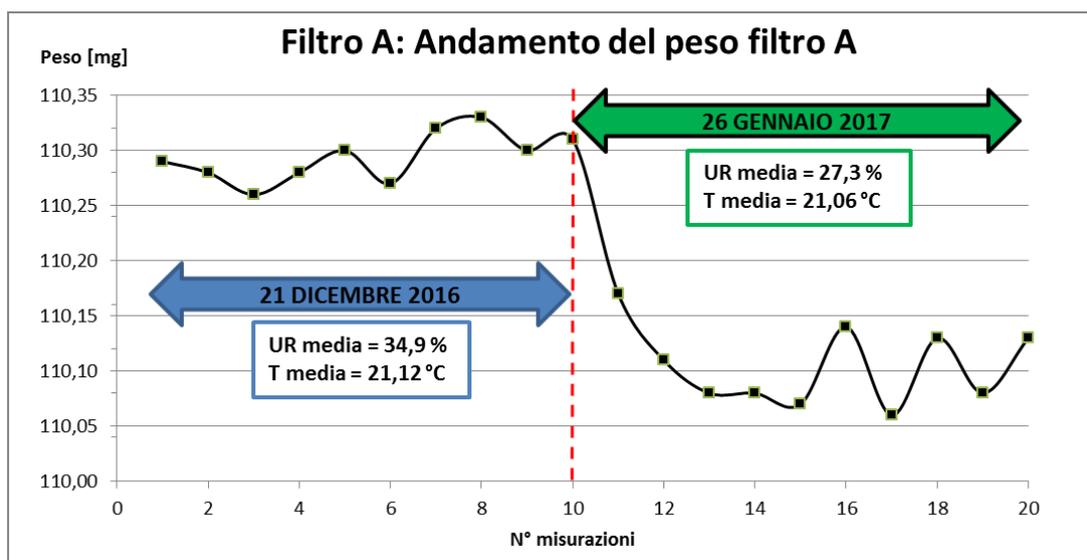


Figura 5.19_Andamento del peso del filtro A (Influenza di umidità nel lungo periodo)

Questo comportamento è spiegabile dal fatto che se l'umidità nel primo periodo è pari a 35% nel secondo essa scende a 27% e questo quindi dimostra come il filtro pesa maggiormente quando l'umidità è più alta; la temperatura, rimanendo circa la stessa, non sembrerebbe avere un'influenza sul valore di pesatura.

Il valore medio del peso (su tutti e 3 i filtri) misurato con un'umidità del 35% è superiore di circa 0,2 mg rispetto a quello misurato con un'umidità del 27%.

Tale differenza di peso è significativa per un'analisi di contaminazione: mediamente il valore limite di peso imposto alle aziende è di 1 mg e un differenza di 0,2 mg sulla misurazione del peso del filtro corrisponde circa ad un errore del 20 %.

Nella procedura di contaminazione (vedi capitolo 4.1) è dunque fondamentale eseguire le due misurazioni del peso del filtro (la prima con filtro vuoto e la seconda con il filtro contenente le particelle di sporco del componente) in tempi molto brevi tra loro in modo da ridurre l'errore (valori di umidità simili tra le due misurazioni): l'errore sulla pesatura del filtro in una giornata di 24 ore è di 0,04 mg e corrisponde al 4 % del valore limite imposto.

Riassumendo vale dunque:

- Ad una variazione di umidità di 1-2 punti percentuali corrisponde un errore di pesatura sul filtro pari a 0,04 mg (errore del 4%);
- Ad una variazione di umidità di 10 punti percentuali corrisponde un errore di pesatura sul filtro pari a 0,2 mg (errore del 20%);

5.3.7 Test 7: Influenza del fluido di lavaggio sul peso del filtro (acqua, ecoras, test normato con acqua)

Nella procedura, specificata nella norma ISO 16232, per eseguire un test di contaminazione è necessario lavare il componente in esame per poter togliere il particolato presente sulla superficie; la procedura però non specifica il liquido da utilizzare per il lavaggio e la scelta di tale liquido è a discrezione del laboratorio che esegue il test. I liquidi che verranno qui considerati ed analizzati sono due: acqua distillata e ecoras 70 (un solvente organico dearomatizzato).

Si eseguiranno diversi test per capire se la tipologia di liquido in esame può influenzare o meno il conteggio del peso del filtro.

5.3.7.1 VALUTAZIONE TEMPO DI ASCIUGATURA

Prima di analizzare l'influenza del fluido di lavaggio sul peso del filtro, è necessario però capire quanto tempo il filtro, una volta bagnato (con acqua o con ecoras), deve restare in forno per poter essere considerato asciutto;

Viene dunque eseguito un test preliminare per determinare il tempo di asciugatura mediante la seguente procedura:

1. Lavaggio del filtro: si bagna con acqua distillata priva di impurità (test 1) ed ecoras (test 2) un filtro che normalmente viene utilizzato per eseguire un test di contaminazione;
2. Asciugatura del filtro: questa prima fase di asciugatura consiste nell'eliminare la maggior parte del liquido depositatosi sul filtro; tramite l'utilizzo di una pompa si aspira il fluido e lo si raccoglie su un contenitore apposito;
3. Essiccazione in forno: il filtro viene messo ad asciugare in forno a temperatura costante di 80 °C per un tempo totale di 45 minuti;
4. Fase di pesatura: ogni 5 minuti si preleva il filtro dal forno, si pesa e si riposiziona in forno;

Nelle tabelle seguenti sono riportati i dati del peso del filtro espressi in milligrammi con indicati inoltre i valori di umidità e di temperatura, per ogni misurazione, della stanza in cui si è eseguito il test;

N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Tempo (min)	5	10	15	20	25	30	35	40	45
Ora di pesatura	09:39	09:45	09:50	10:02	10,9	10:21	10:30	10:41	10:48
Temperatura (°C)	23,2	23,4	23,5	23,6	23,6	23,8	23,9	24	24
Umidità (%)	40	40	40	40	40	40	40	39	39
Pesata (mg)	104,68	104,67	104,66	104,65	104,64	104,65	104,64	104,65	104,64

Tabella 5-19_Misurazioni tempo asciugatura acqua

N° PESATA	1	2	3	4	5	6
Tempo (min)	5	10	15	20	25	30
Ora di pesatura	09:30	09:35	09:40	09:45	09:50	09:55
Temperatura (°C)	23,2	23,2	23,3	23,4	23,5	23,6
Umidità (%)	40	40	40	40	40	40
Pesata (mg)	101,1	100,97	100,91	100,92	100,9	100,91

Tabella 5-20_Misurazioni tempo asciugatura ecoras

Diagrammando i dati raccolti nel test 1 (filtro bagnato con acqua), dove in ascissa vi è il tempo in minuti e in ordinata il valore del peso del filtro in milligrammi, si osserva che progressivamente il peso del filtro diminuisce. Dopo 20 minuti di permanenza in forno il peso del filtro comincia ad oscillare tra due valori: 104,65 mg e 104,64 mg; il filtro è dunque completamente asciutto e l'oscillare del peso tra questi due valori è dovuto all'incertezza della bilancia utilizzata per la pesatura.

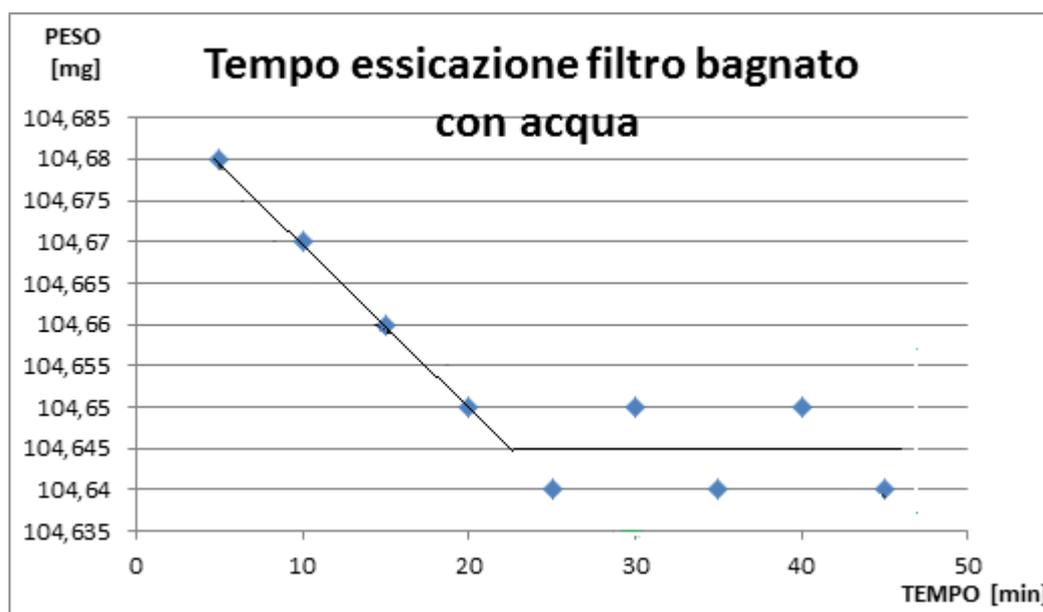


Figura 5.20_ Tempo essiccazione filtro bagnato con acqua

Per essere in favore di sicurezza consideriamo che il tempo di asciugatura (permanenza in forno) di un filtro bagnato con acqua sia di 30 minuti.

Nel grafico seguente viene evidenziata in verde la zona di instabilità del peso del filtro dovuta dall'incertezza di misura della bilancia.

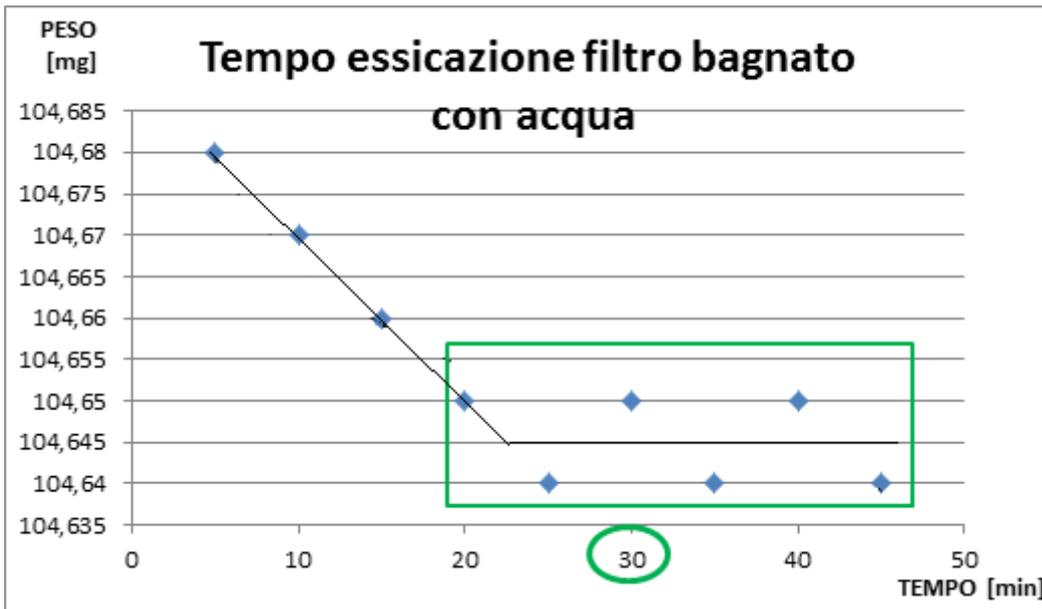


Figura 5.21_Tempo di essiccazione filtro bagnato con acqua (in verde zona di incertezza bilancia)

Come per il test 1, anche in questo secondo caso si diagramma in ascissa il tempo espresso in minuti e in ordinata il valore del peso del filtro bagnato con ecoras;

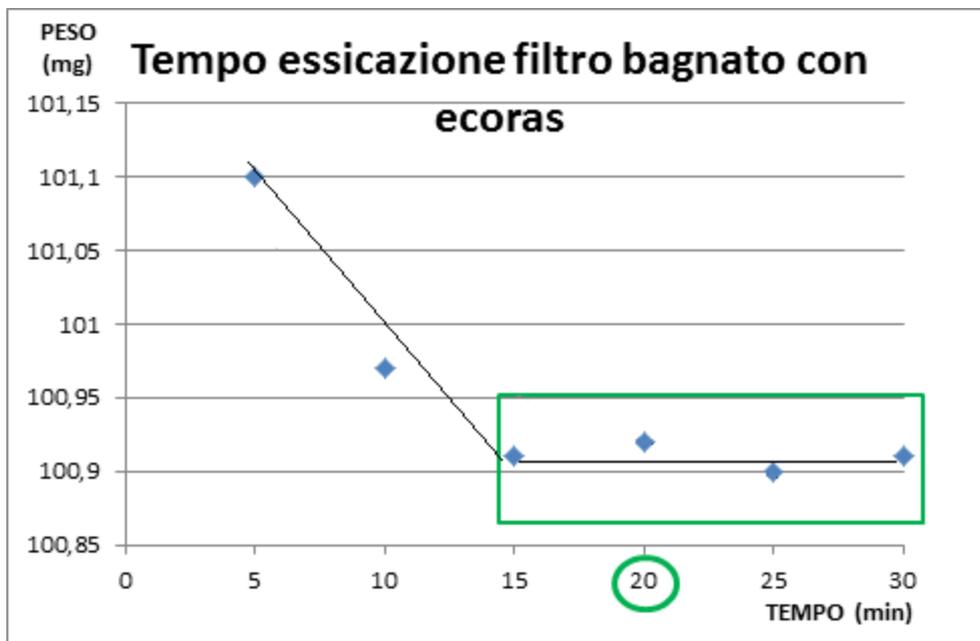


Figura 5.22_Tempo essiccazione filtro bagnato con ecoras (in verde zona di incertezza bilancia)

Il valore del peso, superato un certo periodo di tempo di permanenza in forno, tende ad oscillare tra due valori; in questo caso però il lasso di tempo necessario a far asciugare il

filtro è minore rispetto al caso precedente, infatti l'ecoras è un liquido che evapora molto facilmente.

Il tempo di essiccazione in forno per un filtro bagnato con ecoras, è dunque di 20 minuti.

In conclusione il tempo di essiccazione stimato per i due fluidi vale:

- 30 minuti per il filtro bagnato con acqua
- 20 minuti per il filtro bagnato con ecoras

5.3.7.2 TEST CON ACQUA

In questo test si cerca di capire se, bagnando più volte un filtro di contaminazione con acqua, la deviazione standard del peso del filtro assume un valore peggiorativo o migliorativo rispetto a quella calcolata con un filtro non bagnato.

La procedura del test è la seguente:

1. Preparazione del portafiltro: si pulisce con aria compressa il vetrino portafiltro;
2. Lavaggio del filtro: si bagna il filtro con acqua distillata;
3. Asciugatura filtro: dopo aver aspirato con una pompa a vuoto l'acqua depositatasi nel filtro lo si mette in forno ad essiccare per 30 minuti;
4. Pesatura: passati i 30 minuti di essiccazione in forno si pesa il filtro e si ripete l'operazione dal punto 2 (misurazioni totali 14);

Nella tabelle seguenti vengono elencati i risultati del test:

Filtro A_ GIORNO 1							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	11:38	12:28	15:21	16:00	16:43	17:22	17:55
Temperatura (°C)	24,1	24,5	24,7	25	25,1	25	25,1
Umidità (%)	39	39	39	38	38	39	39
Pesata (mg)	110,72	110,65	110,67	110,70	110,64	110,67	110,63
Filtro A_ GIORNO 2							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	10:28	11:08	11:50	12:27	15:12	16:25	17:08
Temperatura (°C)	22,9	23,2	23,9	23,9	24,8	23,9	24,4
Umidità (%)	41	40	39	40	38	38	37
Pesata (mg)	110,77	110,85	110,84	110,82	110,75	110,82	110,78

Tabella 5-21_Dati delle misurazioni su filtro A (test con Acqua)

Filtro B_ GIORNO 1							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	11:40	12:28	15:22	16:01	16:45	17:24	17:55
Temperatura (°C)	24,1	24,6	24,7	25	25,2	25	25,1
Umidità (%)	39	39	39	38	38	39	39
Pesata (mg)	106,74	106,73	106,67	106,72	106,71	106,67	106,72
Filtro B_ GIORNO 2							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	10:30	11:10	11:53	12:29	15:14	16:27	17:10
Temperatura (°C)	22,9	23,3	23,9	23,8	24,8	24	24,4
Umidità (%)	41	40	39	40	38	38	37
Pesata (mg)	106,94	106,88	106,85	106,75	106,71	106,77	106,84

Tabella 5-22_Dati delle misurazioni su filtro B (test con Acqua)

Filtro C_ GIORNO 1							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	11:42	12:30	15:23	16:03	16:47	17:22	17:55
Temperatura (°C)	24,1	24,6	24,8	25	25,2	25	25,1
Umidità (%)	39	39	39	38	38	39	39
Pesata (mg)	104,20	104,13	104,01	104,07	104,02	104,12	104,13
Filtro C_ GIORNO 2							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	10:32	11:13	11:54	12:30	15:16	16:28	17:10
Temperatura (°C)	23	23,4	24	23,8	24,9	24	24,4
Umidità (%)	41	40	39	40	38	38	37
Pesata (mg)	104,47	104,49	104,24	104,33	104,33	104,25	104,35

Tabella 5-23_Dati delle misurazioni su filtro C (test con Acqua)

	FILTRO A		FILTRO B		FILTRO C	
	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,03	0,04	0,03	0,08	0,04	0,10
Valore medio (mg)	110,67	110,80	106,71	106,82	104,09	104,35
Umidità max e min (%)	39-38	41-37	39-38	41-37	39-38	41-37
Umidità media (%)	38,7	39	38,71	39	38,71	39
Variatione umidità (%)	1	4	1	4	1	4
Temperatura Min e Max (°C)	24,1-25,1	22,9-24,4	24,1-25,1	22,9-24,4	24,1-25,1	22,9-24,4
Temperatura media (°C)	24,8	23,9	24,8	23,9	24,8	23,9
Variatione Temperatura (°C)	1	1,9	1,1	1,9	1,1	1,9

Tabella 5-24_Deviazione standard, temperatura e umidità dei filtri A,B,C (test con Acqua)

Diagrammando tali risultati come detto in precedenza otteniamo i seguenti grafici per i 3 filtri utilizzati:

FILTRO A

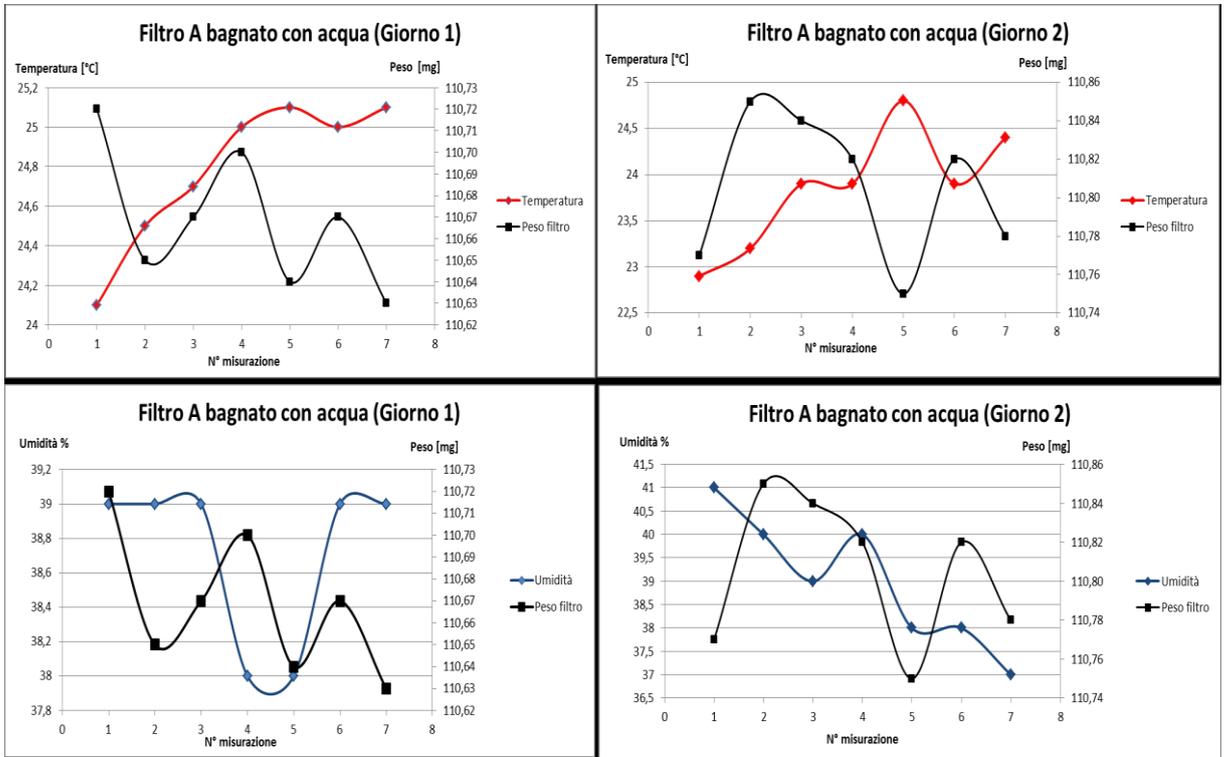


Figura 5.23 _Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A (bagnato con acqua)

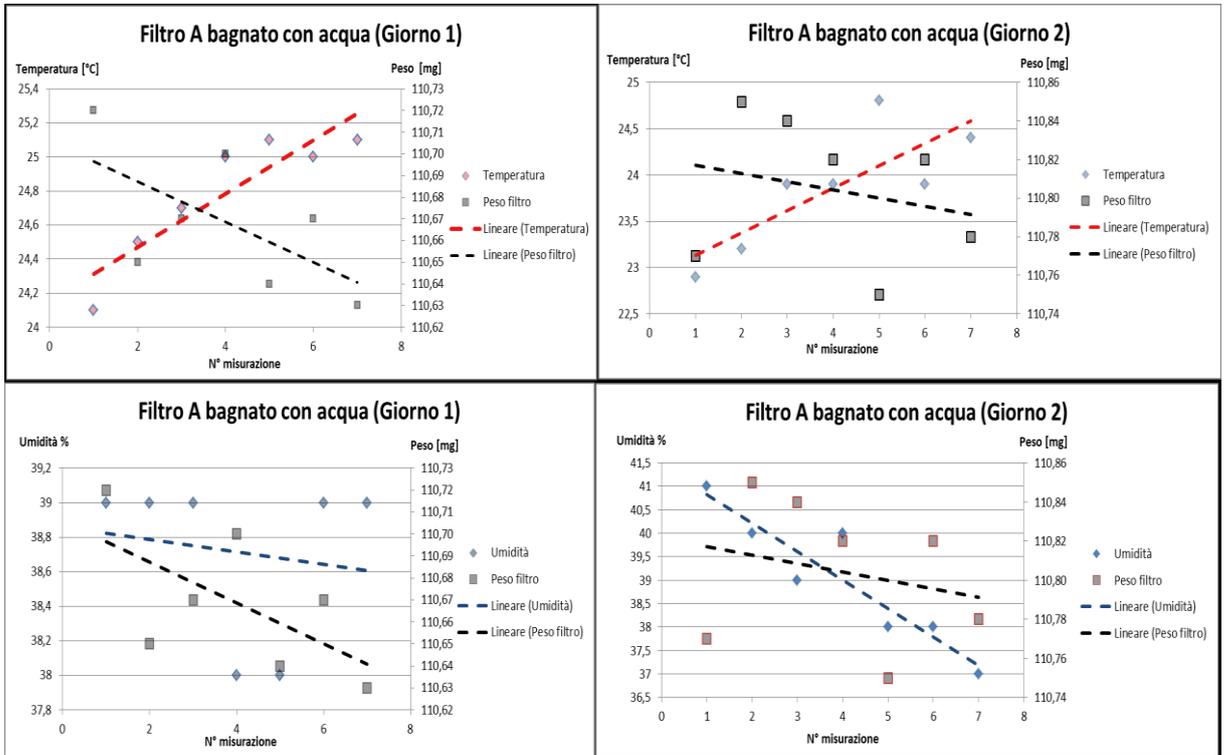


Figura 5.24 _Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A bagnato con acqua)

FILTRO B

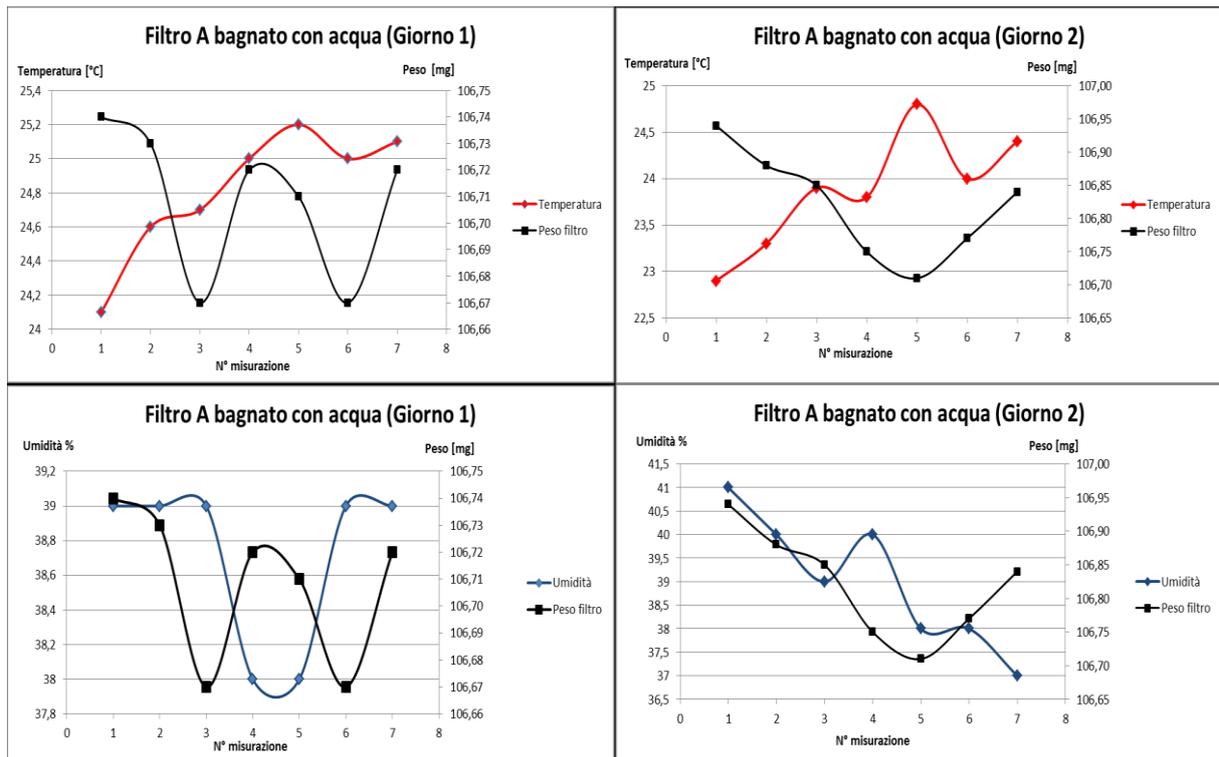


Figura 5.25_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B (bagnato con acqua)

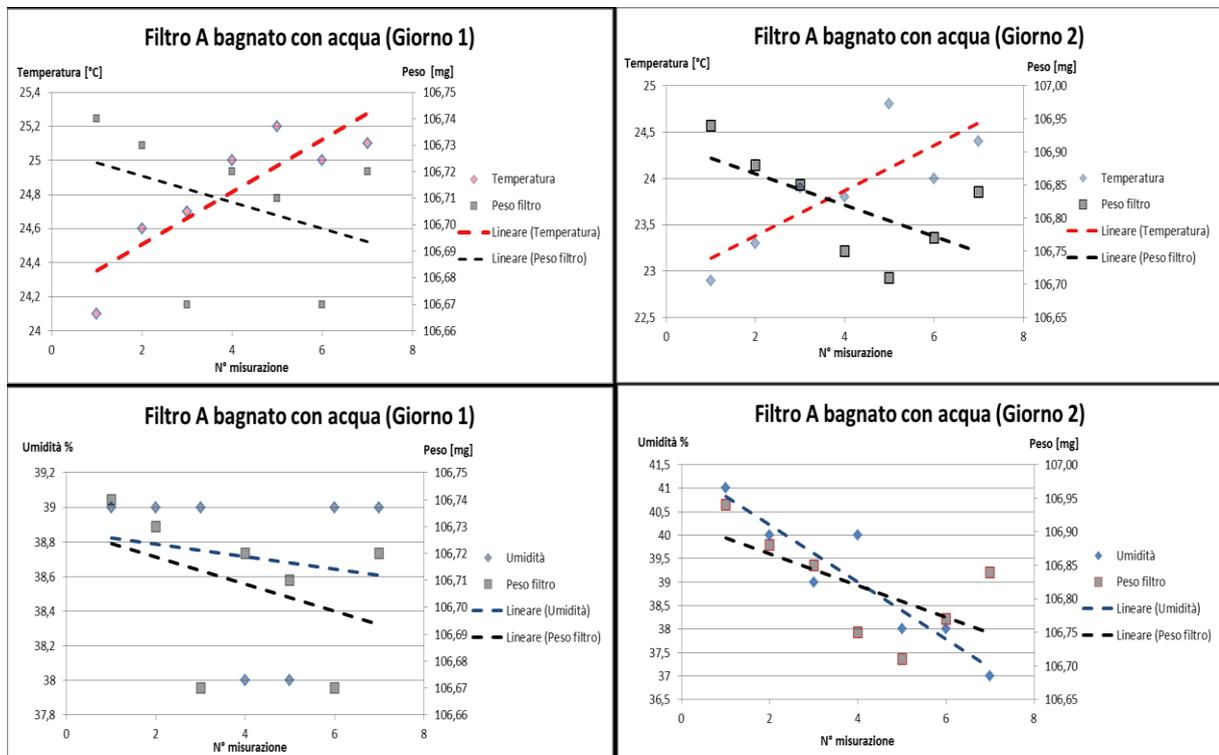


Figura 5.26_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B bagnato con acqua)

FILTRO C

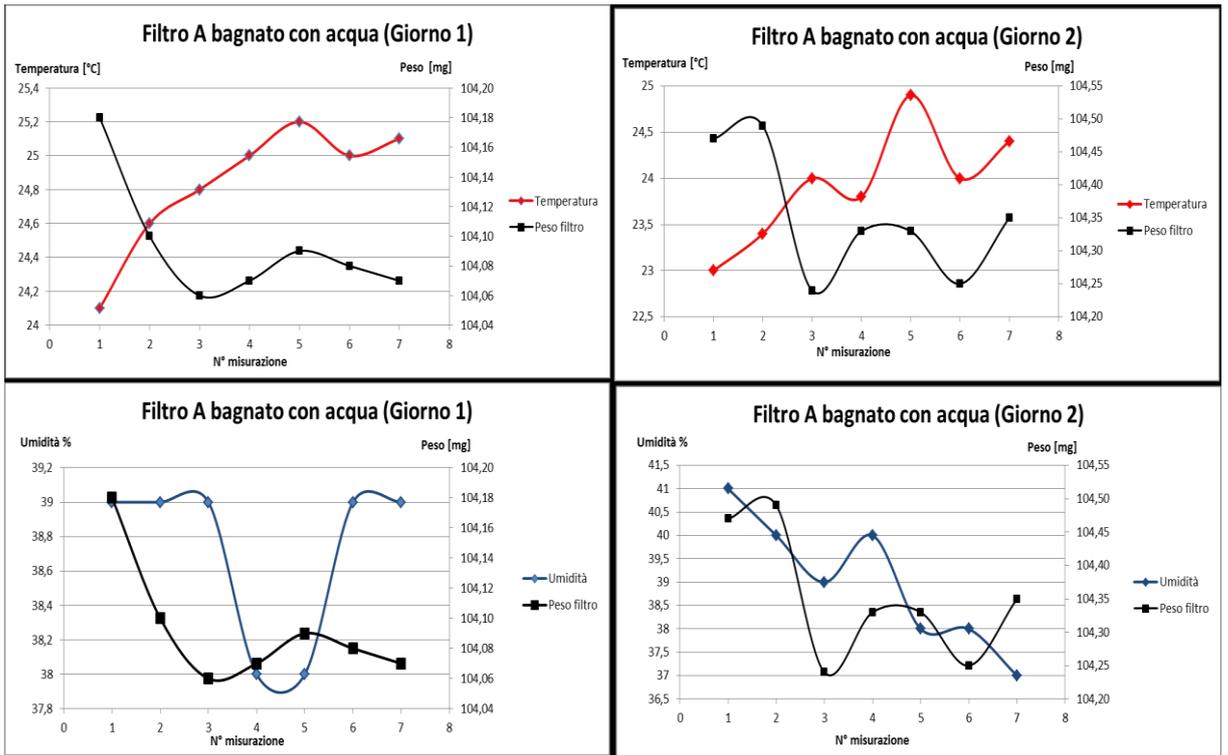


Figura 5.27 _Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C (bagnato con acqua)

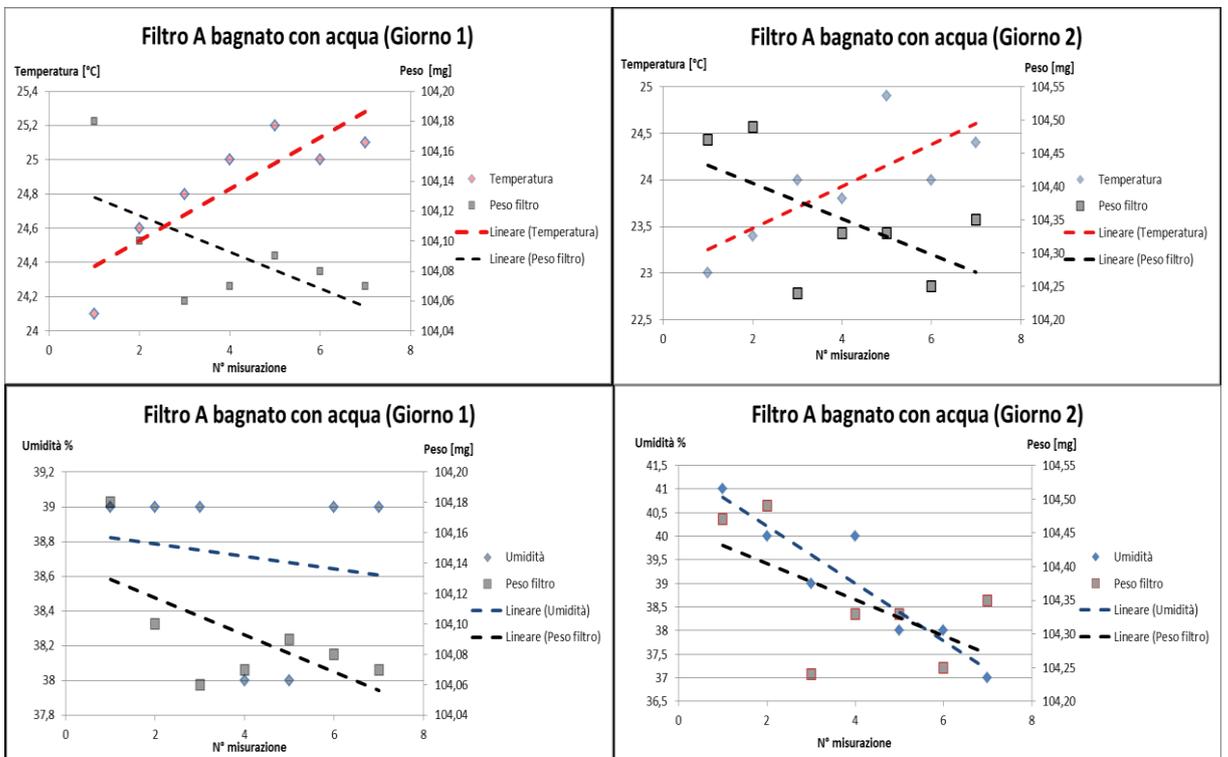


Figura 5.28 _Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C bagnato con acqua)

RISULTATO DEL TEST

I dati raccolti dal seguente test confermano quanto trovato in precedenza:

- La deviazione standard calcolata su tutti e tre i filtri bagnati con l'acqua è pari ad un valore medio di 0,03/0,04 mg se durante il lasso di tempo in cui si effettua la misurazione (cioè il tempo che passa dalla prima misurazione all'ultima) l'umidità della stanza varia non più di 1 punto percentuale (Giorno 1); tale risultato coincide con il valore trovato in precedenza con i filtri non bagnati in cui la deviazione standard corrisponde ad un valore medio pari a 0,04 mg;
- La deviazione standard dei filtri aumenta quasi del doppio se, nell'arco della giornata in cui vengono svolte le pesature, l'umidità della stanza varia notevolmente: ad una variazione di 4 punti percentuali corrisponde una deviazione standard su tutti i filtri pari a 0,7 mg; tale aumento peggiorativo della deviazione standard era già stato evidenziato nel test del capitolo 5.3.6 in cui ad una variazione di 10 punti percentuali corrispondeva un errore di pesatura sul filtro di 0,2 mg;

Variatione umidità (punti percentuali)	Deviazione standard su filtro (mg)
1	0,04
4	0,07
10	0,2

Tabella 5-25_Variatione di umidità con corrispondente deviazione standard

L'andamento della deviazione standard della massa di un filtro di contaminazione varia linearmente all'aumentare della variazione di umidità:

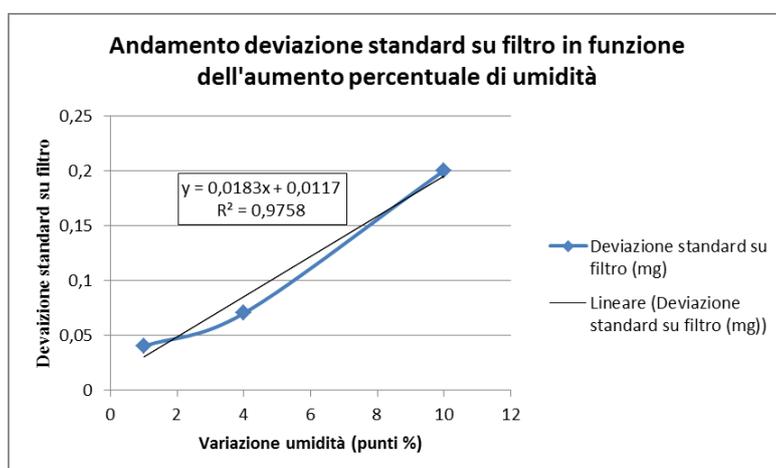


Figura 5.29_Andamento deviazione standard su filtro in funzione dell'aumento percentuale di umidità

- Anche in questo caso, osservando i grafici con tendenza lineare, il valore del peso è direttamente proporzionale all'umidità e inversamente proporzionale alla temperatura: ad una diminuzione di umidità corrisponde un calo del peso del filtro mentre ad un aumento della temperatura corrisponde un calo del peso del filtro;
- Il valore medio del peso del filtro aumenta nel secondo giorno mediamente di 0,13 mg sui 3 filtri; questo risultato è dovuto al fatto che l'umidità nel secondo giorno di test era superiore di qualche punto percentuale rispetto al primo giorno: nonostante il valore di umidità media tra i due giorni sia circa lo stesso (38,7 % del primo giorno contro i 39 % del secondo) nel secondo giorno l'umidità era più alta all'inizio del test (39°C primo giorno contro i 41%) ed inoltre variava molto di più durante la giornata (da 41% a 36%). Dunque più grande è la variazione di umidità più il valore medio del filtro cambia: se l'umidità cala il valore medio del peso è minore, viceversa se l'umidità aumenta anche il valor medio del peso del filtro cresce;
- E' possibile dunque affermare sulla base dei dati raccolti che l'utilizzo di acqua come liquido per test di contaminazione non influenza il risultato della misurazione e fornisce gli stessi valori ottenuti con un filtro non bagnato; l'errore che si riscontra nella pesatura dipende dalla temperatura e dall'umidità della stanza in cui si effettua la misurazione;
- Incertezza del peso su un test di contaminazione (filtro bagnato con acqua) vale :

$$I = \sqrt{u_1^2} = \sqrt{0,4^2} = 0,4$$

- Incertezza estesa dell'umidità su un test di contaminazione vale (assunto un indice di confidenza del 95,5% con k=2) :

$$U = k * I = 2 * 0,4 = \pm 0,8 \text{ mg}$$

5.3.7.3 TEST ECORAS

In questo test si cerca di capire come, bagnando più volte un filtro di contaminazione con l'ecoras, la deviazione standard del peso del filtro assume un valore peggiorativo o migliorativo rispetto a quella calcolata con un filtro non bagnato.

La procedura del test è la stessa utilizzata nel test precedente con la sola sostituzione del solvente Ecoras al posto dell'acqua distillata.

Nella tabelle seguenti vengono elencati i risultati del test:

FILTRO A_04/04/2017							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	15:18	15:50	16:15	16:45	17:12	17:42	17:54
Temperatura (°C)	23,9	24,1	24,3	24,2	24,4	24,5	24,6
Umidità (%)	39	39	38	39	38	38	38
Pesata (mg)	109,40	109,37	109,32	109,30	109,28	109,24	109,27
FILTRO A_05/04/2017							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	11:52	12:30	14:53	15:34	16:22	17:04	17:43
Temperatura (°C)	22,8	23,2	23,7	23,7	23,9	23,3	23,1
Umidità (%)	45	45	45	44	44	44	44
Pesata (mg)	109,48	109,63	109,54	109,42	109,44	109,35	109,57

Figura 5.30_Dati delle misurazioni su filtro A (test con Acqua)

FILTRO B_04/04/2017							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	15:18	15:50	16:15	16:45	17:12	17:42	17:54
Temperatura (°C)	23,9	24,1	24,3	24,2	24,4	24,5	24,6
Umidità (%)	39	39	38	39	38	38	38
Pesata (mg)	112,58	112,47	112,46	112,48	112,43	112,44	112,40
FILTRO B_05/04/2017							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	11:54	12:32	14:55	15:36	16:24	17:06	17:44
Temperatura (°C)	22,9	23,2	23,7	23,7	23,9	23,3	23,1
Umidità (%)	45	45	45	44	44	44	45
Pesata (mg)	112,62	112,69	112,73	112,57	112,24	112,50	112,57

Figura 5.31_Dati delle misurazioni su filtro B (test con Acqua)

FILTRO C_04/04/2017							
N° PESATA	1	2	3	4	5	6	7
Ora di pesatura	15:18	15:50	16:15	16:45	17:12	17:42	17:54
Temperatura (°C)	23,9	24,1	24,3	24,2	24,4	24,5	24,6
Umidità (%)	39	39	38	39	38	38	38
Pesata (mg)	109,50	109,48	109,36	109,38	109,35	109,36	109,32
FILTRO C_05/04/2017							
N° PESATA	8	9	10	11	12	13	14
Ora di pesatura	11:56	12:34	14:57	15:38	16:24	17:07	17:46
Temperatura (°C)	22,9	23,2	23,8	23,7	24	23,3	23,1
Umidità (%)	45	45	45	44	44	44	45
Pesata (mg)	109,48	109,63	109,54	109,42	109,44	109,35	109,57

Figura 5.32_Dati delle misurazioni su filtro C (test con Acqua)

	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2	GIORNO 1	GIORNO 2
Deviazione Standard	0,06	0,10	0,06	0,16	0,07	0,10
Valore medio (mg)	109,31	109,49	112,47	112,56	109,39	109,49
Umidità max e min (%)	39-38	45-44	39-38	45-44	39-38	45-44
Umidità media (%)	38,4	44,4	38,4	44,6	38,4	44,6
Variazione umidità (%)	1	1	1	1	1	1
Temperatura max e min (°C)	24,6-23,9	23,1-22,8	25,1-24,1	23,9-22,9	25,1-24,1	24-22,9
Temperatura media (°C)	24,3	23,4	24,29	23,40	24,29	23,43
Variazione Temperatura (°C)	0,7	1,1	0,7	1	0,7	1,1

Tabella 5-26_Deviazione standard, temperatura e umidità dei filtri A,B,C (test con Ecoras)

Diagrammando tali risultati (Peso-temperatura e peso-umidità) otteniamo i seguenti grafici per i 3 filtri:

FILTRO A

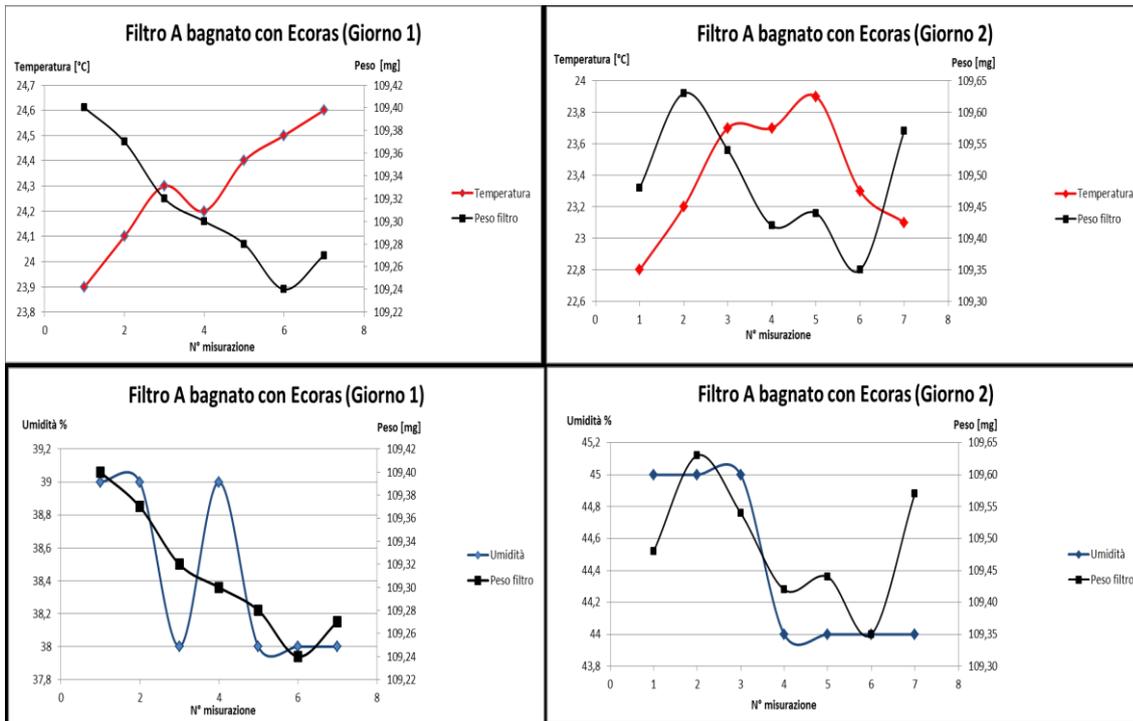


Figura 5.33_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A (bagnato con Ecoras)

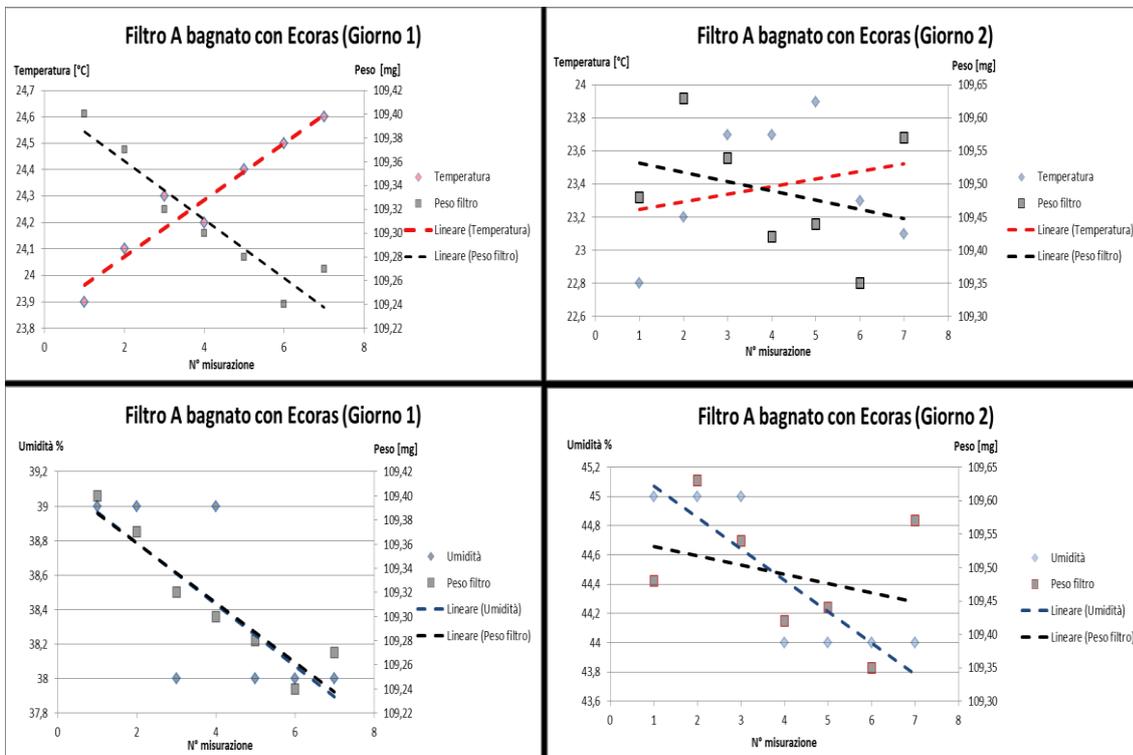


Figura 5.34_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A bagnato con Ecoras)

FILTRO B

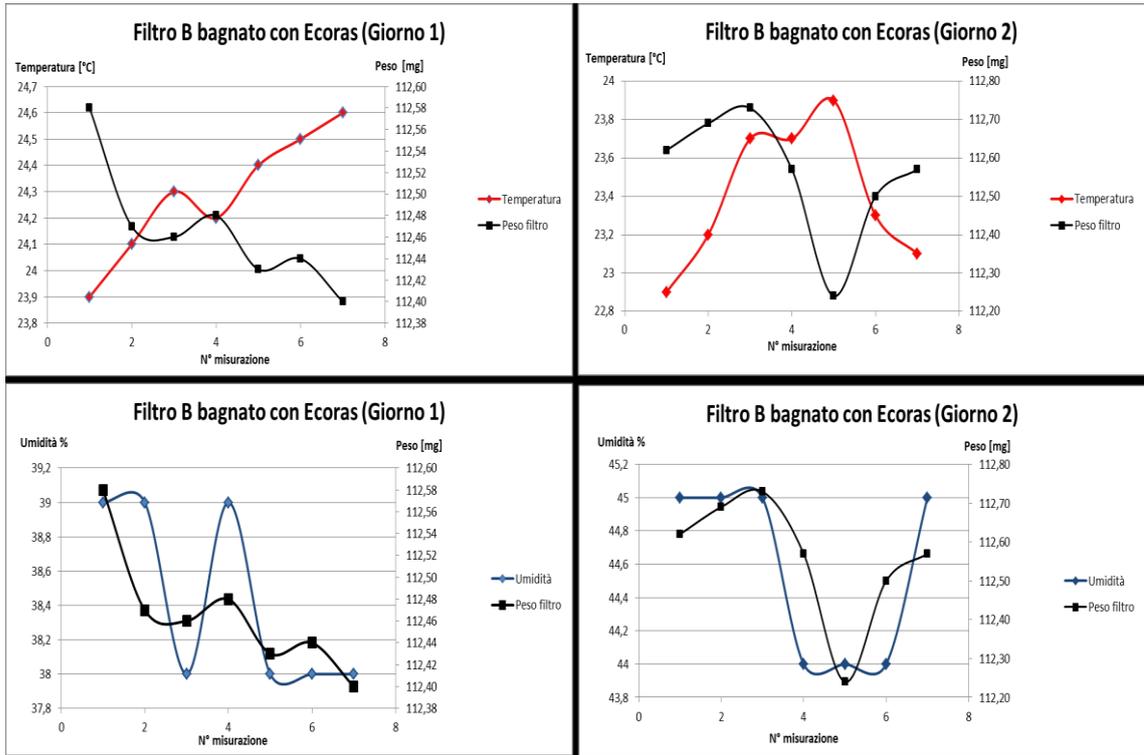


Figura 5.35_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B (bagnato con acqua)

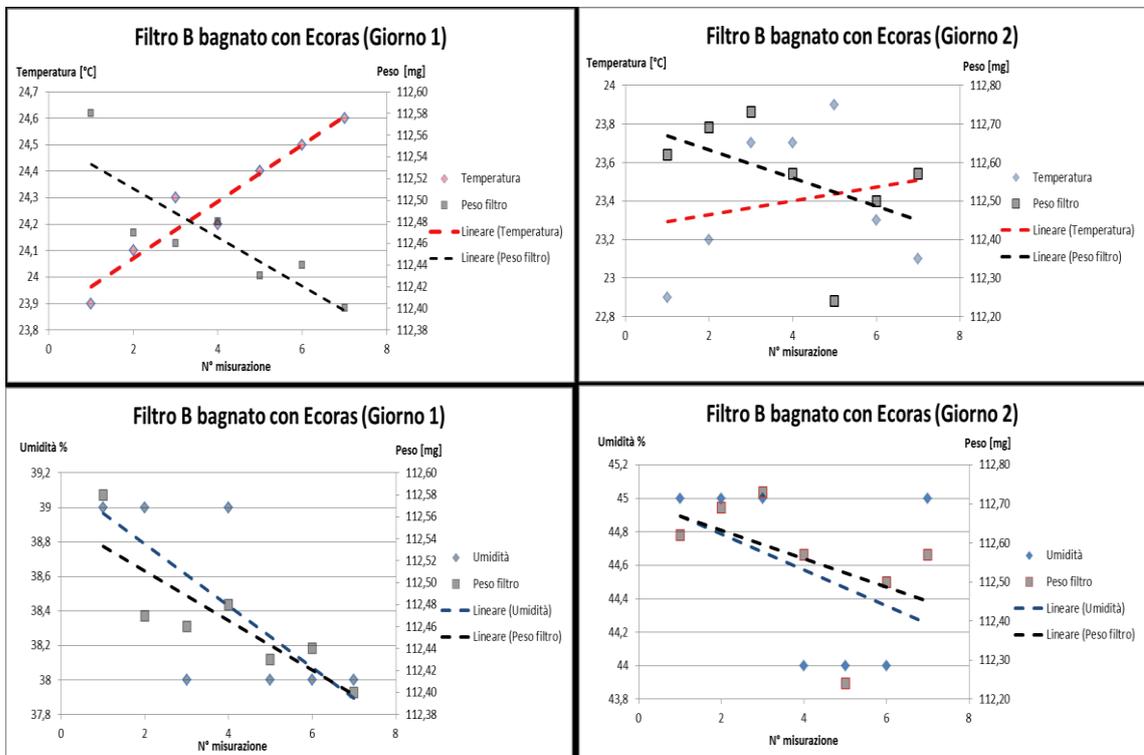


Figura 5.36_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B bagnato con Ecoras)

FILTRO C

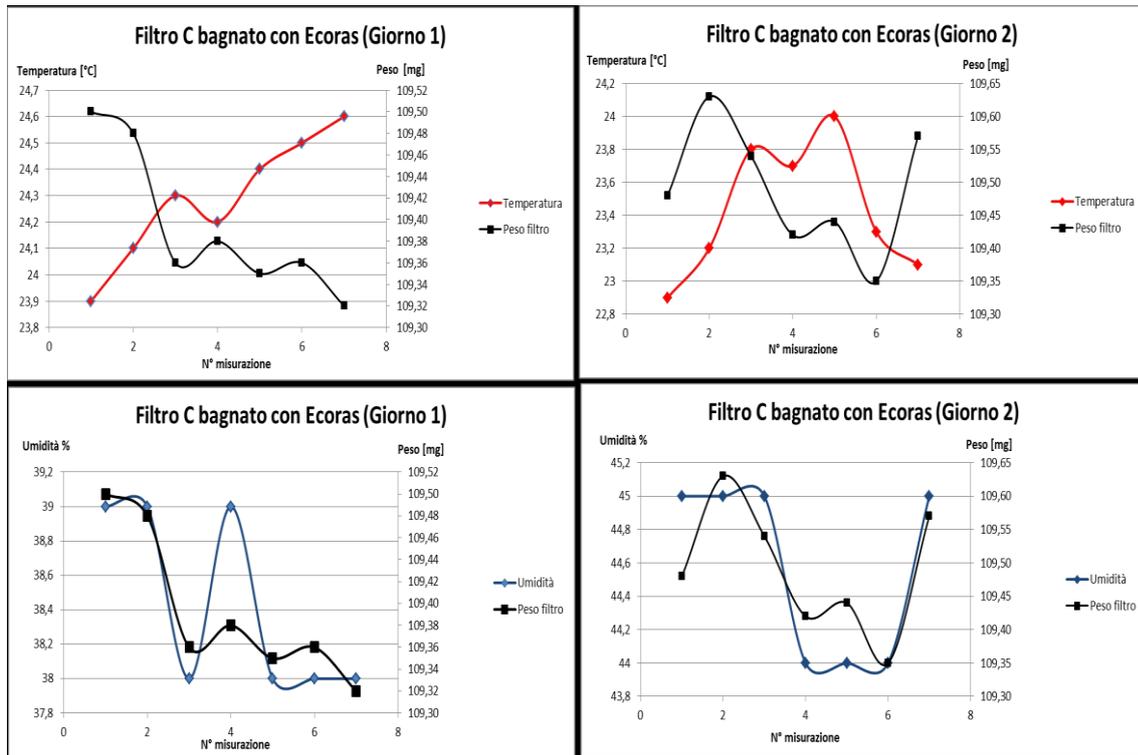


Figura 5.37_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C (bagnato con acqua)

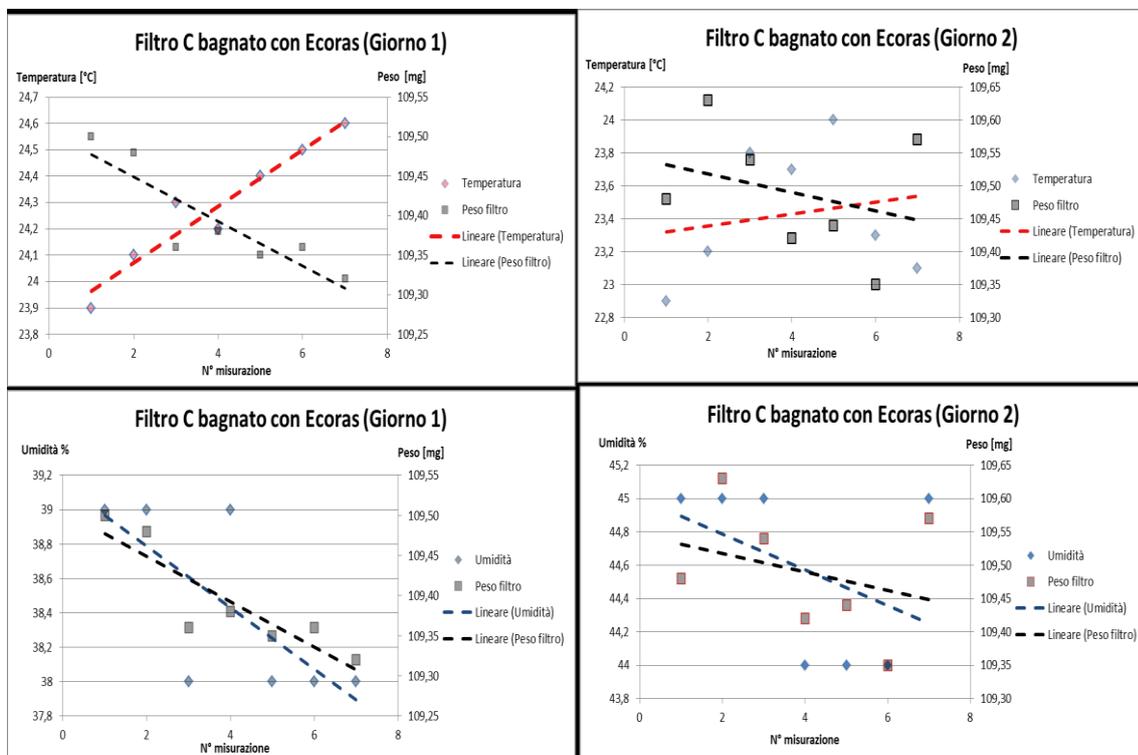


Figura 5.38_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C bagnato con Ecoras)

RISULTATO DEL TEST

- Anche in questo caso, osservando i grafici con tendenza lineare, vi è una conferma del fatto che il valore del peso è direttamente proporzionale all'umidità e inversamente proporzionale alla temperatura: ad una diminuzione di umidità corrisponde un calo del peso del filtro mentre ad un aumento della temperatura corrisponde un calo del peso del filtro;
- La deviazione standard calcolata sui filtri bagnanti con l'Ecoras è più elevata rispetto a quelli bagnati con l'acqua distillata: il primo giorno la deviazione standard media è circa 0,6 mg e aumenta nel secondo giorno ad un valore di 0,11 mg; tale deviazione standard è troppo grande e una differenza di peso pari a 0,11 mg corrisponde ad un errore del 22 % rispetto ai valori limiti imposti a progetto (0,5 mg); tale errore è troppo grande ed è dunque sconsigliato l'utilizzo di tale liquido in un test di contaminazione;
- La deviazione standard, sui filtri bagnati con l'Ecoras, aumenta inoltre all'aumentare dell'umidità della stanza; durante le due giornate di test non si riscontrano variazioni di umidità (l'umidità cambia di un punto percentuale nella singola giornata di test) ma tra il primo e il secondo giorno vi è un aumento dell'umidità di 6 punti percentuali (umidità media del primo giorno 38,5 % e umidità media del secondo giorno pari al 44,5 %). Tale aumento sembrerebbe indicare come un filtro bagnato con l'ecoras risenta maggiormente dell'aumento di umidità rispetto ad un filtro bagnato con acqua: ad una deviazione standard pari a 0,06 mg del primo giorno con umidità del 38,5 % si passa ad una deviazione standard pari a 0,11 mg del secondo (la deviazione standard di un filtro bagnato con l'acqua resta attorno ad un valore di 0,04 mg nonostante vi sia un aumento di umidità).
- Incertezza del peso del filtro (bagnato con Ecoras) in un test di contaminazione:

$$I = \sqrt{u_1^2} = \sqrt{0,08^2} = 0,08 \text{ mg}$$

- Incertezza estesa (assunto un indice di confidenza del 95,5% con k=2) del peso del filtro (bagnato con Ecoras) in un test di contaminazione:

$$U = k * I = 2 * 0,08 \approx \pm 0,2 \text{ mg}$$

5.3.8 Test 8: Procedura secondo normativa (confronto acqua ed ecoras)

Un filtro bagnato con acqua distillata e poi pesato presenta una deviazione standard migliore e dunque un errore più contenuto rispetto ad un filtro bagnato con Ecoras.

A Conferma di ciò si effettua il seguente test, secondo norma ISO 16232, su 6 filtri mediante la seguente procedura:

1. Pulizia porta-filtro ;
2. Asciugatura del filtro in forno per 15 minuti (il filtro non è stato bagnato);
3. Prima pesatura del filtro (P1);
4. Bagno del filtro con acqua (questa operazione viene svolta per simulare un lavaggio di un componente con successivo filtraggio del liquido utilizzato);
5. Asciugatura del filtro in forno per 25 minuti;
6. Seconda pesatura del filtro (P2)

Tre filtri (A,B,C) vengono bagnati con acqua mentre i restanti tre (D,E,F) con ecoras.

Nella tabella seguente i dati raccolti:

		P1 (mg)	P2 (mg)	DIFFERENZA P2 - P1	ERRORE (Limite 1 mg)	ERRORE (Limite 0,5 mg)
ACQUA	FILTRO A	102,05	102,10	0,05	5%	10%
	FILTRO B	114,57	114,61	0,04	4%	8%
	FILTRO C	109,33	109,39	0,06	6%	12%
ECORAS	FILTRO D	110,56	110,65	0,09	9%	18%
	FILTRO E	111,21	111,31	0,10	10%	20%
	FILTRO F	107,32	107,41	0,09	9%	18%

Tabella 5-27_TEST ISO 16232 (Acqua ed Ecoras)

RISULTATO DEL TEST

Il valore del peso del filtro tra la prima e la seconda misurazione aumenta di un valore medio di 0,04 mg per l'acqua mentre di 0,09 mg per l'ecoras;

Tale aumento corrisponde ad:

- un errore pari al 4% per l'acqua e al 10% per l'ecoras (se il limite imposto a disegno è di 1 mg);
- un errore pari al 10% per l'acqua e al 20% per l'ecoras (se il limite imposto a disegno è di 0,5 mg);

5.4 Conclusioni relative all'analisi gravimetrica

In un test di contaminazione l'utilizzo di un liquido rispetto ad un altro influenza notevolmente il comportamento del peso del filtro durante la pesatura: l'acqua risulta essere il liquido più indicato sia da un punto di vista numerico (errore sulla massa del filtro pari al 5%) sia da un punto di vista ambientale (non inquina e può essere smaltita senza problemi) e di salute dell'operatore; al contrario l'ecoras è sconsigliato in un test di contaminazione in quanto, oltre che ad essere un liquido inquinante e nocivo per l'operatore, esso presenta un errore più grande sul valore di pesatura (pari al 20%).

Molto importante è la variazione di umidità della stanza in cui si effettua il test che, se elevata (oltre i 5 punti percentuali di differenza), può portare ad errori superiori al 20%, facendo così perdere significatività al test.

Da non sottovalutare inoltre la posizione dello strumento di misura nonché la procedura di esecuzione del test che potrebbero essere fonti aggiuntive di errore.

6 DESCRIZIONE DELLA PROCEDURA E DELLA STRUMENTAZIONE PER L'ANALISI GRAVIMETRICA

6.1 Procedura dell'analisi granulometrica

L'analisi granulometrica consiste nel conteggio delle particelle di un componente meccanico depositatesi sul filtro di contaminazione dopo la fase di lavaggio.

Tale conteggio, suddiviso per classe di grandezza particellare, viene effettuato autonomamente da un microscopio a luce riflessa: utilizzando un filtro di colore bianco è possibile ottimizzare il contrasto tra le particelle del componente in esame e il materiale su cui sono depositate (il filtro).

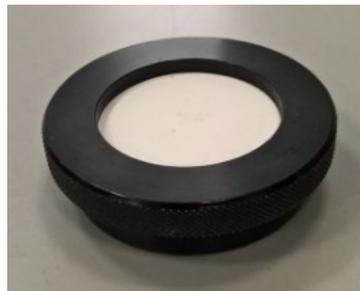


Figura 6.1 _Filtro di contaminazione e porta filtro

Il microscopio, completata l'acquisizione dell'area in cui sono presenti i contaminanti, elabora i dati raccolti e fornisce tale risultato:

- Distribuzione delle classi particellari (da C a K);
- Distribuzione delle dimensioni delle particelle per ogni classe;
- Distinzione dei risultati in : particelle totali (riflettenti e non riflettenti), particelle riflettenti, particelle non riflettenti e fibre;

E' bene precisare che, sebbene la maggior parte dei casi sembrerebbe confermarlo, le particelle riflettenti non corrispondono alle particelle metalliche: è possibile che particelle plastiche con superfici molto lisce vengano catalogate come riflettenti e viceversa particelle metalliche con superfici molto scure e ruvide vengano catalogate come non riflettenti.

Nella Figura 6.2 è possibile osservare le tipologie di particelle che si depositano in un filtro di contaminazione e che vengono rilevate dal microscopio.

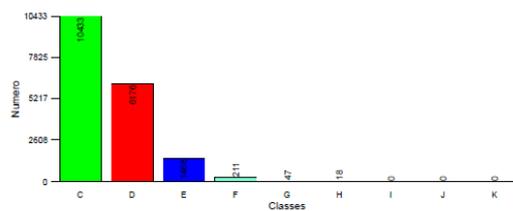


Figura 6.2_(Da sinistra a destra) Particella riflettente, non riflettente e fibra

Di seguito vengono riportati i risultati forniti dal microscopio in un tipico test di contaminazione:

Evaluation of all particles

Class distribution (by count)

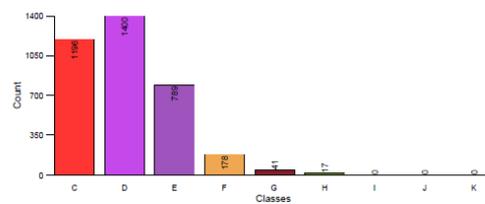


Particle size distribution

Classe	>=	<	Numero	Particelle consentite	Stato	Numero %
C	15	25	10433		OK	56,85
D	25	50	8176		OK	33,85
E	50	100	1488		OK	8,00
F	100	150	211		OK	1,15
G	150	200	47		OK	0,26
H	200	400	18		OK	0,10
I	400	800	0		OK	0,00
J	800	1000	0		OK	0,00
K	1000		0		OK	0,00

Evaluation of reflective particles

Class distribution (by count)



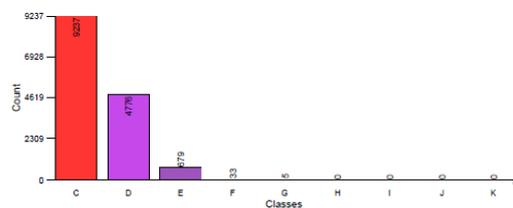
Particle size distribution

Classe	>=	<	Numero	Particelle consentite	Stato	Numero %
C	15	25	1196		OK	33,03
D	25	50	1400		OK	38,66
E	50	100	788		OK	21,79
F	100	150	178		OK	4,92
G	150	200	41		OK	1,13
H	200	400	17		OK	0,47
I	400	800	0		OK	0,00
J	800	1000	0		OK	0,00
K	1000		0		OK	0,00

Figura 6.3_Valutazione di tutte le particelle a sinistra; valutazione delle particelle riflettenti (a destra)

Evaluation of non-reflective particles

Class distribution (by count)

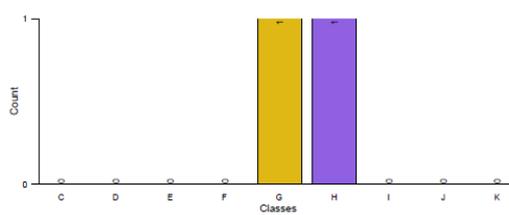


Non-reflective particle size distribution

Classe	>=	<	Numero	Particelle consentite	Stato	Numero %
C	15	25	9237		OK	62,71
D	25	50	4776		OK	32,42
E	50	100	679		OK	4,61
F	100	150	33		OK	0,22
G	150	200	5		OK	0,03
H	200	400	0		OK	0,00
I	400	800	0		OK	0,00
J	800	1000	0		OK	0,00
K	1000		0		OK	0,00

Evaluation of fibrous particles

Class distribution (by count)



Fibrous particle size distribution

Classe	>=	<	Numero	Particelle consentite	Stato	Numero %
C	15	25	0		OK	0,00
D	25	50	0		OK	0,00
E	50	100	0		OK	0,00
F	100	150	0		OK	0,00
G	150	200	1		OK	50,00
H	200	400	1		OK	50,00
I	400	800	0		OK	0,00
J	800	1000	0		OK	0,00
K	1000		0		OK	0,00

Figura 6.4_Valutazione delle particelle non riflettenti (a sinistra); valutazione delle fibre (a destra)

6.2 Strumento di misura (Microscopio)

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.

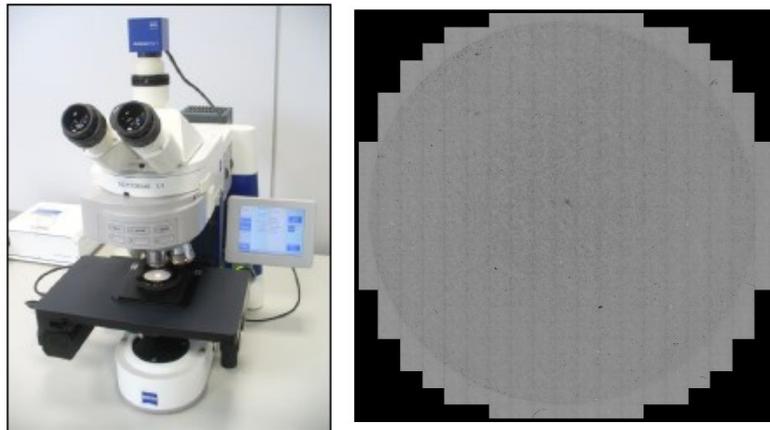


Figura 6.5_(A sinistra) Microscopio ZEISS; (A destra) Acquisizione di una membrana con risoluzione a 8 bit

6.3 Membrana di analisi

La membrana, o filtro, di analisi deve avere:

- un buon contrasto ottico con le particelle da contare;
- una porosità raccomandata pari a $1/3$ della dimensione della più piccola particella da misurare;
- compatibilità con il fluido di estrazione;
- un diametro sufficiente ad evitare contatti o sovrapposizioni tra particelle;

7 ANALISI GRANULOMETRICA

7.1 Introduzione alle prove di laboratorio

A differenza dell'analisi gravimetrica, nel seguente capitolo l'analisi granulometrica è stata introdotta in maniera teorica. Le prove pratiche riguardanti tale analisi sono state eseguite tutte nel test "round robin" che verrà trattato in seguito.

Nei seguenti paragrafi vengono elencate le problematiche seguenti:

1. Saturazione filtro di analisi
2. Analisi ottica e software di analisi del microscopio

7.2 Saturazione del filtro di analisi

Le prime problematiche dell'analisi granulometrica si riscontrano sulla saturazione della membrana di analisi ovvero sulla quantità di particelle presenti su di essa;

Un filtro molto sporco (Figura 7.3) non permette al software di analisi del microscopio di individuare correttamente le particelle perché troppo vicine le une tra le altre, mentre un filtro molto pulito (Figura 7.1) favorisce l'analisi granulometrica.

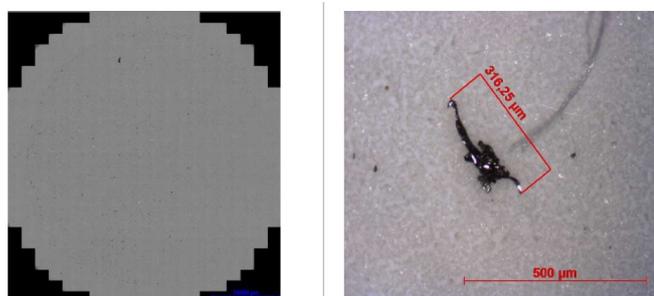


Figura 7.1_Bassa saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio una particella del filtro

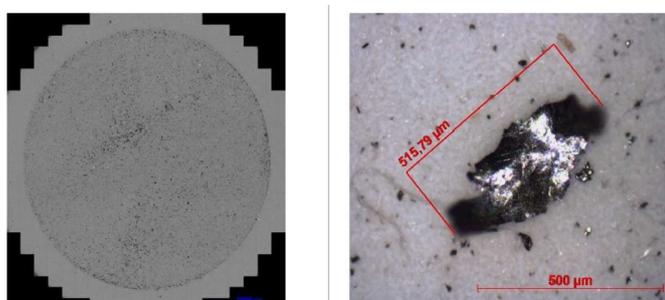


Figura 7.2_Media saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio una particella del filtro

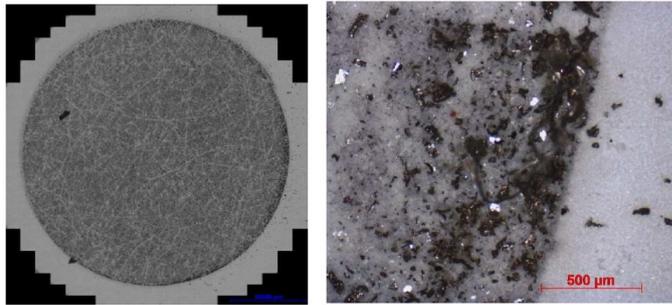


Figura 7.3_Alta saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio agglomerato di particelle del filtro

Vi è qui dunque un conflitto in quanto una bassa saturazione del filtro favorisce l'analisi ottica (e quindi granulometrica) mentre un'alta saturazione del filtro favorisce la valutazione del peso;

Un filtro poco saturo è talmente leggero che non vi è differenza di peso tra P1 (valore della massa del filtro senza contaminante) e P2 (valore della massa del filtro con il contaminante) e in alcuni casi si potrebbe riscontrare un valore del peso del contaminante negativo (valore che non ha senso fisico).

Un filtro molto saturo, invece, fornisce una differenza di peso tra P1 e P2 sicuramente positiva ma non permette il conteggio particellare e la suddivisione in classi del particolato;

ESEMPIO

Bassa saturazione filtro

1. Analisi gravimetrica:

P1= 100,31 mg

P2= 100,28 mg

Massa contaminante = $100,28 - 100,31 = -0,03$ mg (valore impossibile)

2. Analisi granulometrica: nessun problema riscontrato in quanto vi è un chiaro contrasto tra particelle e filtro (Figura 7.1).

Alta saturazione filtro

1. Analisi gravimetrica:

P1= 100,31 mg

P2= 102,40 mg

Massa contaminante = $102,40 - 100,31 = 2,09$ mg

2. Analisi granulometrica: impossibile il conteggio particellare perché troppi aggregati di particelle (Figura 7.3 e Figura 7.4).

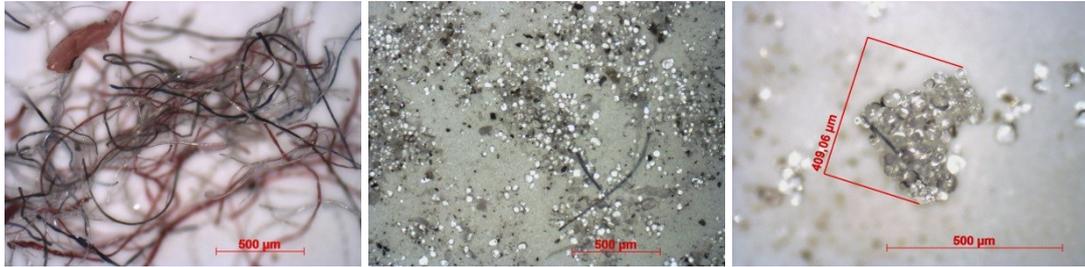


Figura 7.4_Aggregati particellari

Gli aggregati di particelle (Figura 7.4), seppur in maniera meno evidente e in basse quantità rispetto un filtro ad alta saturazione, sono presenti in tutte le membrane utilizzate per un test di contaminazione: tali aggregati vengono rilevati dal software di analisi come un'unica particella, molto più grande di quanto sia in realtà, andando così a inficiare la bontà del test di contaminazione.

Il software permette di identificare tutte le singole particelle e sarà dunque l'esperienza dell'operatore, oltre al senso critico, che eviterà di commettere errori grossolani, andando a scartare nel conteggio tali aggregati; questo procedimento di verifica però allunga di molto i tempi di esecuzione di un test.

Nelle figure seguenti vi sono degli esempi di come degli aggregati di particelle vengono rilevati dal software del microscopio come un'unica particella (ogni particella viene contornata da una linea continua rossa):

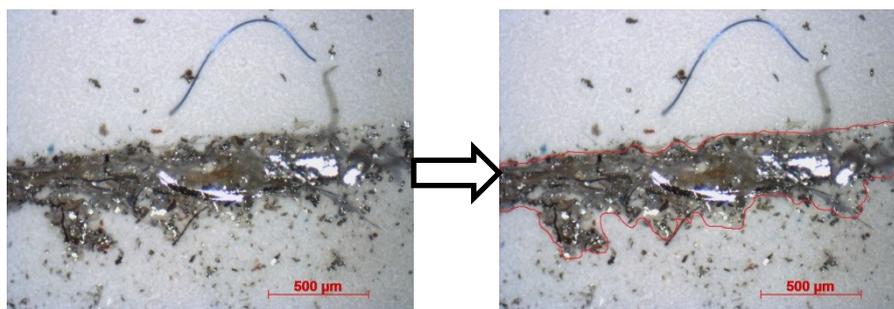


Figura 7.5_Aggregato di particelle(a sinistra); Particella rilevata dal software (a destra)

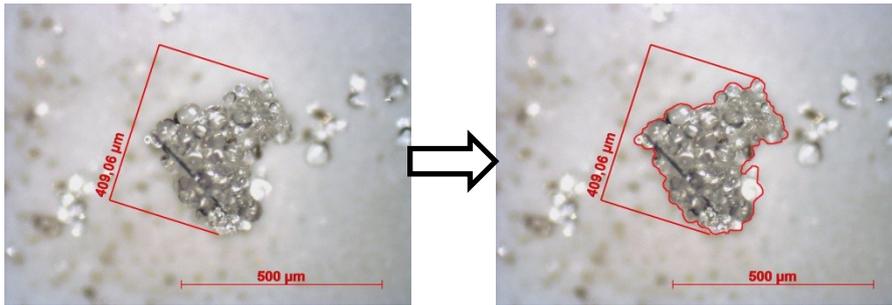


Figura 7.6_Aggregato di particelle(a sinistra); Particella rilevata dal software (a destra)

Come è possibile osservare nella Figura 7.5 il software rileva una particella di grandezza superiore ai 1000 μm (classe particellare classe K); i limiti imposti prevedono che in classe K non vi siano rilevate particelle e dunque il componente su cui si effettua il test è considerato scarto dal software. In realtà le dimensioni delle particelle dell'agglomerato sono molto più piccole e corrispondono a classi dimensionali più basse (dalla classe H in giù) dove il limite ammesso non corrisponde a 0 particelle ma permette la presenza di alcune decine di esse.

(Lettura limiti test di contaminazione in appendice)

7.3 Analisi ottica e software di analisi del microscopio

Il particolato che si deposita sulla superficie del filtro viene riconosciuto dal software del microscopio; il livello di dettaglio con cui tale particolato viene individuato e il modo in cui vengono misurate le particelle dipendono da diversi fattori:

- Ottica del microscopio
- Ingrandimento microscopio
- Tipo di illuminazione (campo chiaro, campo scuro, campo polarizzato)
- Valore di soglia di grigio che consente di distinguere tra particelle e lo sfondo del filtro (soglia di binarizzazione)
- Criteri di definizione di misurazione e caratterizzazione delle particelle così come algoritmi usati per attuarli.
- Composizione individuale e caratteristiche ottiche delle particelle (colore, luminosità, omogeneità, topografia della superficie, rugosità)

7.3.1 Principio di funzionamento del riconoscimento particellare

[Il funzionamento del microscopio non è oggetto di studio della seguente tesi ma vengono introdotte alcune nozioni base per poter capire in maniera chiara le problematiche che verranno analizzate nei capitoli successivi.]

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.

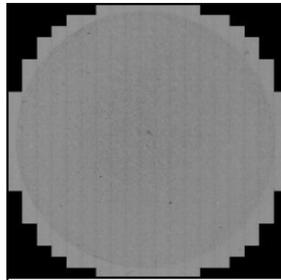


Figura 7.7_Esempio di acquisizione di una membrana con risoluzione ad 8 bit

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.

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 e conoscendo la risoluzione $\mu\text{m}/\text{pixel}$, caratteristica di ogni obiettivo, possiamo ritenere accettabili o meno diverse classi dimensionali tra quelle disponibili.

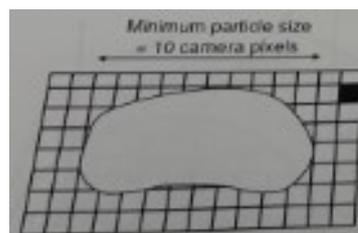


Figura 7.8_Schema rappresentativo della scansione in microscopia

Nella figura seguente vengono specificate in dettaglio tutte le componentistiche principali del sistema utilizzato:

SISTEMA ZEISS AXIO

1. Microscopio ottico a riflessione con tavolino motorizzato
2. Obiettivi (25x, 50x, 100x)
3. Illuminazione (brightfield / darkfield / polarizzata)
4. Fotocamera
5. Software axiovision

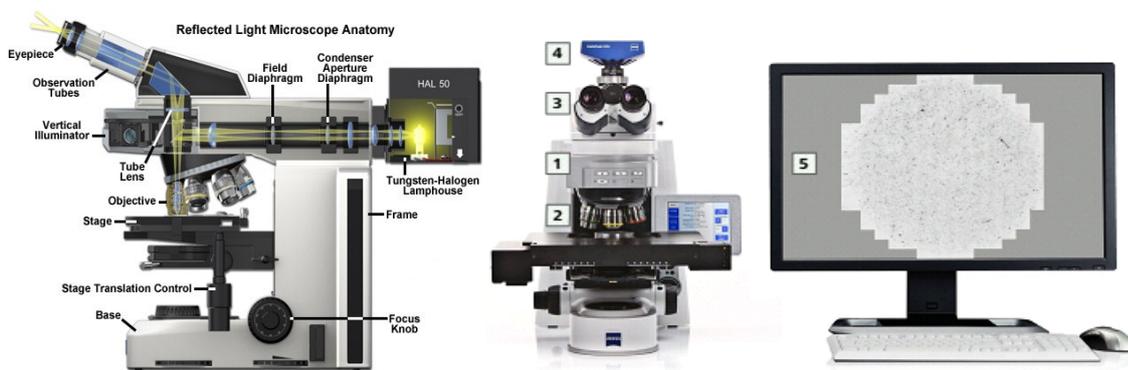


Figura 7.9_ SISTEMA ZEISS AXIO

E' importante sottolineare come l'operatore influenza notevolmente il risultato finale di un'analisi granulometrica; Esso può scegliere, in base alla sua esperienza, di impostare:

- Valore di grigio dello sfondo: più è evidente il contrasto tra sfondo e particella migliore sarà il risultato finale;
- Tipologia di luminosità (Figura 7.10);
- Ingrandimento obiettivo: maggiore è il potere discriminante dell'ottica e più particelle si possono individuare (Figura 7.11);
- Voltaggio di illuminazione (Figura 7.12)

La scelta di un valore rispetto ad un altro cambia completamente l'esito finale del test; LE ISO 16232-7 e ISO 16232-8 suggeriscono un metodo per facilitare tale scelta all'operatore.

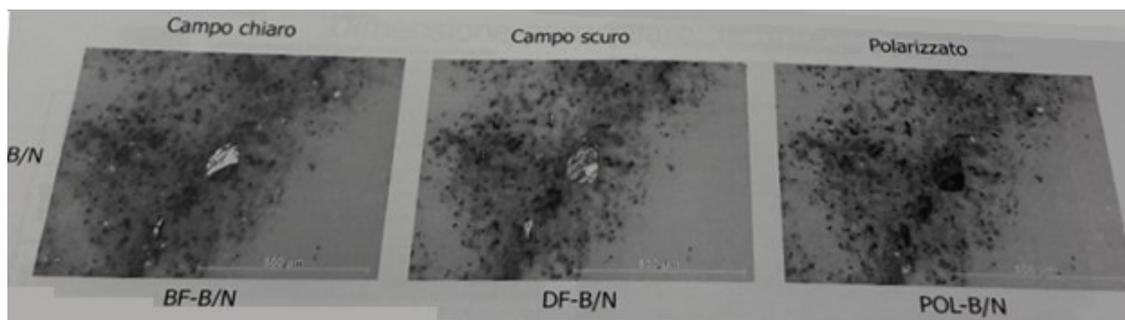


Figura 7.10_Tipologia di luminosità: (da sinistra) campo chiaro, campo scuro, campo polarizzato



Figura 7.11_ Ingrandimento 25X, Ingrandimento 50X, Ingrandimento 100X

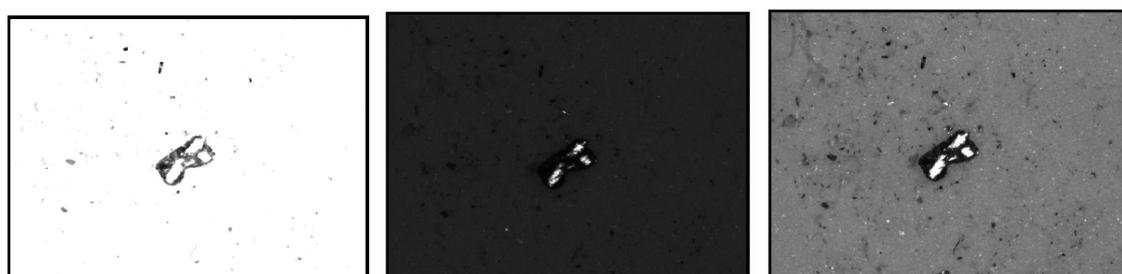


Figura 7.12_Voltaggio a 2,8 V, Voltaggio a 3,7 V, Voltaggio a 5 V

7.3.2 Logiche di misura del software di analisi di immagine (modalità di campionamento ed estrazione dell'informazione)

Il software del microscopio fornisce due dimensioni (indicate come Feret) per ogni particella rilevata: Feret massimo e Feret minimo. Il Feret massimo di una regione è determinato sulla base della misura delle distanze. Due linee non parallele, in posizione angolare pari a 32° , sono posizionate ai lati opposti dell'oggetto; la distanza è misurata per diverse le posizioni angolari; il massimo valore determinato corrisponde al Feret massimo (Figura 7.13). Il calcolo del Feret minimo avviene con le stesse modalità. Pertanto, le dimensioni fornite dal microscopio (sia Feret massimo che minimo) non corrispondono alla larghezza e lunghezza delle particelle rilevate, ma ad una approssimazione che dipende dalla morfologia della particella stessa.

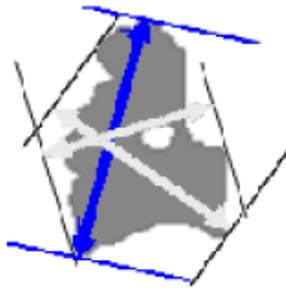


Figura 7.13_Modalità di calcolo del Feret massimo

La posizione della particella nel sistema di riferimento originale del microscopio non dovrebbe influire sul calcolo della dimensione; il sistema genera infatti coppie di linee fino a coprire tutta la geometria della particella. Non avendo tuttavia cognizione di come sono sviluppati i diversi software di analisi da parte di diversi costruttori, vi è la possibilità che le metodologie di calcolo non siano le stesse e, pertanto, che i risultati delle misure effettuate con diversi microscopi siano differenti non per la procedura utilizzata ma per il diverso metodo di calcolo adottato dal software in utilizzo; un esempio di tale concetto è dato in Figura 7.14.

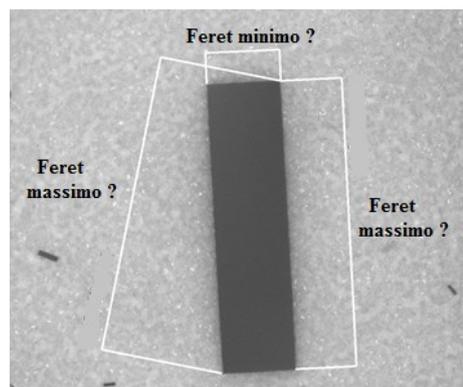
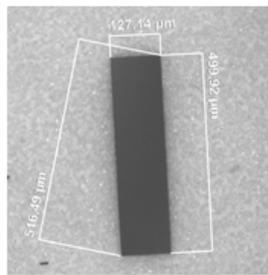
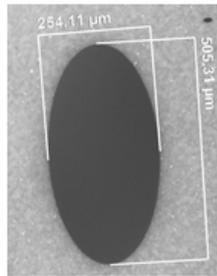


Figura 7.14_Esempio di ambiguità di rilevazione della lunghezza

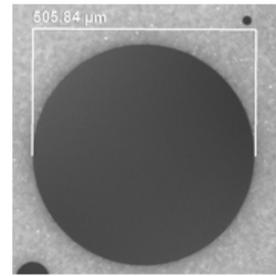
I risultati delle misurazioni potrebbero pertanto essere affetti non solo da errori casuali inseriti dagli operatori, ma da errori sistematici, causati dalla metodologia di calcolo utilizzata dal software di analisi di immagine; nella Figura 7.15 vengono presentate tre diverse forme particellari di dimensione nota (capitolo 8.1.2): vengono indicate le dimensioni nominali, il feret massimo e il feret minimo.



Dimensioni 500 x 125 μm
 Feret massimo 517,55 μm
 Feret minimo 151,39 μm



Dimensioni 500 x 125 μm
 Feret massimo 514,14 μm
 Feret minimo 272,45 μm



Diametro: 500 μm
 Feret massimo 525,43 μm
 Feret minimo 518,40 μm

Figura 7.15_Criteri di misurazione della dimensione delle particelle

Considerando la particella di forma rettangolare possiamo notare come il feret massimo è circa la dimensione della diagonale infatti:

$$Diagonale\ rettangolo = \sqrt{500^2 + 125^2} = 515,38\ \mu m$$

$$Feret\ massimo = 517,55\ \mu m$$

$$Errore\ commesso = |515,38 - 517,55| = 2,17\ \mu m$$

Il feret massimo delle altre due particelle non è riconducibile né all'asse maggiore dell'elisse né al diametro del cerchio; l'errore commesso in questo caso è molto più grande e questo può essere dovuto al fatto che il software abbia rilevato come particella anche l'ombra della stessa.

8 ROUND ROBIN

8.1.1 Introduzione al Round robin interaziendale

Con il termine Round Robin si identifica una metodologia di confronto tra diversi soggetti che eseguono attività secondo procedure condivise e che periodicamente si trovano per discutere i contenuti e i risultati. La metodologia applicata per il caso in questione è il confronto inter-laboratorio, durante il quale un campione viene fatto circolare tra laboratori presso i quali si eseguono le misurazioni previste dal confronto e si restituiscono i dati per una opportuna valutazione. Al termine del Round Robin ciascun partecipante è in grado di valutare la propria prestazione rispetto ai risultati globalmente ottenuti ed ai criteri prestabiliti.

Il metodo è normato dalla UNI CEI EN ISO/IEC 17043 e lo scopo del confronto può essere sintetizzato nei seguenti punti (per approfondimenti si veda il documento ACCREDIA RT-24-Rev01:2010-11-30):

- a) valutazione delle prestazioni dei laboratori per prove specifiche o misurazioni e monitoraggio delle prestazioni dei laboratori su base continua;
- b) l'identificazione di problemi nei laboratori ed attuazione di azioni per il miglioramento, laddove i problemi possono essere correlati, per esempio, a procedure di prova o di misurazione inadeguate, all'efficacia della formazione- addestramento e supervisione del personale o alla taratura delle apparecchiature
- c) definizione dell'efficacia e comparabilità di metodi di prova o misurazione;
- d) assicurazione di fiducia supplementare ai clienti dei laboratori;
- e) identificazione delle differenze inter-laboratorio;
- f) formazione dei laboratori partecipanti in base ai risultati di tali confronti;
- g) validazione delle dichiarazioni di incertezza;

Il test eseguito nei seguenti capitoli ha l'obiettivo di confrontare i risultati e discutere i problemi emersi nell'applicazione di procedure di misurazione di un campione certificato, contenente un set di particelle note sia per quantità che per forma e dimensione.

8.1.2 Descrizione del campione

Lo standard utilizzato consiste in un disco in materiale trasparente, diametro 47 mm, sulla cui superficie superiore sono stati stampati un numero predefinito di geometrie di

forma e dimensione differente. Queste geometrie – cerchi, ovali e rettangoli - vanno a simulare la presenza di particolato sulla superficie del materiale che solitamente viene depositato grazie a processi di lavaggio e filtrazione di un componente meccanico. In Figura 8.1 è presentato il campione utilizzato, mentre in Tabella 8-1 si riportano i dati estratti del certificato di taratura utilizzati per il confronto; nelle Tabelle 3.5, 3.6 e 3.7, invece, sono riportate le misurazioni delle particelle presenti sul campione effettuate mediante macchina ottica certificata.



Figura 8.1_Campione utilizzato per confronto inter-laboratorio

Classe	Dimensione classe (μm)	Numero di particelle attese (rectangles)	Numero di particelle attese (ellipsis)	Numero di particelle attese (circles)	Numero totale di particelle attese
B	$5 < x < 15$	640	640	640	1920
C	$15 < x < 25$	640	640	640	1920
D	$25 < x < 50$	320	320	320	960
E	$50 < x < 100$	320	320	320	960
F	$100 < x < 150$	160	160	160	480
G	$150 < x < 200$	80	80	80	240
H	$200 < x < 400$	40	40	40	120
I	$400 < x < 600$	40	40	40	120
J	$600 < x < 1000$	40	40	40	120
K	$x > 1000$	40	40	40	120

Tabella 8-1_Numero e forma delle particelle presenti sul campione di riferimento.

Particle size in μm	No.	Edge length a in μm	Edge length b in μm	Position x (in mm)	Position y (in mm)
1200	1	1199,4	599,6	-1,127	4,625
1200	2	1199,5	599,7	1,079	4,092
1200	3	1199,4	599,8	3,082	6,940

Tabella 8-2_Dati relativi alle particelle “ELLISSI”

Particle size in μm	No.	Edge length a in μm	Edge length b in μm	Position x (in mm)	Position y (in mm)
1200	1	1200,3	300,4	-1,218	-5,048
1200	2	1200,2	300,3	0,920	-5,510
1200	3	1200,2	300,3	-3,291	-7,832

Tabella 8-3_Dati relativi alle particelle “RETTANGOLI”

Particle size in μm	No.	Diameter in μm	Position x (in mm)	Position y (in mm)
1200	1	1200,2	-5,300	2,254
1200	2	1200,1	-3,120	1,743
1200	3	1200,1	1,131	8,888

Tabella 8-4_Dati relativi alle particelle “CERCHI”

8.1.3 Obiettivi del test

La contaminazione di un componente viene misurata attraverso l’analisi al microscopio di un filtro bianco, sul quale sono depositate le particelle estratte da un componente mediante opportuno lavaggio. Nei paragrafi precedenti sono stati presentati gli aspetti di criticità derivanti dalle metodologie di estrazione del contaminante: l’influenza dei fluidi di lavaggio, il contributo del metodo di estrazione, la qualità e l’influenza delle attrezzature di laboratorio e l’esperienza degli operatori sono aspetti fondamentali nella preparazione di un buon filtro da analizzare. Tuttavia anche in presenza di un buon campione, in questo caso rappresentato dal campione certificato, il risultato dell’analisi è ulteriormente influenzato dalle metodologie di misura, dagli strumenti utilizzati (microscopi) e, non ultimo, dalla pratica dell’operatore.

Lo scopo del Round Robin è stato pertanto di valutare gli aspetti legati alla fase di analisi al microscopio per dare significatività alle misure che vengono eseguite su campioni reali di contaminante. Si sottolinea che l’assenza di criticità nel campione certificato tipiche di un campione naturale (tridimensionalità delle particelle, assenza di agglomerati, identica natura delle particelle, geometrie nette e regolari delle particelle) semplifica largamente il processo di riconoscimento delle immagini e rende estremamente più ripetibile l’esecuzione delle misurazioni.

Un ulteriore aspetto riguarda il campione analizzato; tale campione è stato realizzato, ed è commercializzato, da una società che è anche produttrice dei software di analisi ottica e delle apparecchiature (microscopio) utilizzate anche nel presente Round Robin; alcuni dei risultati presentati potrebbero essere affetti da questo aspetto.

Le analisi svolte hanno pertanto molteplici finalità:

- a) Verificare le prestazioni di un sistema di analisi ottica attraverso un campione di riferimento certificato (capacità di caratterizzazione di geometrie semplici).
- b) Stimare il grado di concordanza dei risultati di misura nell'analisi di un campione di riferimento (ripetibilità metrologica).
- c) Confrontare i risultati di misura in differenti condizioni operative all'interno di ciascuna azienda (riproducibilità interna).
- d) Confrontare i risultati di misura, sia in condizioni operative differenti che uniformi, tra le aziende partecipanti (riproducibilità esterna).

8.1.4 Procedura del test

Tutti i partecipanti al Round Robin sono dotati di sistemi di microscopia ottica con i quali poter eseguire una analisi del conteggio particellare e una misurazione delle dimensioni delle particelle; gli strumenti sono tuttavia diversi per ciascun partecipante per prestazioni, marca, modello e software utilizzato. Ciascun partecipante ha ricevuto il campione ed ha avuto a disposizione il tempo sufficiente per eseguire le misurazioni richieste.

Le attività di analisi del campione certificato sono state suddivise in due fasi:

1. In prima fase, ciascun operatore ha eseguito le misurazioni secondo procedure interne, dettate dalla propria pratica o definite per iscritto in azienda; ha quindi consegnato i risultati al coordinatore.
2. In seconda fase l'operatore è stato guidato nell'utilizzo di una predefinita procedura, resa armonizzata ed identica per tutti i partecipanti. Ha pertanto rieseguito le misurazioni con la nuova procedura ed ha consegnato il nuovo set di risultati al coordinatore.

Per ciascuna delle due fasi è stato richiesto di eseguire cinque acquisizioni consecutive, senza modificare i parametri di analisi, riportando poi sulla scheda di raccolta dati la distribuzione granulometrica (quantità di particelle, dimensione e suddivisione in classi), nei termini di valore medio di ciascuna classe e relativa deviazione standard.

Inoltre, si è chiesto di fornire il dato dimensionale relativo alle prime dieci particelle più grandi, indicando il valore della lunghezza massima e della relativa larghezza espressa in micrometri. La norma adottata per l'esecuzione del test è la ISO 16232 – Parte 7; mentre per la presentazione dei risultati è stata utilizzata la ISO16232 – Parte 10.

8.1.5 Risultati del test

Riprendendo puntualmente le finalità elencate al paragrafo dove è presentato lo scopo del test, nel seguito sono descritti sinteticamente i principali risultati ottenuti. Per motivi di confidenzialità, i partecipanti sono stati identificati con un numero.

8.1.5.1 Verifica delle prestazioni di un sistema di analisi ottica attraverso un campione di riferimento certificato (capacità di caratterizzazione di geometrie semplici)

La forma geometrica delle particelle presenti sul campione (cerchio, rettangolo, ellissi) è rilevata dal software del microscopio con una linea mista chiusa e la particella viene dunque rappresentata come in Figura 8.2.

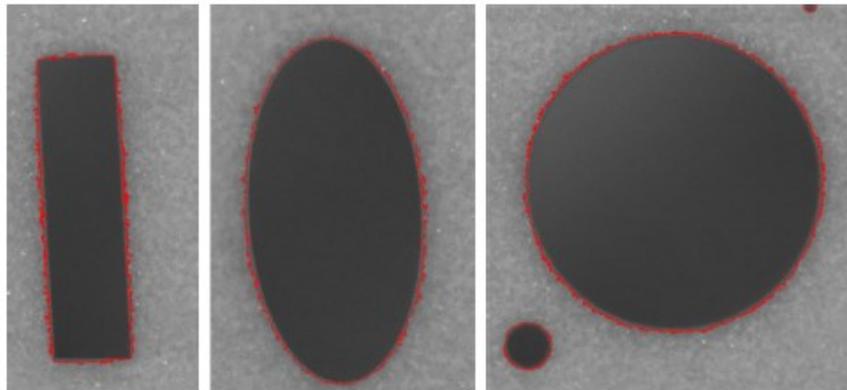


Figura 8.2_ Identificazione particellare eseguita dal software

La presenza di effetti d'ombra, legata alla tipologia di illuminazione utilizzata e alle condizioni ambientali del test, può creare effetti di distorsione della geometria e delle dimensioni. In funzione del sistema di analisi di immagine utilizzato dalle diverse case produttrici di microscopi, l'effetto di riconoscimento della particella può influenzare la

misura. La Figura 8.3 evidenzia quanto appena riportato; in questi casi l'operatore ha la possibilità di modificare i dati di riconoscimento particellare agendo sulle soglie di grigio, ma tale scelta richiede esperienza ed è legata alla natura delle particelle presenti sul filtro (materiale).

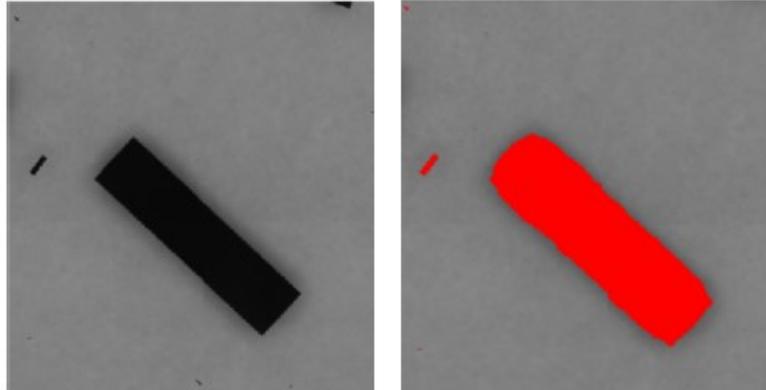


Figura 8.3_Valutazione della superficie della particella

8.1.5.2 Stima del grado di concordanza dei risultati di misura nell'analisi di in un campione di riferimento (ripetibilità metrologica).

Il confronto viene effettuato sia in termini di conteggio particellare (numero di particelle rilevate per classe dimensionale) che per dimensione (dimensione massima delle prime dieci particelle). A ciascun partecipante è stato richiesto di effettuare 5 misurazioni del conteggio particellare, prima in condizioni procedurali non note, ove la misura si è basata sull'esperienza dell'operatore (Fase 1), e poi con condizioni note come da procedura condivisa (Fase 2). Nella Tabella 8-5 e nella Tabella 8-6 sono indicati i risultati complessivi dei due set di misure e i valori riportati sono calcolati come media tra n.5 misurazioni consecutive.

Dalle tabelle si evidenzia come vi siano alcune anomalie di conteggio in cui gli errori di conteggio variano da 2 a 3 volte, in più o in meno, rispetto al dato nominale. Dalla classe E in poi, i conteggi dichiarati da ciascun partecipante si normalizzano, ad ulteriore conferma che sotto i 50 μm (valore limite inferiore suggerito dalla specifica tecnica VDA19) il conteggio risulta più difficoltoso e l'affidabilità del dato va attentamente ponderata. I valori riportati in rosso sono errati per una o due classi (conteggio), mentre i valori in arancione superano il 10% di errore.

FASE 1: Valori medi dichiarati nel conteggio particellare.							
Classe	Dimensione classe	Numero totale di particelle attese	P 1	P 2	P 3	P 4	P 5
B	5 < x < 15	1920	-	-	-	-	-
C	15 < x < 25	1920	1830	1926	1095	-	1994
D	25 < x < 50	960	962	969	1879	-	1009
E	50 < x < 100	960	963	960	980	1001	975
F	100 < x < 150	480	480	480	481	495	494
G	150 < x < 200	240	240	240	242	245	237
H	200 < x < 400	120	120	120	123	138	133
I	400 < x < 600	120	120	120	120	123	120
J	600 < x < 100	120	120	120	119	123	120
K	x > 1000	120	120	120	120	121	121

Tabella 8-5_ Valori medi dichiarati nel conteggio particellare (FASE 1)

FASE 2: Valori medi dichiarati nel conteggio particellare.							
Classe	Dimensione classe	Numero totale di particelle attese	P 1	P 2	P 3	P 4	P 5
B	5 < x < 15	1920	-	-	-	-	-
C	15 < x < 25	1920	2000	1926	1741	-	1994
D	25 < x < 50	960	1003	969	2663	-	1009
E	50 < x < 100	960	964	960	1169	1007	975
F	100 < x < 150	480	482	480	519	497	494
G	150 < x < 200	240	241	240	251	248	237
H	200 < x < 400	120	122	120	134	153	133
I	400 < x < 600	120	120	120	121	120	120
J	600 < x < 100	120	120	120	121	120	120
K	x > 1000	120	120	120	120	120	121

Tabella 8-6_ Valori medi dichiarati nel conteggio particellare (FASE 2)

Oltre al conteggio particellare è stato richiesto di dichiarare la dimensione massima delle prime 10 particelle, così come proposte dal microscopio. Per evitare di introdurre ulteriori complessità, non è stato richiesto di dividere le particelle per geometria (ellissi, cerchi, rettangoli) ma solo utilizzando il criterio della massima dimensione rilevata. I grafici nella Figura 8.4 e Figura 8.5 riportano, per tutti i partecipanti, i risultati emersi dalla prima delle cinque misurazioni, sia per la Fase 1 (senza procedura) che per la Fase 2 (con procedura).

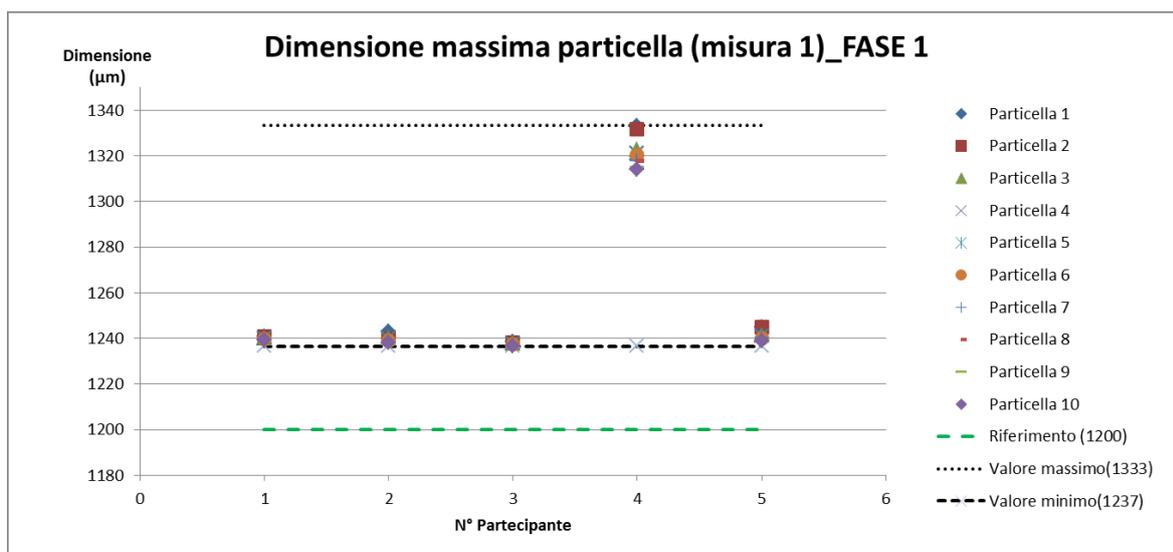


Figura 8.4_Misurazioni eseguite secondo esperienza dell'operatore

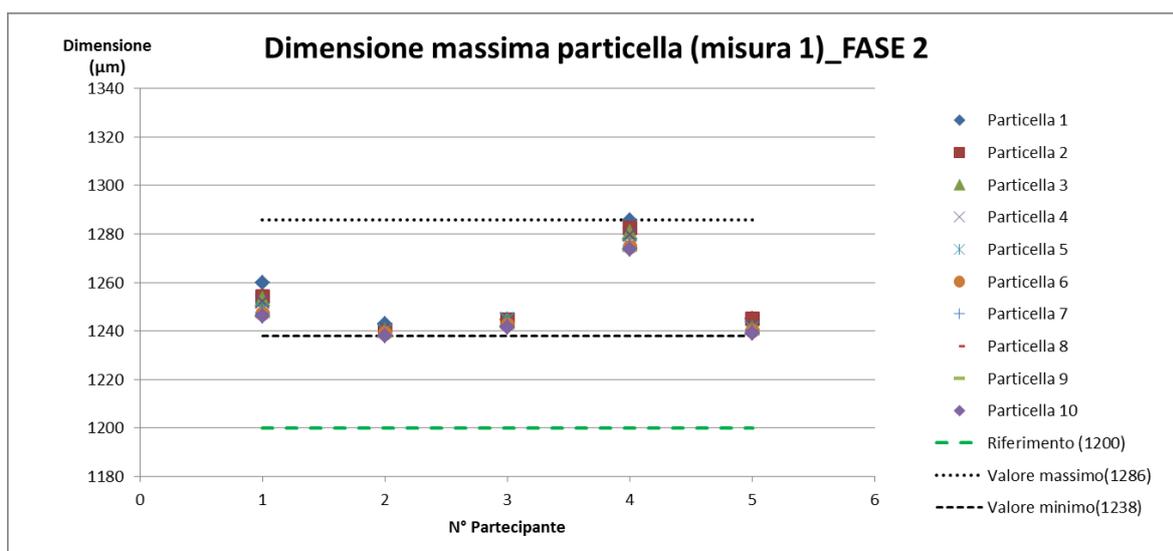


Figura 8.5_Misurazioni eseguite secondo procedura dettata

8.1.5.3 Confronto dei risultati di misura in differenti condizioni operative all'interno di ciascuna azienda (riproducibilità interna).

Analizzando i risultati riportati (Tabella 8-5, Tabella 8-6, Figura 8.4_Misurazioni eseguite secondo esperienza dell'operatore, Figura 8.5_Misurazioni eseguite secondo procedura dettata) è possibile valutare un confronto delle attività svolte singolarmente da ciascun partecipante applicando due differenti procedure di conteggio; questo

consente di verificare l'influenza della procedura, a parità di operatore e di strumento. Come evidente dai grafici delle Figure 5.24 e 5.25, il partecipante P1 e il partecipante P4, introducendo la procedura unificata, hanno riportato una variazione dei risultati. In particolare, il partner P4 fornisce dei valori che si discostano dal valore nominale, indipendentemente dalla procedura utilizzata; questa evidenza può far emergere una necessità di taratura del sistema di rilevazione dimensionale del microscopio o un diverso approccio del software, rispetto ai software degli altri partecipanti, nella modalità di rilevazione della geometria.

In ogni caso, la variazione di calcolo dimensionale non supera in nessun partecipante il 10% del valore nominale e questo riferimento può, almeno in prima approssimazione, costituire un riferimento per l'errore massimo di risultato fornito dai sistemi di rilevazione delle dimensioni. Quanto detto vale, ovviamente, per particelle a geometria regolare e con elevato contrasto rispetto al colore del fondo come quelle presenti nel campione "ideale" utilizzato.

8.1.5.4 Confronto dei risultati di misura, sia in condizioni operative differenti che uniformi, tra le aziende partecipanti (riproducibilità esterna).

I grafici nelle figure dalla Figura 8.6 alla Figura 8.14 riportano i risultati del conteggio particellare, suddiviso per classi dimensionali, aggregati per tutti i partecipanti; le misure sono quelle effettuate in Fase 2: in ascissa si riporta il codice del partecipante; mentre in ordinata la quantità di riferimento (linea verde tratteggiata) di particelle rientranti nella classe.

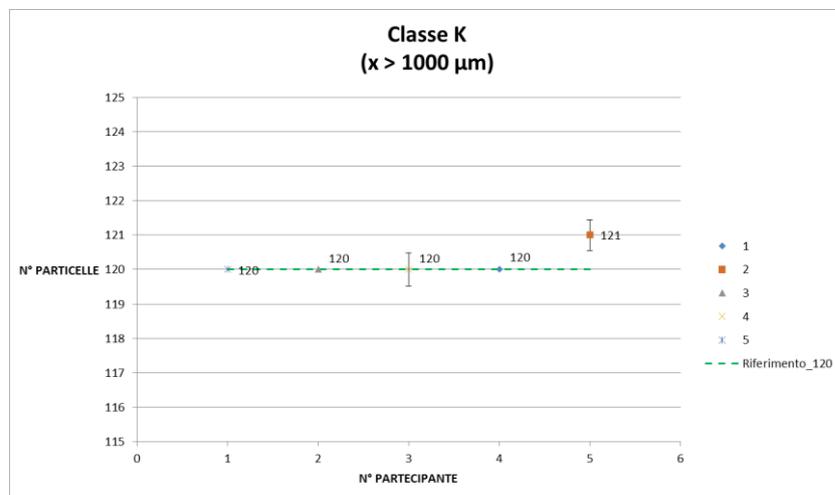


Figura 8.6_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale K

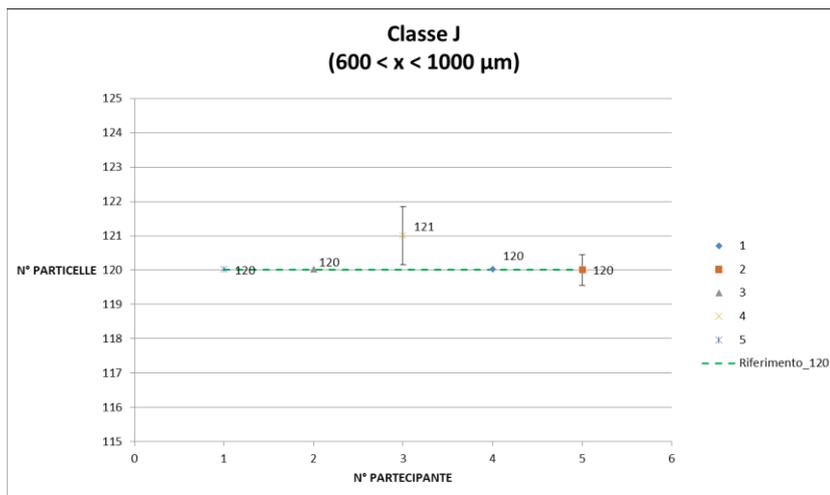


Figura 8.7_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale J

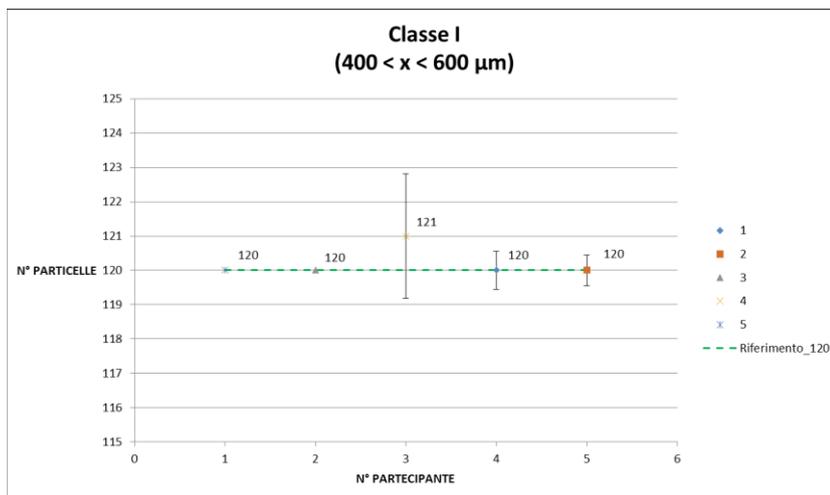


Figura 8.8_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale I

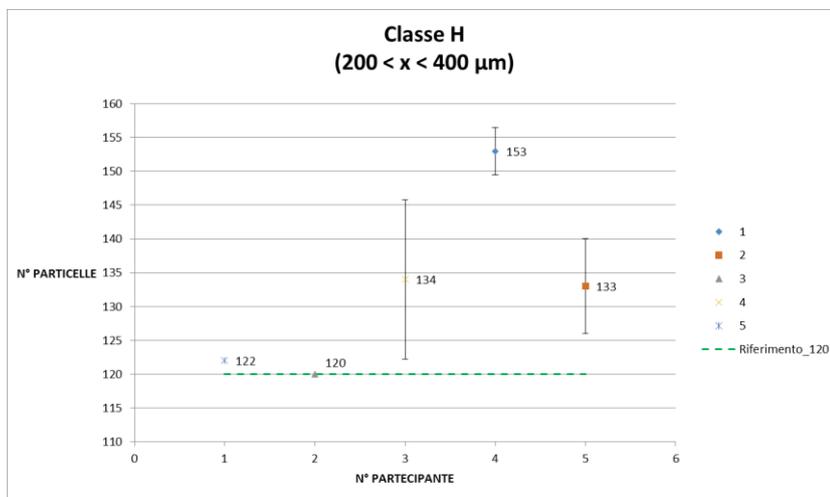


Figura 8.9_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale H

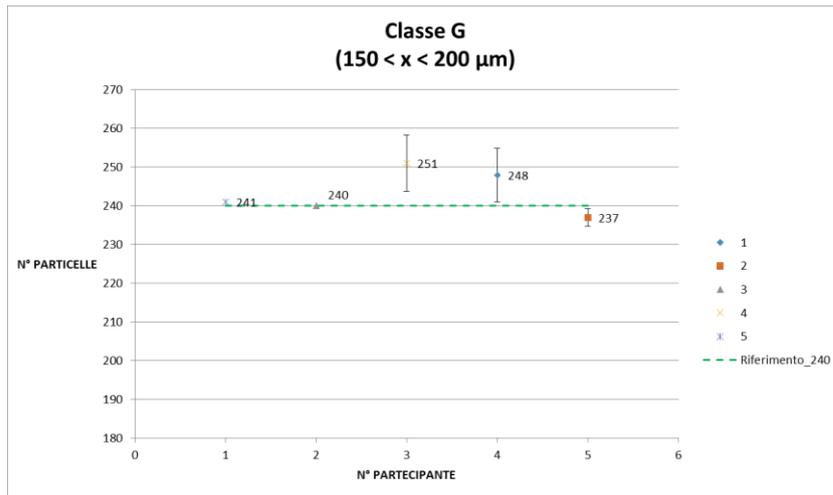


Figura 8.10_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale G

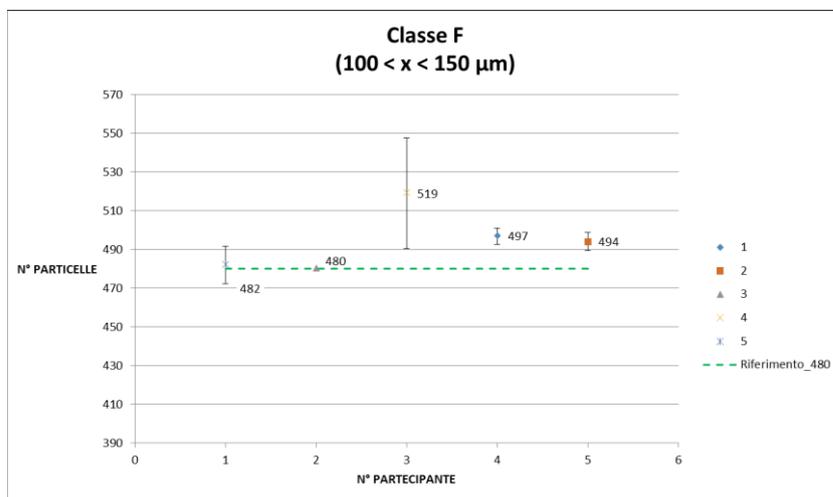


Figura 8.11_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale F

I partecipanti che hanno eseguito tutte le cinque sessioni di misura hanno indicato la deviazione standard, evidenziata nei grafici con la barra verticale associata a ciascuna singola misura, mentre per i partner che non hanno eseguito le 5 misurazioni, il dato viene fornito come valore puntuale. Come già anticipato dalle tabelle precedenti, risulta evidente come il conteggio particellare fornisca dati molto prossimi ai valori di riferimento per le classi dimensionali maggiori; mano a mano che le dimensioni della particella da rilevare si riducono (soprattutto dalla Classe E alla Classe C) aumentano le deviazioni dal valore di riferimento.

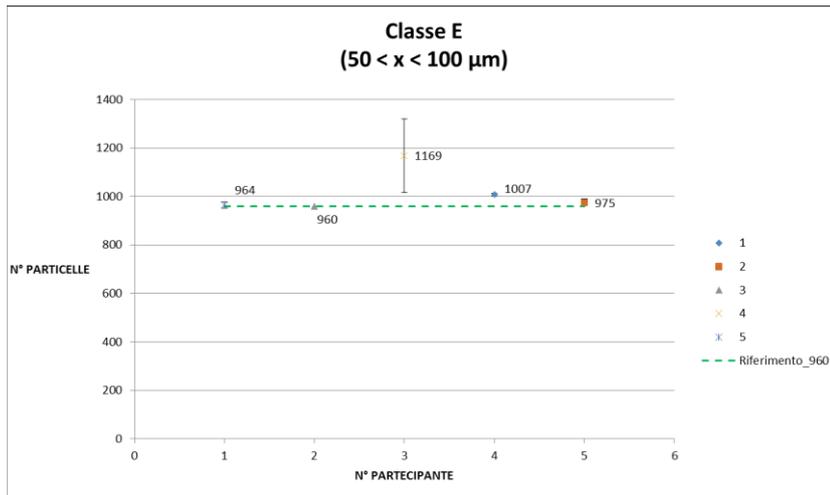


Figura 8.12_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale E

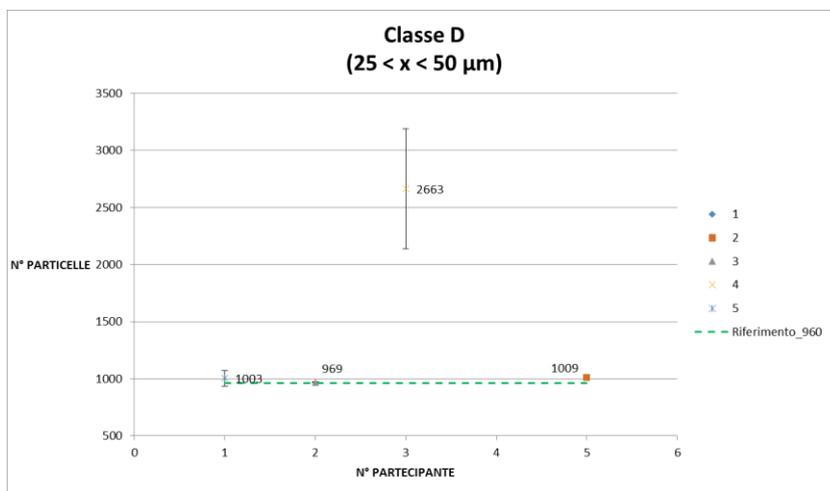


Figura 8.13_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale D

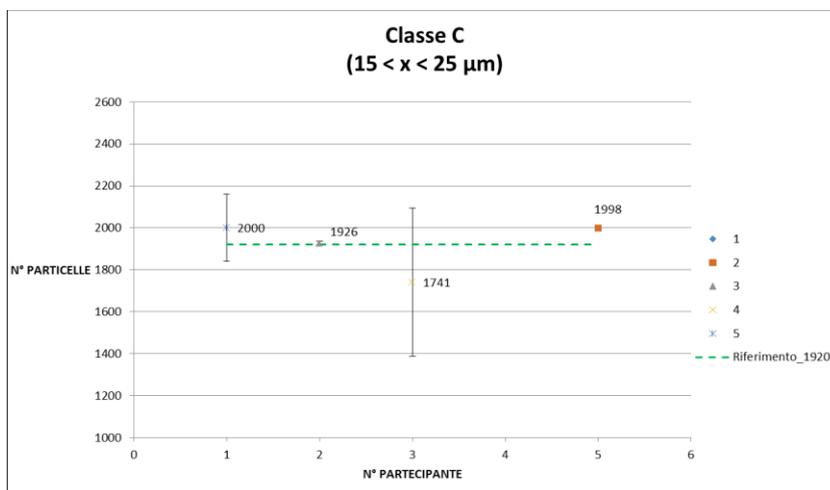


Figura 8.14_Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale C

8.1.5.5 Verifica delle prestazioni di un sistema di analisi ottica attraverso un campione di riferimento certificato: luce in campo chiaro, luce in campo scuro e luce polarizzata

Modificando le modalità di illuminazione del campione e di posizionamento del provino, si sono eseguite delle ulteriori misurazioni. Nelle seguenti si riportano i dati ottenuti a seguito di conteggio particellare con il campione analizzato in luce diretta (DF), in campo scuro (BF) e con luce polarizzata (POL); in quest'ultima modalità il campione è stato dapprima osservato posizionandolo come per nelle altre prove (POL_0) e a seguito di rotazione di 60° (POL_60).

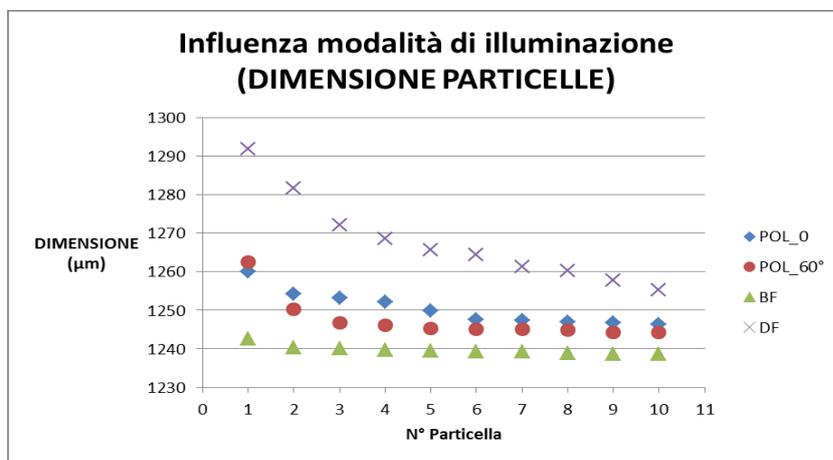


Figura 8.15_Influenza modalità di illuminazione sulla dimensione particellare

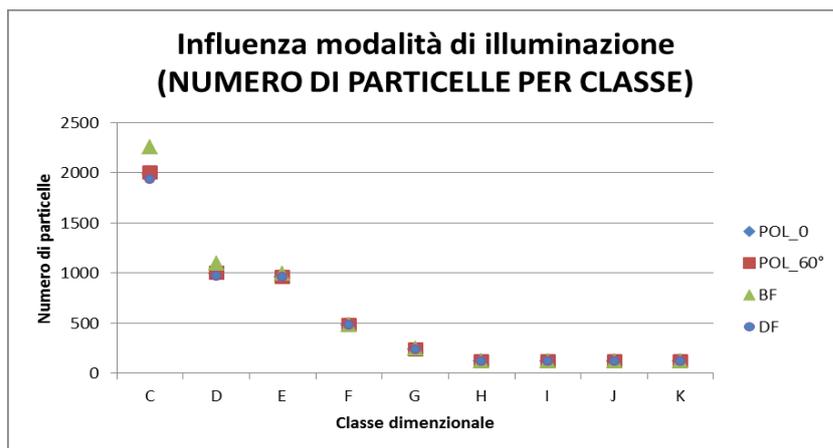


Figura 8.16_Influenza modalità di illuminazione sul conteggio particellare

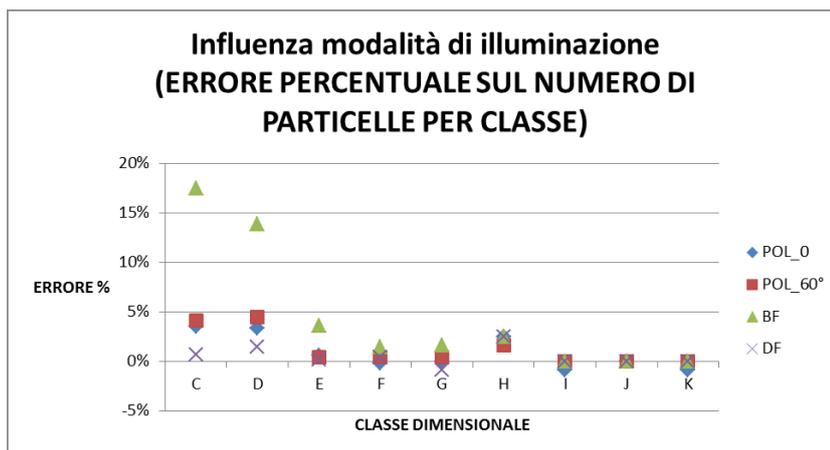


Figura 8.17_Influenza modalità di illuminazione sul conteggio particellare (Errore percentuale)

8.1.6 Considerazione conclusive

L'esecuzione del Round Robin costituisce un'importante esperienza di confronto interlaboratorio in ambito "Contaminazione industriale" e i risultati dimostrano che vi sono alcune differenze causate da aspetti metodologici (settaggio microscopio, esperienza operatore, software di analisi). Tuttavia, gli errori riscontrati nelle prove rappresentano un problema di ordine inferiore rispetto alla variabilità delle altre fasi del processo di valutazione di una contaminazione su prodotto: il metodo di prelievo del campione, il metodo di estrazione del contaminante, il liquido utilizzato e molti altri fattori hanno un peso totale che rende meno significativi gli errori introdotti in fase di analisi al microscopio.

L'errore riscontrato sul conteggio particellare inoltre risulta significativo solo per le classi dimensionali più basse (Da C a E), meno significative, in cui le dimensioni delle particelle sono molto piccole e si assesta ad un valore prossimo al 10%.

9 CONCLUSIONI

Attraverso il lavoro svolto in questa tesi si è voluto evidenziare le criticità dei risultati della norma ISO 16232;

Tramite i test svolti sul filtro di contaminazione è stato possibile notare che le variabili che vanno ad influenzare l'analisi gravimetrica, oltre alla procedura di esecuzione e allo strumento utilizzato, sono principalmente le condizioni ambientali della stanza in cui si effettua il test (variazione di umidità) e il liquido che si utilizza durante la fase di lavaggio: se non si controllano correttamente le condizioni ambientali o si utilizzano liquidi non indicati per l'analisi gli esiti finali potrebbero presentare errori del 40%.

Attraverso un'analisi teorica sulle logiche utilizzate dal software del microscopio è stato possibile evidenziare come l'analisi granulometrica presenta anch'essa alcuni limiti legati alla saturazione del filtro di contaminazione, alle metodologie di esecuzione (parametri di settaggio del microscopio e influenza dell'operatore) e al software di elaborazione dei dati raccolti nel test. Tali limiti presentano comunque errori che possono essere considerati un problema di ordine inferiore rispetto alla variabilità delle altre fasi del processo di valutazione di una contaminazione sul prodotto (metodo di prelievo del campione, il metodo di estrazione del contaminante, il liquido utilizzato).

La riproducibilità e la ripetibilità di un test di contaminazione sono impossibili da ottenere ma un confronto inter-laboratorio su un campione prestabilito (dotato di particelle ideali) permette di capire che l'errore riscontrato sul conteggio particellare risulta significativo solo per le classi dimensionali più basse (Da C a E), in cui le dimensioni delle particelle sono molto piccole e si assesta ad un valore prossimo al 10%.

10 APPENDICE

10.1 Incertezza di misura

Incetezza di misura è una stima caratterizzante il campo di valori entro cui cade il valore vero del misurando. L'incetezza di misura comprende, in generale, molte componenti.

Alcune di queste componenti possono essere stimate sulla base della distribuzione statistica di risultati di serie di misurazioni e possono essere caratterizzate dallo scarto quadratico medio sperimentale.

10.2 Lettura risultato di contaminazione

Di seguito vi è un esempio di lettura di un risultato di un test di contaminazione.

A disegno viene imposto nel componente un codice secondo Norma ISO 16232-10 (CCC=Component Cleanliness Code);

Il codice di pulizia dei componenti (CCC) è scritto come una sequenza, racchiusa tra parentesi e separata da barre, di coppie alfanumeriche che specificano tutte o più delle classi di grandezza della tabella 1 e il loro livello di contaminazione della Tabella 2.

Table 1 — Size classes for particle counting

Size class	Size x (μm)
B	$5 \leq x < 15$
C	$15 \leq x < 25$
D	$25 \leq x < 50$
E	$50 \leq x < 100$
F	$100 \leq x < 150$
G	$150 \leq x < 200$
H	$200 \leq x < 400$
I	$400 \leq x < 600$
J	$600 \leq x < 1\ 000$
K	$1\ 000 \leq x$

NOTE According to individual requirements, size ranges may be combined and/or left out.

Table 2 — Definition of the cleanliness level of a component

Number of particles per $100\ \text{cm}^3$ or per $1\ 000\ \text{cm}^2$		Cleanliness level
More than	Up to and including	
0	0	00
0	1	0
1	2	1
2	4	2
4	8	3
8	16	4
16	32	5
32	64	6
64	130	7
130	250	8
250	500	9
500	1×10^3	10
1×10^3	2×10^3	11
2×10^3	4×10^3	12
4×10^3	8×10^3	13
8×10^3	16×10^3	14
16×10^3	32×10^3	15
32×10^3	64×10^3	16
64×10^3	130×10^3	17
130×10^3	250×10^3	18
250×10^3	500×10^3	19
500×10^3	1×10^6	20
1×10^6	2×10^6	21
2×10^6	4×10^6	22
4×10^6	8×10^6	23
8×10^6	16×10^6	24

NOTE In the test report, it is advisable that the raw number of particles also be noted.

Le lettere maiuscole A o V stampate prima delle parentesi spiegano se il codice si riferisce a 1000 cm² di superficie bagnata o a 100 cm³ di volume bagnato del componente.

CASO 1

Quando il CCC si riferisce all'intera gamma di dimensioni, vengono scritte tutte le lettere della Tabella 1 e dei livelli corrispondenti; ad esempio:

CCC = V (B20 / C16 / D18 / E12 / F12 / G12 / H8 / I0 / J0 / K00)

CASO 2

Quando il CCC si riferisce ad alcune classi di dimensioni, vengono scritte solo le corrispondenti lettere e corrispondenti livelli; ad esempio:

CCC = V (C16 / D18 / E12 / F12 / G12 / J0)

Significa che non esiste alcun requisito (o nessun risultato) per i dati di pulizia per le classi B, H, I e K.

CASO 3

Quando diverse classi di grandezze successive sono allo stesso livello di pulizia, vengono segnalate con le lettere affiancate e il livello corrispondente viene scritto dopo l'ultima lettera; ad esempio, : ... / EFG12 / ...

CCC = V (C16 / D18 / EFG12 / H8 / J0)

Significa che le classi dimensionali E (50 < x < 100 µm), F (100 < x < 150 µm), G (150 < x < 200 µm) devono avere un numero di particelle compreso tra 2 000 e 4 000 particelle (livello 12) mentre non esistono equazioni o dati per le dimensioni B, I e K.

CASO 4

Quando il livello di pulizia si riferisce ad una gamma di dimensioni più ampia di quella della tabella 1, vale a dire che copre diverse classi di dimensioni consecutive, è contrassegnata dalle lettere delle dimensioni inferiori e superiori collegate da un trattino (-) seguito dal livello rilevante; ad esempio: / G-J20 /

CCC = V (C16 / D18 / EF12 / G-J20)

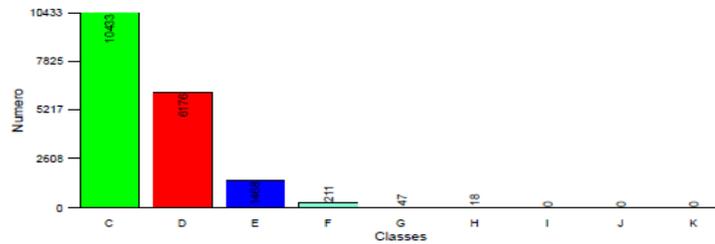
Significa che le classi dimensionali da G ad J (150 < x < 1000 µm), devono avere un numero di particelle compreso tra 500*10³ e 10³ particelle e nessun requisito o dati in altre dimensioni.

ESEMPIO

Risultato analisi granulometrica:

Evaluation of all particles

Class distribution (by count)



Particle size distribution

Classe	>=	<	Numero	Particelle consentite	Stato	Numero %
C	15	25	10433		OK	56,85
D	25	50	6176		OK	33,85
E	50	100	1468		OK	8,00
F	100	150	211		OK	1,15
G	150	200	47		OK	0,26
H	200	400	18		OK	0,10
I	400	600	0		OK	0,00
J	600	1000	0		OK	0,00
K	1000		0		OK	0,00

1) Codice imposto a disegno: CCC = A(/C17/D16/E14/F11/G9/H5/I5/J4/K00)

Classe K00: 0 particelle ammesse (limite rispettato: 0 particelle rilevate)

Classe J4: da 8 a 16 particelle ammesse (limite rispettato: 0 particelle rilevate)

Classe I5: da 16 a 32 particelle ammesse (limite rispettato: 0 particelle rilevate)

Classe H5: da 16 a 32 particelle ammesse (limite rispettato: 18 particelle rilevate)

Classe G9: da 250 a 500 particelle ammesse (limite rispettato: 47 particelle rilevate)

Classe F 11: da 1000 a 2000 particelle ammesse (limite rispettato: 211 particelle rilevate)

Classe E14: da 8000 a 10000 particelle ammesse (limite rispettato: 1468 particelle rilevate)

Classe D16: da 32000 a 64000 particelle ammesse (limite rispettato: 6176 particelle rilevate)

Classe C17: da 64000 a 130000 particelle ammesse (limite rispettato: 10433 particelle rilevate)

Il componente non solo è accettabile ma è molto più pulito di quanto richiesto.

2) Codice imposto a disegno: CCC = A(/C17/D16/E14/F11/G9/**H3**/I5/J4/K00)

Classe H3: da 4 a 8 particelle ammesse (limite non rispettato: 18 particelle rilevate)

Componente non accettabile

11 INDICE DELLE FIGURE

Figura 2.1_ Tipologie di particelle all'interno di un sistema meccanico	11
Figura 2.2_ Protesi in titanio.....	12
Figura 2.3_ Ferrari 365-P2.....	12
Figura 2.4_ Scambiatore a piastre.....	13
Figura 2.5_ Scheda elettrica.....	13
Figura 3.1_ Procedura test di contaminazione secondo norma ISO16232	18
Figura 3.2_ Strumento per il lavaggio con getto in pressione	19
Figura 3.3_ Vasca ad ultrasuoni	20
Figura 3.4_ Pompa a vuoto e membrana per filtraggio	21
Figura 3.5_ Forno per l'essiccazione membrana.....	21
Figura 3.6_ Effetto della spinta dinamica.....	22
Figura 3.7_ Essiccatore: contenitore con silice colloidale essiccata utilizzato per lo stoccaggio dei filtri	22
Figura 4.1_ Bilancia KERN ALT 220-5 DAM	25
Figura 4.2_ Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 1).....	32
Figura 4.3_ Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 2).....	32
Figura 4.4_ Ripetibilità peso 100 mg (Giorno 3).....	33
Figura 4.5_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (filtro 1)	35
Figura 4.6_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (Filtro 2)	35
Figura 4.7_ Andamento misura del peso per un filtro sottoposto ad essiccazione (Filtro 3)	36
Figura 4.8_ Andamento del peso della membrana (con essiccatore)	37
Figura 4.9_ Andamento del peso della membrana (senza essiccatore)	39
Figura 4.10_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A	43
Figura 4.11_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B	44
Figura 4.12_ Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C	45
Figura 4.13_ Dettaglio misurazione del filtro C (Giorno 2)	45
Figura 4.14_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A).....	46
Figura 4.15_ Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B).....	47

Figura 4.16_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C)	48
Figura 4.17_Andamento del peso del filtro A.....	51
Figura 4.18_Andamento del peso del filtro B	51
Figura 4.19_Andamento del peso del filtro C.....	52
Figura 4.20_Andamento del peso del filtro A (Influenza di umidità nel lungo periodo).....	52
Figura 4.21_Tempo essiccazione filtro bagnato con acqua	55
Figura 4.22_Tempo di essiccazione filtro bagnato con acqua (in verde zona di incertezza bilancia).....	56
Figura 4.23_Tempo essiccazione filtro bagnato con ecoras (in verde zona di incertezza bilancia).....	56
Figura 4.24_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A (bagnato con acqua)	59
Figura 4.25_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A bagnato con acqua)	59
Figura 4.26_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B (bagnato con acqua)	60
Figura 4.27_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B bagnato con acqua)	60
Figura 4.28_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C (bagnato con acqua)	61
Figura 4.29_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C bagnato con acqua)	61
Figura 4.30_Andamento deviazione standard su filtro in funzione dell'aumento percentuale di umidità.....	62
Figura 4.31_Dati delle misurazioni su filtro A (test con Acqua).....	64
Figura 4.32_Dati delle misurazioni su filtro B (test con Acqua).....	64
Figura 4.33_Dati delle misurazioni su filtro C (test con Acqua).....	65
Figura 4.34_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro A (bagnato con Ecoras).....	66
Figura 4.35_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro A bagnato con Ecoras).....	66
Figura 4.36_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro B (bagnato con acqua)	67

Figura 4.37_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro B bagnato con Ecoras)	67
Figura 4.38_Andamento del peso, della temperatura e dell'umidità del filtro C (bagnato con acqua)	68
Figura 4.39_Tendenza lineare di peso, temperatura e umidità (Filtro C bagnato con Ecoras)	68
Figura 5.1_Filtro di contaminazione e porta filtro	73
Figura 5.2_(Da sinistra a destra) Particella riflettente, non riflettente e fibra	74
Figura 5.3_Valutazione di tutte le particelle a sinistra; valutazione delle particelle riflettenti (a destra).....	74
Figura 5.4_Valutazione delle particelle non riflettenti (a sinistra); valutazione delle fibre (a destra)	74
Figura 5.5_(A sinistra) Microscopio ZEISS; (A destra) Acquisizione di una membrana con risoluzione a 8 bit.....	75
Figura 6.1_Bassa saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio una particella del filtro	77
Figura 6.2_Media saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio una particella del filtro	77
Figura 6.3_Alta saturazione del filtro a sinistra; a destra in dettaglio agglomerato di particelle del filtro.....	78
Figura 6.4_Aggregati particellari.....	79
Figura 6.5_Aggregato di particelle(a sinistra); Particella rilevata dal software (a destra)	79
Figura 6.6_Aggregato di particelle(a sinistra); Particella rilevata dal software (a destra)	80
Figura 6.7_Esempio di acquisizione di una membrana con risoluzione ad 8 bit.....	81
Figura 6.8_Schema rappresentativo della scansione in microscopia.....	81
Figura 6.9_SISTEMA ZEISS AXIO	82
Figura 6.10_Tipologia di luminosità: (da sinistra) campo chiaro, campo scuro, campo polarizzato.....	83
Figura 6.11_Ingrandimento 25X, Ingrandimento 50X, Ingrandimento 100X.....	83
Figura 6.12_Voltaggio a 2,8 V, Voltaggio a 3,7 V, Voltaggio a 5 V	83
Figura 6.13_Modalità di calcolo del Feret massimo.....	84
Figura 6.14_Esempio di ambiguità di rilevazione della lunghezza	84

Figura 6.15_ Criteri di misurazione della dimensione delle particelle	85
Figura 7.1_ Campione utilizzato per confronto inter-laboratorio	88
Figura 7.2_ Identificazione particellare eseguita dal software.....	91
Figura 7.3_ Valutazione della superficie della particella	92
Figura 7.4_ Misurazioni eseguite secondo esperienza dell'operatore.....	94
Figura 7.5_ Misurazioni eseguite secondo procedura dettata	94
Figura 7.6_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale K.....	95
Figura 7.7_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale J	96
Figura 7.8_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale I	96
Figura 7.9_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale H.....	96
Figura 7.10_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale G.....	97
Figura 7.11_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale F.....	97
Figura 7.12_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale E	98
Figura 7.13_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale D.....	98
Figura 7.14_ Dispersione delle misurazioni per la classe dimensionale C	98
Figura 7.15_ Influenza modalità di illuminazione sulla dimensione particellare	99
Figura 7.16_ Influenza modalità di illuminazione sul conteggio particellare.....	99
Figura 7.17_ Influenza modalità di illuminazione sul conteggio particellare (Errore percentuale).....	100

12 INDICE DELLE TABELLE

Tabella 3-1: Classi dimensionali ISO 16232-7	17
Tabella 4-1_ Dati bilancia KERN ALT 220-5 DAM.....	26
Tabella 4-2_ Condizioni ambiente di pesatura.....	27
Tabella 4-3_ Misurazioni peso da 100 mg	31
Tabella 4-4_ Deviazione standard e errore massimo del peso di 100 mg.....	33
Tabella 4-5_ Dati di essiccazione filtro	34
Tabella 4-6_ Valori della massa del filtro con essiccatore.....	37
Tabella 4-7_ Misurazioni del peso della membrana	37
Tabella 4-8_ Valori della massa del filtro senza essiccatore	38
Tabella 4-9_ Misurazioni del peso della membrana	39

Tabella 4-10_Confronto risultati pesatura	39
Tabella 4-11_Dati di pesatura (Filtro A)	41
Tabella 4-12_Dati di pesatura (Filtro B).....	41
Tabella 4-13_Dati di pesatura (Filtro C).....	41
Tabella 4-14_Dati pesatura filtro A	42
Tabella 4-15_Dati pesatura filtro B	42
Tabella 4-16_Dati pesatura filtro C	42
Tabella 4-17_Misurazioni del peso sul filtro A (Dicembre-Gennaio).....	49
Tabella 4-18_Misurazioni del peso sul filtro B (Dicembre-Gennaio).....	50
Tabella 4-19_Misurazioni del peso sul filtro C (Dicembre-Gennaio).....	50
Tabella 4-20_Valori di deviazione standard del peso dei filtri A,B,C	50
Tabella 4-21_Misurazioni tempo asciugatura acqua	54
Tabella 4-22_Misurazioni tempo asciugatura ecoras	55
Tabella 4-23_Dati delle misurazioni su filtro A (test con Acqua).....	57
Tabella 4-24_Dati delle misurazioni su filtro B (test con Acqua).....	58
Tabella 4-25_Dati delle misurazioni su filtro C (test con Acqua).....	58
Tabella 4-26_Deviazione standard, temperatura e umidità dei filtri A,B,C (test con Acqua).....	58
Tabella 4-27_Variazione di umidità con corrispondente deviazione standard.....	62
Tabella 4-28_Deviazione standard, temperatura e umidità dei filtri A,B,C (test con Ecoras)	65
Tabella 4-29_TEST ISO 16232 (Acqua ed Ecoras)	70
Tabella 5-1_Numero e forma delle particelle presenti sul campione di riferimento.	88
Tabella 5-2_Dati relativi alle particelle “ELLISSI”	88
Tabella 5-3_Dati relativi alle particelle “RETTANGOLI”	89
Tabella 5-4_Dati relativi alle particelle “CERCHI”	89
Tabella 5-5_Valori medi dichiarati nel conteggio particellare (FASE 1).....	93
Tabella 5-6_Valori medi dichiarati nel conteggio particellare (FASE 2).....	93

13 BIBLIOGRAFIA

1. *Norma ISO 16232-1, Vocabolario*
2. *Norma ISO 16232-2, Metodo di estrazione del contaminante attraverso agitazione*
3. *Norma ISO 16232-3, Metodo di estrazione del contaminante attraverso getto in pressione*
4. *Norma ISO 16232-4, Metodo di estrazione del contaminante attraverso tecnica ultrasuoni*
5. *Norma ISO 16232-5 Metodo di estrazione del contaminante attraverso “functional test bench”*
6. *Norma ISO 16232-6, Analisi gravimetrica*
7. *Norma ISO 16232-7, Dimensione particellare e conteggio attraverso analisi al microscopio*
8. *Norma ISO 16232-8, Natura particellare determinata da analisi al microscopio*
9. *Norma ISO 16232-9, Dimensione particellare e conteggio attraverso contatore di particelle a luce chiara*
10. *Norma ISO 16232-10, Espressione dei risultati*
11. *VDA 19 parte 1, Gestione della qualità nell'industria automobilistica, 2015*
12. *VDA 19 parte 2, Gestione della qualità nell'industria automobilistica, 2015*
13. *Capuzzo Andrea, Sviluppo di un metodo da laboratorio per la valutazione della contaminazione di componenti per l'industria automobilistica, Vicenza 2012*
14. *Roberto Guggia, “Corso sulla contaminazione industriale”, Monselice, 2017*