

ARTICOLO

I materiali di riferimento e l'accreditamento di Produttori di Materiali di Riferimento

Mario Mosca – Collaboratore

Giulia Suriani – Funzionario Tecnico di ACCREDIA

Storia

La storia dei materiali di riferimento si confonde con lo sviluppo industriale. La definizione di questo termine, riportata nel Vocabolario Internazionale di Metrologia (VIM), recita:

- 5.13 Materiale di riferimento RM: materiale sufficientemente omogeneo e stabile rispetto a proprietà specificate, che si è stabilito essere idoneo per l'utilizzo previsto in una misurazione o nell'esame di proprietà classificatorie.

Ancora prima che si definisse il problema della verifica di conformità l'impiego di materiali stabili ed omogenei nella metrologia e nel controllo di qualità si è sviluppato in tutto il mondo. Si pensi, ad esempio nella produzione di acciai o leghe metalliche, la disponibilità di riferimenti in oggetti di caratteristiche accertate ha grandemente influenzato la possibilità di garantire prodotti ripetibili nello spazio e nel tempo.

Si è partiti da riferimenti di tipo privato (ogni azienda è garante del proprio prodotto, ognuna ritiene i propri standard i migliori) per arrivare a riferimenti accettati a livello globale. La necessità di estendere il sistema internazionale delle unità di misura, nato a partire dalle misurazioni di tipo fisico, ha generato nei campi legati ad attività chimiche e biologiche l'esigenza di materiali di riferimento che si affiancassero alle misurazioni di tipo fisico.

L'accREDITAMENTO, come attività di controllo di chi effettua misure e valutazioni di conformità, è nato, in campo metrologico, per garantire la qualità delle misurazioni e la riferibilità dei risultati alle definizioni del sistema internazionale delle unità di misura. Si è sentita quindi l'esigenza di estendere il suo campo di attività a quello della produzione dei materiali di riferimento.

Riferibilità metrologica e materiali di riferimento

Le definizioni del VIM mettono ben in luce la connessione tra la metrologia e i materiali di riferimento:

- 5.1 Campione di misura: realizzazione della definizione di una grandezza, con un valore stabilito e con un'incertezza di misura associata, impiegata come riferimento.

Seguono 4 note e 6 esempi di campioni di misura. Tra questi:

ESEMPIO 6: Materiale di riferimento che fornisce i valori e le rispettive incertezze di misura associate per la concentrazione in massa di dieci proteine diverse.

In questo quadro i materiali di riferimento certificati sono particolarmente importanti. La definizione è la seguente:

- 5.14 Materiale di riferimento certificato CRM: materiale di riferimento accompagnato da un documento rilasciato da un organismo di confacente autorità, nel quale sono riportati i valori di una o più proprietà specificate, con le corrispondenti incertezze, riferibilità e rintracciabilità, definite impiegando procedure valide.

Il concetto di riferibilità metrologica, di cui i RM, sono un elemento importante, è definita nel modo seguente:

- 2.41 Riferibilità metrologica: proprietà di un risultato di misura per cui esso è posto in relazione a un riferimento attraverso una documentata catena ininterrotta di tarature, ciascuna delle quali contribuisce all'incertezza di misura.

Da questo rapido *escursus* terminologico potrebbe apparire che i materiali di riferimento giochino, per le misure in campo chimico e biologico, lo stesso ruolo dei campioni di misura nel campo delle misure di tipo fisico (si pensi al prototipo internazionale del campione di massa in platino-iridio). La situazione è più articolata e complessa. Gli elenchi delle possibili tipologie di RM, rintracciabili presso produttori attivi a livello internazionale e un tempo presente in ILAC G19, riportano la suddivisione secondo l'impiego che prevede almeno:

- composizione chimica;
- proprietà biologiche e cliniche;
- proprietà fisiche (tra cui ottica, magnetismo, termofisica, radioattività, ecc);
- proprietà ingegneristiche (tra cui elasticità, durezza, caratteristiche superficiali, ecc).

La suddivisione ulteriore è quanto mai complessa e dipende dalle applicazioni e dai produttori. Come si vede l'elenco, prevede un ampio impiego di RM per lo studio, la caratterizzazione e la misura in campi diversissimi, riguardanti l'ambiente, la salute, la sicurezza e oltre che la produzione industriale.

L'uso dei materiali di riferimento, in particolare di materiali di riferimento certificati (CRM), per ottenere la riferibilità metrologica dei risultati delle misure è regolato dalla norma ISO/IEC 17025 nel capitolo 5.6 Riferibilità delle misure. In 5.6.2.1.2 si stabilisce che quando la riferibilità non può essere ottenuta rispetto ai campioni del sistema internazionale SI, le tarature si possono effettuare stabilendo la riferibilità a campioni appropriati come "l'utilizzo di materiali certificati procurati da un fornitore competente". Il concetto è ribadito nel successivo 5.6.3.2 "materiali di riferimento: Ogni qual volta possibile, i materiali di riferimento devono essere riferibili alle unità SI, o a materiali di riferimento certificati. I materiali di riferimento interni devono essere controllati nella misura in cui sia tecnicamente ed economicamente fattibile".

La politica dell'*International Laboratories Accreditation Cooperation* (ILAC) sulla riferibilità metrologica contenuta in ILAC P10:01/2013, che in §4.7) stabilisce che costituiscono un valido elemento di riferibilità metrologica i valori assegnati ai CRM da Istituti Metrologici Nazionali entro le specifiche riconosciute dal *Bureau International des Poids et Mesures* BIPM e presentate nell'area KCDB del sito www.bipm.org oppure da Produttori di RM accreditati, entro il proprio campo di accreditamento conforme alla ISO *Guide* 34: 2009 (attualmente sostituita da ISO 17034:2016).

Certamente fin dall'inizio molte istituzioni si occuparono di studiare e produrre materiali di riferimento e diffonderne l'uso. Si deve ricordare, in Italia, l'opera pionieristica della dott. Maria Grazia Del Monte e del Centro materiali di riferimento, degli Istituti metrologici, a suo tempo IMGC-CNR, IENGF (poi confluiti in INRIM) e ENEA/INMRI. In Europa hanno giocato un forte ruolo di studio e di diffusione, in Germania il *Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung* BAM, a livello comunitario il Bureau Communautaire de Référence (BCR) poi confluito nel Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM). Sono diffusi a livello mondiali i materiali prodotti negli USA da NBS (poi NIST).

La rete che si è creata durante tutto il secolo scorso ha, da un lato, sopperito ai bisogni, ma anche ha creato negli utenti l'esigenza di sicurezza sulle informazioni diffuse con i materiali di riferimento. Si è creato anche in questo campo, come in metrologia e nella valutazione della conformità il problema "chi controlla i controllori?".

Accreditamento dei Produttori di materiali di riferimento

Prima di illustrare gli avvenimenti in Italia, è opportuno vedere il panorama nel resto del mondo.

ISO-REMCO è il comitato internazionale a cui è stato affidato dal 1975 il compito di evolvere la standardizzazione in questo settore. A partire dal 1981 sono state emesse le guide che definiscono il settore:

- ISO Guide 30:2015 (Third edition) *Reference materials - Selected terms and definitions*;
- ISO Guide 31:2015 (Third edition) *Reference materials - Contents of certificates, labels and accompanying documentation*;
- ISO Guide 33:2015 (Third edition) *Reference materials - Good practice in using reference materials*;
- ISO Guide 34:2009 (Third edition) *General Requirements for the Competence of reference materials producers*, sostituita da ISO 17034:2016 *General Requirements for the Competence of reference material producers*;
- ISO Guide 35:2006 (Third edition) *Reference materials - General and statistical principles for certification*.

Oltre a queste possono essere utili:

- ISO/TR 16476:2016 *Reference materials - Establishing and expressing metrological traceability of quantity values assigned to reference materials*;
- ISO/TR 79:2015 *Reference materials - Examples of reference materials for qualitative properties*;
- ISO Guide 80:2014 *Guidance for the in-house preparation of quality control materials (QCMs)*.

La prima edizione della ISO *Guide* 34, nel 1996, ha permesso l'inizio del processo di accreditamento dei produttori di materiali di riferimento. Tuttavia, si è avviato un dibattito circa la possibilità utilizzare la guida come riferimento per la valutazione della competenza dei produttori. In merito ILAC ha preso le risoluzioni che hanno definito il tema:

ILAC Resolution GA 8.12 (2004)

The General Assembly resolves that accreditation of technically competent bodies producing reference materials with assigned values will be conducted against harmonized criteria based on ISO Guide 34 and ISO/IEC 17025 in combination.

Quando nel 2009 la guida ha avuto la sua terza edizione, in cui gli requisiti significativi di ISO/IEC 17025 e di ISO 15189 sono stati inseriti, ILAC ha modificato la sua posizione:

ILAC Resolution GA 16.20 (2012)

As ISO Guide 34:2009 includes normative references to ISO/IEC 17025 and ISO 15189, the General Assembly resolves that accreditation of reference material producers is conducted in accordance with ISO Guide 34:2009 alone. This resolution rescinds ILAC resolution 8.12. In addition ILAC R6:07/2012 will be amended to reflect this decision.

Le organizzazioni regionali dell'accREDITamento hanno dato inizio ad accordi di mutuo riconoscimento, ad es APLAC (area Asia - Pacifico) e IAAC (Area Americhe) in base alle quali, in ILAC, si è discusso se introdurre un mutuo riconoscimento internazionale per questo scopo. Nel 2014, la risoluzione predisposta in merito non è stata approvata:

ILAC Resolution 18.17 (2014) - NOT ADOPTED

The General Assembly endorses the recommendation of the ARC to extend the ILAC Mutual Recognition Arrangement (MRA) to include accreditation of reference material producers and therefore accept the applications as soon as the appropriate peer evaluation documents within ILAC are updated to cover this new scope.

Per comprendere le motivazioni di questa situazione, certamente di carattere eccezionale, bisogna vedere la situazione in Europa. Come è noto, nell'Unione Europea l'accREDITamento è regolato dal Regolamento (CE) 765:2008. Questo al art. 2, punto 10, stabilisce che l'accREDITamento viene attestato in conformità con norme armonizzate. Altri regolamenti illustrano a quali requisiti debbano rispondere le norme per essere inserite nell'elenco delle norme armonizzate. La ISO *Guide* 34, pur contenendo i requisiti per l'accREDITamento di RMP, non è norma, né norma armonizzata. Quindi non può essere utilizzata da Organismi di accREDITamento europei per accREDITamenti che siano coperti dall'accordo di riconoscimento multilaterale EA-MLA. Il divieto per gli Organismi europei di svolgere attività diverse da quanto previsto dal Regolamento 765 è stato ribadito da DG Enterprise in CERTIF 2012-02 REV4 *Activities of accreditation bodies that are not accreditation* (2014-05-05). Questo ha imposto una battuta di arresto nel processo di estensione degli accordi di mutuo riconoscimento e, in definitiva, uno svantaggio dei produttori europei di materiali di riferimento che, anche quando si sottoponevano alle verifiche degli AB nazionali, non potevano vedere riconosciute le proprie competenze all'estero.

L'ISO si è prontamente attivata per risolvere l'empass, è stato attivato un gruppo congiunto tra ISO REMCO e ISO CASCO, a cui alcuni componenti italiani, tra cui ing. Giulia Suriani di ACCREDIA, hanno fatto parte. Nel novembre 2016 è stata emessa la nuova ISO 17034, aggiornamento della ISO Guide 34, e quindi il processo di estensione degli accordi ha potuto riprendere. Nel 2016, a New Delhi, sono state prese da ILAC le risoluzioni:

ILAC Resolution GA 20.13 (2016)

The General Assembly endorses the recommendation of the Arrangement Committee (ARC) to extend the ILAC Mutual Recognition Arrangement (MRA) to include accreditation of reference material producers to the criteria specified in ISO 17034. ILAC will therefore accept applications for recognition as soon as the appropriate peer evaluation documents within ILAC are updated to cover this new scope.

ILAC Resolution GA 20.14 (2016)

As a result of the publication of ISO 17034 in November 2016, replacing ISO Guide 34:2009, the General Assembly endorses the recommendation from the AIC, that accreditation of reference material producers be conducted in accordance with ISO 17034 and that an implementation period of 3 years be adopted.

La situazione dell'accREDITamento di RMP in Europa e in Italia.

La descrizione della evoluzione del processo internazionale di accreditamento dei produttori di RM e CRM ha messo in luce che in Europa, pur sentendo da tempo la necessità di attivare processi di accreditamento in questo campo, si sono dovuti affrontare e risolvere non pochi problemi. La *European cooperation for Accreditation EA* ha discusso di questi problemi, dal punto di vista tecnico nel *Laboratory Committee EA LC* che ha promosso, fin un'indagine da cui risulta che già nel 2013, 15 organismi di accreditamento nazionali avevano iniziato ad accreditare RMP e altri 15 avevano intenzione di procedere in questo campo entro altri 5 anni. La situazione attuale, che si è sviluppata al di fuori dell'EA, si può controllare solo esaminando i siti web dove gli AB pubblicano gli elenchi degli accreditati. La distribuzione che si ricava, da un esame parziale, è la seguente:

Organismo	Paese	N. RMP
AA	Austria	1
ACCREDIA	Italia	4
COFRAC	Francia	4
DAkKS	Germania	2
INAB	Irlanda	1
SAS	Svizzera	4
UKAS	Gran Bretagna	11

Si può prevedere che presto gli organismi di EA e la Assemblea Generale di EA delibereranno per estendere lo scopo dell'EA MLA all'accREDITamento di RMP.

In Italia, prima che ACCREDIA iniziasse i suoi lavori, il SIT - Servizio di Taratura in Italia aveva attestato l'accREDITamento di Produttori di materiali di riferimento fin dal 2005. La situazione al gennaio 2017 è riassunta nella seguente tabella.

RMP n°	Anno	Denominazione	Sede	Area attività
143	2005	SIAD Società Italiana Acetilene & Derivati S.p.A.	OSIO SOPRA (BG)	CRM gassosi per via gravimetrica e analitica
186	2005	CHEMIFARM s.r.l.	PARMA	CRM liquidi - soluzioni di saccarosio e cloruro di potassio - pH
211	2009	ISPRA Istituto Superiore Protezione e Ricerca Ambientale	ROMA	CRM solidi - metalli in matrice di suolo/sedimenti
234	2012	SAPIO Produzione Idrogeno Ossigeno s.r.l.	CAPONAGO (MB)	CRM gassosi per via gravimetrica

Fin dall'inizio i produttori sono stati informati che non esistendo accordi internazionali di mutuo riconoscimento l'attestazione di competenza aveva solo validità nazionale; essendo tuttavia questa una caratteristica valida a livello globale, il mercato ha accolto in modo favorevole i produttori da noi accREDITati.

ACCREDIA ha seguito le deliberazioni della Assemblea Generale ILAC, dichiarando in un primo momento la conformità alla ISO Guide 34 unitamente alla ISO/IEC 17025, dopo il 2013 alla sola ISO Guide 34. Nel 2017 si avvierà il processo di transizione alla ISO 17034. Ci prepariamo a dichiararci pronti per essere valutati da EA, non appena questa deciderà di estendere lo scopo di EA-MLA al settore.

Conclusioni

L'accREDITamento di Produttori di Materiali di Riferimento è una tappa importante del per aumentare la fiducia del mercato per molte attività: in campo ambientale, industriale, per la sicurezza dei servizi e della vita quotidiana. L'impatto nelle misurazioni di materiali di riferimento accREDITati, specialmente se certificati (CRM), permetterà di ottenere risultati di misura riferibili al sistema SI o a campioni riconosciuti a livello internazionale, migliorando la qualità dei servizi in settori come la chimica e biologia. In merito, si stanno sensibilizzando tutti gli organismi accREDITati, in particolare laboratori di prova e gli organismi di ispezione.

ACCREDIA è l'Ente unico nazionale di accreditamento designato dal Governo italiano. Il suo compito è attestare la competenza, l'imparzialità e l'indipendenza di chi deve garantire un grado elevato di protezione degli interessi pubblici, quali la salute, la sicurezza e l'ambiente.

ACCREDIA è un'associazione privata senza scopo di lucro che opera sotto la vigilanza del Ministero dello Sviluppo Economico e svolge un'attività di interesse pubblico, a garanzia delle istituzioni, delle imprese e dei consumatori.

ACCREDIA ha 67 soci che rappresentano tutte le parti interessate alle attività di accreditamento e certificazione, tra cui 9 Ministeri (Sviluppo Economico, Ambiente, Difesa, Infrastrutture e Trasporti, Interno, Istruzione, Lavoro, Politiche Agricole, Salute), 7 Enti pubblici di rilievo nazionale, i 2 Enti di normazione nazionali, UNI e CEI, 13 organizzazioni imprenditoriali e del lavoro, le associazioni degli organismi di certificazione e ispezione e dei laboratori di prova e taratura accreditati, le associazioni dei consulenti e dei consumatori e le imprese fornitrici di servizi di pubblica utilità come Ferrovie dello Stato ed Enel.

L'Ente è membro dei network comunitari e internazionali di accreditamento ed è firmatario dei relativi Accordi di mutuo riconoscimento, in virtù dei quali le prove di laboratorio e le certificazioni degli organismi accreditati da ACCREDIA sono riconosciute e accettate in Europa e nel mondo.