



METODOLOGÍAS DE CONTEO DE PARTÍCULAS

Introducción

La limpieza del fluido es un indicador importante de la condición del sistema que, cuando se usa como parte de un programa integral de monitoreo de fluidos, puede prolongar la vida útil de los componentes y advertir sobre fallas inminentes. En este contexto, la limpieza del lubricante no es un término general, sino un valor cuantitativo específico que describe la distribución y el tamaño de las partículas presentes en el fluido (para obtener más información sobre los informes de limpieza, consulte la norma ISO 4406). Dado que las partículas más dañinas en los lubricantes son microscópicas, la medición de la limpieza de los fluidos requiere un equipo especial y un manejo cuidadoso de las muestras.

Los conteos de partículas en los lubricantes se realizaron inicialmente por microscopía. Sin embargo, las tecnologías de conteo de partículas han avanzado y ahora se pueden obtener evaluaciones de limpieza de fluidos (recuentos de partículas) de casi todos los laboratorios comerciales de análisis de aceite y de equipos en sitio en muchas instalaciones. La variedad de métodos de prueba disponibles y el impacto de la formulación del lubricante en los resultados hacen que sea importante comprender las fortalezas y debilidades de la metodología de conteo de partículas seleccionada antes de actuar sobre la información de limpieza del fluido.

Tecnologías de conteo de partículas ópticas

Contadores de partículas de extinción ligera

Los contadores ópticos de partículas son, con mucho, los instrumentos más comunes en uso y hay dos tipos principales: extinción de luz (LE) e imágenes directas. De las dos variantes, los contadores de partículas de extinción de luz son la tecnología predominante. Comúnmente conocidos como contadores de partículas láser, estos contadores funcionan según un principio simple que relaciona un cambio de voltaje con el tamaño de las partículas. Pasa la luz a través de una corriente estrecha de muestra en una fotocélula. Cuando una partícula bloquea la luz, los fotorreceptores experimentan un cambio de voltaje proporcional al tamaño de la partícula. La magnitud del cambio de voltaje proporciona información sobre el tamaño de la partícula, pero no sobre la forma (Figura 1). Las partículas contadas por extinción de luz se dimensionan mediante un método de diámetro equivalente. El tamaño de cada partícula se informa como el diámetro de una partícula esférica que haría que el voltaje registrado cayera [1].

Los contadores de extinción de luz están ampliamente disponibles, son relativamente económicos y repetibles. Como resultado, son la tecnología de conteo de partículas más utilizada. Sin embargo, como los contadores de partículas de extinción de luz registran cada caída de voltaje como partículas, cualquier cosa en el lubricante que no tenga el mismo índice de refracción que el fluido a granel se informa como partículas. Esto conduce a una tendencia de este tipo de contadores a sobreinformar las partículas, contando el agua, el aire y los aditivos (especialmente los inhibidores de espuma) como partículas.

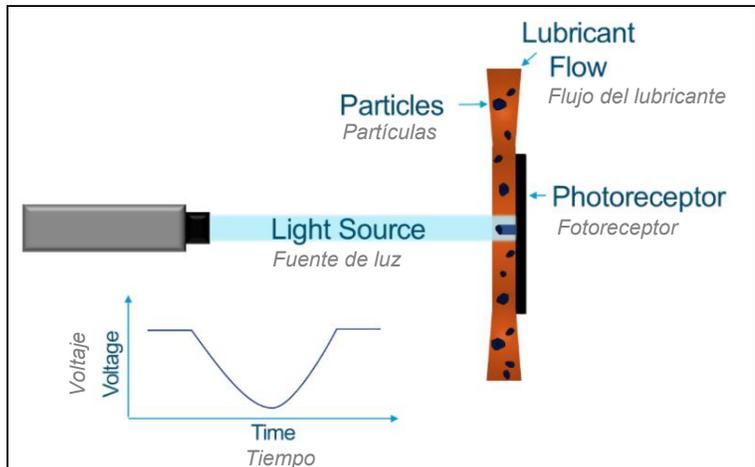


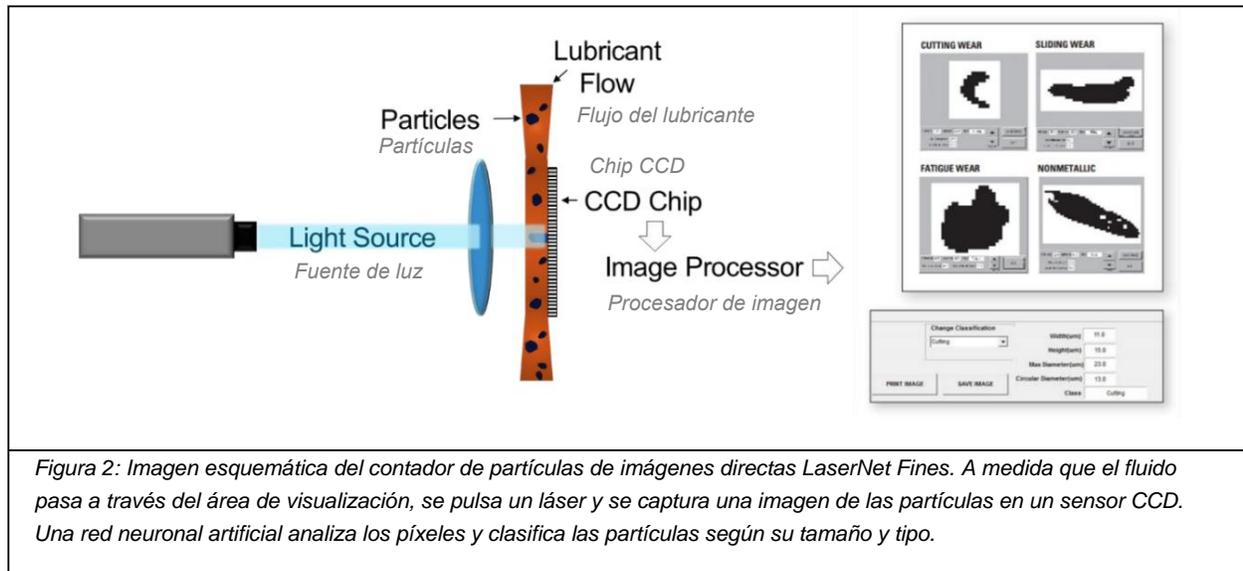
Figura 1: Conteo automático de partículas bajo el principio de extinción de luz. Una partícula entra en el camino de la luz y bloquea una parte de la luz que llega a la fotocélula, lo que provoca una caída de voltaje. El cambio de voltaje es proporcional al tamaño de la partícula.[2]

Contadores de partículas de imágenes directas

Al igual que los contadores de partículas de extinción de luz, los contadores de imágenes directas pasan la luz a través de una corriente de fluido. Sin embargo, en lugar de un cambio de voltaje, los contadores de imágenes directas capturan una imagen de la partícula. El tamaño de la partícula se mide tanto por la cuerda máxima como por el diámetro equivalente (Figura 2).

Para las partículas que son lo suficientemente grandes, la imagen se analiza mediante algoritmos informáticos avanzados que evalúan aún más la relación de aspecto de la partícula, la longitud del perímetro y la circularidad [3] para clasificar las partículas como fatiga, deslizamiento y desgaste por corte; el sistema también puede diferenciar el agua, las burbujas de aire, las fibras y otros contaminantes no metálicos en partículas de más de 20 micras [4].

Sin embargo, el agua, el aire y los aditivos entre 4 y 20 micrones se reportan como partículas.



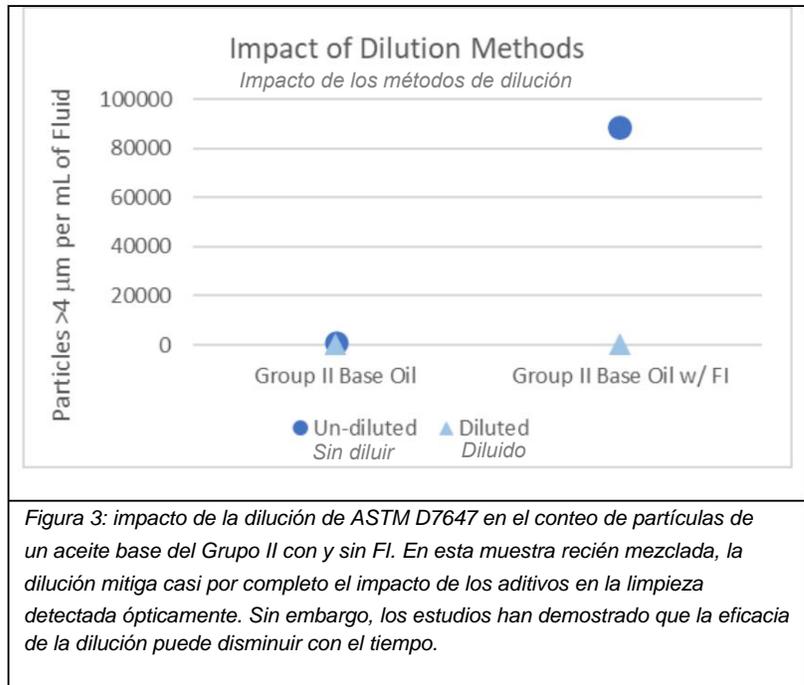
Impacto de los aditivos en la limpieza del lubricante detectada ópticamente

Está bien documentado que los aditivos, particularmente los inhibidores de espuma (FI), en los lubricantes terminados interfieren con la capacidad de los contadores ópticos de partículas para informar con precisión la contaminación por partículas de los lubricantes nuevos [5], [6], [7]. En la industria se acepta que los recuentos de partículas inducidos por aditivos no son contaminantes reales, ya que se agregan intencionalmente al lubricante y no causan daños por desgaste. Sin embargo, dado que la mayoría de los contadores de partículas ópticos no pueden diferenciar entre partículas duras y blandas, los usuarios se enfrentan a una situación frustrante cuando intentan alcanzar los objetivos de limpieza sin afectar el rendimiento del lubricante (consulte [8] para obtener más información sobre los riesgos asociados con la limpieza de lubricantes terminados).

Mitigación de los impactos de los aditivos en la limpieza de fluidos detectada ópticamente

Dilución de muestra

Se han realizado esfuerzos para identificar métodos para mitigar el impacto de los aditivos en la limpieza del lubricante detectado. ASTM D7647 [9] y ASTM D7596 Apéndice X1 [3], detallan un proceso de dilución de muestras diseñado para minimizar los impactos del agua y otras partículas "suaves". Esta técnica puede eliminar una parte considerable de la interferencia de los aditivos. La figura 3 ilustra el impacto de la dilución en los recuentos de partículas de un aceite base del grupo II con y sin FI. Sin utilizar métodos de dilución, la adición de FI aumenta significativamente el recuento de partículas de la muestra; después de la dilución, la muestra vuelve a su limpieza inicial. Sin embargo, la dilución no siempre es eficaz y la preparación adicional de la muestra brinda la posibilidad de introducir contaminación.



Estabilidad del conteo de partículas

La experiencia ha demostrado que los recuentos de partículas inducidas por aditivos pueden aumentar significativamente con el tiempo, a medida que los aditivos dispersos se aglomeran y alcanzan 4 micrones o más. Por ejemplo, en un estudio de 2021, varias muestras a granel se almacenaron cuidadosamente para minimizar la contaminación externa y se contaron con un contador de partículas de imágenes directas (DI) semanalmente durante 6 meses. Se realizó un análisis estadístico de los resultados para determinar si hubo cambios significativos en los recuentos de partículas a lo largo del tiempo.

- Los recuentos de partículas tanto diluidas como sin diluir para la muestra de control de aceite base del Grupo II puro permanecieron relativamente estables y no aumentaron durante el transcurso del estudio (Figura 4). • Los recuentos sin diluir de una segunda muestra (Figura 5), un aceite base del Grupo II con un tratamiento de FI moderado, aumentaron durante el transcurso del estudio; las muestras diluidas no. Esto indica que aunque los recuentos de partículas inducidas por FI estaban aumentando, el método de dilución mantuvo su eficacia a lo largo de la vida del estudio.
- La última muestra, un aceite para engranajes ISO 68 (Figura 6), mostró un crecimiento estadísticamente significativo tanto en el recuento de partículas diluidas como sin diluir. El crecimiento de los recuentos de partículas por ambos métodos, cuando se combina con la muestra de control estable, indica que la interferencia del aditivo creció significativamente y superó la capacidad del método de dilución para mitigar su impacto.

Este estudio proporciona solo un vistazo a la posible variación del conteo de partículas a lo largo del tiempo. La vida útil de los lubricantes terminados puede alcanzar comúnmente diez veces la duración del estudio (5 años), y factores como la temperatura de almacenamiento afectan la tasa de aglomeración de aditivos. En escenarios del mundo real, es difícil, si no imposible, conocer la eficacia de los métodos de dilución en los recuentos de partículas detectados ópticamente para una muestra en particular.

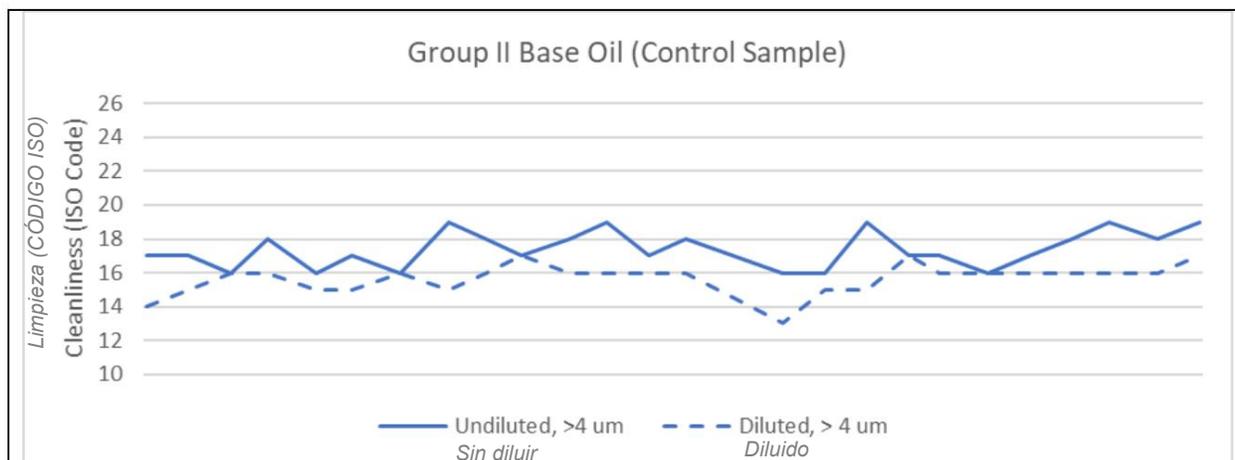


Figura 4: Comparación de recuentos de partículas DI durante un período de 6 meses medido con y sin dilución para un Aceite base del grupo II. Los recuentos de partículas tanto diluidas como sin diluir permanecen estables; no se introdujeron partículas y no se aglomeraron significativamente durante el transcurso de la prueba.

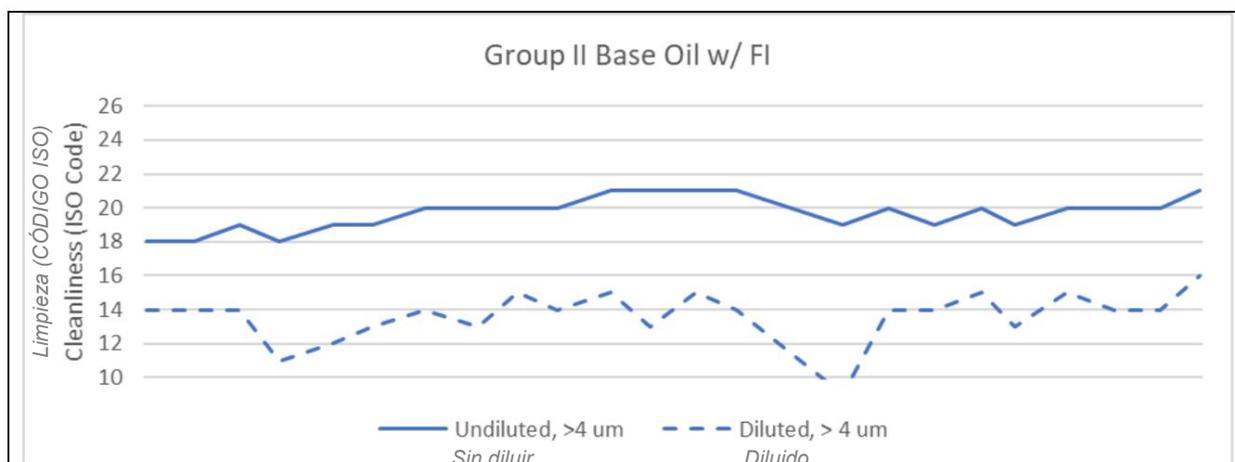


Figura 5: Comparación de recuentos de partículas DI durante un período de 6 meses medido con y sin dilución para un aceite base del Grupo II con inhibidor de espuma. Los recuentos de partículas sin diluir aumentaron significativamente durante el transcurso del estudio, pero la dilución fue eficaz para mitigar el impacto del FI (los recuentos de partículas diluidas no aumentaron significativamente).

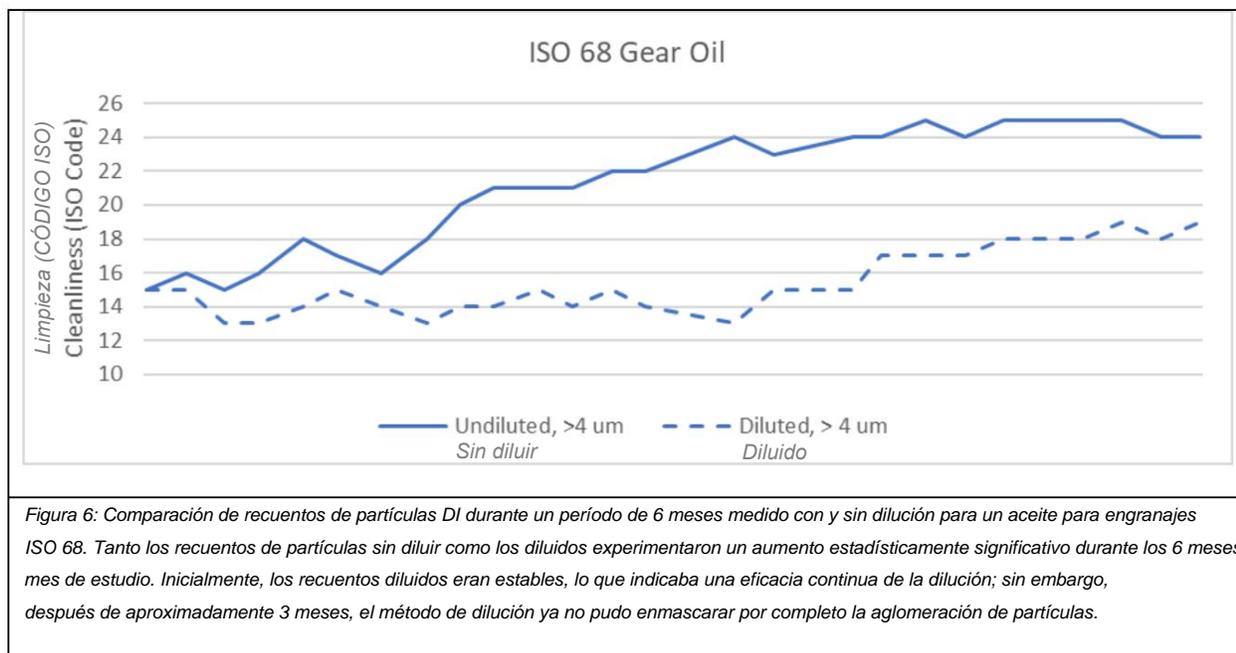


Figura 6: Comparación de recuentos de partículas DI durante un período de 6 meses medido con y sin dilución para un aceite para engranajes ISO 68. Tanto los recuentos de partículas sin diluir como los diluidos experimentaron un aumento estadísticamente significativo durante los 6 meses de estudio. Inicialmente, los recuentos diluidos eran estables, lo que indicaba una eficacia continua de la dilución; sin embargo, después de aproximadamente 3 meses, el método de dilución ya no pudo enmascarar por completo la aglomeración de partículas.

Técnicas alternativas de conteo de partículas

Recuentos de partículas en el microscopio

Con esta técnica, un volumen conocido de muestra de lubricante se filtra cuidadosamente a través de una membrana. La membrana se coloca en un portafiltros y un técnico la examina en múltiples aumentos para determinar el número de partículas/mL en varios rangos de tamaño. La parte de conteo del proceso se puede automatizar mediante análisis de imágenes. En este caso, se captura una imagen digital de la membrana ampliada y el software cuenta e informa las partículas.

Ya sea que el conteo se realice manualmente o por análisis de imágenes, el laboratorio debe verificar la validez del conteo. Si la validación no tiene éxito, se repite el recuento. Si la validación tiene éxito, se informa el recuento. Ver ISO 4407 para más detalles sobre el proceso de validación.

Los recuentos de partículas del microscopio a menudo se consideran los más precisos, ya que los recuentos obtenidos con este método están menos influenciados por partículas "suaves" como agua, aire y aditivos de los lubricantes.

Sin embargo, contar partículas de esta manera requiere mucho tiempo, requiere personal experimentado y ahora rara vez se utiliza fuera de las actividades de investigación.

Pruebas de comparación de parches

Las comparaciones de parches no son pruebas cuantitativas sino una comparación visual cualitativa. Una muestra se filtra a través de una membrana y se seca. Se captura una imagen microscópica de la membrana y se compara con una colección de imágenes de parches de referencia creadas a partir de fluidos con una limpieza "conocida" (Figura 7).

Las pruebas de comparación de parches no brindan resultados cuantitativos por sí mismas, pero cuando las evalúa un operador experimentado, brindan una herramienta de detección rápida para indicar si se requieren más pruebas.



Bloqueo de poros

Los contadores de partículas de bloqueo de poros se utilizan normalmente para lubricantes en servicio y se pueden realizar en el sitio o en un laboratorio. La muestra del lubricante se dirige a través de una malla fina en la que se acumularán las partículas, lo que aumenta la presión diferencial a través de la malla. La distribución del conteo de partículas se estima por extrapolación a partir de la tasa de aumento de la presión y el tamaño de la malla. Los recuentos de partículas de bloqueo de poros son relativamente poco comunes.

Método y variaciones de laboratorio

Dados todos los desafíos asociados con la recolección y el análisis de una muestra, no es difícil imaginar que se sabe que los resultados del conteo de partículas son algo inconsistentes. Los métodos de prueba publicados comúnmente indican una repetibilidad cercana a +/- 40% del conteo de partículas; en el campo, a menudo es más común que las muestras varíen en limpieza por un código ISO 4406 o más.

Las Figuras 8-10 comparan los resultados de las pruebas para muestras tomadas de fluidos a granel comunes y analizadas en varios sitios. La Figura 8 ilustra la variabilidad potencial entre los métodos y equipos de conteo de partículas, incluso cuando el mismo técnico realiza los conteos en el mismo laboratorio. A un nivel superior a 4 μm, por ejemplo, el empleo de dilución para enmascarar la contribución de partículas blandas resultó en una reducción de hasta un código ISO. Utilizando un contador de partículas de un segundo fabricante resultó en una reducción adicional de hasta tres códigos ISO adicionales.

La limpieza también puede variar significativamente cuando la realizan diferentes laboratorios que utilizan la misma tecnología y método. La Figura 9 compara los códigos de limpieza ISO para cinco muestras contadas usando la misma técnica (extinción ligera con dilución) en tres laboratorios. Hay varias cosas para Nota. En primer lugar, la limpieza informada varía hasta en dos códigos ISO para muestras que se tomaron del mismo fluido a granel y se analizaron con el mismo método. En segundo lugar, ninguno de los tres laboratorios fue uniformemente más alto o más bajo que los demás; la variación parece ser el resultado de la variación de la prueba en lugar de las capacidades del laboratorio. Por último, estos resultados son comparables a los resultados del Direct Imaging Counter 1 (DI-1) con y sin dilución. La similitud en los resultados de los contadores DI y LE no es sorprendente. La mayoría de los contadores de imágenes directas solo discriminan entre partículas duras y blandas que tienen un tamaño superior a 20 μm. Dado que estas muestras eran todos productos nuevos, hay poco desgaste u otras partículas grandes, lo que minimiza el impacto de la tecnología de imágenes directas en la limpieza detectada.

Dado que los métodos ópticos están fuertemente influenciados por la interferencia de los aditivos, los recuentos de partículas al microscopio (ISO 4407) proporcionan una buena medida de los contaminantes sólidos en una muestra. Dado que los recuentos miden solo los objetos capturados en un parche de filtro (0,8 μm), los aditivos u otras partículas blandas los afectan mínimamente. La extinción de la luz y los resultados de imágenes directas discutidos anteriormente se presentan en la Figura 10 junto con los resultados de los recuentos de partículas del microscopio para las mismas muestras.

Direct Imaging Counter-2 (DI-2) parece ser el más eficaz para mitigar el impacto de las partículas blandas en la limpieza detectada y no varía significativamente del contorno de los recuentos del microscopio. Sin embargo, los recuentos de partículas restantes se desvían de los recuentos del microscopio hasta en 8 códigos ISO en el nivel de $>4 \mu\text{m}$. También es importante tener en cuenta que la magnitud de la disparidad entre el microscopio y el recuento de partículas ópticas se correlaciona bien con la cantidad de aditivo en los productos respectivos. El aceite base y el aceite de turbina, por ejemplo, tienen la menor variación y están formulados con $0 - < 2 \%$ de aditivo, mientras que los aceites de motor de servicio pesado pueden formularse con más del 20% de aditivo y tienen la mayor disparidad.

La cantidad de variación que existe en las medidas de limpieza puede ser frustrante para muchos usuarios. Determinar qué metodología es la "correcta" puede ser muy subjetivo y requiere un equilibrio entre el tiempo de respuesta, el costo y el propósito. Para la mayoría de los usuarios, el análisis de conteo de partículas brindará el mayor beneficio cuando los resultados se obtengan de manera uniforme desde una ubicación uniforme, y se analicen utilizando la misma técnica en el mismo laboratorio (para obtener más información sobre el análisis de tendencias, consulte la norma ASTM D7669 [11]).

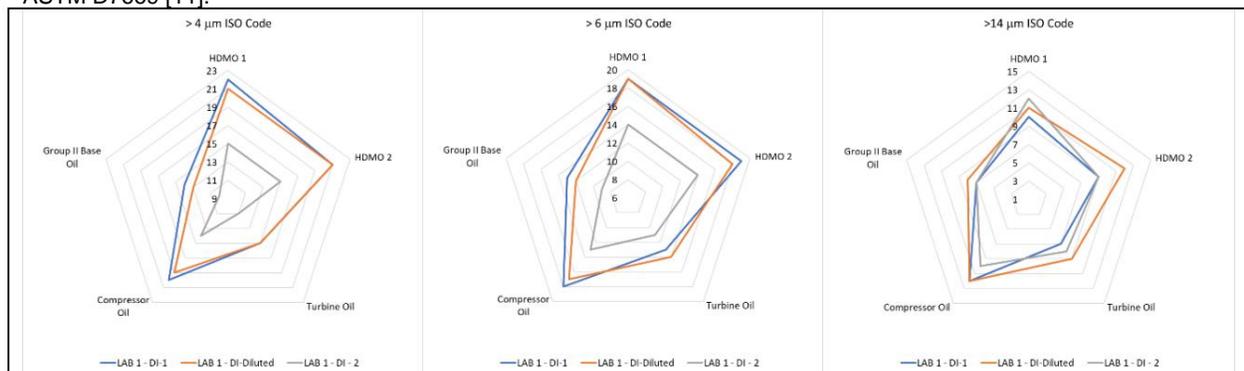


Figura 8: Comparación de los resultados de limpieza del lubricante para cinco lubricantes utilizando contadores de partículas de imágenes directas de dos fabricantes, DI-1 y DI-2. También se realizaron análisis con el contador de partículas DI-1 usando dilución de muestra para enmascarar la contribución de partículas blandas. DI-2 informó que la limpieza fue significativamente mejor para tamaños >4 y $>6 \mu\text{m}$, que la informada por DI-1.

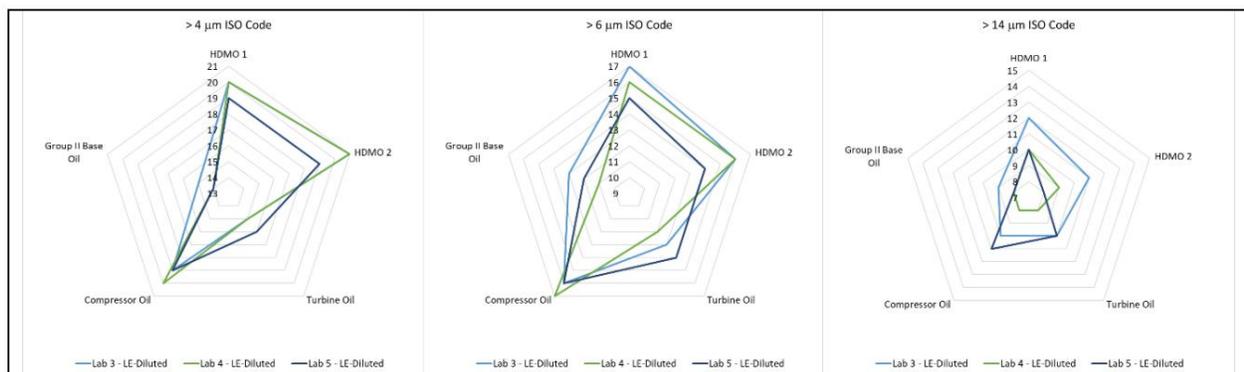


Figura 9: Comparación de las mediciones de limpieza de cinco lubricantes usando contadores de partículas de extinción ligera con dilución (ASTM D7647). La limpieza medida con la misma técnica varió hasta en dos códigos ISO en los tres laboratorios.

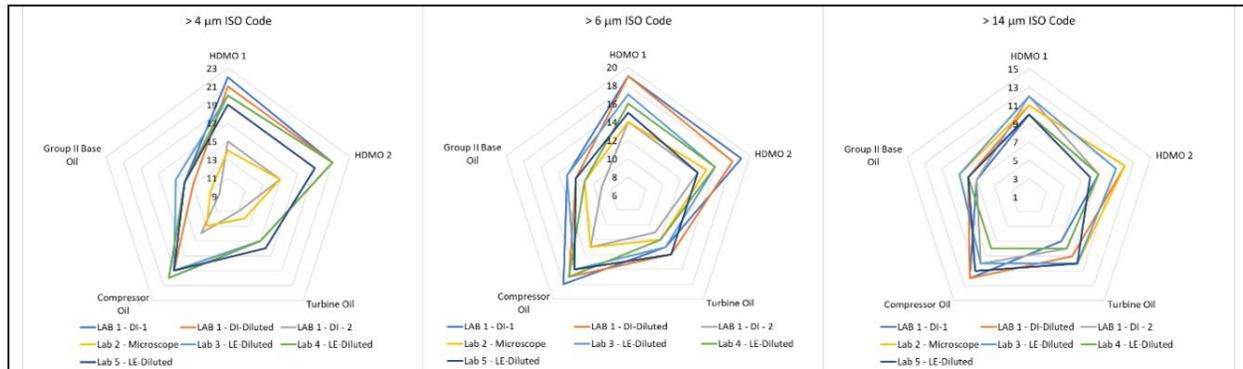


Figura 10: Comparación de las medidas de limpieza del lubricante con la limpieza del lubricante medida por examen microscópico (ISO 4407). Los conteos de partículas en el microscopio son más resistentes a la interferencia del aditivo y generalmente se consideran la medida más confiable de contaminación por partículas duras. La limpieza medida por DI-2 fue consistente con los recuentos por microscopio, lo que indica que, entre los contadores ópticos, fueron los menos afectados por la interferencia del aditivo.

Nota: ISO 4406 especifica que los recuentos de partículas en el microscopio deben informarse en los rangos de tamaño $> 5 \mu m$ y $> 15 \mu m$. En las parcelas por encima de la $> 15 \mu m$ El código ISO para los recuentos del microscopio se presenta en las parcelas de $> 4 \mu m$ y $> 6 \mu m$, mientras que el $> 15 \mu m$ El código m se presenta en el $> 14 \mu m$ parcela $> 5 m$.

Trascendencia

Cada vez es más conocido que el aceite limpio es un paso crítico en el proceso para maximizar vida útil del equipo y muchos usuarios ahora filtran el aceite antes de usarlo. Se ha dicho que no podemos mejorar lo que no podemos medir. Si bien ese es el caso de la limpieza del lubricante, medirla no siempre es sencillo.

Existen estándares para el conteo de partículas y la calibración de instrumentos, pero es común obtener diferentes resultados de limpieza para la misma muestra de diferentes laboratorios, diferentes instrumentos de conteo de partículas o incluso el mismo laboratorio y equipo. Hay muchos factores que contribuyen a la variación del conteo de partículas, incluida la recolección de muestras, la preparación de muestras y el método de prueba. Incluso la formulación del lubricante puede desempeñar un papel, ya que algunas tecnologías y/o instrumentos son más sensibles a la interferencia de los aditivos.

Se debe tener cuidado para garantizar que los resultados de la limpieza se entiendan bien antes de tomar medidas correctivas. La filtración es la acción más común que se realiza para lograr o restaurar la limpieza del lubricante. Sin embargo, algunos aditivos pueden eliminarse mediante filtración y esto puede afectar negativamente su desempeño en la aplicación. Además, cuando se agrega a la ecuación el riesgo de contaminación por el manejo innecesario del lubricante, la filtración es una propuesta potencialmente costosa que no debe tomarse a la ligera.

- [1] Noria Corporation, "Recuento de partículas - Análisis de aceite 101", Pract. anal de aceite Mag., 2002.
- [2] Noria Corporation, "La verdad sobre los contadores de partículas", *Practicing Oil Analysis Magazine*, julio 2002.

- [3] JE Tucker, J. Reintjes, MD Duncan, TL McClelland, LL Tankersley, A. Schultz, C. Lu, PL Howard, T. Sebok, C. Holloway y S. Fockler, "LaserNet Fines Optical Oil Debris Monitor", en *la Conferencia Internacional de Monitoreo de Condición del Programa Conjunto de Análisis de Aceite*, 1998.
- [4] ASTM International, "ASTM D7596-14 Standard Test Method for Automatic Particle Counting and Clasificación de la forma de las partículas de los aceites mediante un probador integrado de imágenes directas", West Conshohocken, PA, 2014.
- [5] PW Michael, TS Wanke, M. a. McCambridge, S. Tung, B. Kinker, M. Woydt y SW Dean, "Efectos de aceite base y aditivos en contadores automáticos de partículas", *J. ASTM Int.*, vol. 4, núm. 4, 2007.
- [6] PW Michael, Benz oil y TS Wanke, "Fluido hidráulico limpio quirúrgicamente: un estudio de caso", en *International Fluid Power Exposition and Technical Conference*, 1996.
- [7] J. Sander, S. Mauritz, T. Smith, J. Turner y S. Courtney, "Los efectos de los ingredientes de los lubricantes en la limpieza del aceite hidráulico nuevo", *J. ASTM Int.*, vol. 6, núm. 1, 2009.
- [8] Lubricantes certificados ISOCLENA de Chevron, "Boletín técnico: Impactos de la filtración en el rendimiento de nuevos lubricantes", Richmond, CA, 2021 [9] ASTM International, "ASTM D7647-10 Método de prueba estándar para el conteo automático de partículas de Fluidos lubricantes e hidráulicos que utilizan técnicas de dilución para eliminar la contribución de agua y partículas blandas que interfieren mediante extinción lumínica", West Conshohocken, PA, 2018.
- [10] Soluciones de filtración de Rocky Mountain, "Guía de comparación de limpieza de fluidos", Commerce City, CO
- [11] ASTM International, "Guía estándar ASTM D7669-15 para datos prácticos sobre las condiciones de los lubricantes Análisis de tendencias", West Conshohocken, PA, 2015.