

---

# Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2015

Andrea Gallonzelli



INNOVHUB  
STAZIONI SPERIMENTALI  
PER L'INDUSTRIA  
Innovazione e ricerca



STAZIONE SPERIMENTALE  
PER I COMBUSTIBILI

Riunione Plenaria UNICHIM  
SSOG - 10 febbraio 2016

<b>Iscritti</b>			
<b>Materiale</b>	<b>2013</b>	<b>2014</b>	<b>2015</b>
Olio motore e Olio trasmissione	18	23	23
Olio idraulico	23	27	26
Grasso lubrificante	8	9	7

<b>Partecipanti</b>		
<b>Materiale</b>	<b>PIPL-27</b>	<b>PIPL-28</b>
Olio motore e Olio trasmissione	87%	100%
Olio idraulico	92%	100%
Grasso lubrificante	100%	100%



---

## Criterio di valutazione della prestazione del laboratorio

$$z\text{-score} = (x_i - X_a) / s_a$$

$x_i$       valore ottenuto dal laboratorio i-esimo

$X_a$       valore assegnato (valore di consenso dai laboratori partecipanti)

$s_a$       scarto tipo assegnato (scarto tipo del metodo, se disponibile, oppure scarto tipo della prova)

$|z| \leq 2,0$       Risultato soddisfacente (nessun segnale)

$2,0 < |z| < 3,0$       Risultato discutibile (segnale di Warning - W)

$|z| \geq 3,0$       Risultato insoddisfacente (segnale di Action - A)



---

## Criterio di accettabilità della valutazione della prestazione

Prima di procedere alla valutazione della prestazione viene calcolato il rapporto:

$$u_{Xa}^2 / s_a^2$$

$u_{Xa}$  incertezza del valore assegnato

$s_a$  scarto tipo assegnato

$$u_{Xa}^2 / s_a^2 \leq 0,2$$

lo z-score è da accettare senza riserve

$$0,2 < u_{Xa}^2 / s_a^2 \leq 0,5$$

lo z-score ha carattere puramente informativo

$$u_{Xa}^2 / s_a^2 > 0,5$$

il calcolo dello z-score non viene eseguito



---

## Criterio di accettabilità della valutazione della prestazione

Il calcolo dello z-score non viene eseguito anche quando:

- il numero di laboratori partecipanti è inferiore a 8 (\*)
- in assenza di dati di riproducibilità del metodo, lo scarto tipo della prova è maggiore del 30% della media della prova
- i risultati non possono essere elaborati per le caratteristiche della prova stessa (es. prove di schiumeggiamento dove tutti i risultati sono uguali a 0)

(\*) la valutazione della prestazione del laboratorio può essere eseguita se è disponibile un valore assegnato ricavato con un altro metodo (es. PIPL-27, olio motore, massa volumica a 15 °C, metodo ASTM D1298)



Materiale di prova	OMO-PIPL-27
Parametro di prova	Viscosità apparente (CCS) (-20 °C)
Unità di misura	mPa s
Metodo di prova	ASTM D5293
Elaborazione dati	Analisi robusta - ISO 13528:2005

Laboratori iscritti	23
Laboratori partecipanti	14
Media	4662,2
Valore minimo	4442
Valore massimo	6730
Scarto tipo	81,6
Coefficiente di variazione %	1,8
Incertezza della media	22,6
Riproducibilità della prova	230,8
Scarto tipo del metodo	120,3
Riproducibilità del metodo	340,3

Valore assegnato ( $X_a$ )	4662,2
Incertezza del valore assegnato ( $u_{X_a}$ )	22,6
Scarto tipo assegnato ( $s_a$ )	120,3
Rapporto $u_{X_a}^2/s_a^2$	0,04

A = segnale di intervento	1
W = segnale di avvertimento	0

z-score accettato senza riserva

Risultati in ordine progressivo				
Codice	Risultato	Scostamento	z-score	
PL114	4442	-220,2	-1,83	-
PL120	4559	-103,2	-0,86	-
PL116	4581	-81,2	-0,67	-
PL121	4623	-39,2	-0,33	-
PL103	4650	-12,2	-0,10	-
PL127	4655	-7,2	-0,06	-
PL115	4667	4,8	0,04	-
PL149	4692	29,8	0,25	-
PL151	4695	32,8	0,27	-
PL147	4697	34,8	0,29	-
PL126	4725	62,8	0,52	-
PL108	4740	77,8	0,65	-
PL141	4882	219,8	1,83	-
PL110	6730	2067,8	17,18	A

Codici in ordine progressivo			
Codice	Risultato	z-score	
PL103	4650	-0,10	-
PL108	4740	0,65	-
PL110	6730	17,18	A
PL114	4442	-1,83	-
PL115	4667	0,04	-
PL116	4581	-0,67	-
PL120	4559	-0,86	-
PL121	4623	-0,33	-
PL126	4725	0,52	-
PL127	4655	-0,06	-
PL141	4882	1,83	-
PL147	4697	0,29	-
PL149	4692	0,25	-
PL151	4695	0,27	-

Materiale di prova	OTR-PIPL-28
Parametro di prova	Punto di infiammabilità Cleveland
Unità di misura	°C
Metodo di prova	ASTM D92
Elaborazione dati	Analisi robusta - ISO 13528:2005

Laboratori iscritti	23
Laboratori partecipanti	20
Media	191,7
Valore minimo	154
Valore massimo	252
Scarto tipo	14,2
Coefficiente di variazione %	7,4
Incertezza della media	3,4
Riproducibilità della prova	40,0
Scarto tipo del metodo	6,4
Riproducibilità del metodo	18

Valore assegnato ( $X_a$ )	191,7
Incertezza del valore assegnato ( $u_{X_a}$ )	3,4
Scarto tipo assegnato ( $s_a$ )	6,4
Rapporto $u_{X_a}^2/s_a^2$	0,29

A = segnale di intervento	5
W = segnale di avvertimento	5

z-score riportato a titolo informativo

Risultati in ordine progressivo				
Codice	Risultato	Scostamento	z-score	
PL159	154	-37,7	-5,93	A
PL103	160	-31,7	-4,99	A
PL151	173	-18,7	-2,94	W
PL149	176	-15,7	-2,47	W
PL127	184	-7,7	-1,22	-
PL130	185	-6,7	-1,06	-
PL126	186	-5,7	-0,90	-
PL142	186	-5,7	-0,90	-
PL147	188	-3,7	-0,59	-
PL115	192	0,3	0,04	-
PL133	193	1,3	0,20	-
PL161	194	2,3	0,36	-
PL121	196	4,3	0,67	-
PL156	204	12,3	1,93	-
PL110	206	14,3	2,24	W
PL120	206	14,3	2,24	W
PL116	208	16,3	2,56	W
PL108	212	20,3	3,18	A
PL114	240	48,3	7,58	A
PL122	252	60,3	9,47	A

Codici in ordine progressivo			
Codice	Risultato	z-score	
PL103	160	-4,99	A
PL108	212	3,18	A
PL110	206	2,24	W
PL114	240	7,58	A
PL115	192	0,04	-
PL116	208	2,56	W
PL120	206	2,24	W
PL121	196	0,67	-
PL122	252	9,47	A
PL126	186	-0,90	-
PL127	184	-1,22	-
PL130	185	-1,06	-
PL133	193	0,20	-
PL142	186	-0,90	-
PL147	188	-0,59	-
PL149	176	-2,47	W
PL151	173	-2,94	W
PL156	204	1,93	-
PL159	154	-5,93	A
PL161	194	0,36	-



Materiale di prova	OID-PIPL-28
Parametro di prova	Punto di infiammabilità Cleveland
Unità di misura	°C
Metodo di prova	ASTM D92
Elaborazione dati	Analisi robusta - ISO 13528:2005

Laboratori iscritti	26
Laboratori partecipanti	21
Media	234,8
Valore minimo	228
Valore massimo	245
Scarto tipo	5,0
Coefficiente di variazione %	2,1
Incertezza della media	1,1
Riproducibilità della prova	14,2
Scarto tipo del metodo	6,4
Riproducibilità del metodo	18

Valore assegnato ( $X_a$ )	234,8
Incertezza del valore assegnato ( $u_{X_a}$ )	1,1
Scarto tipo assegnato ( $s_a$ )	6,4
Rapporto $u_{X_a}^2/s_a^2$	0,03

A = segnale di intervento	0
W = segnale di avvertimento	0

z-score accettato senza riserva	
---------------------------------	--

Risultati in ordine progressivo				
Codice	Risultato	Scostamento	z-score	
PL149	228	-6,8	-1,06	-
PL151	228	-6,8	-1,06	-
PL127	230	-4,8	-0,75	-
PL159	230	-4,8	-0,75	-
PL114	232	-2,8	-0,44	-
PL126	232	-2,8	-0,44	-
PL130	232	-2,8	-0,44	-
PL135	232	-2,8	-0,44	-
PL142	232	-2,8	-0,44	-
PL103	234	-0,8	-0,12	-
PL120	234	-0,8	-0,12	-
PL161	235	0,2	0,04	-
PL110	236	1,2	0,19	-
PL133	236	1,2	0,19	-
PL108	238	3,2	0,51	-
PL121	238	3,2	0,51	-
PL147	238	3,2	0,51	-
PL115	239	4,2	0,66	-
PL116	242	7,2	1,14	-
PL156	242	7,2	1,14	-
PL143	245	10,2	1,61	-

Codici in ordine progressivo			
Codice	Risultato	z-score	
PL103	234	-0,12	-
PL108	238	0,51	-
PL110	236	0,19	-
PL114	232	-0,44	-
PL115	239	0,66	-
PL116	242	1,14	-
PL120	234	-0,12	-
PL121	238	0,51	-
PL126	232	-0,44	-
PL127	230	-0,75	-
PL130	232	-0,44	-
PL133	236	0,19	-
PL135	232	-0,44	-
PL142	232	-0,44	-
PL143	245	1,61	-
PL147	238	0,51	-
PL149	228	-1,06	-
PL151	228	-1,06	-
PL156	242	1,14	-
PL159	230	-0,75	-
PL161	235	0,04	-





Materiale di prova	OID-PIPL-28
Parametro di prova	Punto di infiammabilità Pensky-Martens
Unità di misura	°C
Metodo di prova	ASTM D93
Elaborazione dati	Analisi robusta - ISO 13528:2005

Laboratori iscritti	26
Laboratori partecipanti	19
Media	207,85
Valore minimo	203,5
Valore massimo	222,0
Scarto tipo	2,49
Coefficiente di variazione %	1,2
Incertezza della media	0,57
Riproducibilità della prova	7,05
Scarto tipo del metodo	5,22
Riproducibilità del metodo	14,76

Valore assegnato ( $X_a$ )	207,85
Incertezza del valore assegnato ( $u_{X_a}$ )	0,57
Scarto tipo assegnato ( $s_a$ )	5,22
Rapporto $u_{X_a}^2/s_a^2$	0,01

A = segnale di intervento	0
W = segnale di avvertimento	1

z-score accettato senza riserva

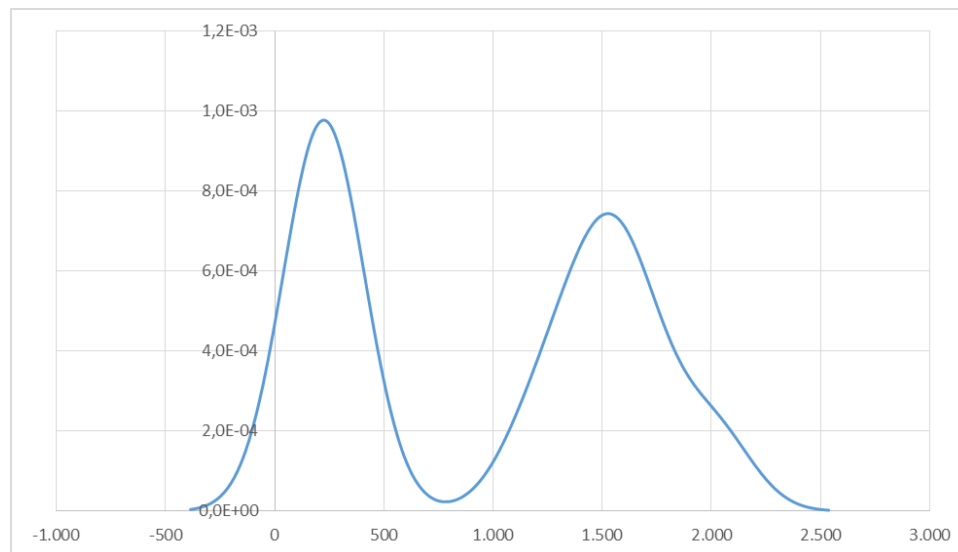
Risultati in ordine progressivo				
Codice	Risultato	Scostamento	z-score	
PL143	203,5	-4,35	-0,83	-
PL156	204,0	-3,85	-0,74	-
PL126	205,0	-2,85	-0,55	-
PL122	205,5	-2,35	-0,45	-
PL102	206,0	-1,85	-0,35	-
PL133	207,0	-0,85	-0,16	-
PL159	207,8	-0,05	-0,01	-
PL103	208,0	0,15	0,03	-
PL108	208,0	0,15	0,03	-
PL114	208,0	0,15	0,03	-
PL115	208,0	0,15	0,03	-
PL121	208,0	0,15	0,03	-
PL161	208,0	0,15	0,03	-
PL116	209,0	1,15	0,22	-
PL127	209,0	1,15	0,22	-
PL142	210,0	2,15	0,41	-
PL120	211,0	3,15	0,60	-
PL135	211,0	3,15	0,60	-
PL134	222,0	14,15	2,71	W

Codici in ordine progressivo			
Codice	Risultato	z-score	
PL102	206,0	-0,35	-
PL103	208,0	0,03	-
PL108	208,0	0,03	-
PL114	208,0	0,03	-
PL115	208,0	0,03	-
PL116	209,0	0,22	-
PL120	211,0	0,60	-
PL121	208,0	0,03	-
PL122	205,5	-0,45	-
PL126	205,0	-0,55	-
PL127	209,0	0,22	-
PL133	207,0	-0,16	-
PL134	222,0	2,71	W
PL135	211,0	0,60	-
PL142	210,0	0,41	-
PL143	203,5	-0,83	-
PL156	204,0	-0,74	-
PL159	207,8	-0,01	-
PL161	208,0	0,03	-



Materiale di prova	OTR-PIPL-28
Parametro di prova	Acqua (*)
Unità di misura	mg/kg
Metodo di prova	Metodo coulometrico
Elaborazione dati	non eseguita

Codice	Risultato	Metodo
PL127	147	ASTM D6304 - Procedura A
PL147	205	ASTM D6304 - Procedura B
PL120	222	ASTM D6304 - Procedura C
PL116	242	ASTM D6304 - Procedura A
PL126	309	ASTM D6304 - Procedura C
PL161	1204	-
PL121	1440	ASTM D6304 - Procedura A
PL142	1460	EN ISO 12937
PL159	1636	EN ISO 12937
PL156	1652	Altro Metodo
PL108	2005	ASTM D6304 - Procedura A



Materiale	Parametro	Metodo	Risultati	z-score  ≤ 2	R prova / R metodo
OMO-PIPL-27	Massa volumica a 15 °C	ASTM D4052	17	10	2,7
OID-PIPL-27	Massa volumica a 15 °C	ASTM D4052	21	16	1,7
OTR-PIPL-28	Massa volumica a 15 °C	ASTM D4052	19	11	2,0
OID-PIPL-28	Massa volumica a 15 °C	ASTM D4052	21	15	1,3

Materiale	Parametro	Metodo	Risultati	z-score  ≤ 2	R prova / R metodo
OMO-PIPL-27	Massa volumica a 15 °C	ASTM D1298	7	7	1,2
OID-PIPL-27	Massa volumica a 15 °C	ASTM D1298	7	6	0,7
OTR-PIPL-28	Massa volumica a 15 °C	ASTM D1298	10	8	1,9
OID-PIPL-28	Massa volumica a 15 °C	ASTM D1298	10	7	1,6



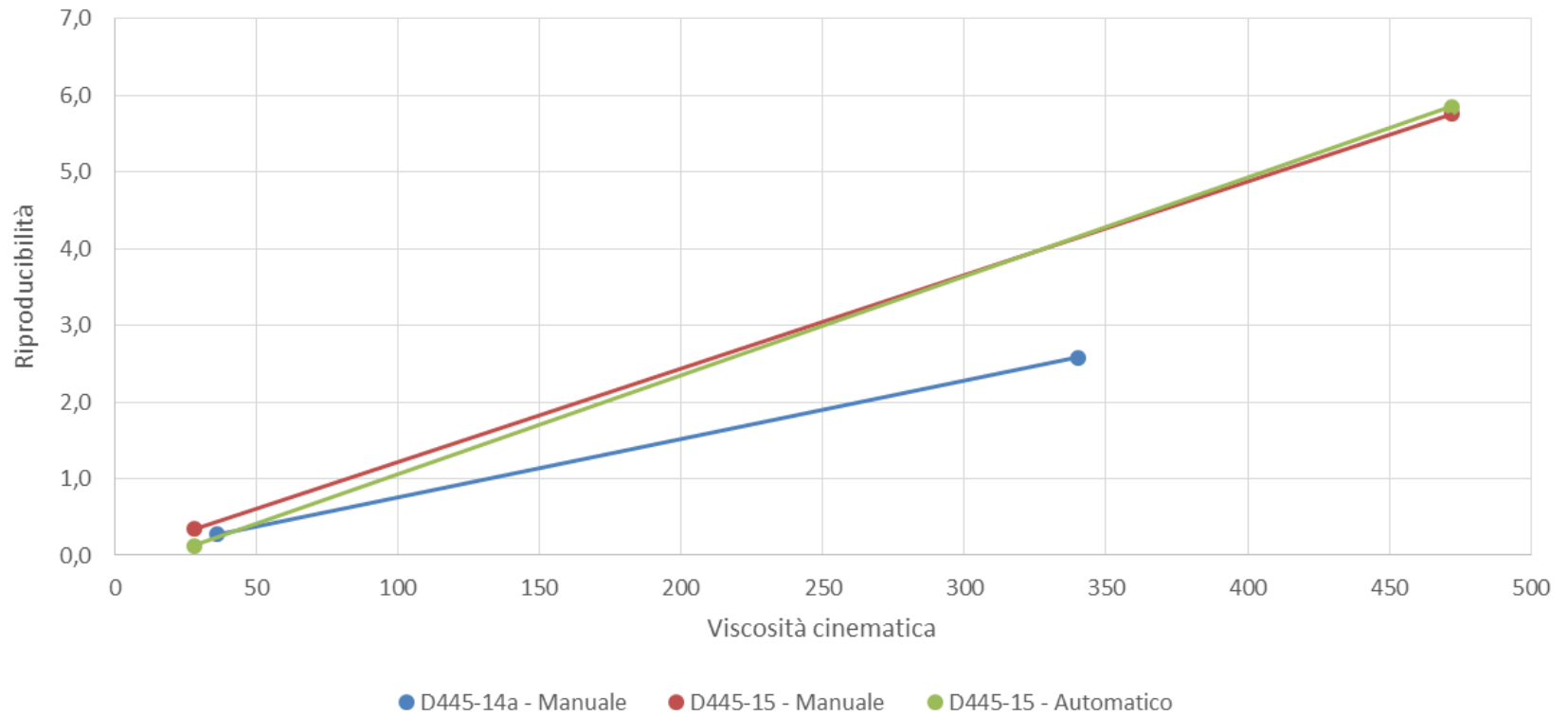
---

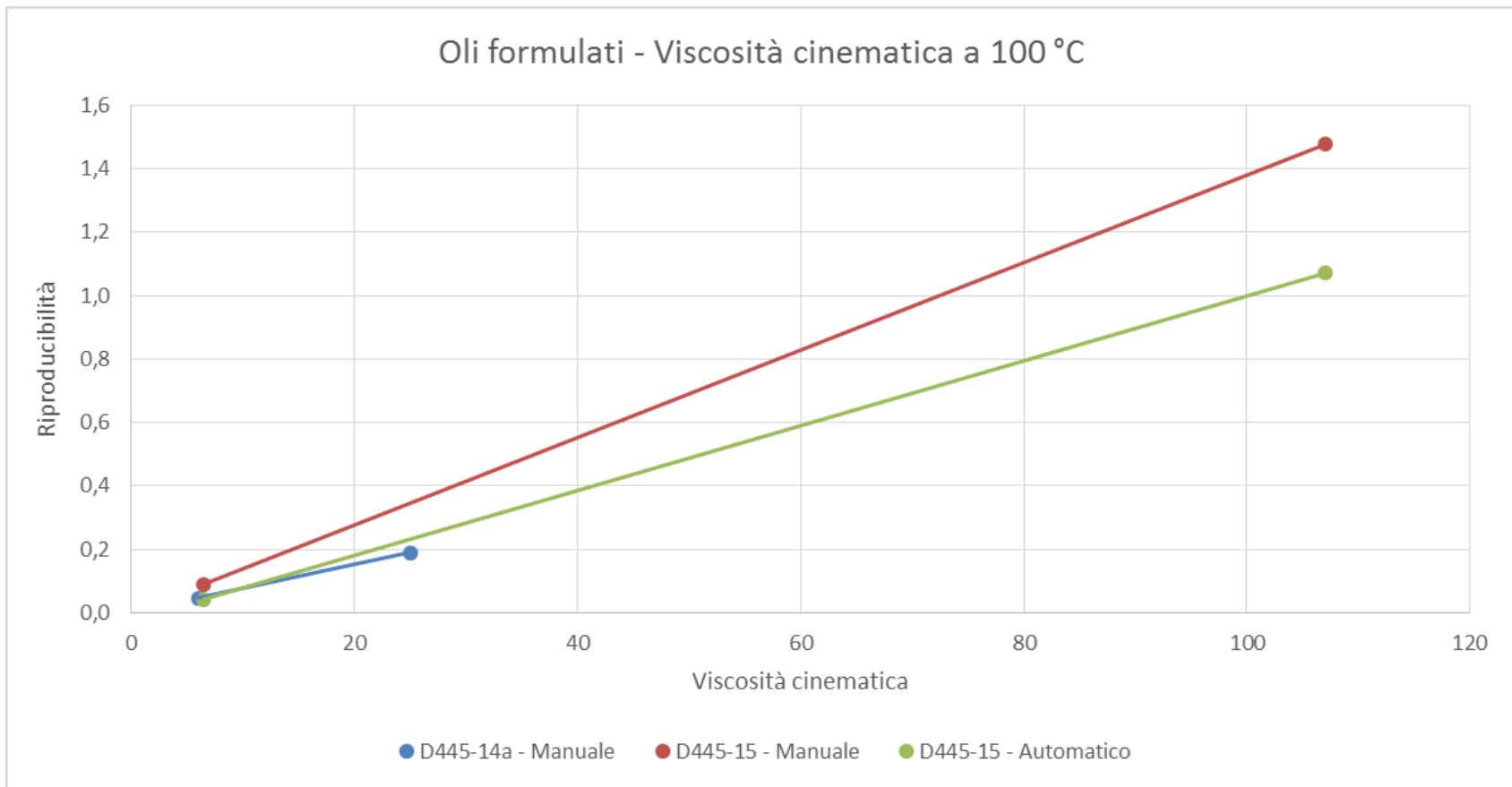
## Norme aggiornate nel 2015

- **ASTM D93-15a**, Standard Test Methods for Flash Point by Pensky-Martens Closed Cup Tester
- **ASTM D97-15**, Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products
- **ASTM D445-15a**, Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)
- **ASTM D3427-15**, Standard Test Method for Air Release Properties of Hydrocarbon Based Oils
- **ASTM D5293-15**, Standard Test Method for Apparent Viscosity of Engine Oils and Base Stocks Between -10 °C and -35 °C Using Cold-Cranking Simulator
- **ISO 13528:2015**, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison



### Oli formulati - Viscosità cinematica a 40 °C





---

## ISO 13528:2015

- The committee responsible for this document is **ISO/TC 69**, *Applications of statistical methods*, **Subcommittee SC 6**, *Measurement methods and results*
- This second edition of ISO 13528 cancels and replaces the first edition (ISO 13528:2005), of which it constitutes a technical revision. **This second edition provides changes to bring the document into harmony with ISO/IEC 17043:2010**
- **It follows a revised structure, to describe better the process of the design, analysis, and reporting of proficiency testing schemes.** It also eliminates some procedures that are no longer considered to be appropriate, and adds or revises some other sections to be consistent with ISO/IEC 17043 and to provide clarity and correct minor errors. **New sections have been added for qualitative data and additional robust statistical methods**



---

# Prova Interlaboratorio Prodotti Lubrificanti 2016



**INNOVHUB**  
STAZIONI SPERIMENTALI  
PER L'INDUSTRIA  
Innovazione e ricerca



STAZIONE SPERIMENTALE  
PER I COMBUSTIBILI

Riunione Plenaria UNICHIM  
SSOG - 10 febbraio 2016



<b>Materiale</b>	<b>PIPL-29</b>	<b>PIPL-30</b>
Olio motore	X	X
Olio idraulico	X	X
Grasso lubrificante	X	X

<b>Prova</b>	<b>Ricezione materiali</b>	<b>Trasmissione risultati</b>	<b>Rapporto di Prova</b>
PIPL-29	Inizio maggio	Inizio giugno	Inizio luglio
PIPL-30	Inizio ottobre	Inizio novembre	Inizio dicembre



## Olio motore

PARAMETRO	METODO
MASSA VOLUMICA A 15 °C	ASTM D4052 ASTM D1298
VISCOSITA' CINEMATICA A 40 °C	ASTM D445
VISCOSITA' CINEMATICA A 100 °C	ASTM D445
INDICE DI VISCOSITA'	ASTM D2270
NOACK TEST	CEC L-40-93
ELEMENTI (da definire)	ASTM D4628 ASTM D4951 ASTM D6595
PUNTO DI INFIAMMABILITA' CLEVELAND	ASTM D92
BASICITA' TOTALE (BN)	ASTM D2896
PUNTO DI SCORRIMENTO	ASTM D97 ASTM D6892
VISCOSITA' APPARENTE (CCS) (temperatura da definire)	ASTM D5293
ACQUA	METODO COULOMETRICO (*)
SCHIUMEGGIAMENTO (TENDENZA E STABILITÀ)	ASTM D892 (*)
VISCOSITA' BROOKFIELD (temperatura da definire)	ASTM D2983 (*)

(\*) Metodo escluso dall'accreditamento



## Olio idraulico

PARAMETRO	METODO
MASSA VOLUMICA A 15 °C	ASTM D4052 ASTM D1298
VISCOSITA' CINEMATICA A 40 °C	ASTM D445
VISCOSITA' CINEMATICA A 100 °C	ASTM D445
PUNTO DI INFIAMMABILITA' CLEVELAND	ASTM D92
PUNTO DI INFIAMMABILITA' PENSKY-MARTENS	ASTM D93
ACIDITA' TOTALE	ASTM D664
ELEMENTI (da definire)	ASTM D4628 ASTM D4951 ASTM D6595
DEMULSIVITA'	ASTM D1401 (*)
SCHIUMEGGIAMENTO (TENDENZA E STABILITÀ)	ASTM D892 (*)
RILASCIO ARIA	ASTM D3427 (*)
CLASSE DI CONTAMINAZIONE	ISO 4406 (*)
CLASSE DI CONTAMINAZIONE	NAS 1638 (*)
ACQUA	METODO COULOMETRICO (*)

(\*) Metodo escluso dall'accreditamento



---

## Grasso lubrificante (\*)

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

(\*) Matrice/metodo escluso dall'accreditamento



---

## Criterio di 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 dai laboratori partecipanti o da un loro sottoinsieme, determinato sulla base dei risultati forniti)

$\sigma_{pt}$  scarto tipo assegnato (scarto tipo del metodo, se disponibile, oppure scarto tipo della prova)



---

## Criterio di 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

