

Miscele gassose di taratura

Primo laboratorio italiano accreditato SIT

di Alberto Budi e Giorgio Bissolotti

Dallo scorso dicembre è attivo presso Siad il primo centro di taratura accreditato Sit (Servizio di Taratura in Italia) per la preparazione di miscele gassose di taratura. Da quella data il laboratorio di metrologia "Miscele gassose" di Siad, ovvero il Centro Sit n. 143, è in grado di mettere sul mercato miscele gassose riferibili ai campioni nazionali di massa.



Il centro Sit Miscele gassose di Siad

Il Sit (Servizio di Taratura in Italia) ha accreditato il laboratorio di ricerca di Siad in conformità alla Iso/lec 17025 (Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura). Questa norma, resa disponibile come norma italiana da Uni a novembre del 2000, riunisce i requisiti gestionali dei Sistemi di Gestione per la Qualità delle Iso 9000:2000 e i requisiti di competenza tecnica della En 45001 (Criteri generali per il funzionamento dei laboratori di prova).

L'accreditamento è una dichiarazione formale dell'idoneità del nostro laboratorio ad effettuare specifiche e determinati tipi di taratura [1]. Solo laboratori di idonea valenza tecnica e organizzativa possono essere accreditati dal Sit, che ha accertato la competenza tecnica del Laboratorio Siad attraverso verifiche sperimentali con alcuni Istituti Metrologici Primari. L'accertamento dell'effettiva competenza tecnica, fornita dall'Istituto Metrologico, offre garanzia delle reali capacità del Centro Sit. È solo con l'accreditamento Sit, e con il continuo confronto sperimentale con gli Istituti Metrologici, che un Laboratorio riesce a dare

A. Budi, G. Bissolotti, Siad SpA - S.S. 525 del Brembo, 1 - 24040 Osio Sopra (BG).
alberto_budi@praxair.com,
giorgio_bissolotti@praxair.com

evidenza delle proprie capacità. L'accreditamento Sit fornisce al mercato la garanzia e la fiducia della valenza tecnica ed è indubbiamente l'unico modo per garantire riferibilità sulle misure effettuate. La riferibilità viene garantita grazie al fatto che la taratura viene effettuata utilizzando campioni primari, ma anche perché procedure, metodologie operative e, soprattutto, modalità di calcolo dell'incertezza, vengono verificate, approvate e accreditate da esperti tecnici del Sit.

Questo è un riconoscimento di prestigio, considerando che Siad è leader del mercato italiano per le miscele gassose di taratura e produce miscele campione da oltre cinquant'anni. Oltre ad essere un rilevante risultato per Siad, questo è anche un importantissimo traguardo raggiunto dal mercato italiano, che ora possiede miscele riferibili al Sistema Internazionale delle Unità (SI), a prezzi competitivi.

Riferibilità delle miscele gassose

La riferibilità è il grande pregio di queste miscele, che a tutti gli effetti sono dei materiali di riferimento [2]. Queste miscele sono, infatti, corredate di certificato di taratura Sit, valido anche a livello internazionale, e sono dello stesso livello di quelle prodotte e vendute dagli Istituti

Metrologici Primari, come definito nella legge n. 273, 11 agosto 1991 "Istituzione del sistema nazionale di taratura". La disseminazione dei campioni delle unità di misura del sistema SI può, infatti, essere effettuata direttamente dagli Istituti Metrologici e indirettamente dai centri di taratura Sit.

Ma perché la riferibilità è così importante? La riferibilità è la "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 - Vocabolario Internazionale di Metrologia - 6.10]. Nel nostro caso essa è garantita direttamente dalle masse con cui si tara la bilancia, impiegata per la preparazione gravimetrica e per confronto da miscele gassose di riferimento preparate o certificate da Istituti Metrologici Primari.

Utilizzando una miscela gassosa preparata dal centro Sit di Siad per la taratura della strumentazione di misura, si è certi di avere una corretta catena di riferibilità. Ciò è di massima rilevanza per altri centri di taratura Sit o laboratori di prova Sinal, che necessitano di materiali con queste caratteristiche per effettuare le proprie tarature o prove "in regime" di riferibilità.

La riferibilità è comunque di importanza



Una panoramica dei laboratori Siad

fondamentale per tutte le misure che devono poter essere confrontate tra loro [3]. Nei settori ambientale, sanitario e industriale in generale la "qualità" delle misure è indispensabile. Pensiamo alle rilevazioni sulla qualità dell'aria, alle misure inerenti le emissioni gassose di un inceneritore, piuttosto che di un qualsiasi scarico industriale. Tutte le misure sono importanti, ma quelle relative ai due esempi citati possono comportare la chiusura al traffico di una città, sanzioni o fermi di attività industriali.

D'altro canto anche le misure gassose associate, per esempio, ad uno scale up di un impianto chimico, alle prove inerenti un impianto pilota, a studi su sistemi catalitici (pensiamo alla selettività di un catalizzatore verso alcuni composti), alla concentrazione di composti presenti in stream gassosi di impianti esistenti, governano decisioni importanti, dal rilevante impatto economico. Si rammenta che il contributo del lavoro di "far misure" si aggira tra il 5% e il 6% del prodotto nazionale lordo. Questo significa, nella realtà italiana, una cifra superiore a quanto l'Italia spende per l'istruzione e confrontabile con il bilancio del Servizio Sanitario Nazionale [4].

La riferibilità è richiesta in misura sempre più crescente nei più diversi settori: attività di ricerca e sviluppo, laboratori di prova addetti alla certificazione tecnica dei prodotti, sistemi per il controllo automatico di processi di produzione, aziende che operano in regime di assicurazione della qualità e pubbliche amministrazioni.

Si pensi per esempio all'assicurazione qualità riguardante le misure effettuate da un qualsiasi ente certificato Iso 9000. In misura forse più marcata nell'edizione del 1994, ma con modi decisamente forti anche in quella del 2000, le Iso 9000 hanno sempre posto l'accento sugli aspetti inerenti le misure, la taratura e la conferma metrologica, ovvero il controllo di funzionalità, della strumentazione di misura.

Al punto 7.6 "Tenuta sotto controllo dei dispositivi di monitoraggio e di misurazione" della Iso 9001:2000, si evince in maniera chiara e decisa che "... le apparecchiature di misurazione devono: a) essere tarate o verificate ad intervalli specificati o prima della loro utilizzazione, a fronte di campioni riferibili a campioni nazionali o internazionali...". Ora sono presenti sul mercato miscele gassose con queste caratteristiche, quelle imposte dalla metrologia e proprie del centro di taratura Sit di Siad SpA. Vi sono alcuni Istituti Metrologici (Nist, Nmi, Npl ecc.) che producono, o certificano, miscele gassose di questo tipo, ma il loro costo, dovuto anche all'esigua capacità produttiva, è stato un fattore limitante alla loro diffusione. La propagazione di quella che definiamo la mentalità "metrologica", trovava così un freno nei costi, che non tutti erano disposti a sobbarcarsi.

Come in passato era stato fatto per altri campioni di misura, si sono abbassati i costi delle miscele gassose, pur mantenendone la riferibilità metrologica, accreditando il Laboratorio della Funzione

Ricerca di Siad SpA quale primo centro di taratura Sit per la preparazione di miscele gassose.

È stato indubbiamente necessario portare la mentalità metrologica in Siad [5] che, come suo contributo, è ora in grado di produrre questa tipologia di miscele gassose ad un costo inferiore a quello degli Istituti Metrologici.

Modalità di preparazione

Le miscele gassose, corredate di certificato di taratura Sit, preparate da Siad rispettano i seguenti criteri [5]:

- riferibilità delle misure ai campioni nazionali, come stabilito dalla legge istitutiva del Sistema Nazionale di Taratura (legge n. 273, 11 agosto 1991);
- valutazione puntuale delle incertezze;
- ripetibilità e riproducibilità dei risultati;
- uniformità nella presentazione dei dati.

Per ottemperare a quanto richiesto, ogni volta che viene preparata una miscela, si mettono in pratica le seguenti fasi principali:

- controllo della materia prima (purezza dei gas utilizzati, controllo della bombola e della valvola ecc.);
- controllo della taratura della bilancia utilizzata per la preparazione delle miscele;
- controllo della taratura degli analizzatori utilizzati per l'avvalorazione delle miscele;
- validazione del risultato finale.

Per ogni fase sopra riportata si valuta l'influenza di ciascuna azione sull'incertezza finale. Da qui il riconoscimento formale della valenza tecnica e dell'idoneità a svolgere questo tipo di operazioni.

Per calcolare l'incertezza della preparazione della miscela si valutano [6]:

- impurezze delle materie prime;
- taratura della bilancia e pesate dei gas componenti la miscela;
- differenza fra massa "vera" e massa convenzionale;
- variazione della temperatura, della pressione e dell'umidità dell'aria, ovvero della densità dell'aria;
- volume esterno della bombola;
- variazione del volume della bombola, durante la preparazione della miscela, dovuta all'immissione del gas sotto pressione.

Ogni tipologia di miscela, prodotta in accordo con le fasi principali sopra elencate, viene confrontata con miscele preparate da Istituti Metrologici. Questa procedura ha sia lo scopo di verificare il sistema di preparazione, sia di avere



un'ulteriore connessione con la catena metrologica; la prima è, infatti, quella con le masse utilizzate per la taratura della bilancia.

Le miscele così prodotte sono corredate di certificato di taratura in cui l'incertezza estesa, espressa in percentuale relativa rispetto alla concentrazione del gas, varia dallo 0,05% al 1,5%, secondo la tipologia del gas, la stabilità e la sua concentrazione.

Il sistema di preparazione scelto per-

mette di avere un buon rapporto costi/benefici, certificando un prodotto con un'incertezza rispondente alle aspettative dell'industria [6].

Il futuro

Nel breve l'intenzione è quella di procedere all'estensione dell'accreditamento, ovvero allargare i campi di concentrazione delle miscele per le quali si è già accreditati e aumentare il numero di tali miscele, introducendo dei composti gassosi non compresi nella prima fase di accreditamento.

La mentalità metrologica è diventata parte integrante del Centro Sit di Siad e mediante una continua opera di formazione interna del personale, di importanza fondamentale per il miglioramento continuo, il laboratorio di metrologia di Siad SpA si appresta ad estendere l'accreditamento. Ciò ha l'obiettivo, oltre che di migliorare ulteriormente le proprie competenze tecnico/qualitative, anche di poter fornire al mercato un parco sempre più vasto di miscele gassose riferibili.

Bibliografia

- [1] M. Mosca del Sit, Uni Cei En Iso/lec 17025 "Requisiti tecnici e requisiti del Sit", seminario "Applicazione della norma Iso/lec 17025 - Requisiti del Sit", 27-28 marzo 2001.
- [2] E. Amico di Meane, "I materiali di riferimento gassosi", *Tutto_Misure*, 2000, **3**.
- [3] E. Amico di Meane, M. Segà, "Riferibilità delle misure di concentrazione di specie gassose", Congresso "Metrologia e Qualità", 20-22 febbraio 2001.
- [4] S. Sartori, "Verso un piano nazionale per la metrologia e le misure?", *Tutto_Misure*, 2000, **1**.
- [5] A. Budi, G. Bissolotti, "Miscele gassose: esperienze nella preparazione di miscele di riferimento", XX Congresso della Società Chimica Italiana, 4-9 giugno 2000.
- [6] A. Budi, G. Bissolotti, "Miscele gassose: esperienze nella preparazione di miscele di riferimento", Congresso "Metrologia e Qualità", 20-22 febbraio 2001.