

INNOVHUB

STAZIONI SPERIMENTALI PER L'INDUSTRIA

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Davide Faedo - Andrea Gallonzelli

Milano, 14 marzo 2018

Prove valutative interlaboratorio (PT, Proficiency tests)

COSA
SONO

- Valutazione indipendente e periodica delle prestazioni tecniche di un laboratorio per assicurare la qualità dei risultati di prova
- La partecipazione a PT con frequenza ridotta/non regolare garantisce la sola competenza del laboratorio ad eseguire la prova

PERCHE'
PARTECIPARE



RT-24 (Prove valutative)

Al fine di dimostrare la propria competenza tecnica i laboratori **devono** partecipare ad un numero sufficiente di confronti interlaboratorio...La partecipazione ai confronti interlaboratorio, ove applicabile, deve coprire tutte le prove oggetto di accreditamento...

PERCHE'
SCEGLIERE
PT
ACCREDITATI



RT-08 (Prescrizioni per l'accREDITAMENTO dei laboratori di prova)

Il laboratorio deve, ove possibile, rivolgersi ad organizzazioni di confronti interlaboratorio che operino in conformità alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043 (organizzazioni accreditate oppure che dichiarino di operare in conformità alla suddetta norma).

Accreditamento secondo la UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010

ISO 17043: *Valutazione della conformità - Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio*

Principali
requisiti
tecnici

Personale

Pianificazione

Piano
statistico

Omogeneità e
stabilità

Registrazione
dei dati

Valutazione
delle
prestazioni

Comunicazioni
ai partecipanti

Rapporti di
prova

Riservatezza

Accreditamento secondo la UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010

ISO 17043: Valutazione della conformità - Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio

Requisiti tecnici

Lo sviluppo e l'esecuzione di schemi di prove valutative interlaboratorio devono essere gestiti da organizzatori (di prove valutative interlaboratorio) che abbiano la competenza necessaria per effettuare confronti interlaboratorio ed abbiano accesso a **competenze adeguate** per lo specifico tipo di oggetti delle prove valutative interlaboratorio. Gli organizzatori di prove valutative interlaboratorio, o i loro subappaltatori, devono essere **competenti nella misurazione** delle proprietà da determinare.

Preparazione degli oggetti delle prove valutative interlaboratorio

Devono essere definiti i criteri per assicurare **omogeneità e stabilità** adeguate ed essi devono essere basati sull'effetto che la disomogeneità ed instabilità potrebbero avere sulla valutazione delle prestazioni dei partecipanti.

Accreditamento secondo la UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010

ISO 17043: Valutazione della conformità - Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio

Pianificazione dello schema delle prove valutative

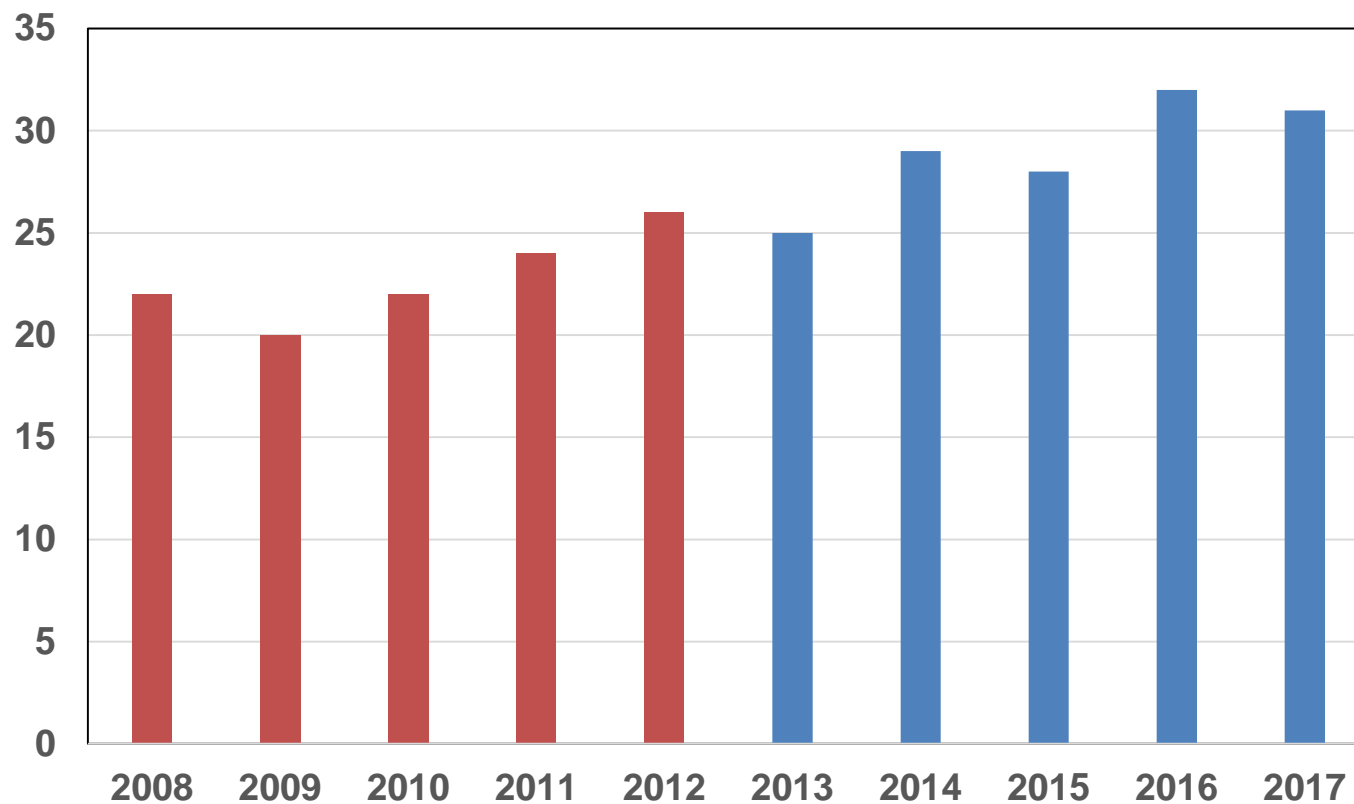
L'organizzatore delle prove valutative interlaboratorio deve avere accesso alla competenza ed esperienza tecnica necessarie nel relativo settore di prova, taratura, campionamento o ispezione, così come per la statistica. Questo si può ottenere, se necessario, stabilendo un gruppo di consulenti.

↓
Gruppo di Esperti della prova LUBE-PIPL

- *Coordinatore*: Davide Faedo (Innovhub-SSI)
- *Vice-coordinatore, esperto statistico*: Andrea Gallonzelli (Innovhub-SSI)
- Valeria Chiardola (Petronas Lubricants Italy)
- Paolo Muscetta (Eni)
- Patrizia Ruggieri (Eni)
- Maura Sala (Innovhub-SSI)

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

PIPL - numero di iscritti



Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Iscritti					
Materiale	2013	2014	2015	2016	2017
Olio motore	18	23	23	25	23
Olio idraulico	23	27	26	27	29
Grasso lubrificante	8	9	7	7	8

Partecipanti		
Materiale	PIPL-31	PIPL-32
Olio motore	91%	96%
Olio idraulico	93%	93%
Grasso lubrificante	100%	100%

Elaborazione statistica dei risultati e valutazione della prestazione dei laboratori

- Eliminazione dei risultati affetti da errori grossolani ovvi (*obvious blunders*)
- Valutazione della distribuzione dei risultati
- Elaborazione statistica dei risultati (Analisi robusta - Algoritmo A)
- Determinazione del valore assegnato (x_{pt}) e della sua incertezza ($u(x_{pt})$)
- Determinazione dello scarto tipo assegnato (σ_{pt})
- Calcolo delle statistiche prestazionali (z score - z' score)

Valutazione della prestazione del laboratorio

$$Z_i = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

x_i valore ottenuto dal laboratorio i -esimo

x_{pt} valore assegnato: valore di consenso (media robusta)

σ_{pt} scarto tipo assegnato: scarto tipo del metodo, se disponibile/applicabile, oppure scarto tipo della prova (scarto tipo robusto)

Valutazione della prestazione del laboratorio

Se non è soddisfatta la condizione $u(x_{pt}) \leq 0,3 \sigma_{pt}$, la valutazione della prestazione viene eseguita utilizzando lo z' score:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u^2(x_{pt})}}$$

Incertezza del valore assegnato: $u(x_{pt}) = 1,25 \times s^*/\sqrt{p}$, dove s^* è lo scarto tipo robusto dei risultati utilizzati per la determinazione del valore di x_{pt} e p il numero di tali risultati

Valutazione della prestazione del laboratorio

$ z \leq 2,0$	Prestazione soddisfacente (nessun segnale)
$2,0 < z < 3,0$	Prestazione discutibile (segnale di Warning - W)
$ z \geq 3,0$	Prestazione insoddisfacente (segnale di Action - A)
$ z' \leq 2,0$	Prestazione soddisfacente (nessun segnale)
$2,0 < z' < 3,0$	Prestazione discutibile (segnale di Warning - W)
$ z' \geq 3,0$	Prestazione insoddisfacente (segnale di Action - A)

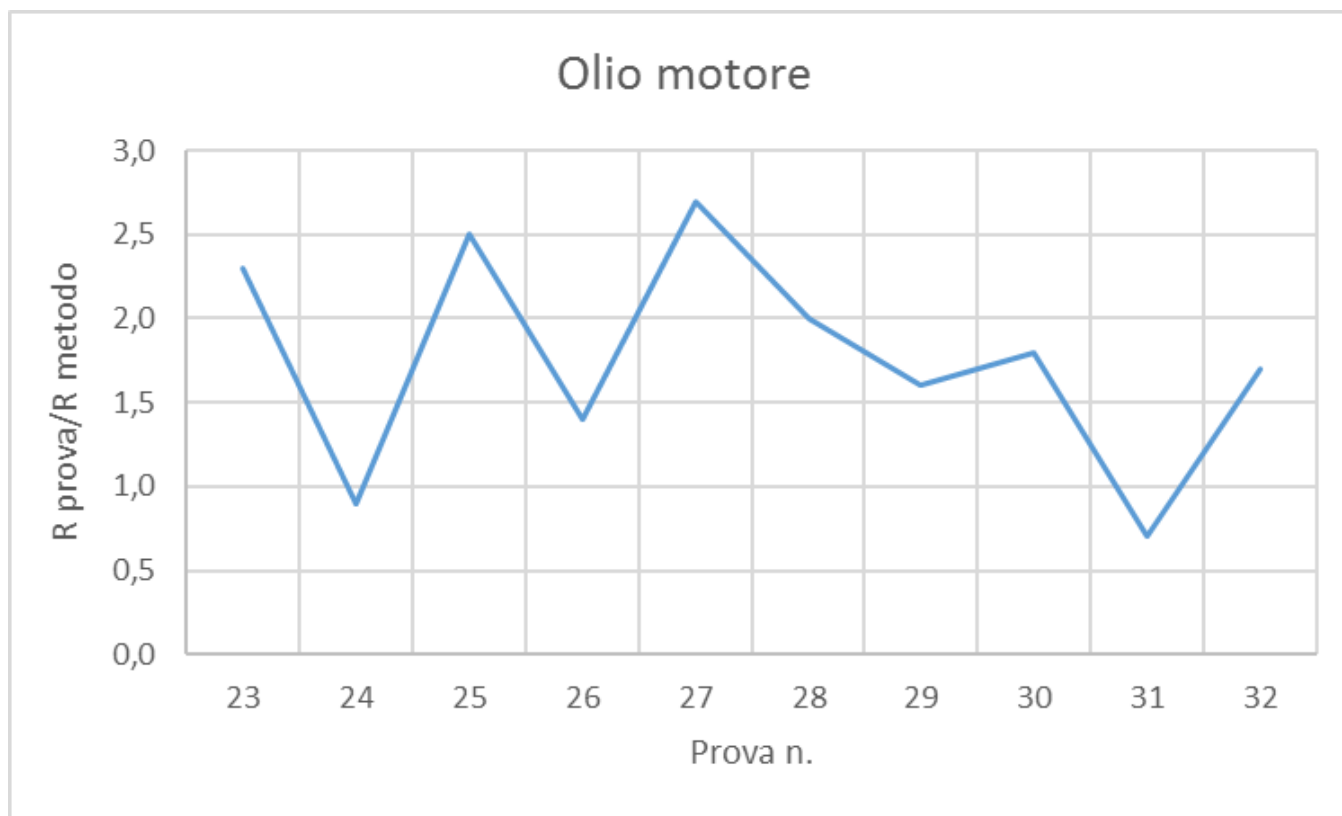
Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Massa volumica a 15 °C – ASTM D4052

Materiale	Risultati	$z \leq 2$	R prova/R metodo
OMO-PIPL-31	19	17	0,7
OID-PIPL-31	23	20	1,1
OMO-PIPL-32	20	14	1,7
OID-PIPL-32	22	18	1,2

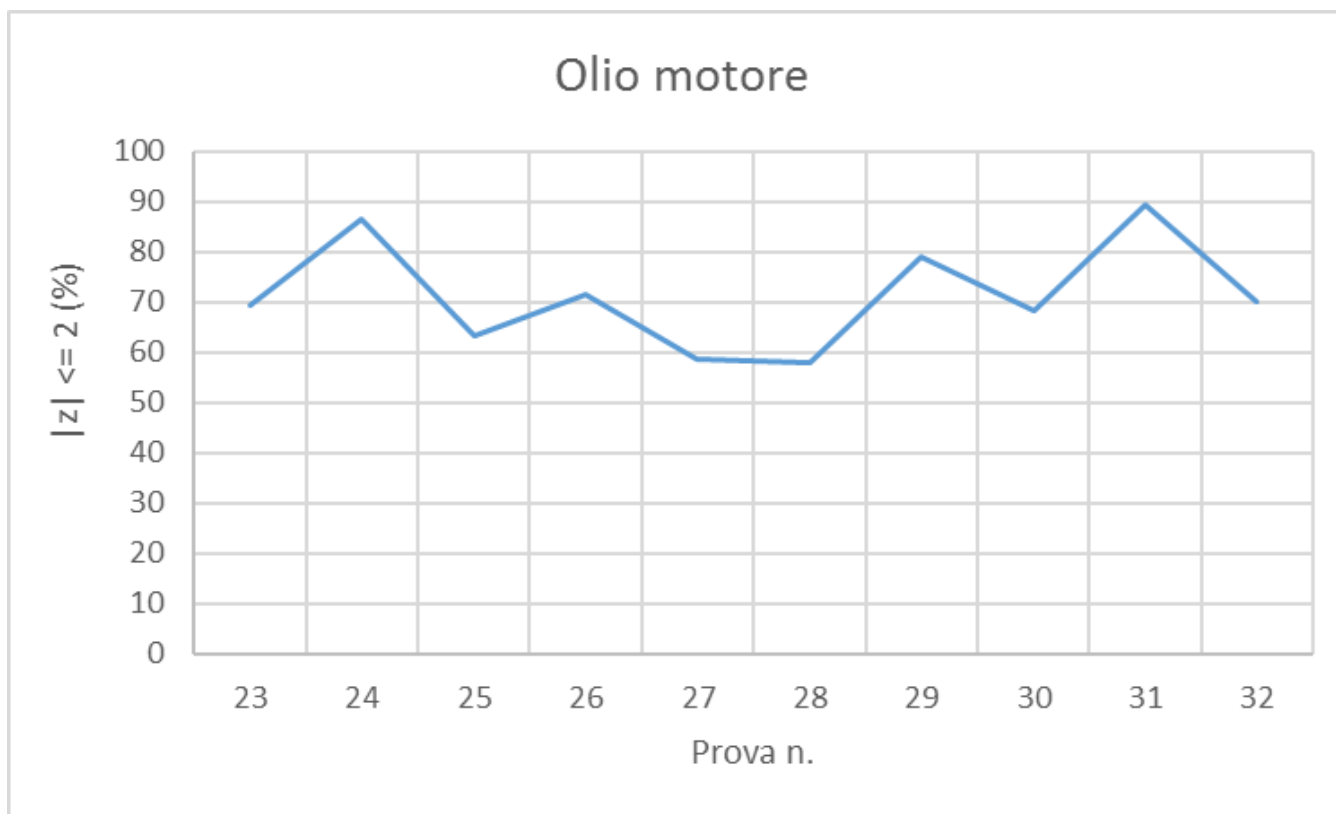
Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Massa volumica a 15 °C – ASTM D4052



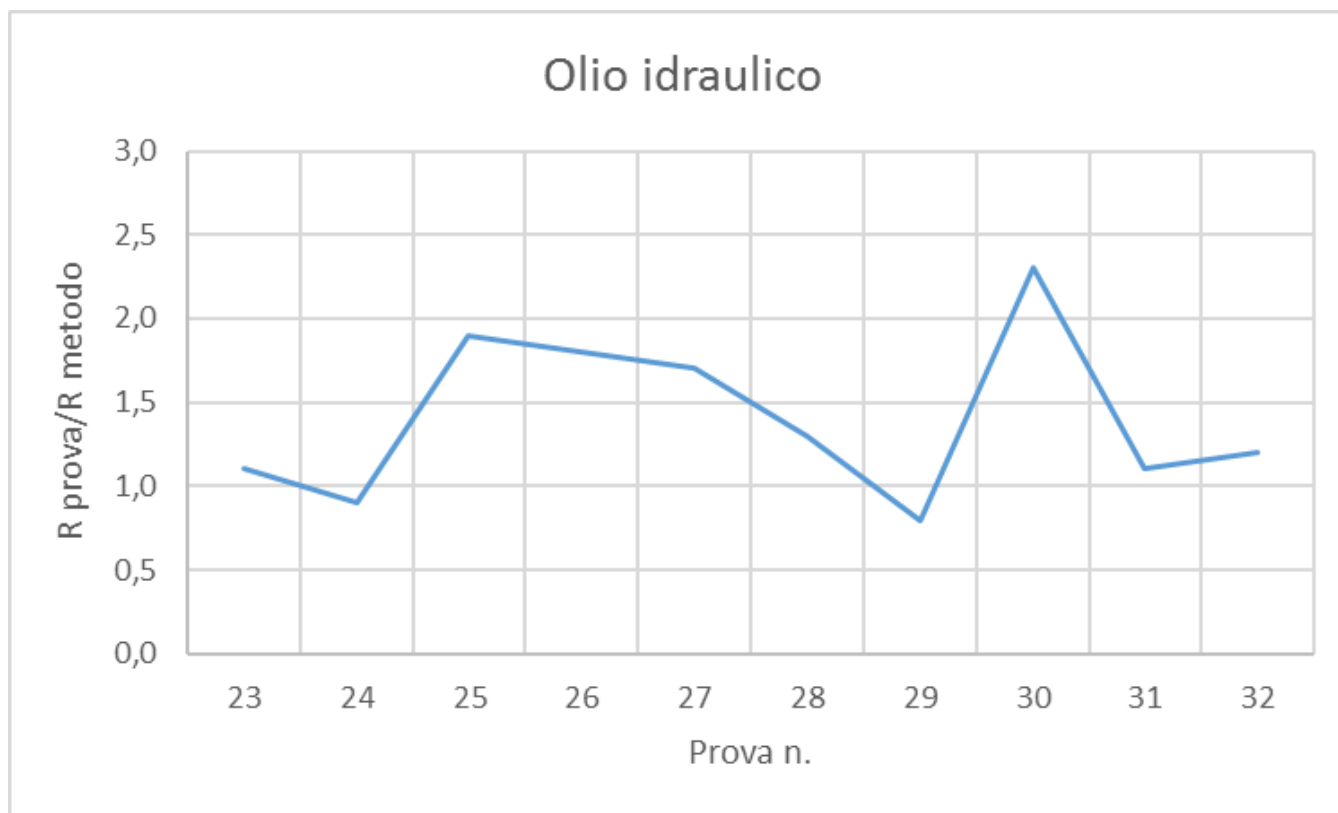
Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Massa volumica a 15 °C – ASTM D4052



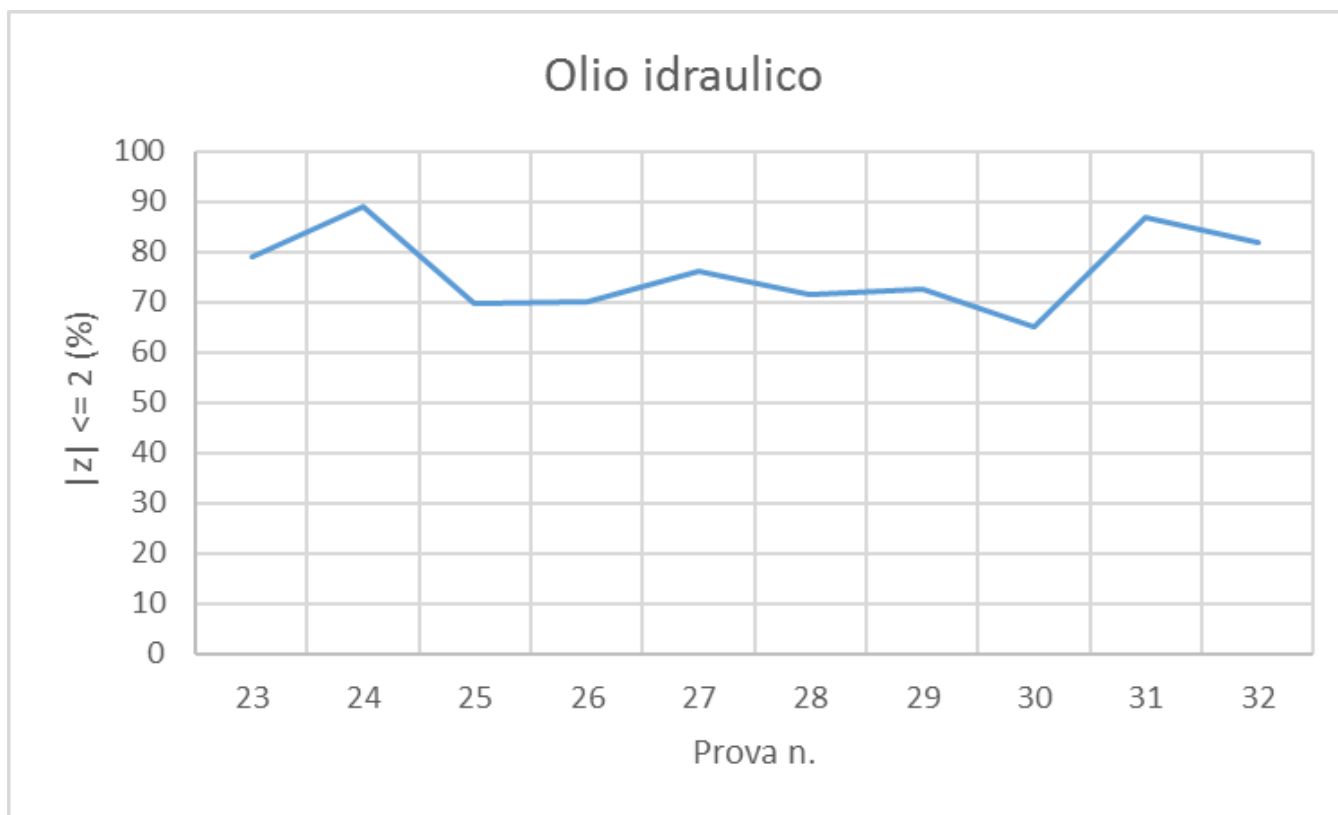
Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Massa volumica a 15 °C – ASTM D4052



Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Massa volumica a 15 °C – ASTM D4052



Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Viscosità cinematica a 40 °C – ASTM D445

Materiale	Risultati	Proc Man	Proc Aut	 z ≤ 2	R prova/R metodo
OMO-PIPL-31	21	2	18	20	0,4
OID-PIPL-31	23	5	17	22	0,6
OMO-PIPL-32	22	2	19	21	0,5
OID-PIPL-32	22	4	17	20	0,2

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Viscosità cinematica a 100 °C – ASTM D445

Materiale	Risultati	Proc Man	Proc Aut	 z ≤ 2	R prova/R metodo
OMO-PIPL-31	21	2	18	21	0,3
OID-PIPL-31	23	5	17	22	0,2
OMO-PIPL-32	22	2	19	21	0,6
OID-PIPL-32	22	4	17	20	(0,5)

ASTM D445-17a – RR: D02-1820

- La precisione indicata nel metodo è relativa alla procedura manuale
- La precisione della procedura automatica non è peggiore di quella della procedura manuale
- La precisione della procedura automatica dipende dal tipo di strumento utilizzato per la determinazione della viscosità
- I risultati delle due procedure sono equivalenti (non esiste un bias tra le due procedure)

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Punto di infiammabilità COC – ASTM D92

Materiale	Risultati	$z \leq 2$	R prova/R metodo
OMO-PIPL-31	18	18	0,9
OID-PIPL-31	21	19	0,9
OMO-PIPL-32	18	17	0,8
OID-PIPL-32	20	18	1,0

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2017

Punto di scorrimento – ASTM D97 / D6892

Metodo	Intervallo	r	R	2 σ_{pt}
D97	3 °C	6	9	6,36
D6892 *	3 °C	3,2	3,6	2,54
D6892	1 °C	1,8	2,3	1,63

* Se $u(x_{pt}) \leq 0,3 \sigma_{pt}$, la prestazione è soddisfacente ($|z| \leq 2,0$) solo se il risultato del laboratorio (x_j) è uguale al valore assegnato (x_{pt})...

Norme aggiornate nel 2017

Norme aggiornate nel 2017

- **ASTM D97-17b**, Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products
- **ASTM D217-17**, Standard Test Methods for Cone Penetration of Lubricating Grease
- **ASTM D445-17a**, Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)
- **ASTM D566-17**, Standard Test Method for Dropping Point of Lubricating Grease
- **ASTM D1298-12b(2017)**, Standard Test Method for Density, Relative Density, or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method

Norme aggiornate nel 2017

Norme aggiornate nel 2017

- **ASTM D5293-17a**, Standard Test Method for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between -10 °C and -35 °C Using Cold-Cranking Simulator
- **ASTM D6595-17**, Standard Test Method for Determination of Wear Metals and Contaminants in Used Lubricating Oils or Used Hydraulic Fluids by Rotating Disc Electrode Atomic Emission Spectrometry
- **EN ISO 2592:2017**, Petroleum and related products - Determination of flash and fire points - Cleveland open cup method
- **ISO 4406:2017**, Hydraulic fluid power - Fluids - Method for coding the level of contamination by solid particles
- **UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018**, Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e taratura

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Novità introdotte nel 2018

- Aggiunto il parametro Zolfo per il materiale Olio motore
- Tolto il metodo ASTM D4628 (AAS) per il parametro Elementi
- Tolto il parametro Acqua
- Prova 2019: distribuzione di un CRM per il parametro massa volumica?

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Novità introdotte nel 2018

- Modifica delle credenziali di accesso e della loro gestione al fine di migliorare le condizioni di riservatezza e sicurezza delle informazioni:
 - a partire dal primo ciclo 2018 il codice identificativo del laboratorio all'interno del Rapporto di Prova verrà assegnato ciclo per ciclo
 - quello attualmente in possesso dei partecipanti (PLxxx) funzionerà esclusivamente come credenziale di accesso al sito web di UNICHIM
 - a differenza della modalità finora utilizzata (secondo la quale l'iscrizione alla Prova veniva effettuata dalla Segreteria di UNICHIM), una volta ricevuta la scheda di adesione cartacea, ciascun partecipante dovrà provvedere direttamente all'iscrizione collegandosi al sito web con le stesse credenziali di accesso finora utilizzate, selezionando la funzione "Iscrizione alle Prove"

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Novità introdotte nel 2018

- il sistema gli presenterà una ricevuta di iscrizione alla Prova, nella quale comparirà il codice laboratorio assegnatogli per quel ciclo (al ciclo successivo gliene assegnerà uno diverso)
- il codice sarà del tipo: LUBE-PIPL-**nnn**-**xxxx**



numero del ciclo numero casuale

- la ricevuta deve essere stampata e conservata, in quanto tale codice costituirà l'unico elemento identificativo all'interno del Rapporto di Prova

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Materiale	PIPL-33	PIPL-34
Olio motore	X	X
Olio idraulico	X	X
Grasso lubrificante	X	X

Prova	Ricezione materiali	Trasmissione risultati	Rapporto di Prova
PIPL-33	Inizio maggio	Inizio giugno	Fine giugno
PIPL-34	Inizio ottobre	Fine ottobre	Fine novembre

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Olio motore

PARAMETRO	METODO
MASSA VOLUMICA A 15 °C	ASTM D4052 ASTM D1298
VISCOSITÀ CINEMATICA A 40 °C	ASTM D445
VISCOSITÀ CINEMATICA A 100 °C	ASTM D445
INDICE DI VISCOSITÀ	ASTM D2270
NOACK TEST	CEC L-40-93
ELEMENTI	ASTM D4951 ASTM D6595
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ CLEVELAND	ASTM D92
BASICITÀ TOTALE (BN)	ASTM D2896
PUNTO DI SCORRIMENTO	ASTM D97 ASTM D6892
VISCOSITÀ APPARENTE (CCS)	ASTM D5293
SCHIUMEGGIAMENTO (TENDENZA E STABILITÀ)	ASTM D892

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Olio idraulico

PARAMETRO	METODO
MASSA VOLUMICA A 15 °C	ASTM D4052 ASTM D1298
VISCOSITÀ CINEMATICA A 40 °C	ASTM D445
VISCOSITÀ CINEMATICA A 100 °C	ASTM D445
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ CLEVELAND	ASTM D92
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ PENSKEY-MARTENS	ASTM D93
ACIDITÀ TOTALE	ASTM D664
ELEMENTI	ASTM D4951 ASTM D6595
RILASCIO ARIA A 50 °C	ASTM D3427
DEMULSIVITÀ A 54 °C	ASTM D1401
SCHIUMEGGIAMENTO (TENDENZA E STABILITÀ)	ASTM D892
CLASSI DI CONTAMINAZIONE	ISO 4406 NAS 1638

Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2018

Grasso lubrificante

PARAMETRO	METODO
PROVA DI PENETRAZIONE AL CONO (GRASSO LAVORATO DOPO 60 D.C.)	ASTM D217
PUNTO DI GOCCIA	ASTM D566

Per ulteriori informazioni

Davide Faedo

Tel. 02 8515 3516

davide.faedo@mi.camcom.it

Andrea Gallonzelli

Tel. 02 8515 3519

andrea.gallonzelli@mi.camcom.it

www.innovhub-ssi.it