

## 5.6 Riferibilità delle misure – definizioni

### MISURAZIONE

Insieme di operazioni aventi lo scopo di determinare il valore di una grandezza.

[VIM 2.01]

### CAMPIONE DI RIFERIMENTO

Campione, generalmente della migliore qualità metrologica disponibile in un dato luogo, dal quale sono derivate le misure eseguite in quel luogo.

[VIM 6.6]

## 5.6 Riferibilità delle misure – definizioni

**Materiale di riferimento (RM):** Materiale o sostanza per la quale uno o più valori delle proprietà sono sufficientemente omogenei e ben stabiliti da poter essere usato per la taratura di un apparecchio, per la valutazione di un metodo di misurazione o per l'assegnazione di valori a proprietà di materiali.

**Nota:** Un Materiale di riferimento può essere in forma di gas, liquido o solido puri o in miscela. Esempi sono l'acqua per la taratura dei viscosimetri, lo zaffiro per la taratura della capacità termica in calorimetria e le soluzioni impiegate per la taratura nell'analisi chimica. (Guida ISO 30).

**Campioni di  
riferimento**

**Materiali di  
riferimento**

## TARATURA

Insieme delle operazioni che stabiliscono, sotto condizioni specificate, la relazione tra i valori indicati da uno strumento di misurazione, o da un sistema per misurazione, o i valori rappresentanti da un campione materiale e i corrispondenti valori noti di un misurando.

[VIM 6.11]

~~CALIBRAZIONE~~ deriva dall'inglese CALIBRATION (= taratura) e non dovrebbe essere usato.

**Conferma metrologica:** insieme delle operazioni richieste per garantire che un'apparecchiatura per misurazione sia conforme ai requisiti per l'utilizzazione prevista.

UNI EN ISO 10012:2004

NOTA: La conferma metrologica generalmente comprende : la taratura e verifica, ogni aggiustamento o riparazione necessari e la **conseguente nuova taratura**; il confronto con i requisiti metrologici per l'utilizzo previsto dell'apparecchiatura; ogni sigillatura ed etichettatura richiesta.

## AGGIUSTAMENTO

Operazione volta a portare uno strumento per misurazione nelle condizioni di funzionamento e di accuratezza adatte per la sua utilizzazione.

[VIM 4.33]

***Spesso si confonde l'aggiustamento con la taratura...***

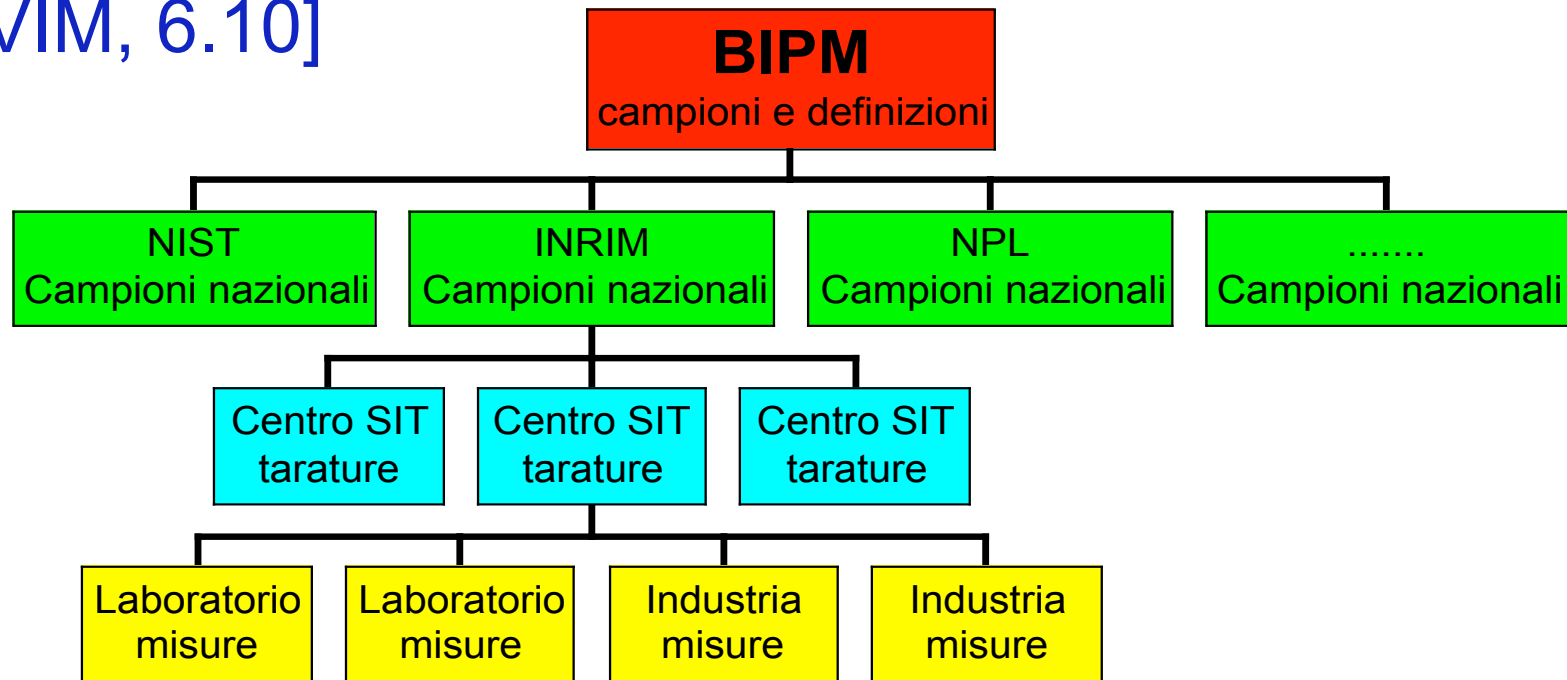


TARATURA

AGGIUSTAMENTO

TARATURA

**Riferibilità:** proprietà del risultato di una misurazione consistente nel poterlo riferire a campioni appropriati, generalmente nazionali od internazionali, attraverso una catena ininterrotta di confronti, tutti con incertezza dichiarata [VIM, 6.10]





## 5.6 Riferibilità delle misure

Il SINAL (ove applicabile) richiede che:

- Le misure siano riferibili ai campioni delle unità del S.I.
- Ogni taratura della catena di riferibilità venga eseguita secondo procedure tecniche appropriate
- I Laboratori forniscano **evidenza formale** della riferibilità (certificati SIT o equivalenti)
- La **periodicità** delle tarature sia basata su dati oggettivi e dipendente dalle condizioni operative degli strumenti e dei campioni di riferimento

## 5.6. Riferibilità delle misure

Il programma di taratura deve essere documentato, e la documentazione (programma, procedure, registrazioni) deve includere:

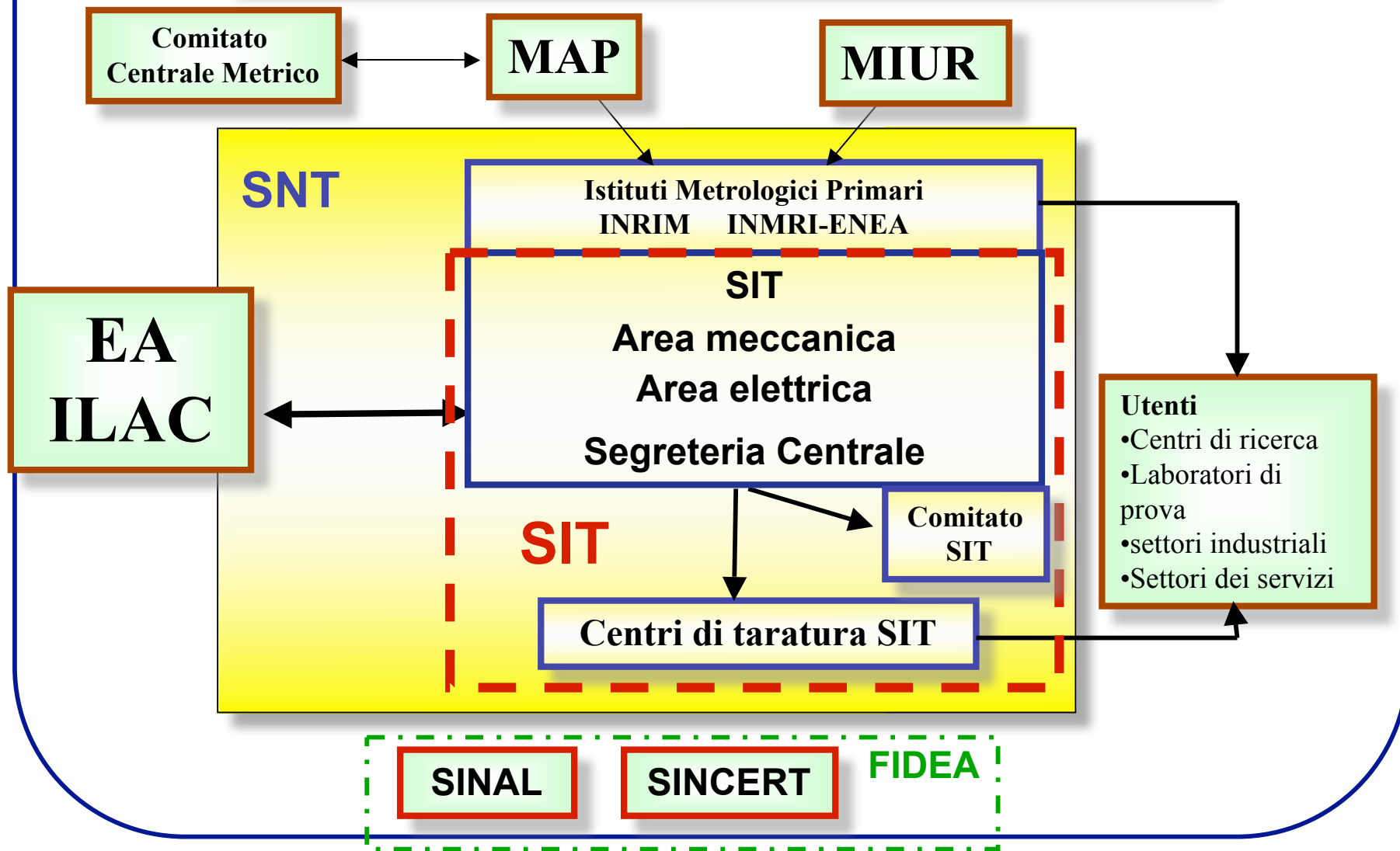
- Lo scadenziario per le tarature ad intervalli regolari;
- Le istruzioni per l'apposizione di etichette od altra identificazione dello stato di taratura;
- La protezione di eventuali regolazioni che possono essere manomesse;
- Il riferimento alle procedure di taratura;
- Le istruzioni per la compilazione dei rapporti di taratura;
- La valutazione dei risultati, e le azioni da intraprendere in caso di risultati non conformi alle specifiche;
- La descrizione di eventuali riparazioni o aggiustamenti;
- Le responsabilità.



# SNT Sistema Nazionale di Taratura

- Istituito con la legge n° 273 del 1991
- Costituito dagli Istituti Metrologici Primari (INRIM, ENEA), che
- Realizzano, conservano e disseminano i campioni primari delle unità di misura del Sistema SI
- La disseminazione può essere effettuata direttamente dagli Istituti Primari o indirettamente, tramite i Centri di Taratura.
- Il SIT (gestito da INRIM ed ENEA) è l'organismo di accreditamento dei centri di taratura.

# Il SIT nel Sistema Nazionale di Taratura



## Campioni e materiali di riferimento

- I campioni di riferimento devono essere tarati da un Istituto Metrologico Primario o da un centro di taratura accreditato dal SIT o da un organismo in mutuo riconoscimento con il SIT.
- I materiali di riferimento, ove possibile, devono essere certificati o riferibili a materiali certificati. (Guide ISO 30-35, ILAC G12:2000 Guidelines for the Requirements for the Competence of Reference Materials Producers)

## Riferibilità

Nella taratura l'apparecchiatura deve essere verificata contro un campione di incertezza migliore. Per ogni misura si dovrebbe poter dimostrare questo genere di relazione gerarchica, come nell'esempio:

Campione	Incertezza
Campione nazionale	0,002 %
Laboratorio di taratura	0,01 %
"Prima linea" del laboratorio	0,07 %
Tarature interne del laboratorio	1,0 %

## Riferibilità delle misure - requisiti SINAL

### Relativamente alle tarature esterne

- La taratura esterna deve essere eseguita (ove possibile) da centri SIT o equivalenti in ambito europeo, oppure da istituti metrologici primari nazionali (p. es. INRIM, ENEA, NMI, NPL, BAM, NIST, ...).
- Non può essere accettata in sostituzione di una taratura SIT, la taratura del costruttore o di altri laboratori non accreditati SIT, anche qualora siano in possesso di campioni di riferimento tarati SIT.

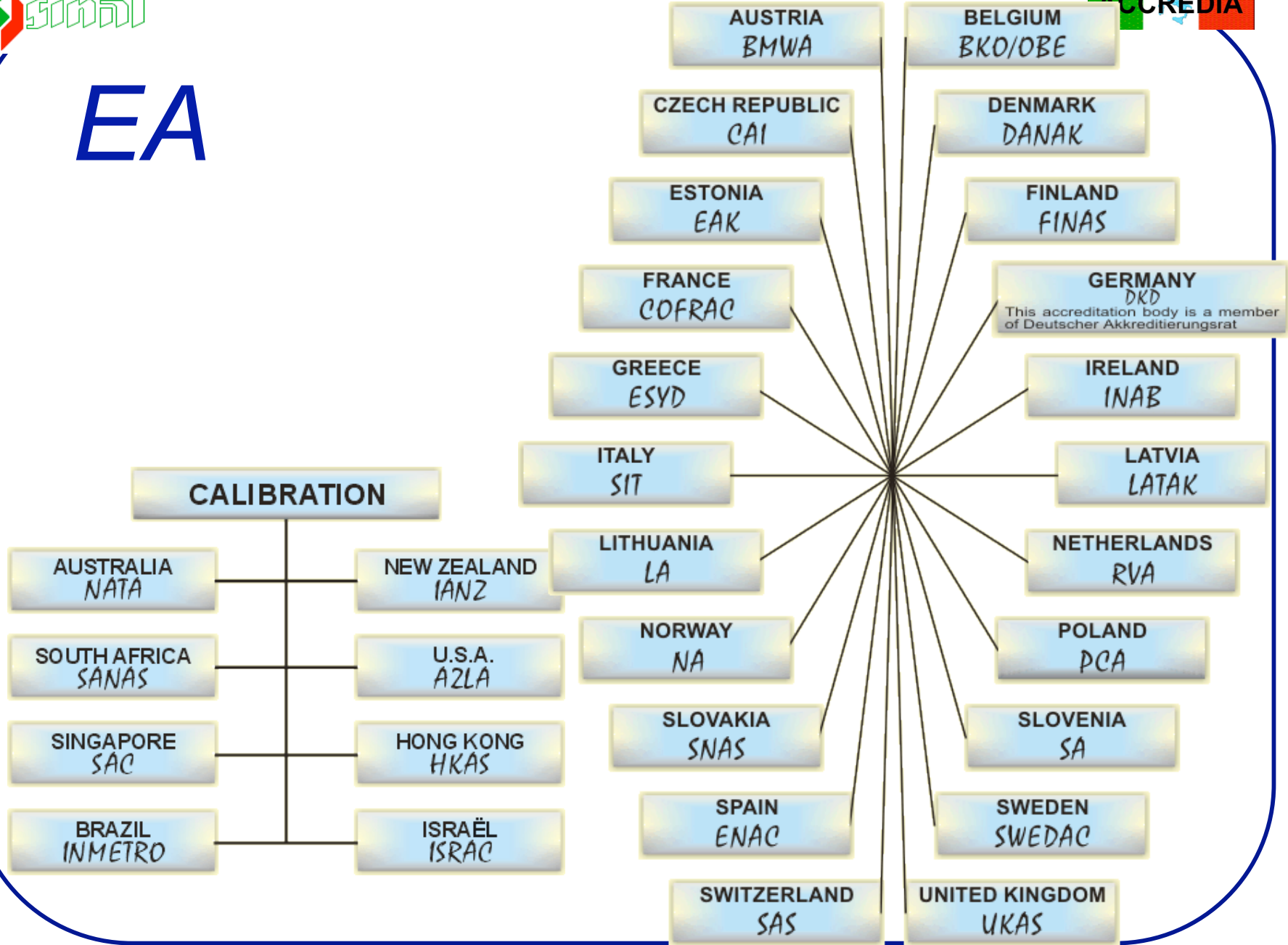
## Riferibilità delle misure – requisiti SINAL

### Relativamente alle tarature interne

- La taratura interna è accettata purché il laboratorio posseda i campioni di riferimento necessari ed operi a fronte di idonee procedure documentate che gli ispettori SINAL valutano.
- I campioni di riferimento devono essere periodicamente tarati da laboratori SIT o equivalenti
- Nel caso di misurazioni non direttamente riferibili ai campioni nazionali (p. es. proprietà chimiche) il laboratorio deve utilizzare materiali di riferimento, ove possibile riferibili a materiali nazionali o internazionali (BCR, NIST, PTB, LGC, ecc.)
- Nel caso in cui non esistano materiali di riferimento il laboratorio deve partecipare a circuiti di confronto



# EA



# BIPM MRA


Mutuo riconoscimento tra gli istituti metrologici nazionali.

14 ottobre 1999

- Gli Istituti Metrologici Nazionali (NMI) di 51 Paesi hanno firmato l'accordo di mutuo riconoscimento, basato sui risultati dei confronti gestiti dal NIST e dal BIPM.

## Tarature interne: pianificazione

Per ogni grandezza (ed ogni campo di misura) definire come determinare, ed i criteri di accettazione, per:

- Linearità (quanti punti, massimo scostamento..)
- Ripetibilità  **incertezza** (criteri...)
- Altri parametri caratteristici dello strumento (es. carico decentrato per le bilance, isteresi, etc.)
- E' importante, prima, definire i requisiti (tolleranze, incertezze richieste) che serviranno a scegliere i campioni (più o meno costosi) per la taratura.

## Taratura dello spettrofotometro

- Semestrale: lunghezza d'onda con filtri o lampada a mercurio.
- Taratura della linearità di risposta con soluzione di potassio cromato
- $0,2000 \text{ g/l} = 0,200 \pm 0,005$  unità di assorbanza.

*Caso in cui il metodo (Regolamento CE 2568/91, All. IX) fornisce le istruzioni.*

## CEN/TS 15675:2007 - Emissioni da sorgente stazionaria

- Il laboratorio deve identificare le tarature che possono contribuire in modo significativo all'incertezza dei risultati.
- Le tarature (es. tubi di Pitot) devono essere effettuate da laboratori accreditati.
- La frequenza di taratura può variare da mensile ad annuale.
- Sono richieste verifiche intermedie (zero ed un punto della retta di taratura) ad ogni campionamento.

## Fonti di riferibilità

- Istituti Metrologici Primari
- Centri SIT o accreditati da Organismi in mutuo riconoscimento con il SIT
- Materiali di riferimento certificati
- Costanti fisiche (punto triplo dell'acqua, punto di fusione dell'indio, umidità in equilibrio con una soluzione satura, potere calorifico dell'acido benzoico, ...)
- Partecipazione a circuiti interlaboratorio

# Riferibilità al S.I.

Nel settore chimico la riferibilità spesso è ottenibile solo con materiali di riferimento



Campione di  
kg di Pt  
nazionale

## Uso dei materiali di riferimento: Tipi di misure (Alain Marchal)

1. Metodi calcolabili (gravimetrici, volumetrici, elettrochimici, ...).
2. Metodi relativi (spettrofotometria, assorbimento atomico, gascromatografia, HPLC, ...).
3. Metodi comparativi (fluorescenza X, attivazione neutronica, quantometro ...).



# 1. Metodi calcolabili

*Es. calcare nel terreno, Cu+Ag  
elettrogravimetrica*

- Si tarano le apparecchiature che garantiscono la riferibilità ai campioni nazionali (bilancia, coulombometro, buretta, ...).
- Devono essere disponibili e gestiti **campioni di prima linea** riferibili al S.I.

## 2. Metodi relativi

*Es. metalli con ICP, diossine con GC-MS*

- I campioni sono trattati e “diluiti” in modo da evitare interferenze nel confronto con i materiali di riferimento.
- I materiali di riferimento sono semplici (soluzioni) e possono essere commerciali (richiedere l’analisi del lotto).
- Se ne deve conoscere il titolo e l’incertezza

### 3. Metodi comparativi

*Es. analisi delle leghe con quantometro*

- Sono metodi sensibili all'effetto matrice.
- Deve esistere il materiale di riferimento certificato idoneo, cioè con composizione simile.
- Si deve verificare l'influenza dello stato fisico (granulometria, viscosità, stato cristallino, ...)

## Circuiti interlaboratorio

Le prove interlaboratorio possono essere utilizzate per molti scopi:

- Documentare la riferibilità delle misure (ISO/IEC 17025 §5.6.2);
- Validare i metodi di prova (ISO 5725);
- Valutare la competenza tecnica dei laboratori (Guida ISO 43 e ISO 13528);
- Certificare materiali di riferimento (Guide ISO 30-35).

## Documentazione della riferibilità delle misure (ISO/IEC 17025 §5.6.2)

*La partecipazione a programmi idonei di confronti interlaboratorio è richiesta ogni volta possibile.*

Ovvero, il laboratorio deve dimostrare di rientrare nei requisiti di accettabilità dei confronti interlaboratorio, in particolare per quelle misure che non sono strettamente riferibili al Sistema Internazionale.

# Validazione dei metodi di prova (ISO 5725).

Tutti i partecipanti devono utilizzare lo stesso metodo in studio, e la successiva elaborazione statistica dei risultati porterà alla stima dei dati di ripetibilità e riproducibilità del metodo.

Generalmente si forniscono più campioni, a diversi livelli della proprietà da determinare.

## Valutazione della competenza tecnica dei laboratori (Guida ISO 43 e ISO 13528).

La partecipazione a schemi interlaboratorio organizzati secondo la ISO Guide 43 serve:

- come verifica di prima parte ai laboratori per verificare di fornire risultati attendibili, e darne dimostrazione ai propri clienti;
- come verifica di seconda parte ai clienti dei laboratori;
- come verifica di terza parte, agli organismi di accreditamento.

## Certificazione di materiali di riferimento (Guide ISO 30-35).

Il requisito è che partecipino laboratori **competenti**, utilizzando tutte le tecniche possibili, in modo da ottenere un valore della proprietà certificato che serva a qualunque futuro utilizzatore del materiale di riferimento.

Mentre negli altri casi si eliminano i dati anomali mediante tecniche statistiche, in questo caso prevale la discussione scientifica dei risultati (e talora ha ragione l'unico laboratorio "fuori dal coro")



# Materiali di riferimento

- **IIS** Institute for Interlaboratory studies. Settore petrolifero.
- **JRC-IRMM** - Institute for Reference Materials and Measurements Materiali di riferimento BCR.
- **LGC** - Laboratory of Government Chemist. Materiali di riferimento nei settori biomedico, ambientale, agroalimentare, industriale.
- **NIST** (ex NBS) Standard Reference Materials.
- **SCC** - Standard Council of Canada
- UNICHIM ha pubblicato il Manuale N. 197 - Guida alla scelta e all'uso dei materiali di riferimento.
- **COMAR** ([www.comar.bam.de](http://www.comar.bam.de)) banca dati dei materiali di riferimento, è accessibile gratuitamente