

# Prove valutative e circuiti interlaboratorio (Proficiency Testing)

## La prima esperienza italiana di PT condotta sui conglomerati bituminosi

### Interlaboratory Proficiency Testing

### The first Italian experience of PT conducted on asphalt mix

Michele Moramarco  
SITEB

#### Riassunto

*Una valutazione periodica e indipendente delle prestazioni tecniche di un laboratorio è indispensabile per assicurare la validità delle misurazioni e l'accuratezza delle prove in esso condotte.*

*L'articolo propone gli aspetti principali e alcune considerazioni fondamentali desunti dalla prima esperienza condotta recentemente dal SITEB su un PT rivolto alle più comuni prove di controllo su bitumi e conglomerati bituminosi.*

#### Summary

*A regular and independent assessment of the technical performance of a laboratory is essential to ensure the validity of the measurements and the accuracy of the tests.*

*The article shows the main aspects and some basic considerations derived from the first experiment recently carried out by SITEB to a Proficiency Testing on the most common control tests on bitumen and asphalt mix.*

#### 1. Introduzione

Un confronto interlaboratorio prevede l'organizzazione, l'esecuzione e la valutazione di prove su materiali identici o simili, in base a condizioni prestabilite, identificate da protocolli operativi adeguati (ISO/IEC 17043:2010).

Nell'ambito di tali circuiti, i più comuni, e forse i più importanti, sono i cosiddetti *Proficiency Testing* (PT), conosciuti anche come "studi di valutazione delle prestazioni di laboratorio".

Tale tipologia di confronto permette, appunto, la valutazione delle prestazioni dei singoli partecipanti sulla base di criteri prefissati, che fanno uso di strumenti statistici ottimizzati. In tal modo risulta oltremodo possibile una verifica periodica, obiettiva ed indipen-

dente della qualità delle analisi eseguite di routine.

I risultati di un circuito di prove interlaboratori, opportunamente analizzati, forniscono infatti informazioni di ritorno che stimolano il miglioramento delle operazioni di laboratorio (che può anche essere quello aziendale, annesso al controllo della produzione di uno specifico prodotto - bitume, emulsione, aggregati, conglomerati bituminosi e cementizi) e informazioni per il confronto delle prestazioni di metodi e strumenti di analisi correntemente utilizzati.

L'utilità di un circuito interlaboratorio tuttavia non è a beneficio solo dei partecipanti poiché anche altri soggetti possono avere interesse a conoscere le evidenze statistiche dei confronti.

In tal senso, la partecipazione ad un circuito interlaboratorio, e quindi la possibilità di valutare la propria »

prestazione analitica (Prova valutativa), offre a ciascuno dei partecipanti l'opportunità di dimostrare in maniera oggettiva le proprie capacità a Clienti, Fornitori, Enti di controllo, Enti di accreditamento o Autorità di regolamentazione.

## 2. I principi fondamentali per la partecipazione al circuito

Esistono un certo numero di principi fondamentali che aiutano a garantire l'appropriatezza della partecipazione a programmi di PT e che devono essere considerati e compresi dalle parti interessate ai fini di una proficua adesione.

Innanzitutto occorre verificare che lo schema di PT in cui partecipa un laboratorio assomigli quanto più possibile al lavoro di *routine* del laboratorio stesso, sia in termini di campioni di misura che di materiali di prova e tipologia di analisi. È fondamentale poi che i laboratori effettuino le analisi previste dal circuito come se si trattasse di campioni ordinari, cioè senza dare loro un trattamento particolare.

Dal canto loro i responsabili dell'organizzazione del circuito, nella valutazione e interpretazione dei risultati, devono tener conto dell'incertezza associata alla misurazione stessa, soprattutto in relazione a risultati statisticamente insoddisfacenti, conseguiti in forma ripetuta, i quali devono essere analizzati e discussi in modo che il laboratorio possa capire le ragioni di tali prestazioni e correggerle, se necessario.



Le analisi delle prestazioni di un laboratorio effettuate su diversi cicli di un circuito e l'analisi delle tendenze, condotte su più circuiti simili, sono fondamentali per avvalorare il giudizio complessivo di validazione della prestazione del singolo laboratorio; la documentazione e i protocolli di ciascun circuito devono fornire informazioni chiare e complete per permettere ai partecipanti di capire compiutamente come funziona il circuito.

Questo, per il tramite degli organizzatori o del coordinatore, deve essere aperto alla discussione tra le parti interessate, al fine di ottenere una comprensione più accurata del sistema e del suo più appropriato funzionamento.

I laboratori devono intendere la partecipazione al PT come uno strumento di ottimizzazione, finalizzato all'utilizzo dei risultati quali efficaci *feedback* per il personale coinvolto nel processo di miglioramento.

In relazione a ciò, e nell'ambito delle strategie per il miglioramento della qualità delle prestazioni offerte, la scelta di far parte di un circuito di PT offre un'opportunità unica per garantire il più adeguato, indipendente e discreto sistema di autocontrollo.

## 3. L'utilità del circuito per i partecipanti

È stato più volte riferito che l'utilizzo di base del PT per un laboratorio è quello di valutare le sue prestazioni nello svolgimento di specifiche misurazioni o calibrazioni. I risultati e le informazioni ricevute forniranno ai laboratori o la conferma che le prestazioni del laboratorio sono soddisfacenti o un'indicazione che ci sono potenziali problemi e che devono essere intraprese le giuste attività di correzione. In quest'ultimo caso, cioè nel caso di prestazioni insoddisfacenti, deve essere avviato un processo di ricerca di potenziali fonti di errore che, altrimenti, potrebbero rimanere inosservate.

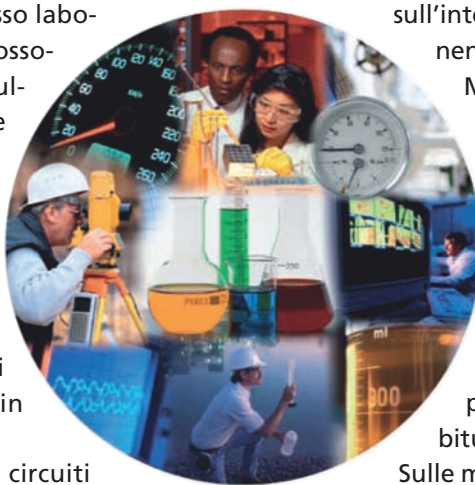
Quando un laboratorio individua un campo di miglioramento (criticità) potrebbe, ad esempio, prevedere una formazione supplementare per gli operatori, l'adozione di metodi nuovi o modificati, migliorando il controllo della qualità interna dei dati, o prevedere la taratura o sostituzione di alcuni dispositivi di misura. A questo proposito l'uso di PT può essere considerato come uno strumento di miglioramento della qualità.

In alcuni casi, nell'ambito di uno stesso laboratorio, gli elementi forniti dal PT possono essere utili per confrontare i risultati degli operatori al suo interno e anche per fornire alcuni *input* per le stime dell'incertezza di misura delle misurazioni rilevanti effettuate nel laboratorio. Ciò potrebbe anche consentire di valutare il grado di ripetibilità conseguito dal laboratorio per confrontarlo quindi con i dati disponibili per le misurazioni in questione.

Una ulteriore possibilità offerta dai circuiti PT è quella di consentire una valutazione oggettiva delle prestazioni conseguibili nella stima di una misura quando per la stessa possono essere previste, da norma, differenti metodologie di misura. Da non trascurare inoltre un altro aspetto importante collegato alla partecipazione regolare ai circuiti interlab: le *performance* di successo conseguite in una serie regolare di cicli interlaboratorio infondono infatti una dose di fiducia aggiuntiva sia nel personale direttamente coinvolto che nel *management* aziendale. E tale fiducia trova un maggior riscontro anche nei clienti esterni che sono a conoscenza della scelta del laboratorio di essere disposto a far controllare e valutare regolarmente le proprie prestazioni di misurazione attraverso un apposito sistema di PT, magari anche accreditato.

#### 4. Il primo esperimento di PT sulle miscele bituminose

A fine anno 2012 il Consiglio Direttivo SITEB ha deciso di avviare il 1° Round Robin Test del SITEB dedicato esplicitamente ai bitumi e ai conglomerati bituminosi. L'iniziativa, nata su proposta della Categoria C (laboratori e servizi), assume maggior rilievo in considerazione della circostanza, unica in Italia e forse in Europa, che non esistono evidenze di applicazione di tali circuiti al caso delle miscele bituminose. Il primo circuito SITEB è stato condotto coinvolgendo 15 laboratori (tutti hanno effettuato le prove sui bitumi; 12 hanno effettuato le prove sulle miscele), dislocati



sull'intero territorio nazionale, tutti appartenenti all'Associazione.

Materiali oggetto delle prove sono stati il bitume (tradizionale), e come già anticipato, per la prima volta in Italia, i conglomerati bituminosi.

Sono stati condotti tre cicli di prova su tre tipologie diverse di miscela bituminosa (usura con bitume tal quale, usura con bitume modificato, binder con bitume modificato) mentre per il legante si è sempre utilizzato un bitume tradizionale.

Sulle miscele bituminose sono state condotte le seguenti determinazioni:

- ▶ Analisi granulometrica UNI EN 12697-2;
- ▶ Contenuto di legante solubile UNI EN 12697-1;
- ▶ Massa volumica UNI EN 12697-6;
- ▶ Contento di vuoti ( $v_m$ , VMA, VFB) UNI EN 12697-8;
- ▶ Resistenza trazione indiretta (ITS) UNI EN 12697-23.

I laboratori hanno confezionato i provini con pressa girettoria, riferendosi ai parametri di prova specificati, per ciascuna tipologia di miscela, dal protocollo SITEB.

Sul bitume sono state effettuate le prove di:

- ▶ Penetrazione UNI EN 1426;
- ▶ Punto di rammollimento UNI EN 1427.

Per ciascun parametro di prova è stata prevista l'effettuazione di una sola determinazione.

La fase di confezionamento e preparazione dei campioni da utilizzare per il circuito, nonché la successiva fase di spedizione e consegna ai singoli laboratori, devono essere condotte secondo precisi criteri standardizzati (*Annex B: Homogeneity and stability checks of samples - ISO 13528*); in tal modo si può statisticamente ritenere che tutti i campioni messi a disposizione dei laboratori per le prove siano "omogenei e stabili". Ciò affinché possa essere ristretto il campo di indagini delle eventuali anomalie al solo ambito di laboratorio.

Per il circuito SITEB il campionamento, prima dell'invio dei materiali ai laboratori, è stato eseguito, ai sensi delle normative vigenti, su materiale omogeneo. Sia la consegna dei campioni che la successiva raccolta dei dati hanno rispettato le tempistiche previste dal protocollo. »

Alla fine di ciascun ciclo, e a conclusione del circuito, i singoli laboratori hanno ricevuto una tabella di sintesi con evidenziati, per ciascuna prova condotta, gli indicatori di valutazione della prestazione. Questi sono stati ricavati elaborando i risultati con i metodi statistici di cui si riferisce di seguito.

## 5. L'elaborazione statistica dei dati

I risultati di programmi di PT possono essere presentati in forme diverse, in grado di coprire una vasta gamma di tipi di dati e di distribuzioni statistiche. È opportuno però che gli organizzatori analizzino e presentino ai partecipanti gli aspetti principali del modello statistico scelto per quel particolare circuito, in modo che i laboratori possano comprendere meglio le conseguenti valutazioni. Ciò dovrebbe aiutare il laboratorio nell'interpretazione dei risultati.

Considerata la gamma di differenti tecniche utilizzabili, non è pensabile affrontare, in questa sede, tutti gli aspetti analitici disponibili. Tuttavia, nella scelta della tecnica da utilizzare, è importante che l'elaborazione proposta sia espressamente dichiarata e compiutamente individuata dalle normative di riferimento. Tra queste, la norma internazionale ISO 13528:2005 fornisce un approccio statistico di riferimento che viene utilizzato per scopi analoghi a quello in esame, ovvero un circuito sui conglomerati bituminosi e sui bitumi.

Le assunzioni alla base dell'approccio statistico utilizzato nei programmi di PT si basano principalmente sulla ipo-

tesi di distribuzione normale dei dati. Eppure è comune che l'insieme dei risultati prodotti dai singoli partecipanti, pur essendo sostanzialmente caratterizzati da una distribuzione normale (o di Gauss), siano frequentemente contaminati da "code pesanti" e da una certa percentuale di valori anomali, intendendo per tali i valori "lateralali" di una distribuzione, che si caratterizzano per essere estremamente elevati o estremamente bassi rispetto al resto e che rappresentano perciò casi isolati.

L'approccio originale utilizzato, e ancora in uso in alcuni schemi di PT, era quello di utilizzare test statistici elementari per identificare la presenza di valori anomali. In questi casi però rimaneva pur sempre un contributo di tali estremi nella determinazione dei valori di riferimento. Attualmente, l'approccio più comune, come raccomandato dalla ISO 13528, è quello di utilizzare le cosiddette "statistiche robuste" in grado di ridurre considerevolmente il contributo dei valori anomali nella stima dei parametri statistici rappresentativi, quali la media, o meglio il valore assegnato e la deviazione standard.

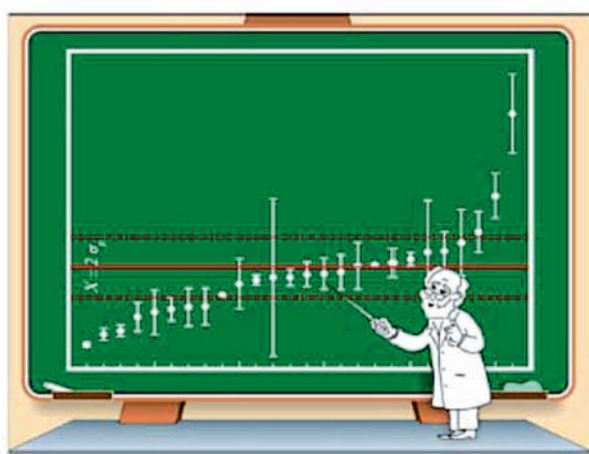
### 5.1 Il valore assegnato e la deviazione standard

Uno degli elementi fondamentali per la valutazione statistica delle prestazioni di ogni partecipante consiste nello stabilire due valori di riferimento: il "valore assegnato" e la "deviazione standard".

In aggiunta a ciò, per completezza di analisi, generalmente si fornisce anche una stima dell'incertezza di misura.

Diversi metodi possono essere utilizzati per stimare questi valori, non essendovi alcun protocollo standardizzato rigoroso che prevede in dettaglio il modello statistico da utilizzare. In particolare, per la stima del valore assegnato (stima di base del valore vero), la ISO 13528 descrive una serie di possibilità che fanno riferimento, quando disponibili, a valori certificati, a valori di consenso dedotti da laboratori specializzati o, più comunemente, al valore di consenso tra i laboratori partecipanti.

Analogamente per la stima della deviazione standard (intervallo di accettabilità dei valori partecipanti) vengono descritti nella norma diversi approcci che fanno riferimento ad un valore prescritto (ad es. derivato da un valore di legge), ad un valore dedotto da un modello generale o ricavato da un esperimento di precisione, quando disponibili, o ai dati ottenuti nell'ambito di ciascun ciclo del circuito stesso.



Per la natura stessa del circuito, escludendo i casi non applicabili, nel caso del primo circuito SITEB si è stabilito di far riferimento, rispettivamente, al valore di consenso tra i laboratori partecipanti e alla deviazione standard calcolata dai valori forniti dai partecipanti, riservandosi, come stabilito dalla norma, di stimare conseguentemente anche l'incertezza del valore conseguito. Il valore assegnato e la deviazione standard sono stati quindi ricavati con riferimento ai dati dei laboratori partecipanti, implementando un algoritmo di calcolo che effettua un'analisi robusta dei dati e determina una stima dei valori ricercati eseguendo una sequenza logica di iterazioni successive.

## 5.2 L'algoritmo di calcolo e l'analisi robusta

La scelta di applicare un'analisi robusta per l'elaborazione dei dati è giustificata dal fatto che è abbastanza comune, quando si analizzano i dati di un esperimento di precisione, trovare dei dati al limite tra dispersi e anormali; in tal caso si devono fare delle scelte che hanno una conseguenza sui risultati delle elaborazioni, dovendo scartare determinati dati che superano alcuni valori critici (test di Cochran e di Grubbs).

Come precedentemente accennato, i metodi robusti consentono invece di elaborare i dati delle risultanze sperimentali in modo tale che non sia richiesto di prendere decisioni che abbiano un'influenza sui risultati finali. Quindi, se ci sono dei motivi per prevedere la presenza di valori anormali nei risultati di un esperimento di precisione, risulta opportuno optare per i metodi robusti.

Poiché è ragionevole supporre che nelle prove oggettive del primo circuito SITEB 2013 ci possano essere stati risultati al limite tra i dispersi e gli anormali, si è deciso di elaborare i dati facendo appunto ricorso all'analisi robusta di cui all'algoritmo A dell'allegato C della ISO 13528.

Questo algoritmo fornisce dei valori robusti della media e dello scarto tipo dei dati ai quali viene applicato. Il procedimento seguito è stato il seguente:

- ▶ i  $p$  valori dei dati, ordinati in senso crescente, sono stati indicati con:  $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$ ;
- ▶ la media e lo scarto tipo robusti di questi dati sono stati indicati con:  $x^*$  e  $s^*$ ;

è stato calcolato il valore iniziale di  $x^*$  e  $s^*$  come:

→  $x^* =$  mediana di  $x_i$  ( $i = 1, 2, \dots, p$ );

→  $s^* = 1,483 \times$  mediana di  $|x_i - x^*|$  ( $i = 1, 2, \dots, p$ );

i valori di  $x^*$  e  $s^*$  sono stati aggiornati come segue:

→ calcolato:  $\varphi = 1,5 s^*$ , per ogni valore di  $x_i$  ( $i = 1, 2, \dots, p$ ), è stato calcolato:

$$x_i^* = \begin{cases} x^* - \varphi & \text{se } x_i < x^* - \varphi \\ x^* + \varphi & \text{se } x_i > x^* + \varphi \\ x_i & \text{negli altri casi} \end{cases}$$

→ sono stati quindi calcolati i nuovi valori di  $x^*$  e  $s^*$  utilizzando le seguenti espressioni:

$$x^* = \sum_{i=1}^p x_i^* / p$$

$$s^* = 1,134 \sqrt{\sum_{i=1}^p (x_i^* - x^*)^2 / (p - 1)}$$

Le stime robuste  $x^*$  (valore assegnato) e  $s^*$  (scarto tipo o deviazione standard) sono state ricavate da una elaborazione iterativa, cioè ripetendo più volte i calcoli esposti in precedenza, fino a quando le variazioni nelle stime di entrambi i parametri, fra una elaborazione e la successiva, sono diventate sufficientemente piccole, ovvero sino alla uguaglianza dei valori alla terza cifra decimale tra due iterazioni successive.

Calcolati questi parametri fondamentali si è proceduto alla stima dell'incertezza del valore conseguito. Quando il valore assegnato è derivato come media robusta, l'incertezza standard del valore  $X_a$  assegnato è stimata

come:  $u_{X_a} = \frac{s^*}{\sqrt{p}}$  (ISO Guide 35:2006 e Technical Report IUPAC)

dove  $s^*$  è lo scarto tipo dei valori ottenuti da tutti i laboratori e  $p$  è il numero totale dei laboratori partecipanti. Per il PT SITEB 2013 sono state effettuate tali elaborazioni, ricorrendo comunque a 20 iterazioni per ciascuna determinazione. A titolo di esempio, sempre con riferimento al circuito SITEB, l'adozione delle tecniche di analisi robusta di cui all'allegato C ha comportato una mole di calcoli, per ciascuno dei parametri previsti e per ciascuno dei tre cicli effettuati, per un totale di  $13 \times 3 = 39$  elaborazioni iterative; relativamente ad un singolo parametro (es. prova di palla e anello) e per il generico ciclo (es. primo ciclo), lo schema di calcolo è riassunto come nella seguente **Tab. 1**:

N° LABORATORI		15																				
ITERAZIONI	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
$\delta=1,5 s^*$		3,559	2,968	2,786	2,735	2,721	2,717	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716	2,716
$x^*-\delta$		45,441	45,869	46,001	46,036	46,046	46,048	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049	46,049
$x^*+\delta$		52,559	51,806	51,573	51,507	51,488	51,483	51,482	51,482	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481
L15	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600	46,600
L04	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000	47,000
L11	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200	47,200
L02	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300
L05	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300	47,300
L01	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000
L13	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000	48,000
L07	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000
L10	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000	49,000
L06	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100	49,100
L14	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500	49,500
L08	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000	50,000
L09	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600	50,600
L03	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400	51,400
L12	53,000	52,559	51,806	51,573	51,507	51,488	51,483	51,482	51,482	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481	51,481
media ar.	48,867	48,837	48,787	48,772	48,767	48,766	48,766	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765
s	1,814	1,745	1,638	1,608	1,600	1,598	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597	1,597
$x^*$	49,000	48,837	48,787	48,772	48,767	48,766	48,766	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765	48,765
$s^*$	2,373	1,979	1,857	1,823	1,814	1,812	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811	1,811

Tab. 1 Analisi robusta per il calcolo del valore di consenso e della deviazione standard relativamente alla prova di palla e anello (1° ciclo)

## 6. La valutazione della prestazione del singolo laboratorio

La norma ISO/IEC 17043 è il documento di riferimento per gli organizzatori delle prove valutative interlaboratorio. In essa vengono discusse e affrontate anche le metodologie di analisi delle prestazioni rimandando, per i dettagli, alla ISO 13528.

La valutazione delle prestazioni aggiunge valore ai risultati analitici conseguiti dal partecipante. Allo scopo di fornire una valutazione normalizzata delle prestazioni è necessario rendere comparabili tutti i risultati, in modo che il partecipante possa immediatamente apprezzare il significato della valutazione.

Per la tipologia di PT utilizzato per la valutazione delle prove di tipo stradale sui bitumi e conglomerati bituminosi si è scelto di utilizzare quale parametro di valutazione della prestazione il cosiddetto "z-score" nella cui determinazione però non viene presa in considerazione l'incertezza di misura. Tuttavia tale parametro è quello più comunemente utilizzato.

Il valore dello z-score è determinato applicando la formula  $z = \frac{(x_i - X_a)}{s_a}$  con  $x_i$  pari al valore fornito dal

partecipante,  $X_a$  valore assegnato (valore di consenso tra i partecipanti) ed  $s_a$  scarto tipo assegnato corrispondente allo scarto tipo del metodo, se disponibile, ricavato dalla norma relativa alla prova in esame, oppure scarto tipo della prova.

Quando un partecipante consegue un risultato che dà luogo ad un punteggio  $|z| \leq 2,0$  il risultato è soddisfacente e non genera nessun segnale; quando invece  $|z| \geq 3,0$  allora il risultato è "insoddisfacente" e viene generato un segnale di allarme (A - *Allarm*).

Analogamente, quando  $|z-score|$  è compreso tra 2,0 e 3,0 il risultato deve essere considerato di avvertimento (W - *Warning*).

Un singolo segnale di allarme, o segnali di avvertimento in due turni successivi, devono essere considerati quali prova che l'anomalia si è verificata e che sono pertanto necessarie opportune indagini.

In accordo con quanto indicato dalla norma ISO 13528, la prestazione del laboratorio è da considerare "adeguata" quando il valore di z-score si colloca nell'intervallo  $-2 \div +2$ . Valori al di fuori di tale intervallo sono indice di prestazione "non adeguata".

Si consideri anche che quando il numero dei laboratori partecipanti ad un circuito è inferiore a 8, in ogni

Codice	Risultato	Scostamento	z-score	
L10	31,0	-2,6	-4,33	A
L02	32,0	-1,6	-2,66	W
L04	33,0	-0,6	-1,00	
L07	33,0	-0,6	-1,00	
L08	33,0	-0,6	-1,00	
L11	33,0	-0,6	-1,00	
L01	34,0	0,4	0,67	
L06	34,0	0,4	0,67	
L12	34,0	0,4	0,67	
L03	35,0	1,4	2,33	W
L05	35,0	1,4	2,33	W
L09	36,0	2,4	3,99	A

## 7. Il criterio di accettabilità della valutazione della prestazione

Le informazioni sulla accettabilità della prova, nell'ambito di ciascun ciclo, sono desunte analizzando nell'insieme i valori prodotti da tutti i laboratori partecipanti. A tal fine, ovviamente, la significatività delle conseguenti considerazioni aumenta con l'aumentare del numero dei partecipanti (nel caso della valutazione della prestazione del singolo laboratorio, la significatività aumenta anche con l'aumentare del numero totale dei cicli effettuati).

Per stabilire l'accettabilità della valutazione effettuata, utilizzando il metodo precedentemente descritto (*z-score*), possono essere seguite diverse metodologie.

Per il primo circuito SITEB si è deciso di ricorrere alle indicazioni fornite dal *Technical Report IUPAC*, che individua i casi in cui lo *z-score* è da accettare senza riserve distinguendolo dai casi in cui lo *z-score* è da considerare a carattere puramente informativo.

In pratica si fa riferimento al valore del rapporto tra i quadrati dell'incertezza del valore assegnato e dello scarto tipo assegnato; se:

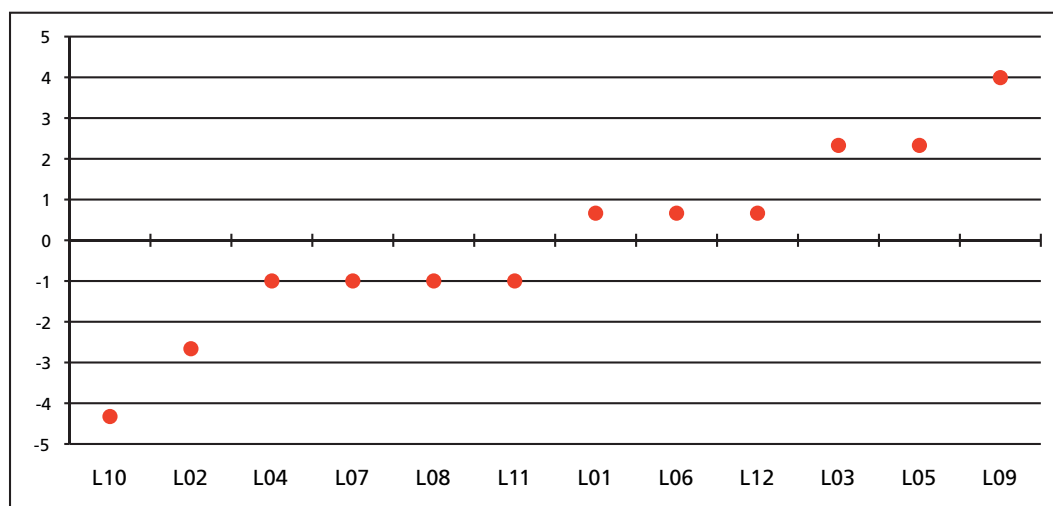


Fig. 1 Risultati di *z-score* su un round relativo alla granulometria di una usura tradizionale

caso, non può essere fornito nessun tipo di segnale. A titolo di esempio la **Fig. 1** mostra un esempio di risultati e relativi valori di *z-score* conseguiti dai laboratori nella valutazione della prova di granulometria (setaccio 2 mm) su una miscela di usura tradizionale, relativamente al Terzo ciclo del Circuito SITEB. In questo esempio sono stati ottenuti due segnali di allarme e tre segnali di avvertimento, con un livello di accettabilità della prova (v. paragrafo successivo) considerato "a titolo informativo".

$$\frac{u_{x_a}^2}{s_a^2} \leq 0,2 \quad z\text{-score "accettato senza riserve";}$$

$$0,2 < \frac{u_{x_a}^2}{s_a^2} \leq 0,5 \quad z\text{-score "a carattere informativo".}$$

Quando il valore del rapporto è maggiore di 0,5 il calcolo dello *z-score* non viene eseguito; analogamente, il calcolo non viene effettuato se il numero di laboratori aderenti al circuito è inferiore a 8 unità (ISO 5725-1:2004) o se, in assenza di dati di riproducibilità del me- »



**PRIMO CIRCUITO INTERLABORATORIO SITEB - ANNO 2013**

		CURVA GRANULOMETRICA											% bit	% v	massa v.	VMA	VFB	ITS (*)	Pen	P&A		
		0,063	1	2	4	6,3	8	10	12,5	14	16	20	31,5									
L01	CICLO 1	Yellow	Red	Red	W	Yellow								Yellow	Green	Green	W	Green		Red	Yellow	
	CICLO 2	Green	Green	A	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red	Red		Yellow	W	Green	Green		Green		Red	Yellow
	CICLO 3	Yellow	Green	Yellow	Red	Red	Red	Yellow						Green	Red	Green	Green	Green		Red	Yellow	

**LEGENDA**

- z-score non accettato: analisi per la quale, in relazione alla dispersione dei risultati, non è possibile nessuna elaborazione statistica
- z-score a titolo informativo: analisi per la quale la dispersione dei risultati è tale da permettere una elaborazione valida ma da considerarsi "a titolo informativo"
- z-score accettato: analisi la cui dispersione dei risultati rientra nelle tolleranze previste dalle norme e che pertanto fornisce indicazioni accettate senza riserve

W segnale di WARNING  
 A segnale di ACTION  
 Un unico segnale di azione "A", o un segnale di avvertimento "W" in due cicli successivi, devono essere interpretati come evidenza che un'anomalia si è verificata e che sono necessarie conseguenti indagini

**Tab. 2** Tabella riepilogativa di sintesi per il partecipante L01

todo, lo scarto tipo della prova è maggiore del 30% della media della prova.

Queste considerazioni sono state sinteticamente raccolte in forma tabellare come indicato in **Tab. 2**, per tutti e tre i cicli e per tutte le prove condotte nell'ambito del 1° circuito SITEB, per ciascuno dei laboratori partecipanti.

**8. L'accreditamento dei laboratori**

La norma UNI EN ISO 17025 "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura" è il documento di riferimento per i laboratori di prova che intendono impostare e attuare un Sistema Qualità (SQ). In essa sono riportati i requisiti che devono essere soddisfatti da un laboratorio per operare in "qualità" ed ottenere l'accreditamento per le prove di interesse.

Fra i vari requisiti, al paragrafo "Assicurazione della qualità dei risultati di prova e di taratura", la norma specifica che i laboratori devono avere procedure di monitoraggio e controllo della validità dei risultati delle prove eseguite e indica, fra i sistemi di monitoraggio, "la

partecipazione a programmi di prove interlaboratorio o di prove di valutazione".

**9. Sviluppi futuri**

Questo primo "esperimento", certamente migliorabile soprattutto in termini di "significatività" dei campioni trasmessi ai laboratori, ha coinvolto un discreto numero di partecipanti i quali si sono dimostrati sensibili e preparati. Del resto la verifica delle prestazioni rappresenta un passaggio importante nell'ottica del miglioramento continuo della qualità dei servizi resi.

L'iniziativa di proporre con regolarità circuiti interlaboratorio che interessino prove sulle miscele e sui leganti bituminosi trova ampio consenso all'interno dell'Associazione. In ragione di ciò SITEB, in collaborazione con Unichim, sta studiando la possibilità di allargare tale proposta anche ad altri laboratori non Associati.

Di questo progetto, nonché dell'analisi di dettaglio delle risultanze del circuito SITEB, si discuterà inoltre in occasione di un convegno organizzato a Verona in seno ad Asphaltica '14, il 9 maggio p.v. ■