



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA



innovazione e ricerca

UNICHIM
Prova Interlaboratorio 2021

Lubrificanti (PETR-LUBE)

Davide Faedo



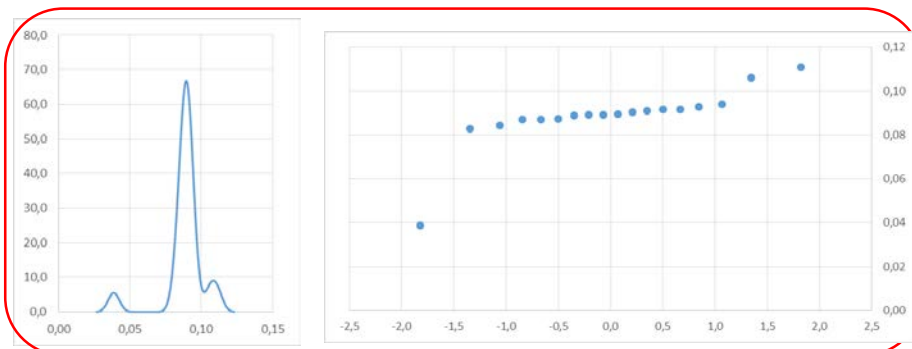
| Iscritti | | | | | | |
|---------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Materiale | 2017 | 2018 | 2019 | 2020 | 2021 | 2022 |
| Olio motore | 23 | 25 | 23 | 23 | 24 | 25 |
| Olio idraulico | 29 | 29 | 25 | 25 | 26 | 28 |
| Grasso lubrificante | 8 | 7 | 7 | 8 | 8 | 9 |

| Partecipanti | | |
|---------------------|----------------|----------------|
| Materiale | LUBE-39 | LUBE-40 |
| Olio motore | 96% | 96% |
| Olio idraulico | 92% | 92% |
| Grasso lubrificante | 100% | 88% |

Elaborazione statistica dei risultati e valutazione delle prestazioni dei laboratori

| Materiale | | OMO-PETR-LUBE-39 | | | |
|--|---------|--------------------|-----------|---------|---------|
| Parametro | | Elementi: Magnesio | | | |
| Unità di misura | | % (m/m) | | | |
| Metodo | | ASTM D4951 | | | |
| | | Codice | Risultato | z score | Segnale |
| Laboratori iscritti | 24 | 1386 | 0,0940 | 0,91 | - |
| Risultati totali | 19 | 1554 | 0,0916 | 0,46 | - |
| Risultati validi | 15 | 2540 | 0,0890 | -0,03 | - |
| Media | 0,08915 | 3493 | 0,0387 | -9,43 | A |
| Scarto tipo | 0,00304 | 3641 | 0,106 | 3,15 | A |
| Scarto tipo relativo % | 3,40 | 3659 | 0,0893 | 0,03 | - |
| Incertezza della media | 0,00078 | 4084 | 0,0829 | -1,17 | - |
| Riproducibilità della prova | 0,00858 | 4468 | 0,111 | 4,09 | A |
| Scarto tipo del metodo | 0,00406 | 5750 | 0,0871 | -0,38 | - |
| Riproducibilità del metodo | 0,01149 | 7139 | 0,0917 | 0,48 | - |
| Shapiro-Wilk, p-value | 0,853 | 7431 | 0,0870 | -0,40 | - |
| | | 7731 | 0,0844 | -0,89 | - |
| Numero di risultati, p | 15 | 7797 | 0,920 | 155,33 | A |
| Valore assegnato, x_{pt} | 0,08915 | 7842 | 0,0873 | -0,35 | - |
| Incertezza del valore assegnato, $u(x_{pt})$ | 0,00078 | 7999 | 0,0929 | 0,70 | - |
| Scarto tipo assegnato, σ_{pt} | 0,00535 | 8535 | 0,0903 | 0,22 | - |
| | | 9531 | 0,0896 | 0,08 | - |
| A = segnale di intervento | 4 | 9763 | 0,0891 | -0,01 | - |
| W = segnale di avvertimento | 0 | 9864 | 0,0910 | 0,35 | - |

- Eliminazione dei risultati affetti da errori grossolani ovvi (*obvious blunders*)
- Valutazione della distribuzione dei risultati
- Elaborazione statistica dei risultati: test di anomalia GESD (ISO 16269-4:2010)
- Determinazione del valore assegnato (valore di consenso) e della sua incertezza
- Determinazione dello scarto tipo assegnato (scarto tipo del metodo, oppure scarto tipo predefinito per percezione o sulla base di dati pregressi)
- Calcolo delle statistiche prestazionali (z score - z' score)



Generalized Extreme Studentized Deviate (GESD) many-outlier procedure

- Il test GESD (Rosner, 1983) è descritto nelle norme ISO 16269-4:2010 e ASTM D7915-18
- Il test GESD rappresenta un'evoluzione del test di Grubbs. Può essere utilizzato per identificare fino a un numero prestabilito di valori anomali in un set di dati, senza dover specificare *a priori* la posizione e il numero dei potenziali valori anomali. Il test è in grado di controllare l'errore di Tipo I e consente di evitare l'effetto di mascheramento (*masking effect*)
- Livello di significatività α : 0,05 (eventualmente 0,01)
- Numero massimo di dati anomali: circa 20%
- Simulazioni eseguite sui dati delle PI condotte nel biennio 2019-2020 hanno dimostrato che i risultati ottenuti con il test GESD sono in linea con i risultati ottenuti con l'Analisi robusta (*two-stage*). Il test GESD consente inoltre di ottenere stime più affidabili quando i dati anomali sono situati dalla stessa parte del *kernel*



| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | n°W, n°A | R _{prova} | R _{metodo} |
|---|--------------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|----------|--------------------|---------------------|
| Massa volumica a 15 °C, ASTM D4052 | kg/m ³ | 22 20 | 860,65 | 0,06 | 0,18 | SI (z') | 2 W,2 A | 0,70 | 0,5 |
| Viscosità cinematica a 40 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 23 23 | 70,993 | 0,039 | 0,306 | SI (z) | 0 W,0 A | 0,533 | 0,866 |
| Viscosità cinematica a 100 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 23 20 | 12,011 | 0,005 | 0,059 | SI (z) | 1 W,2 A | 0,069 | 0,166 |
| Indice di viscosità, ASTM D2270 | numero puro | 22 19 | 166,76 | 0,19 | 0,71 | SI (z) | 0 W,4 A | 2,40 | 2 |
| NOACK Test, CEC L-40-93 | % (m/m) | 11 11 | 11,95 | 0,30 | 0,36 | SI (z') | 4 W,1 A | 2,80 | 1,02 |
| Elementi: Calcio, ASTM D4951 | % (m/m) | 20 18 | 0,1269 | 0,0017 | 0,0076 | SI (z) | 1 W,2 A | 0,0199 | 0,0088 |
| Elementi: Fosforo, ASTM D4951 | % (m/m) | 20 19 | 0,07871 | 0,00121 | 0,00472 | SI (z) | 2 W,1 A | 0,01491 | 0,00795 |
| Elementi: Zinco, ASTM D4951 | % (m/m) | 20 19 | 0,09010 | 0,00110 | 0,00541 | SI (z) | 1 W,1 A | 0,01351 | 0,00654 |
| Elementi: Magnesio, ASTM D4951 | % (m/m) | 19 15 | 0,08915 | 0,00078 | 0,00535 | SI (z) | 0 W,4 A | 0,00858 | 0,01149 |
| Elementi: Zolfo, ASTM D4951 | % (m/m) | 14 14 | 0,2113 | 0,0032 | 0,0127 | SI (z) | 0 W,0 A | 0,0341 | - |
| Prova di schiumeggiamento - I ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - II ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 16 | 24,4 | 4,5 | 8,0 | SI (z') | 2 W,2 A | 50,6 | 22,7 |
| Prova di schiumeggiamento - III ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Punto di infiammabilità Cleveland, ASTM D92 | °C | 20 19 | 224,6 | 1,1 | 6,4 | SI (z) | 0 W,1 A | 13,7 | 18 |
| Punto di infiammabilità Pensky-Martens, ASTM D93 | °C | 17 17 | 193,85 | 0,67 | 4,87 | SI (z) | 0 W,0 A | 7,81 | 13,76 |
| Basicità totale (BN), ASTM D2896 | mg KOH/g | 18 16 | 12,43 | 0,06 | 0,31 | SI (z) | 0 W,2 A | 0,70 | 0,87 |
| Punto di scorrimento, ASTM D97 | °C | 20 17 | -41,6 | 0,6 | 3,2 | SI (z) | 2 W,0 A | 6,6 | 9 |
| Viscosità apparente (CCS) a -30 °C, ASTM D5293 | mPa s | 13 13 | 6198,1 | 37,2 | 160,0 | SI (z) | 0 W,0 A | 379,3 | 452,5 |



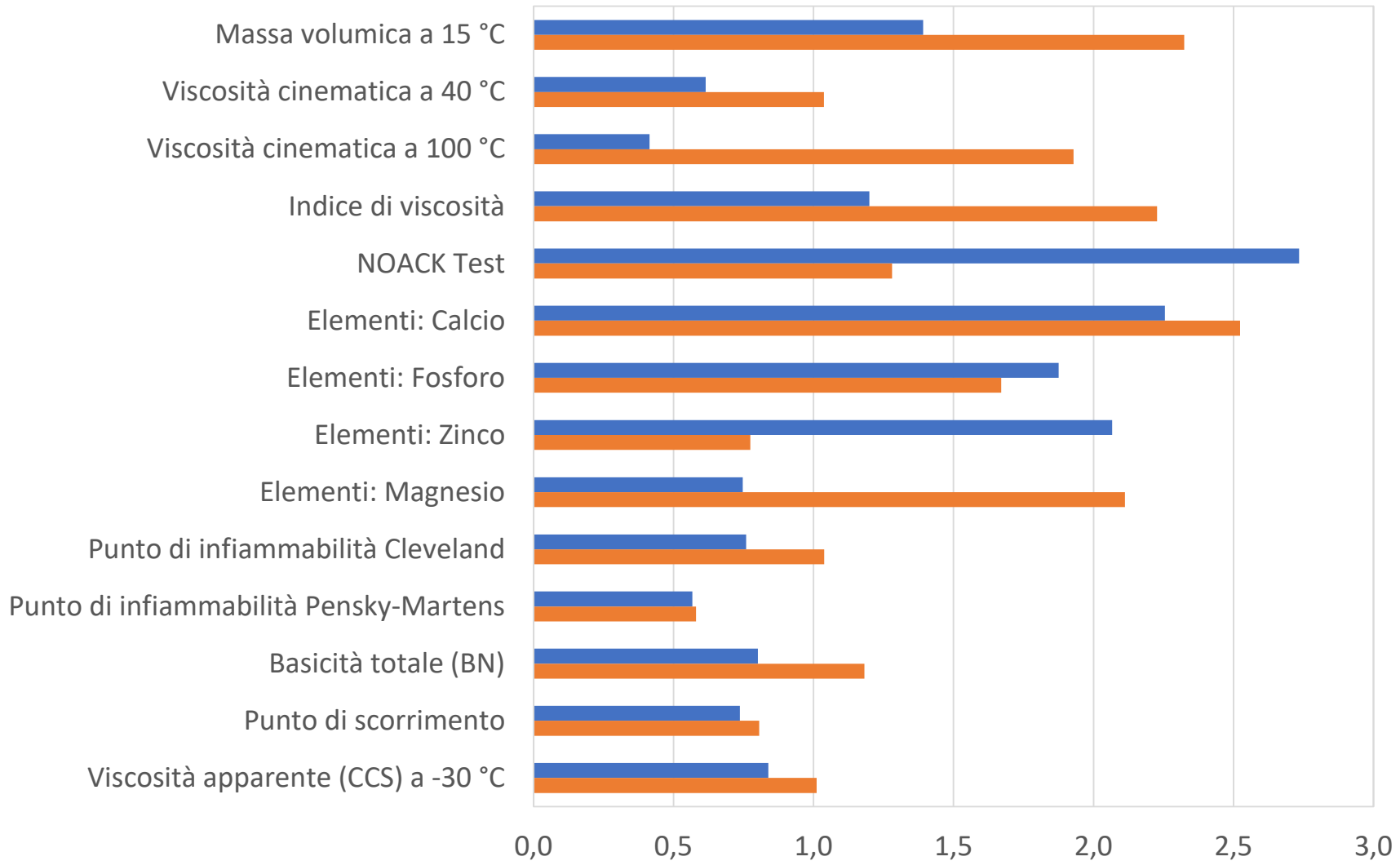
| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | n°W, n°A | R _{prova} | R _{metodo} |
|---|--------------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|----------|--------------------|---------------------|
| Massa volumica a 15 °C, ASTM D4052 | kg/m ³ | 22 19 | 883,89 | 0,09 | 0,18 | SI (z') | 0 W,6 A | 1,16 | 0,5 |
| Viscosità cinematica a 40 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 23 22 | 107,37 | 0,10 | 0,46 | SI (z) | 1 W,1 A | 1,36 | 1,31 |
| Viscosità cinematica a 100 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 22 21 | 14,623 | 0,030 | 0,071 | SI (z') | 1 W,3 A | 0,389 | 0,202 |
| Indice di viscosità, ASTM D2270 | numero puro | 22 22 | 140,27 | 0,34 | 0,71 | SI (z') | 4 W,2 A | 4,45 | 2 |
| NOACK Test, CEC L-40-93 | % (m/m) | 11 11 | 9,62 | 0,12 | 0,31 | SI (z') | 1 W,0 A | 1,14 | 0,89 |
| Elementi: Calcio, ASTM D4951 | % (m/m) | 17 14 | 0,1190 | 0,0021 | 0,0071 | SI (z) | 1 W,3 A | 0,0219 | 0,0087 |
| Elementi: Fosforo, ASTM D4951 | % (m/m) | 17 14 | 0,1097 | 0,0017 | 0,0066 | SI (z) | 1 W,3 A | 0,0185 | 0,0111 |
| Elementi: Zinco, ASTM D4951 | % (m/m) | 18 12 | 0,1308 | 0,0007 | 0,0078 | SI (z) | 0 W,5 A | 0,0072 | 0,0094 |
| Elementi: Magnesio, ASTM D4951 | % (m/m) | 18 15 | 0,1143 | 0,0026 | 0,0069 | SI (z') | 1 W,4 A | 0,0289 | 0,0137 |
| Elementi: Zolfo, ASTM D4951 | % (m/m) | 12 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - I ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 15 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - II ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 15 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - III ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 15 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Punto di infiammabilità Cleveland, ASTM D92 | °C | 19 18 | 229,4 | 1,6 | 6,4 | SI (z) | 1 W,1 A | 18,7 | 18 |
| Punto di infiammabilità Pensky-Martens, ASTM D93 | °C | 17 14 | 207,57 | 0,81 | 5,21 | SI (z) | 2 W,1 A | 8,55 | 14,74 |
| Basicità totale (BN), ASTM D2896 | mg KOH/g | 17 15 | 10,29 | 0,08 | 0,25 | SI (z') | 2 W,2 A | 0,85 | 0,72 |
| Punto di scorrimento, ASTM D97 | °C | 20 19 | -25,6 | 0,6 | 3,2 | SI (z) | 0 W,0 A | 7,3 | 9 |
| Viscosità apparente (CCS) a -30 °C, ASTM D5293 | mPa s | 14 14 | 6565,8 | 45,8 | 169,5 | SI (z) | 1 W,0 A | 484,8 | 479,3 |



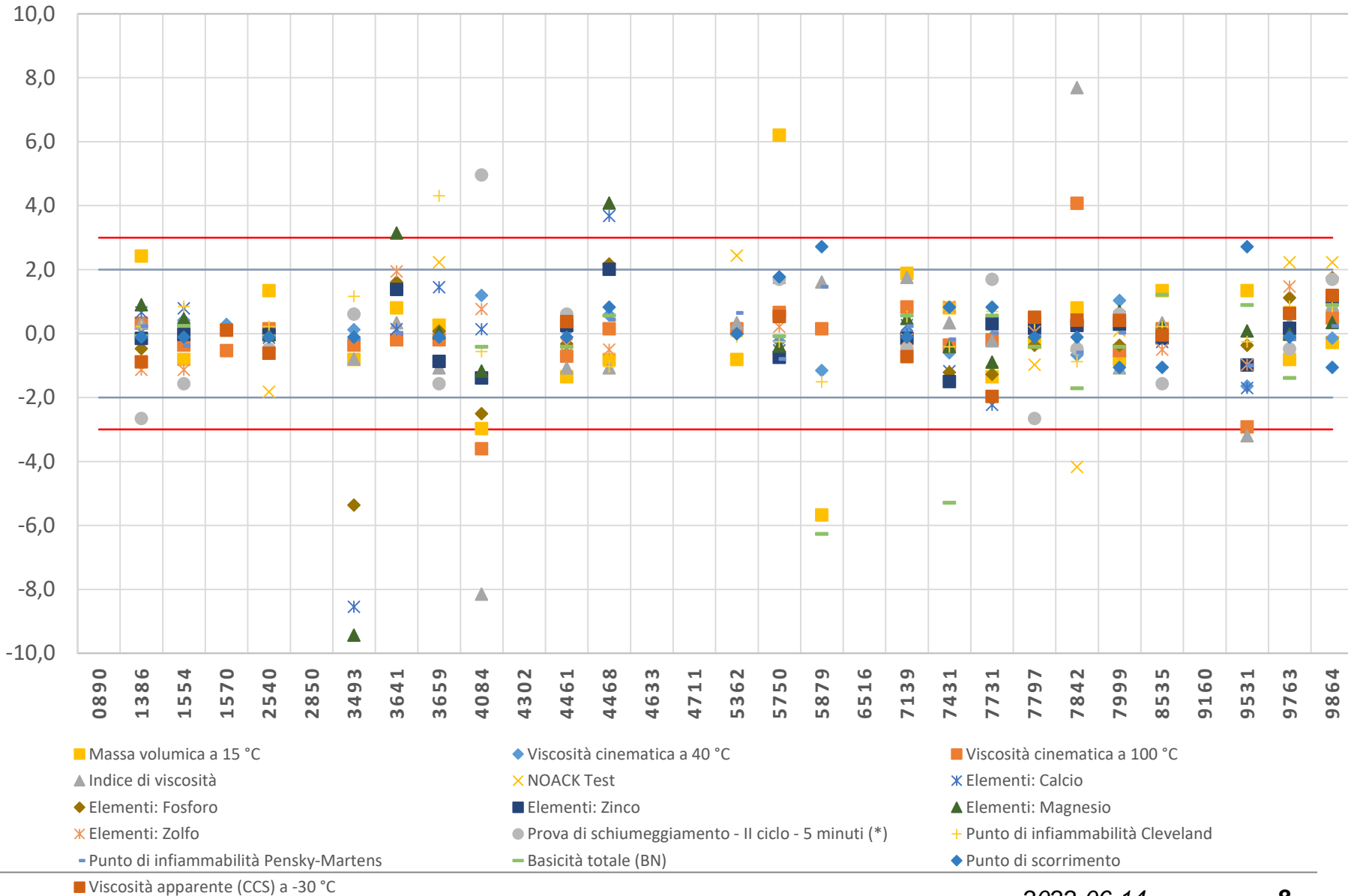
R relativa (R_{prova}/R_{metodo})

■ LUBE-39

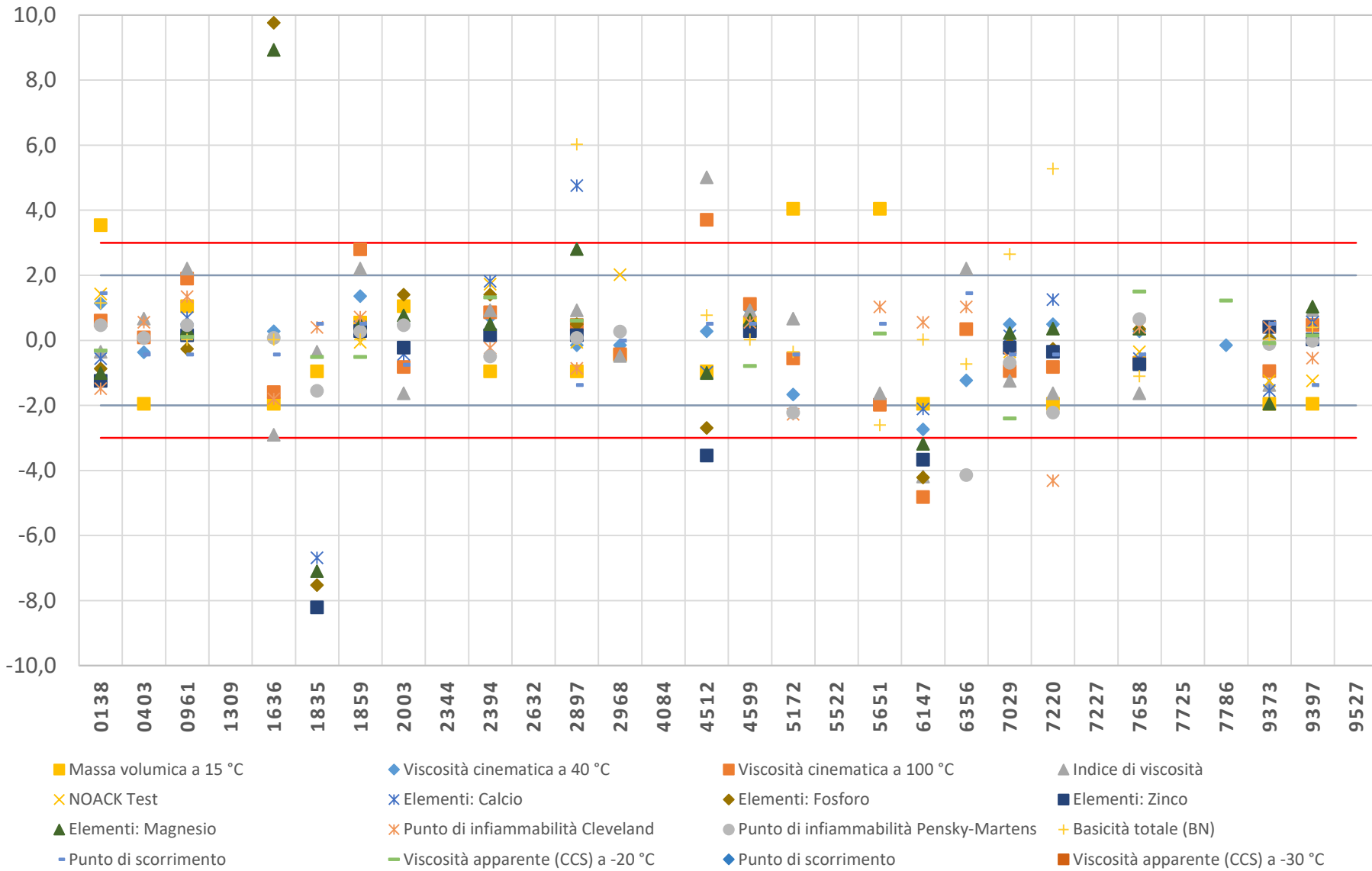
■ LUBE-40



innovazione e ricerca ●



innovazione e ricerca ●





| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | n°W, n°A | R _{prova} | R _{metodo} |
|---|-----------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|----------|--------------------|---------------------|
| Massa volumica a 15 °C, ASTM D4052 | kg/m3 | 24 21 | 921,52 | 0,06 | 0,18 | SI (z') | 5 W,4 A | 0,80 | 0,5 |
| Viscosità cinematica a 40 °C, ASTM D445 | mm2/s | 22 18 | 48,266 | 0,013 | 0,208 | SI (z) | 0 W,1 A | 0,152 | 0,589 |
| Viscosità cinematica a 100 °C, ASTM D445 | mm2/s | 22 21 | 9,2736 | 0,0095 | 0,0452 | SI (z) | 1 W,1 A | 0,1233 | 0,1280 |
| Punto di infiammabilità Cleveland, ASTM D92 | °C | 20 17 | 303,0 | 1,6 | 6,4 | SI (z) | 1 W,3 A | 18,2 | 18 |
| Punto di infiammabilità Pensky-Martens, ASTM D93 | °C | 20 19 | 252,18 | 2,24 | 6,33 | SI (z') | 2 W,1 A | 27,63 | 17,91 |
| Acidità totale, ASTM D664 | mg KOH/g | 17 15 | 0,223 | 0,014 | 0,041 | SI (z') | 1 W,2 A | 0,151 | 0,117 |
| Rilascio aria a 50 °C (*), ASTM D3427 | minuti | 7 - | - | - | - | - | - | 2,39 | 1,17 |
| Demulsività a 54 °C - Tempo (*), ASTM D1401 | minuti | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Demulsività a 54 °C - Olio (*), ASTM D1401 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Demulsività a 54 °C - Acqua (*), ASTM D1401 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Demulsività a 54 °C - Emulsione (*), ASTM D1401 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - I ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - II ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - III ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 18 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Punto di scorrimento, ASTM D97 | °C | 17 16 | -45,4 | 0,9 | 3,2 | SI (z) | 1 W,0 A | 10,7 | 9 |

Classi di contaminazione: vedi approfondimento in seguito

| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | n°W, n°A | R _{prova} | R _{metodo} |
|---|--------------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|----------|--------------------|---------------------|
| Massa volumica a 15 °C, ASTM D4052 | kg/m ³ | 24 20 | 874,24 | 0,05 | 0,18 | SI (z) | 0 W,4 A | 0,59 | 0,5 |
| Viscosità cinematica a 40 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 22 21 | 45,272 | 0,022 | 0,195 | SI (z) | 0 W,1 A | 0,290 | 0,552 |
| Viscosità cinematica a 100 °C, ASTM D445 | mm ² /s | 22 20 | 6,7778 | 0,0025 | 0,0331 | SI (z) | 0 W,1 A | 0,0321 | 0,0935 |
| Punto di infiammabilità Cleveland, ASTM D92 | °C | 20 20 | 229,3 | 1,4 | 6,4 | SI (z) | 1 W,0 A | 18,2 | 18 |
| Punto di infiammabilità Pensky-Martens, ASTM D93 | °C | 19 18 | 208,42 | 1,00 | 5,23 | SI (z) | 1 W,1 A | 11,94 | 14,80 |
| Elementi: Fosforo, ASTM D4951 | % (m/m) | 15 13 | 0,03425 | 0,00069 | 0,00206 | SI (z') | 2 W,1 A | 0,00700 | - |
| Elementi: Zinco, ASTM D4951 | % (m/m) | 16 12 | 0,04256 | 0,00054 | 0,00255 | SI (z) | 0 W,3 A | 0,00529 | - |
| Acidità totale, ASTM D664 | mg KOH/g | 18 17 | 0,621 | 0,015 | 0,096 | SI (z) | 0 W,1 A | 0,174 | 0,272 |
| Rilascio aria a 50 °C (*), ASTM D3427 | minuti | 6 - | - | - | - | - | - | 2,84 | 3,07 |
| Demulsività a 54 °C - Tempo (*), ASTM D1401 | minuti | 16 15 | 13,6 | 0,6 | 7,1 | SI (z) | 0 W,0 A | 6,8 | 20 |
| Demulsività a 54 °C - Olio (*), ASTM D1401 | ml | 16 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Demulsività a 54 °C - Acqua (*), ASTM D1401 | ml | 16 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Demulsività a 54 °C - Emulsione (*), ASTM D1401 | ml | 16 - | - | - | - | - | - | - | - |
| Prova di schiumeggiamento - I ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 - | - | - | - | - | - | 45,9 | 10,9 |
| Prova di schiumeggiamento - II ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 - | - | - | - | - | - | 23,1 | 19,3 |
| Prova di schiumeggiamento - III ciclo - 5 minuti (*), ASTM D892 | ml | 17 - | - | - | - | - | - | 28,5 | 17,6 |
| Punto di scorrimento, ASTM D97 | °C | 19 19 | -26,4 | 0,7 | 3,2 | SI (z) | 0 W,0 A | 8,5 | 9 |

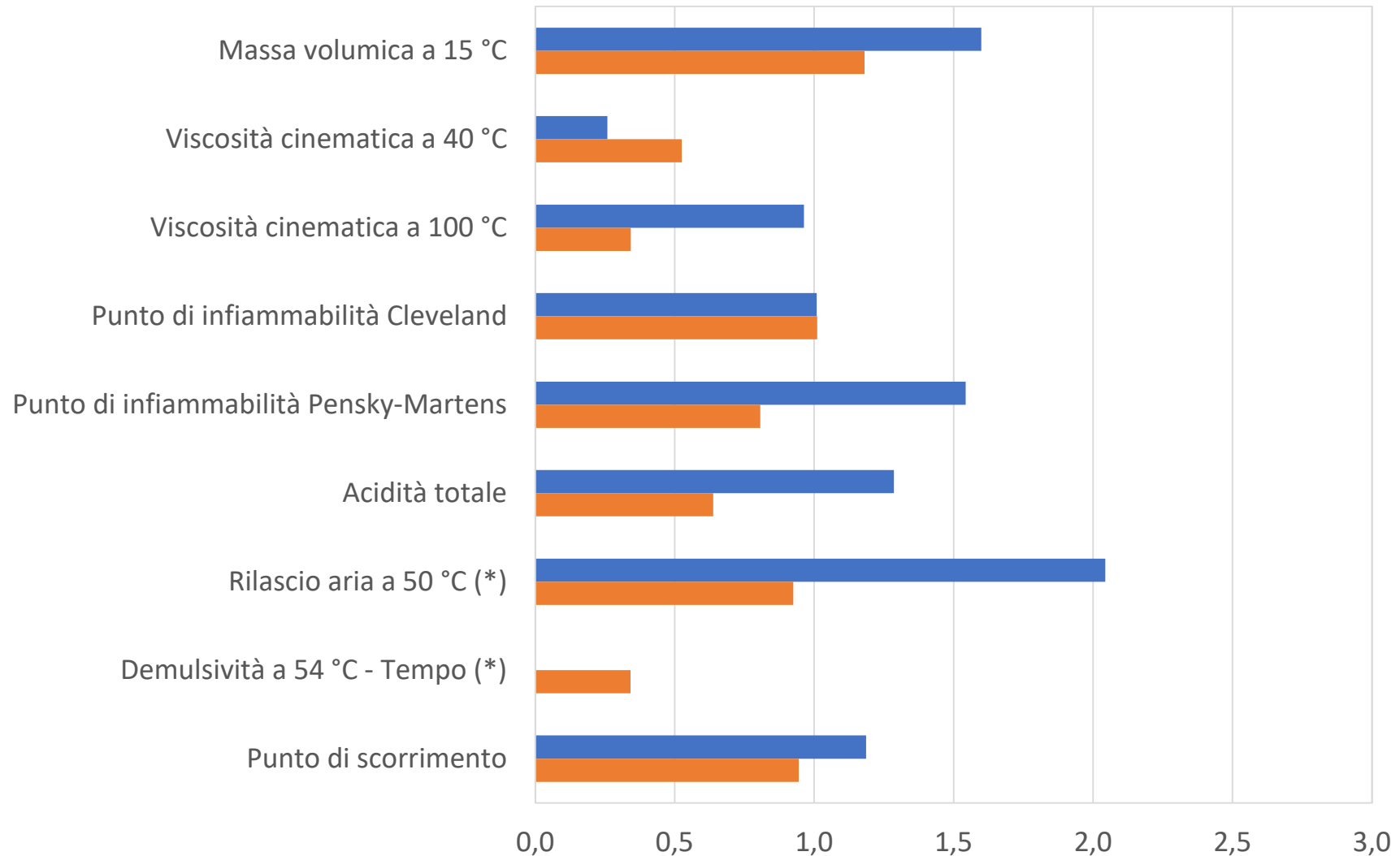
Classi di contaminazione: vedi approfondimento in seguito



R relativa ($R_{\text{prova}}/R_{\text{metodo}}$)

■ LUBE-39

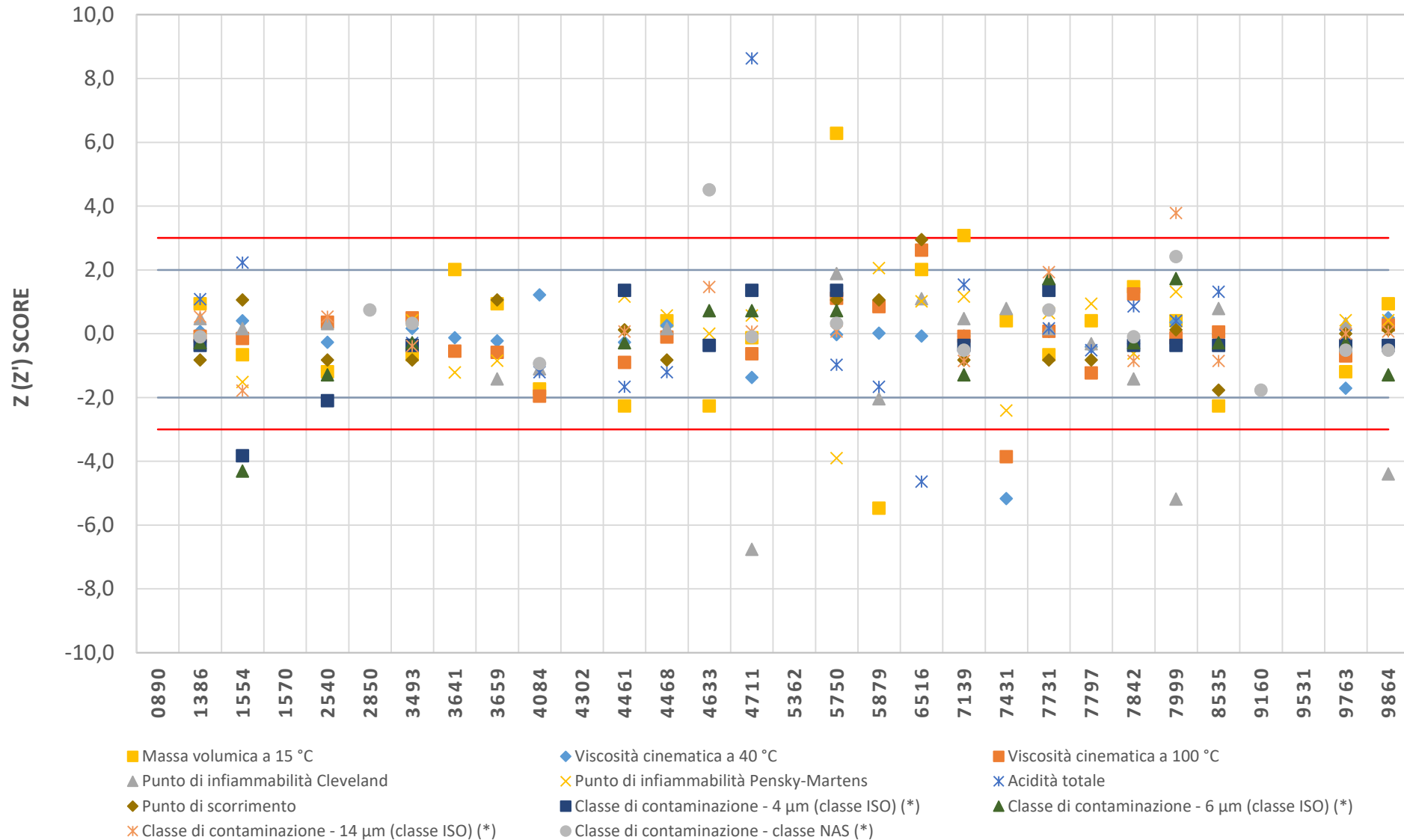
■ LUBE-40





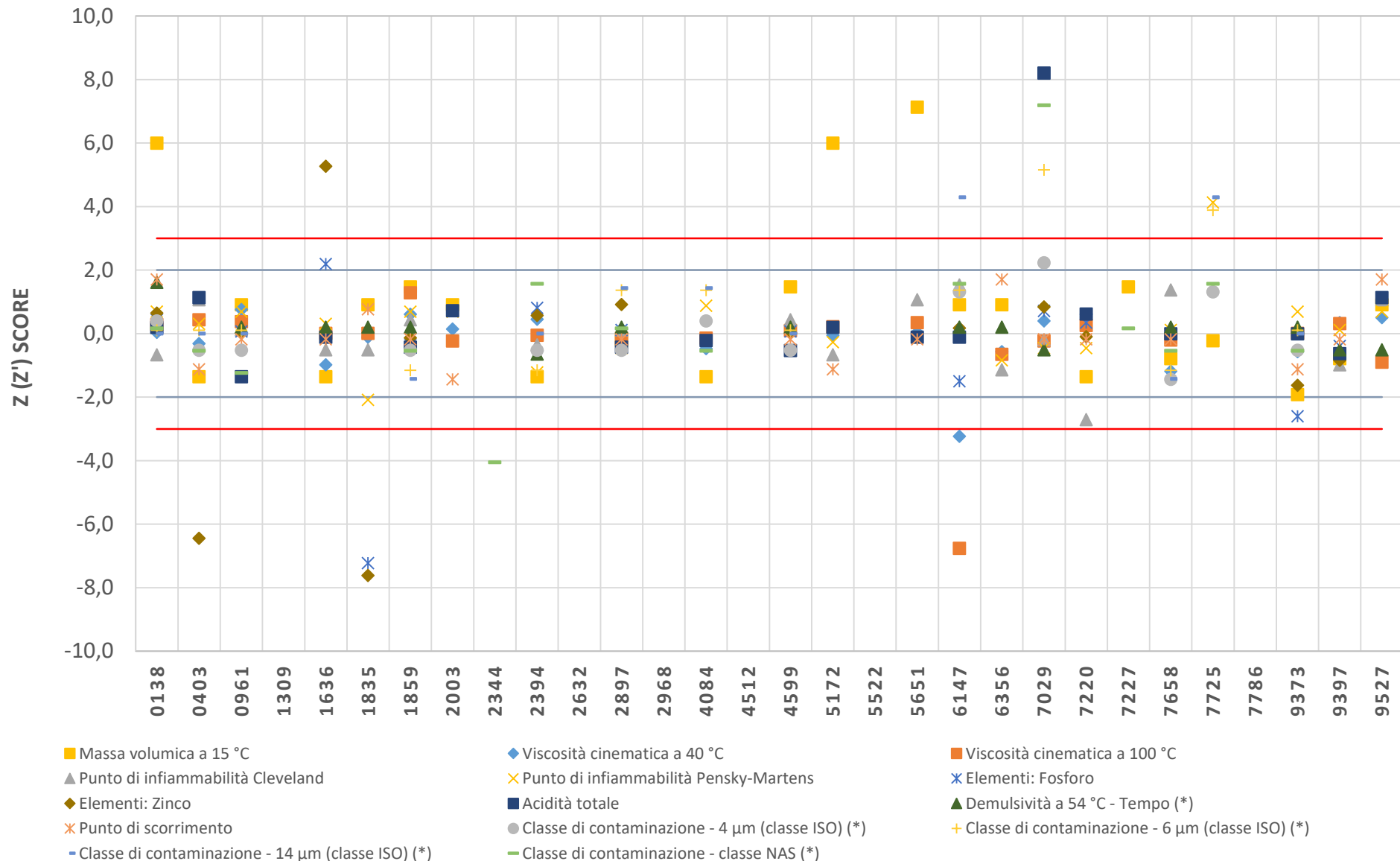
OID-LUBE-39 (a base estere)

innovazione e ricerca





innovazione e ricerca





| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | $n^{\circ}W, n^{\circ}A$ | R_{prova} | R_{metodo} |
|---|-----------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|--------------------------|-------------|--------------|
| Punto di goccia, ASTM D566 | °C | 7 7 | 145,0 | 1,1 | 4,6 | SI (z) | 0 W,0 A | 8,0 | 13 |
| Prova di penetrazione al cono (grasso lavorato dopo 60 d.c.), ASTM D217 | dmm | 8 8 | 315,9 | 2,6 | 8,1 | SI (z') | 0 W,0 A | 20,5 | 23 |

| Parametro, metodo | Unità di misura | Risultati totali p | x_{pt} | $u(x_{pt})$ | σ_{pt} | Valutazione (z/z' score) | $n^{\circ}W, n^{\circ}A$ | R_{prova} | R_{metodo} |
|---|-----------------|----------------------|----------|-------------|---------------|--------------------------|--------------------------|-------------|--------------|
| Punto di goccia, ASTM D566 | °C | 7 7 | 200,4 | 1,2 | 4,6 | SI (z) | 0 W,0 A | 9,1 | 13 |
| Prova di penetrazione al cono (grasso lavorato dopo 60 d.c.), ASTM D217 | dmm | 7 7 | 287,3 | 1,5 | 8,1 | SI (z) | 0 W,0 A | 11,0 | 23 |

Per il materiale Olio Idraulico, sono previste le seguenti due classi di contaminazione:

- ISO 4406:2021, Hydraulic fluid power - Fluids - Method for coding the level of contamination by solid particles
- NAS 1638, 4th Edition, December 22, 2011, Cleanliness Requirements of Parts Used in Hydraulic Systems

- i. La norma ISO 4406 specifica il codice da utilizzare nella definizione della quantità di particelle solide presenti nel fluido utilizzato in un determinato sistema idraulico.
- ii. Conteggio in accordo al metodo ISO 11500 o ISO 4407
- iii. La norma ISO 4406 non riporta dati di precisione
- iv. Analoga considerazione vale anche per lo standard NAS 1638

- Olio idraulico

Classe di contaminazione - 4 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 16 | 0,39 | - |
| 0403 | 15 | -0,52 | - |
| 0961 | 15 | -0,52 | - |
| 1859 | 15 | -0,52 | - |
| 2394 | 15 | -0,52 | - |
| 2897 | 15 | -0,52 | - |
| 4084 | 16 | 0,39 | - |
| 4599 | 15 | -0,52 | - |
| 6147 | 17 | 1,31 | - |
| 7029 | 18 | 2,23 | W |
| 7658 | 14 | -1,44 | - |
| 7725 | 17 | 1,31 | - |
| 9373 | 15 | -0,52 | - |
| 9714 | 15 | -0,52 | - |

Classe di contaminazione - 6 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 13 | 0,11 | - |
| 0403 | 13 | 0,11 | - |
| 0961 | 13 | 0,11 | - |
| 1859 | 12 | -1,16 | - |
| 2394 | 12 | -1,16 | - |
| 2897 | 14 | 1,37 | - |
| 4084 | 14 | 1,37 | - |
| 4599 | 13 | 0,11 | - |
| 6147 | 14 | 1,37 | - |
| 7029 | 17 | 5,15 | A |
| 7658 | 12 | -1,16 | - |
| 7725 | 16 | 3,89 | A |
| 9373 | 13 | 0,11 | - |
| 9714 | 12 | -1,16 | - |

Classe di contaminazione - 14 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z' score | Segnale |
|--------|-----------|----------|---------|
| 0138 | 9 | 0,00 | - |
| 0403 | 9 | 0,00 | - |
| 0961 | 9 | 0,00 | - |
| 1859 | 8 | -1,43 | - |
| 2394 | >7 | - | - |
| 2897 | 10 | 1,43 | - |
| 4084 | 10 | 1,43 | - |
| 4599 | 9 | 0,00 | - |
| 6147 | 12 | 4,29 | A |
| 7029 | 16 | 10,01 | A |
| 7658 | 8 | -1,43 | - |
| 7725 | 12 | 4,29 | A |
| 9373 | 9 | 0,00 | - |
| 9714 | 9 | 0,00 | - |

Classe 16/13/9

- Olio idraulico

Classe di contaminazione - 4 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 402 | - | - |
| 0403 | 250 | - | - |
| 2394 | 169 | - | - |
| 2897 | 472 | - | - |
| 4084 | 316 | - | - |
| 6147 | 832 | - | - |
| 7029 | 17739 | - | - |
| 7658 | 145 | - | - |
| 7725 | 1928 | - | - |
| 9373 | 215 | - | - |

Classe di contaminazione - 6 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 55 | - | - |
| 0403 | 55 | - | - |
| 2394 | 27 | - | - |
| 2897 | 96 | - | - |
| 4084 | 67 | - | - |
| 6147 | 100 | - | - |
| 7029 | 12245 | - | - |
| 7658 | 30 | - | - |
| 7725 | 492 | - | - |
| 9373 | 47 | - | - |

Classe di contaminazione - 14 µm (classe ISO)

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 3 | - | - |
| 0403 | 5 | - | - |
| 2394 | 1 | - | - |
| 2897 | 8 | - | - |
| 4084 | 5 | - | - |
| 6147 | 25 | - | - |
| 7029 | 8549 | - | - |
| 7658 | 3 | - | - |
| 7725 | 20 | - | - |
| 9373 | 4 | - | - |

- Materiale “Olio idraulico” della prova PETR-LUBE-40

NAS 1638

Classe di contaminazione – classe NAS

| Codice | Risultato | z score | Segnale |
|--------|-----------|---------|---------|
| 0138 | 6 | 0,16 | - |
| 0403 | 5 | -0,54 | - |
| 0961 | 4 | -1,24 | - |
| 1859 | 5 | -0,54 | - |
| 2344 | 0 | -4,05 | A |
| 2394 | 8 | 1,57 | - |
| 2897 | 6 | 0,16 | - |
| 4084 | 5 | -0,54 | - |
| 6147 | 8 | 1,57 | - |
| 7029 | 16 | 7,19 | A |
| 7227 | 6 | 0,16 | - |
| 7658 | 5 | -0,54 | - |
| 7725 | 8 | 1,57 | - |
| 9373 | 5 | -0,54 | - |
| 9714 | 4 | -1,24 | - |

Classe 6

Si può escludere una disomogeneità dei materiali di prova per quanto riguarda la componente particellare?



Sono state programmate **prove di omogeneità e stabilità**:

- materiale “Olio idraulico” della prova PETR-LUBE-40
- tre aliquote
- risultati in triplo
- conteggio delle particelle eseguito in accordo alla norma ISO 11500
- prendendo come riferimento (per la classe ISO 4406) lo scarto tipo di riproducibilità del metodo ASTM D7647 (temporary precision statement)

TABLE 1 Temporary Precision with 95 % Confidence

| Parameter | Units | Repeatability 2.77 × std dev | Reproducibility 2.77 × std dev | Data Range Low | Data Range High |
|---|------------|---------------------------------|-----------------------------------|-------------------|--------------------|
| Counts $\geq 4 \mu\text{m}$ ^(c) | counts/mL | 30 % | 113 % | 150 | 110 000 |
| Counts $\geq 6 \mu\text{m}$ ^(c) | counts/mL | 30 % | 76 % | 60 | 60 000 |
| Counts $\geq 14 \mu\text{m}$ ^(c) | counts/mL | 73 % | 135 % | 6 | 22 000 |
| ISO $\geq 4 \mu\text{m}$ ^(c) | code value | <1 | 1.7 | 14 | 24 |
| ISO $\geq 6 \mu\text{m}$ ^(c) | code value | <1 | 1.2 | 13 | 22 |
| ISO $\geq 14 \mu\text{m}$ ^(c) | code value | 1.5 | 2 | 10 | 18 |

- Prove di stabilità effettuate dopo circa 40 giorni di distanza dalle prove di omogeneità

Omogeneità

ISO 4406

| Campione | Prova | Classe ISO 4406 | ≥ 4 μm N/1 ml | ≥ 6 μm N/1 ml | ≥ 14 μm N/1 ml |
|----------|-------|-----------------|------------------|------------------|-------------------|
| 2 | 1 | 15/13/9 | 217 | 47 | 4 |
| | 2 | 15/13/9 | 217 | 43 | 3 |
| | 3 | 15/13/9 | 218 | 48 | 4 |
| 21 | 1 | 15/13/9 | 211 | 46 | 4 |
| | 2 | 15/13/9 | 215 | 47 | 4 |
| | 3 | 15/13/9 | 217 | 48 | 5 |
| 34 | 1 | 15/13/9 | 298 | 59 | 3 |
| | 2 | 15/13/9 | 293 | 61 | 4 |
| | 3 | 15/13/9 | 298 | 63 | 3 |

NAS 1638

| Campione | Prova | Classe NAS 1638 | 5-15 μm N/100 ml | 15-25 μm N/100 ml | 25-50 μm N/100 ml | 50-100 μm N/100 ml | > 100 μm N/100 ml |
|----------|-------|-----------------|---------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|
| 2 | 1 | 5 | 4365 | 225 | 137 | 10 | 5 |
| | 2 | 5 | 3978 | 195 | 120 | 15 | 0 |
| | 3 | 5 | 4440 | 250 | 110 | 20 | 0 |
| 21 | 1 | 5 | 4245 | 242 | 143 | 18 | 0 |
| | 2 | 5 | 4348 | 233 | 152 | 10 | 5 |
| | 3 | 5 | 4298 | 317 | 128 | 10 | 0 |
| 34 | 1 | 5 | 5605 | 148 | 87 | 23 | 5 |
| | 2 | 5 | 5775 | 225 | 118 | 10 | 0 |
| | 3 | 5 | 5958 | 183 | 120 | 5 | 0 |



Omogeneità

PETR-LUBE-40

| Parametro | UM | Media | Scarto tipo intercampione | σ_R ASTM D7647 | Omogeneità Criterio standard | Omogeneità Criterio esteso |
|-----------------------|----------|--------|------------------------------|--------------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| $\geq 4 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 242,7 | 46,5 (19,2%) | 99,0 (40,8%) | Non Omogeneo | Omogeneo |
| $\geq 6 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 51,3 | 8,3 (16,2%) | 14,1 (27,4%) [1] | Non Omogeneo | Non Omogeneo |
| $\geq 14 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 3,8 | 0,4 (10,1%) | 1,8 (48,7%) [2] | Omogeneo | Omogeneo |
| 5-15 μm | N/100 ml | 4779,1 | 860,3 (18,0%) | nd | - | - |
| 15-25 μm | N/100 ml | 224,2 | 32,6 (14,5%) | nd | - | - |
| 25-50 μm | N/100 ml | 123,9 | 13,9 (11,2%) | nd | - | - |
| 50-100 μm | N/100 ml | 13,4 | 0 | nd | - | - |
| > 100 μm | N/100 ml | 1,7 | 0 | nd | - | - |

[1] Valore estrapolato (dati di precisione definiti nell'intervallo: 60-60000)

[2] Valore estrapolato (dati di precisione definiti nell'intervallo: 6-22000)

Stabilità

| Classe ISO 4406 iniziale | Classe ISO 4406 finale | Classe ISO 4406 PT | Classe NAS 1638 iniziale | Classe NAS 1638 finale | Classe NAS 1638 PT |
|--------------------------|------------------------|--------------------|--------------------------|------------------------|--------------------|
| 15/13/9 | 16/14/10 | 16/13/9 | 5 | 6 | 6 |

| Parametro | UM | Media iniziale | Media finale | Media PT |
|-----------|----------|----------------|--------------|----------|
| ≥ 4 μm | N/1 ml | 242,7 | 388,8 | 281,3 |
| ≥ 6 μm | N/1 ml | 51,3 | 106,4 | 59,6 |
| ≥ 14 μm | N/1 ml | 3,8 | 7,0 | 4,1 |
| 5-15 μm | N/100 ml | 4779,1 | 9935,8 | 7750,5 |
| 15-25 μm | N/100 ml | 224,2 | 500,1 | 502,0 |
| 25-50 μm | N/100 ml | 123,9 | 195,6 | 200,5 |
| 50-100 μm | N/100 ml | 13,4 | 10,6 | 9,7 |
| > 100 μm | N/100 ml | 1,7 | 0 | 7,7 |

I campioni sembrerebbero essere sufficientemente omogenei ma non adeguatamente stabili. Le condizioni di esercizio dell'apparecchiatura sono state controllate.



Sono state ripetute le medesime prove sul materiale "Olio idraulico" della prova PETR-LUBE-41.



PETR-LUBE-41

ISO 4406

| Campione | Prova | Classe ISO 4406 | ≥ 4 µm N/1 ml | ≥ 6 µm N/1 ml | ≥ 14 µm N/1 ml |
|----------|-------|-----------------|------------------|------------------|-------------------|
| 2 | 1 | 19/17/11 | 4071 | 970 | 19 |
| | 2 | 19/17/11 | 4005 | 953 | 19 |
| | 3 | 19/17/11 | 3918 | 932 | 19 |
| 26 | 1 | 19/17/11 | 3915 | 915 | 18 |
| | 2 | 19/17/11 | 3806 | 891 | 15 |
| | 3 | 19/17/11 | 3811 | 897 | 17 |
| 49 | 1 | 19/17/11 | 4038 | 953 | 18 |
| | 2 | 19/17/11 | 4050 | 963 | 19 |
| | 3 | 19/17/11 | 4036 | 962 | 20 |

NAS 1638

| Campione | Prova | Classe NAS 1638 | 5-15 µm N/100 ml | 15-25 µm N/100 ml | 25-50 µm N/100 ml | 50-100 µm N/100 ml | > 100 µm N/100 ml |
|----------|-------|-----------------|---------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|----------------------|
| 2 | 1 | 9 | 95153 | 1523 | 335 | 0 | 0 |
| | 2 | 9 | 93467 | 1577 | 285 | 0 | 0 |
| | 3 | 9 | 91318 | 1462 | 430 | 15 | 0 |
| 26 | 1 | 9 | 89795 | 1362 | 385 | 5 | 0 |
| | 2 | 9 | 87565 | 1265 | 265 | 5 | 0 |
| | 3 | 9 | 87973 | 1347 | 353 | 10 | 0 |
| 49 | 1 | 9 | 93482 | 1435 | 322 | 23 | 0 |
| | 2 | 9 | 94460 | 1478 | 365 | 15 | 0 |
| | 3 | 9 | 94207 | 1593 | 367 | 20 | 5 |



Omogeneità

PETR-LUBE-41

| Parametro | UM | Media | Scarto tipo intercampione | σ_R ASTM D7647 | Omogeneità Criterio standard | Omogeneità Criterio esteso |
|-----------------------|----------|-------|------------------------------|--------------------------|---------------------------------|-------------------------------|
| $\geq 4 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 3981 | 97 (2,4%) | 1624 (40,8%) | Omogeneo | Omogeneo |
| $\geq 6 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 941 | 32 (3,4%) | 258 (27,4%) | Omogeneo | Omogeneo |
| $\geq 14 \mu\text{m}$ | N/1 ml | 18 | 0.9 (5 %) | 8.8 (48.7%) | Omogeneo | Omogeneo |
| 5-15 μm | N/100 ml | 92320 | 3039 (3,3%) | nd | - | - |
| 15-25 μm | N/100 ml | 1440 | 114 (7,9%) | nd | - | - |
| 25-50 μm | N/100 ml | 326 | 0 | nd | - | - |
| 50-100 μm | N/100 ml | 8 | 92 | nd | - | - |
| > 100 μm | N/100 ml | 0 | 0 | nd | - | - |



Stabilità

PETR-LUBE-41

| Classe ISO 4406 iniziale | Classe ISO 4406 finale | Classe ISO 4406 PT | Classe NAS 1638 iniziale | Classe NAS 1638 finale | Classe NAS 1638 PT |
|--------------------------|------------------------|--------------------|--------------------------|------------------------|--------------------|
| 19/17/11 | 19/17/11* | in corso | 9 | 9 | in corso |

* Per alcune prove la classe è risultata 19/17/12, ma con differenze dell'ordine di 2 o 3 particelle/ml

| Parametro | UM | Media iniziale | Media finale | Media PT |
|-----------|----------|----------------|--------------|----------|
| ≥ 4 μm | N/1 ml | 3961 | 3480 | in corso |
| ≥ 6 μm | N/1 ml | 937 | 960 | in corso |
| ≥ 14 μm | N/1 ml | 18 | 19 | in corso |
| 5-15 μm | N/100 ml | 91936 | 93888 | in corso |
| 15-25 μm | N/100 ml | 1449 | 1672 | in corso |
| 25-50 μm | N/100 ml | 345 | 384 | in corso |
| 50-100 μm | N/100 ml | 10 | 9 | in corso |
| > 100 μm | N/100 ml | 1 | 1 | in corso |

I campioni sembrerebbero essere sufficientemente omogenei e stabili.



Stabilità

| Parametro | UM | Media iniziale | Media finale | Media PT |
|-----------|----------|----------------|--------------|----------|
| ≥ 4 μm | N/1 ml | 242,7 | 388,8 | 281,3 |
| ≥ 6 μm | N/1 ml | 51,3 | 106,4 | 59,6 |
| ≥ 14 μm | N/1 ml | 3,8 | 7,0 | 4,1 |
| 5-15 μm | N/100 ml | 4779,1 | 9935,8 | 7750,5 |
| 15-25 μm | N/100 ml | 224,2 | 500,1 | 502,0 |
| 25-50 μm | N/100 ml | 123,9 | 195,6 | 200,5 |
| 50-100 μm | N/100 ml | 13,4 | 10,6 | 9,7 |
| > 100 μm | N/100 ml | 1,7 | 0 | 7,7 |

PETR-LUBE-40

| Parametro | UM | Media iniziale | Media finale | Media PT |
|-----------|----------|----------------|--------------|----------|
| ≥ 4 μm | N/1 ml | 3961 | 3480 | in corso |
| ≥ 6 μm | N/1 ml | 937 | 960 | in corso |
| ≥ 14 μm | N/1 ml | 18 | 19 | in corso |
| 5-15 μm | N/100 ml | 91936 | 93888 | in corso |
| 15-25 μm | N/100 ml | 1449 | 1672 | in corso |
| 25-50 μm | N/100 ml | 345 | 384 | in corso |
| 50-100 μm | N/100 ml | 10 | 9 | in corso |
| > 100 μm | N/100 ml | 1 | 1 | in corso |

PETR-LUBE-41