



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA

innovazione e ricerca

Applicazione dei dati di precisione dei metodi di prova alle specifiche

Andrea Gallonzelli

Riunione Plenaria Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti

Virtual Meeting - 14 giugno 2022



Principali norme di riferimento utilizzate nel settore dei prodotti petroliferi, lubrificanti e affini:

ISO 4259-2:2017, *Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to methods of test (+ Amd 1:2019)*

IP 367-2/17, *Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to methods of test*

ASTM D3244-21a, *Standard Practice for Utilization of Test Data to Determine Conformance with Specifications*



Esempio 1

- Olio motore SAE 30
- Specifica SAE J300, *Engine Oil Viscosity Classification*, Aprile 2021
- Viscosità cinematica a 100 °C
 - Limite min: 9,3 mm²/s Limite max: <12,5 mm²/s
- Precisione metodo ASTM D445-21e1
 - Viscosimetri manuali (per strumenti automatizzati/automatici la precisione non è peggiore)
 - R = 1,38 %
- ISO 4259-2:2017 + Amd 1:2019
 - $L_{\max} - L_{\min} \geq 2R_{L_{\max}} + 2R_{L_{\min}}$
 - $3,2 > 0,6$
 - Il metodo è adeguato!



Esempio 2

- Olio motore XYZ
- Specifica ABC
- Viscosità cinematica a 100 °C
 - Limite min: 9,6 mm²/s Limite max: 10,0 mm²/s
- Precisione metodo ASTM D445-21e1
 - Viscosimetri manuali (per strumenti automatizzati/automatici la precisione non è peggiore)
 - R = 1,38 %
- ISO 4259-2:2017 + Amd 1:2019
 - $L_{\max} - L_{\min} \geq 2R_{L_{\max}} + 2R_{L_{\min}}$
 - 0,4 < 0,54 (!)
 - Possibili soluzioni: ampliare i limiti di specifica per adattarli alla precisione del metodo, migliorare la precisione del metodo, adottare un metodo alternativo con una precisione migliore, ecc.



- **Limite di specifica** (*Specification Limit, S*): limite superiore o inferiore dei valori consentiti di una proprietà
- **Limite di accettazione** (*Acceptance Limit, AL*): limite superiore o inferiore del valore permesso di una quantità misurata
 - È un valore che tiene conto del limite di specifica, della precisione del metodo di prova e della probabilità desiderata di dichiarare la conformità alla specifica quando il valore vero (*true value*) della proprietà coincide con il limite di specifica
- **Valore di prova assegnato** (*Assigned Test Value, ATV*): media dei risultati ottenuti da diversi laboratori ritenuti accettabili sulla base dei dati di precisione del metodo
- **Rischio del fornitore** (*supplier's risk*): probabilità di rifiutare un prodotto che soddisfa la specifica
- **Rischio del ricevente** (*receiver's risk*): probabilità di accettare un prodotto che non soddisfa la specifica



- Per ragioni pratiche collegate alle caratteristiche del prodotto o all'uso a cui è destinato, è possibile definire due tipologie di specifiche in funzione della loro criticità:
 - **Specifiche critiche:** specifiche per le quali è necessario un alto livello di garanzia che la qualità sia uguale o superiore al livello indicato
 - **Specifiche non critiche:** specifiche per le quali è sufficiente che la qualità non sia sostanzialmente inferiore al livello indicato
- Il **grado di criticità** (P) di una specifica è definito come la probabilità massima (rischio) che si assume il ricevente di accettare un prodotto che non rispetta la specifica
 - Specifiche critiche: $P < 0,500$ (es. 0,050)
 - Specifiche non critiche: $P \geq 0,500$ (es. 0,950)
 - Se $P = 0,500$ (rischio condiviso): Limite di accettazione (AL) = Limite di specifica (S)



- Il **grado di criticità** è oggetto di **accordo tra fornitore e ricevente** e costituisce, insieme ai valori limite ed al metodo di prova, parte integrante delle specifiche
- I laboratori partecipanti alla disputa devono fornire evidenza della propria **competenza** (attività di assicurazione della validità dei risultati: verifica *site precision*, partecipazione *PTP*, ecc.)
- Se necessario, è possibile di coinvolgere un **terzo laboratorio** (*Referee Laboratory*), che deve essere neutrale, esperto ed accettato da entrambe le parti



- Per una data proprietà, il valore AL è uguale al valore di specifica (S) più un termine che riflette la probabilità di una differenza tra il valore vero (che coincide con S) e il valore osservato:

$$AL = S + \frac{\sigma D}{\sqrt{N}}$$

σ = scarto tipo di riproducibilità ($R = 2,77 \sigma \rightarrow \sigma = R / 2,77 = 0,361 R$)

D = deviazione tra il valore misurato e il valore vero per una probabilità specificata

N = numero di laboratori i cui risultati vengono utilizzati per il calcolo di ATV

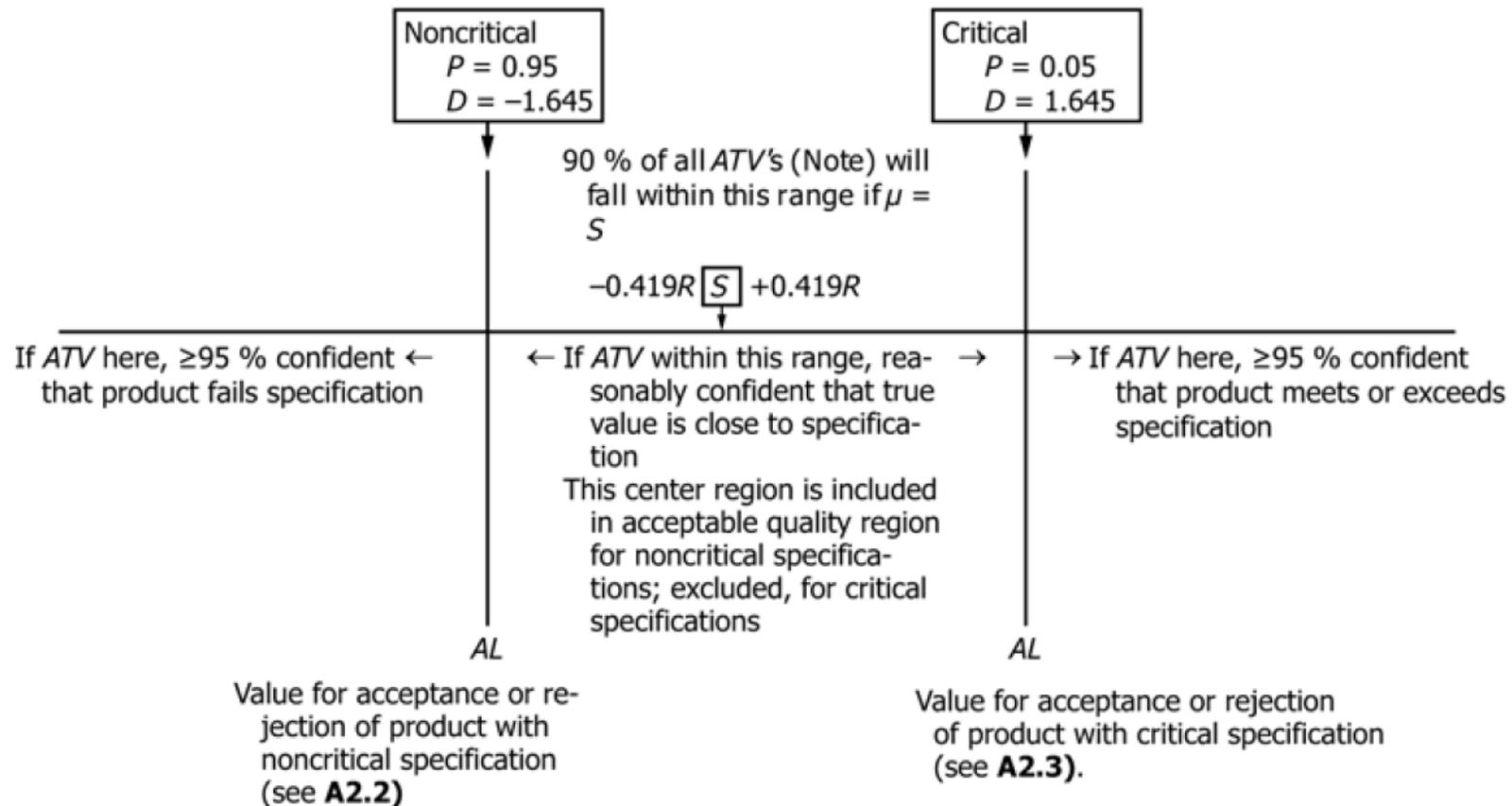
- Nel caso in cui ATV è la media di due risultati ottenuti da due laboratori ($N = 2$): $AL = S + 0,255 R D$
- Se è disponibile il risultato di un solo laboratorio ($N = 1$): $AL = S + 0,361 R D$
- Nel caso di un limite doppio (minimo e massimo), è necessario calcolare due valori AL (uno per ciascun limite)
- Ove necessario, il valore di R può essere corretto per il numero di repliche



	Probability (<i>P</i>) of Acceptance if true value (μ) is exactly at <i>S</i>	$D = (AL - S) / 0.255 R$		Supplier's Risk
		Maximum Specification Limit = <i>S</i>	Minimum Specification Limit = <i>S</i>	Probability (<i>P</i>) of Rejection if true value (μ) is exactly at <i>S</i>
Critical Spec Region	0.001	-3.090	3.090	0.999
	0.005	-2.576	2.576	0.995
	0.010	-2.326	2.326	0.990
	0.025	-1.960	1.960	0.975
	0.050	-1.645	1.645	0.950
	0.100	-1.282	1.282	0.900
	0.150	-1.036	1.036	0.850
	0.200	-0.842	0.842	0.800
	0.300	-0.524	0.524	0.700
Noncritical Spec Region	0.500	0.000	0.000	0.500
	0.700	0.524	-0.524	0.300
	0.800	0.842	-0.842	0.200
	0.850	1.036	-1.036	0.150
	0.900	1.282	-1.282	0.100
	0.950	1.645	-1.645	0.050
	0.975	1.960	-1.960	0.025
	0.990	2.326	-2.326	0.010
	0.995	2.576	-2.576	0.005
0.999	3.090	-3.090	0.001	



- Esempio: limite inferiore





- Due risultati indipendenti (uno per ciascun laboratorio), X_R e X_S
 - Se $|X_R - X_S| \leq R \rightarrow ATV = (X_R + X_S)/2$
 - Se $|X_R - X_S| > R \rightarrow$ scartare entrambi i risultati
- Ottenere due nuovi risultati, X_R' e X_S'
 - Se $|X_R' - X_S'| \leq R \rightarrow ATV = (X_R' + X_S')/2$
 - Se $|X_R' - X_S'| > R \rightarrow$ coinvolgere un terzo laboratorio
- Ottenere un risultato da un terzo laboratorio, X_{RL}
 - Se $|X_{max} - X_{min}| \leq 1,2 R \rightarrow ATV = (X_R' + X_S' + X_{RL})/3$
 - Se $|X_{max} - X_{min}| > 1,2 R \rightarrow$ calcolare ATV utilizzando i due risultati più vicini
- Il prodotto è conforme se:
 - Limite massimo: $ATV \leq AL$
 - Limite minimo: $ATV \geq AL$



Esempio 3

- Olio motore SAE 5W-X
- Specifica SAE J300, *Engine Oil Viscosity Classification*, Aprile 2021
- Viscosità CCS
 - Specifica non critica ($P = 0,950$)
 - Limite max: 6600 mPa s @ -30 °C
- Precisione metodo ASTM D5293-20
 - *Constant Cooling Instruments*
 - $R = 7,3 \%$
- $AL = 6600 + 0,255 \cdot (0,073 \cdot 6600) \cdot 1,645 = 6802 \text{ mPa s}$
- $X_S = 6550 \text{ mPa s}$ $X_R = 6750 \text{ mPa s}$ $|X_R - X_S| = 200 \text{ mPa s}$
- $R = 0,073 \cdot (6550 + 6750) / 2 = 485 \text{ mPa s}$ $|X_R - X_S| \leq R \rightarrow$ I risultati sono coerenti
- $ATV = (6550 + 6750) / 2 = 6650 \text{ mPa s}$ $ATV \leq AL \rightarrow$ Il prodotto è conforme



Esempio 4

- Olio motore SAE 5W-30
- Specifica SAE J300, *Engine Oil Viscosity Classification*, Aprile 2021
- Viscosità cinematica a 100 °C
 - Specifica critica ($P = 0,050$)
 - Limite min: $9,3 \text{ mm}^2/\text{s}$ Limite max: $<12,5 \text{ mm}^2/\text{s}$
- Precisione metodo ASTM D445-21e1
 - Viscosimetri manuali (per strumenti automatizzati/automatici la precisione non è peggiore)
 - $R = 1,38 \%$
- $AL_{min} = 9,354 \text{ mm}^2/\text{s}$ $AL_{max} = 12,43 \text{ mm}^2/\text{s}$
- $X_S = 9,400 \text{ mm}^2/\text{s}$ $X_R = 9,320 \text{ mm}^2/\text{s}$ $|X_R - X_S| = 0,080 \text{ mm}^2/\text{s}$
- $R = 0,129 \text{ mm}^2/\text{s}$ $|X_R - X_S| \leq R \rightarrow$ I risultati sono coerenti
- $ATV = 9,360 \text{ mm}^2/\text{s}$ $AL_{min} \leq ATV \leq AL_{max} \rightarrow$ Il prodotto è conforme



Esempio 5

- Olio motore SAE 5W-30
- Specifica SAE J300, *Engine Oil Viscosity Classification*, Aprile 2021
- Viscosità cinematica a 100 °C
 - Specifica critica ($P = 0,025$)
 - Limite min: $9,3 \text{ mm}^2/\text{s}$ Limite max: $<12,5 \text{ mm}^2/\text{s}$
- Precisione metodo ASTM D445-21e1
 - Viscosimetri manuali (per strumenti automatizzati/automatici la precisione non è peggiore)
 - $R = 1,38 \%$
- $AL_{min} = 9,364 \text{ mm}^2/\text{s}$ $AL_{max} = 12,41 \text{ mm}^2/\text{s}$
- $X_S = 9,400 \text{ mm}^2/\text{s}$ $X_R = 9,320 \text{ mm}^2/\text{s}$ $|X_R - X_S| = 0,080 \text{ mm}^2/\text{s}$
- $R = 0,129 \text{ mm}^2/\text{s}$ $|X_R - X_S| \leq R \rightarrow$ I risultati sono coerenti
- $ATV = 9,360 \text{ mm}^2/\text{s}$ $ATV < AL_{min} \rightarrow$ Il prodotto non è conforme



Esempio 6

- Olio motore XYZ
- Specifica ABC
- TBN
 - Specifica critica ($P = 0,050$)
 - Limite min: 10 mg KOH/g
- Precisione metodo ASTM D2896-21
 - Procedura A
 - $R = 7\%$

- $AL = 10,3$ mg KOH/g

- $X_S = 10,5$ mg KOH/g

- $R = 0,7$ mg KOH/g

- $ATV = 10,2$ mg KOH/g

$$X_R = 9,9 \text{ mg KOH/g}$$

$$|X_R - X_S| = 0,6 \text{ mg KOH/g}$$

$$|X_R - X_S| \leq R \rightarrow \text{I risultati sono coerenti}$$

$$ATV < AL \rightarrow \text{Il prodotto non è conforme}$$



Esempio 7

- Olio motore XYZ
- Specifica ABC
- Perdita per evaporazione - Noack test
 - Specifica critica ($P = 0,050$)
 - Limite max: 10 %
- Precisione metodo CEC L-40-93 (2016)
 - $R = 0,33 + 0,058 X$
- $AL = S + 0,361 \cdot R \cdot D = 10 + 0,361 \cdot (0,33 + 0,058 \cdot 10) \cdot (-1,645) = 9,4 \%$
- $X_S = 9,3 \%$
- $X_S \leq AL \rightarrow$ Il prodotto è conforme



- *ISO 4259-2:2017, Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to methods of test (+ Amd 1:2019)*
- *IP 367-2/17, Petroleum and related products - Precision of measurement methods and results - Part 2: Interpretation and application of precision data in relation to methods of test*
- *ASTM D3244-21a, Standard Practice for Utilization of Test Data to Determine Conformance with Specifications*
- *JCGM 106:2012, Evaluation of measurement data - The role of measurement uncertainty in conformity assessment*
- *ISO 10576-1:2003, Statistical methods - Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements - Part 1: General principles (under revision)*
- *ISO 14253-1:2017, Geometrical product specifications (GPS) - Inspection by measurement of workpieces and measuring equipment - Part 1: Decision rules for verifying conformity or nonconformity with specifications*
- *ASME B89.7.3.1-2001(R2019), Guidelines for Decision Rules: Considering Measurement Uncertainty in Determining Conformance to Specifications*
- *EURACHEM/CITAC Guide: Use of uncertainty information in compliance assessment, 2021*
- *ILAC-G8:09/2019, Guidelines on Decision Rules and Statements of Conformity*



Grazie per l'attenzione