



Agenzia Regionale
per la Protezione
Ambientale dell'Umbria

Colacem Gubbio 2018

Organizzazione di un interconfronto tra cinque
Agenzie Ambientali

Giuseppe De Luca

Responsabile Servizio Campionamento Emissioni

NORMA
EUROPEA

Valutazione della conformità
Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio

UNI CEI EN
ISO/IEC 17043

APRILE 2010

Versione bilingue
del marzo 2011

Conformity assessment
General requirements for proficiency testing

La norma specifica i requisiti generali per la competenza degli organizzatori di schemi di prove valutative interlaboratorio e per lo sviluppo ed il funzionamento di detti schemi. Questi requisiti sono da intendersi generali, per qualsiasi tipo di schema e possono essere utilizzati come base per requisiti tecnici specifici per particolari campi di applicazione.

Le prove valutative interlaboratorio implicano l'impiego di confronti per la determinazione delle prestazioni dei laboratori che possono essere utilizzate per fornire ***dimostrazioni indipendenti*** della competenza dei laboratori.

- Importante azione AQ
- La partecipazione ai circuiti è richiesta dagli enti di accreditamento
- Identifica le differenze tra laboratori
- Strumento formativo importante per i partecipanti

L'evoluzione del concetto di competenza

- EN 15267-4: 2017 (PAMS):

5.6 Qualifications of test laboratories

NOTE 1 The test laboratory can demonstrate the necessary competence e.g. by accreditation on the basis of EN ISO/IEC 17025.

Si noti la differenza con:

- EN 15267-3:2007 (Prove di QAL1 degli AMS)

5.4 Qualifications of test laboratories

Test laboratories shall be accredited to EN ISO/IEC 17025 and the appropriate test standards for carrying out the tests defined in this European Standard. Test laboratories shall have knowledge on the uncertainties attributed to the individual test procedures applied during performance testing.

Il principio di neutralità ISO

- I metodi da prescrittivi/descrittivi stanno diventando prestazionali: privilegiano non il percorso ma l'obiettivo da raggiungere
- Inoltre nei metodi deve essere chiaro il processo ed i requisiti con relative soglie di verifica ma non debbono includere richieste su chi effettui o verifichi le prove. Salvo dimostrazione della sua competenza.

Quindi:

- Se il principio di neutralità venisse accolto dal CEN decadrebbero tutti gli obblighi ai laboratori di accreditarsi EN 17025; che potranno dimostrare la loro competenza anche in altro modo.
- Resterebbe tuttavia la possibilità, per l'autorità di controllo, di prescrivere nei singoli atti l'accREDITAMENTO.

WG 45 CEN TC/264

Scopo:

quattro punti fondamentali

1. Requisiti di competenza dei PT Provider (a), performance dei **TEST BENCH** (b), progettazione, esercizio e valutazione degli schemi PT (emissioni) (c)
2. (a) → personale, organizzazione, apparecchiature e ambiente – (b) → sezioni di misura, bocchelli, aree di lavoro dei partecipanti – (c) → **test di omogeneità e stabilità**, approccio statistico, analisi dei dati, valutazione dei risultati
3. INTEGRAZIONE alla EN ISO/IEC 17043
4. SUPPORTO all'utilizzo dello standard per: verifica laboratori nel contesto dell'accreditamento, **formazione personale laboratori**, validazione e performance metodi

PT ed emissioni

Due filosofie complementari

Vantaggi

- **Test Bench (Loop o altro)**

1. Massima riferibilità metrologica
2. Test di omogeneità e stabilità robusti
3. Area di lavoro ottimale

- **Camino reale**

1. Completa aderenza alla realtà di campionamento
2. Vari scenari potenziali di controllo
3. Molteplicità di prove possibili

PT ed emissioni

Due filosofie complementari

Svantaggi

- **Test Bench (Loop o altro)**

1. Scarsa disponibilità di impianti
2. Limitata disponibilità di prove

- **Camino reale**

1. Test di omogeneità e stabilità deboli
2. Limitato n° di squadre per sessione di lavoro

Il problema della Omogeneità

Definizioni:

EN ISO/IEC 17043

- **4.4.3 Omogeneità e stabilità**

- 4.4.3.1 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.

Nota 1 I requisiti del presente punto servono ad assicurare che ogni partecipante riceva oggetti delle prove valutative interlaboratorio comparabili e che questi oggetti rimangano stabili durante tutte tali prove.

Il problema della Omogeneità

Definizioni:

IUPAC (technical report): The international harmonized protocol for PT of analytical chemistry laboratories

2.7 Test materials

.....

- The bulk material prepared for PT must be sufficiently homogeneous and stable, in respect of each analyte, to ensure that all laboratories receive distribution units that do not differ to any consequential degree in mean analyte concentration.

Omogeneità secondo la EN 15259:2008

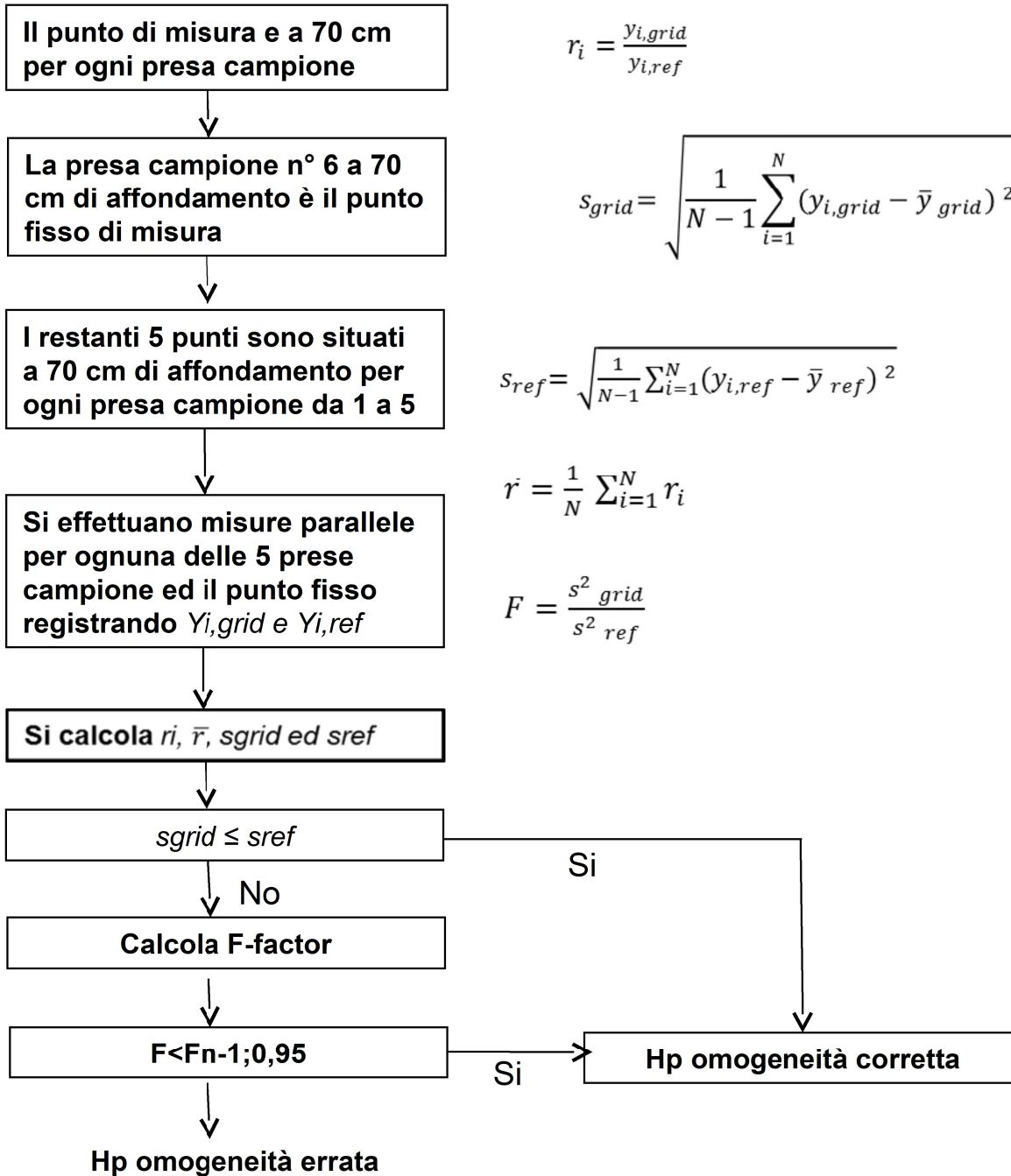
- Posto che la fase di produzione del clincker di cemento è un processo molto stabile per alimentazione di farine a composizione definita e gestione del forno;
- La sezione di misura alla quale l'interconfronto è stato realizzato è posta in modo corretto dal punto di vista fluidodinamico;

Ci aspettavamo che alla sezione di misura il flusso fosse stazionario anche se con una definita variabilità spaziale.

L'ipotesi era che ad un dato affondamento (70 cm quello di prova) da ognuno dei sei bocchelli si misurasse nel tempo lo stesso valore sia per i parametri chimici (Ossigeno; Anidride Carbonica; Umidità; Ossidi di Azoto e Monossido di Carbonio; Polveri) che per i parametri fluidodinamici (Pressione Assoluta, Temperatura e pressione differenziale).

Verifica della ipotesi di omogeneità

diagramma di flusso previsto dalla norma:



Esempio Ossigeno

Concentrazioni gas

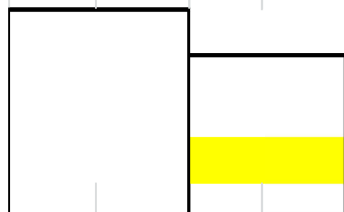
Parametro [X] O2 % *La singola misura per bocchello è la media di sei minuti*

Rif. EN 15259:2007 p.to 8.3 Omogeneità *Il valore di un misurando varia solo nel te*

Bocchello misura Cgrid Cref Cgrid/Cref %

Table 4 — *F*-factors and *t*-factors as function of the number of s
for a confidence level of 95 % [9]

Number of sampling points N	<i>F</i> -factor $F_{N-1; N-1; 0,95}$	<i>t</i> -factor $t_{N-1; 0,95}$	Number of sampling points N	<i>F</i> -factor $F_{N-1; N-1; 0,95}$
4	9,28	3,182	19	2,22
5	6,39	2,776	20	2,17
6	5,05	2,571	21	2,12
7	4,28	2,447	22	2,08
8	3,79	2,365	23	2,05
9	3,44	2,306	24	2,01
10	3,18	2,262	25	1,98
11	2,98	2,228	26	1,96
12	2,82	2,201	27	1,93
13	2,69	2,179	28	1,90
14	2,58	2,160	29	1,88



Esempio velocità

(Tutti i bocchelli)

Bocchello	misura n°	Ygrid	Yref	Cgrid/Cref %
1	1	10,08	8,95	112,6
	2	10,46	9,30	112,5
	3	10,47	9,40	111,4
	4	10,42	9,30	112,0
	5	10,50	9,45	111,1
2	1	9,18	9,38	97,8
	2	8,96	9,27	96,6
	3	9,11	9,13	99,9
	4	8,90	9,37	95,0
	5	9,07	9,66	93,9
3	1	8,54	9,39	90,9
	2	8,66	9,15	94,6
	3	8,60	9,54	90,2
	4	8,44	9,41	89,7
	5	8,64	9,34	92,5
4	1	9,63	9,23	104,3
	2	9,41	9,67	97,3
	3	9,70	9,33	103,9
	4	9,33	9,58	97,5
	5	9,28	9,49	97,8
5	1	9,13	9,63	94,8
	2	9,22	9,55	96,5
	3	9,05	9,34	96,9
	4	9,22	9,34	98,7
	5	9,11	9,59	95,0
Valore medio		9,32	9,39	99,3
Deviazione Standard		Sgrid	Sref	
		0,628	0,174	
NUmero di misure		25		
Gradi di libertà		24		
Test di omogeneità:				
test (Sgrid^2)/(Sref^2)		13,00		
F95%		2,01		
Emissione		NON OMOGENEO		

Esempio velocità

(Bocchelli 2,4 e 5)

Bocchello	misura n°	Ygrid		Yref	Cgrid/Cref %
2	1	9,18	9,38	97,8	
	2	8,96	9,27	96,6	
	3	9,11	9,13	99,9	
	4	8,90	9,37	95,0	
	5	9,07	9,66	93,9	
4	1	9,63	9,23	104,3	
	2	9,41	9,67	97,3	
	3	9,70	9,33	103,9	
	4	9,33	9,58	97,5	
	5	9,28	9,49	97,8	
5	1	9,13	9,63	94,8	
	2	9,22	9,55	96,5	
	3	9,05	9,34	96,9	
	4	9,22	9,34	98,7	
	5	9,11	9,59	95,0	
Valore medio		9,22	9,44	97,7	
Deviazione Standard		Sgrid	Sref		
		0,225	0,170		
NUmero di misure		15			
Gradi di libertà		14			
Test di omogeneità:					
test (Sgrid ²)/(Sref ²)		1,76			
F95%		2,58			
Emissione		OMOGENEO			



Agenzia Regionale per la Protezione Ambientale dell'Umbria



***Grazie per l'attenzione
speriamo ci sia una prossima***

Agenzia Regionale per la Protezione Ambientale dell'Umbria