

Laboratorio Combustione e Ambiente

**Andamento del circuito di correlazione interlaboratorio
determinazione del fattore k Tubo di Pitot**

2012

Relazione annuale

febbraio 2013

Relazione redatta a cura di:

A. Brusoni

P. Lopinto



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA



STAZIONE SPERIMENTALE
PER I COMBUSTIBILI

Innovazione e ricerca

GESTIONE DEL CIRCUITO DI CORRELAZIONE INTERLABORATORIO DETERMINAZIONE DEL FATTORE k TUBO DI PITOT 2012

La verifica dell'affidabilità dei dati ottenuti dalla determinazione del parametro oggetto di verifica avviene mediante il confronto con altri laboratori mediante test definiti "Circuito interlaboratorio". L'adesione al circuito e il confronto con altri laboratori consente di fornire un elevato grado di affidabilità al risultato analitico emesso e conseguentemente di contribuire alla standardizzazione delle procedure operative di ogni singolo laboratorio partecipante.

Il circuito si è svolto regolarmente nel corso del 2012 secondo il calendario prestabilito all'inizio dall'Istituto organizzatore il Circuito, Divisione SSC di Innovhub-SSI (di seguito identificato con SSC), seguendo il protocollo definito nel corso della riunione svoltasi in data 27 giugno 2012, ovvero effettuando n° 3 prove relative a n° 3 letture di Δp per confronto tra un tubo di Pitot da verificare ed il tubo di Pitot di riferimento, o primario, utilizzato da ogni singolo laboratorio partecipante.

1. CONDOTTO DI PROVA

Le caratteristiche del condotto di prova sono desunte dalla norma UNI 10169:01 presa a riferimento. Si considera condizione preliminare il punto di cui alla lettera a) relativo al capitolo 1 della norma "Scopo e campo di applicazione" di seguito riportato:

a) "il numero di Reynolds (Re) del flusso ai punti di campionamento: $Re > 1200$ "

In figura 1 è riportato il grafico che regola la velocità di flusso (espressa in "m/s") con il numero adimensionale di Reynolds (Re) in funzione di tre diametri di condotto presi ad esempio (D espresso in "m").

La condizione a) di cui sopra di considerare accettabile un numero di Reynolds maggiore a 1200 è spiegabile con il passaggio da un regime laminare ad uno di transizione (ed a partire da un numero di Reynolds pari a 10000 ad un regime turbolento).

Tale passaggio determina la variazione della distribuzione della velocità lungo la sezione normale del condotto da un andamento parabolico accentuato (regime laminare) ad un profilo con un andamento della velocità più uniforme (da regime di transizione a turbolento).



Innovazione e ricerca

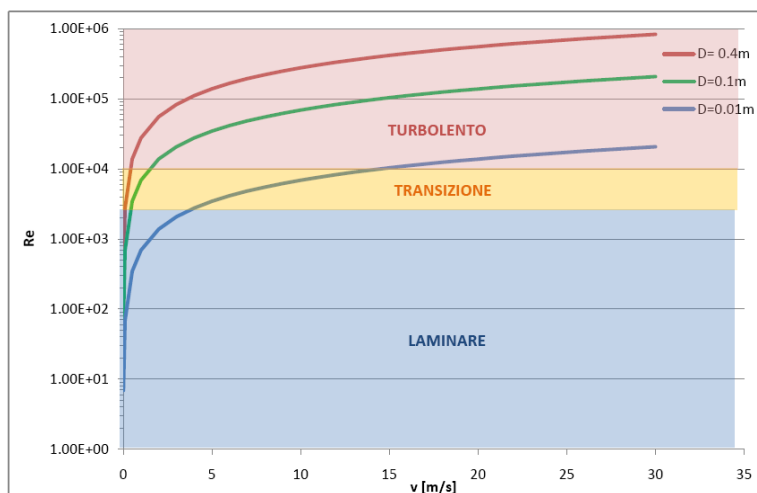


Figura 1 – Regime di flusso funzione di velocità e numero di Reynolds a differenti diametri di condotto

Di altrettanta importanza il punto di cui alla lettera f) relativo al capitolo 1 della norma “Scopo e campo di applicazione” di seguito riportato (e di cui si parlerà in seguito):

f) “le caratteristiche ed il posizionamento della sezione di misurazione sono conformi a quanto riportato in 7”

Da un punto di vista costruttivo si fa riferimento a quanto riportato in 5.1.3 “Taratura del tubo di Pitot”:

“Occorre disporre di un condotto rettilineo di sezione circolare percorso da un flusso gassoso con velocità compresa tra 14 m/s e 16 m/s, costante nel tempo in modo da assicurare la stazionarietà del flusso durante tutto il periodo di taratura. L'area del tubo di Pitot (ovvero del tubo di Pitot con sonda di prelievo abbinata), proiettata sulla sezione di misurazione del condotto, non deve essere maggiore del 3% dell'area della sezione di misurazione stessa”

La situazione specifica del condotto in uso presso SSC è visualizzata in Figura 2 e schematicamente elencata in Tabella 1.

Considerando il grafico in Figura 1 per le condizioni di velocità descritte in 5.1.3 della norma si può notare il rispetto, per un diametro di condotto di 0,4 metri, della condizione a) del capitolo 1 relativa al numero di Reynolds in quanto ci troviamo abbondantemente in un regime di flusso turbolento con $Re > 1200$ (Re anche superiore a 10000 limite di passaggio alla turbolenza).



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA



STAZIONE SPERIMENTALE
PER I COMBUSTIBILI

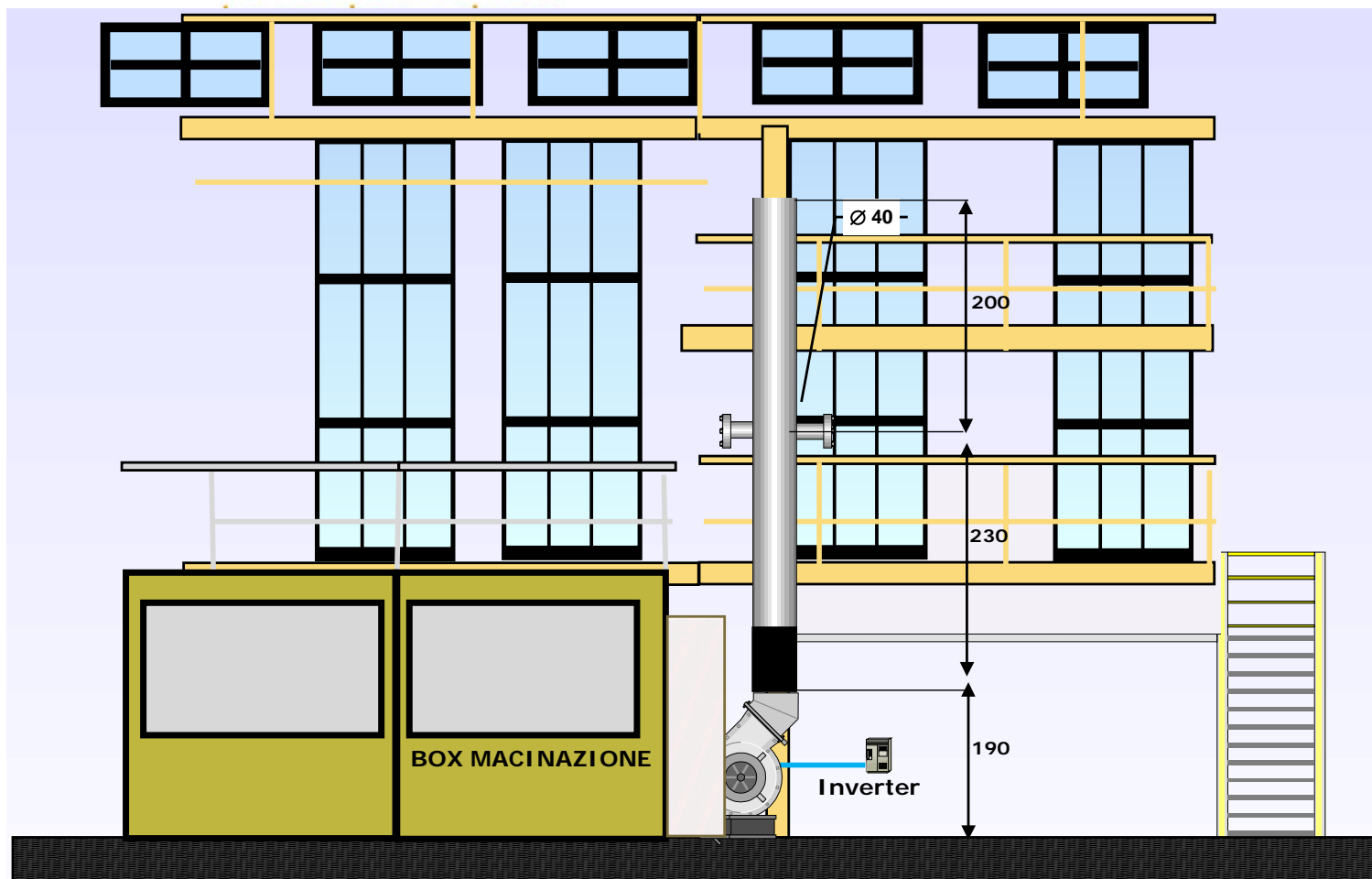


Figura 2 (schema condotto utilizzato in SSC)



Innovazione e ricerca

Tabella 1 (caratteristiche condotto utilizzato in SSC)

Costruttore	Progetto interno SSC
Lunghezza condotto	4,3 m
Diametro idraulico condotto	0,4 m
Diametri idraulici prima della sezione di misurazione	5
Diametri idraulici dopo la sezione di misurazione	5
Presenza raddrizzatore di flusso (SI / NO)	SI
Se SI lunghezza L dispositivo (raddrizzatore flusso)	0,3 m
Larghezza cella b (raddrizzatura flusso)	0,035 m

Relativamente alla situazione presente in SSC, al fine di garantire la conformità delle caratteristiche ed il posizionamento della sezione di misurazione si è prestata particolare attenzione alla sezione 7 della norma UNI 10169:01 ed in particolare al punto d) relativo all'omogeneità della distribuzione della velocità del gas nella sezione di misurazione o del "rispetto" dei diametri idraulici: "nel caso in cui il flusso, subito dopo il tratto rettilineo dove è posizionata la sezione di misurazione, sfoghi direttamente in atmosfera, il tratto rettilineo di condotto dopo la sezione di misurazione deve essere di almeno 5 diametri idraulici (per un totale di 10 diametri idraulici)"

Nonostante sia rispettata la condizione d) di cui al punto 7 della norma UNI 10169:01 è stato comunque deciso di applicare all'interno del condotto, un dispositivo per migliorare le condizioni di flusso nella sezione di misurazione.

E' stato fatto uso di un raddrizzatore di flusso del tipo "a fascio tubiero" installato all'interno del condotto ad una distanza di circa 2 metri prima della sezione di misurazione.



Innovazione e ricerca

2. TUBO DI PITOT DI RIFERIMENTO

Il tubo di Pitot usato come riferimento è un tubo di tipo S (n° serie 0311) il cui schema è del tipo di cui alla figura B1 (Appendice B norma UNI 10169:01) tarato da un centro metrologico riconosciuto a livello europeo: VSL (Dutch Metrology Institute) con uno standard primario per la velocità (*Primary Standard of Air Velocity Measurement*)

Si riporta in Figura 3 la foto del dispositivo in possesso di SSC.

Il certificato di taratura del tubo di Pitot rimane a disposizione presso il Laboratorio Combustione e Ambiente di SSC e di seguito se ne riportano le specifiche: cert. n° 3254198 in data 20/02/12.



Figura 3 (foto del tubo di Pitot di riferimento)

In aggiunta al tubo di cui alla Figura 3 l'Istituto organizzatore del Circuito ha messo a disposizione un tubo di prolunga da collegare direttamente al micromanometro differenziale.

Entrambi i dispositivi sono stati messi a disposizione al fine di garantire stesse condizioni di conduzione del circuito e limitare al tubo di Pitot di prova di ogni laboratorio (il primario) coinvolto ed alla procedura stessa le *niche* variabili nel principio di svolgimento del circuito stesso.

3. TUBO DI PITOT DI PROVA E MICROMANOMETRO DIFFERENZIALE

Sebbene la norma UNI 10169:01 descriva il metodo per determinare la velocità e la portata dei flussi gassosi convogliati che si immettono nell'atmosfera e sia stata pertanto pensata per un obiettivo più ampio si ritiene di prenderla a modello relativamente all'apparecchiatura idonea alla conduzione del circuito di correlazione in esame.

La norma prevede l'utilizzo di due tipi di tubi di Pitot, il tipo L e il tipo S e ne prescrive le condizioni di impiego.

Possono essere utilizzati anche altri tipi di tubi di Pitot, purché sia verificato che la loro accuratezza risponda ai requisiti di cui in 12 (UNI 10169:01).



Innovazione e ricerca

In una fase preliminare all'avvio delle prove è stato fatto circolare tra i laboratori partecipanti una check list utile a stabilire le condizioni di partenza a livello di apparecchiature per lo svolgimento delle prove stesse che ha dato l'esito seguente:

Tabella 2¹ - Check-list condizioni strumentali/assicurazione qualità Laboratori partecipanti

Lettera identificativa laboratorio	Accreditamento secondo la norma UNI 10169:01	Procedura interna di taratura Pitot (rif. norma UNI 10169:01 cap. 5.1.3)	Condotto con velocità da 14 a 16 m/s (circa 15 m/s)	Tipologia Pitot (L o S)	Pitot tarato presso un Centro metrologico accreditato	Microman. sottoposto a taratura	Tipologia M microman. (digitale D o analogico A)
T	NO	SI	SI	L	SI	SI	D
E	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
S	SI	SI	SI	L	SI	SI	N.D.
W	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
B	SI	SI	SI	L	SI	SI	N.D.
M	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
K	SI	SI	SI	S	SI	SI	A
P	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
V	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
G	SI	SI	SI	S	NO	SI	A
R	SI	SI	SI	S	SI	SI	D
I	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
N	SI	SI	SI	L	SI	SI	D
A	NO*	SI	SI	L	SI	SI	D
O	SI	SI	SI	L	SI	SI	D

* = in attesa di accreditamento

Dalla tabella si evince la sostanziale omogeneità delle condizioni "strumentali" dove con "strumentali" si intendono le condizioni di velocità del condotto e la disponibilità di tubi di Pitot e micromanometri sottoposti a taratura.

La conformità alla taratura nei confronti del micromanometro è sempre rispettata.

Nel caso del tubo di Pitot, qualora, rispettando la facoltà consentita del laboratorio, sia stato utilizzato un Pitot S di prova e, non sia stato fornito il certificato di taratura.

Le medesime condizioni di partenza confermano quella che potrebbe essere la caratteristica particolare del circuito in questione ovvero la variabilità principale e "intrinseca" nella procedura di

¹ **NOTA:** I dati in tabella sono stati dichiarati dai laboratori partecipanti tramite check-list distribuita prima dell'attivazione del circuito. SSC non si ritiene responsabile di tali indicazioni fornite non essendo in alcun modo titolata al controllo delle stesse.



Innovazione e ricerca

prova messa in atto da ciascun laboratorio, come verrà trattata nel successivo capitolo della relazione.

4. PROCEDURA DI PROVA

L'aspetto che si presta maggiormente a variabilità nel circuito nel suo complesso è rappresentato dalla procedura di prova.

Anche in questo caso è stato preso come riferimento lo standard UNI 10169:01 (Taratura del tubo di Pitot 5.1.3)

E' stato stabilito di ripetere la procedura n° 3 volte ed effettuare quindi n° 3 prove con le seguenti modalità operative:

1. Effettuare una pulizia accurata dei Pitot, utilizzando aria compressa o eventualmente anche un bagno ad ultra-suoni
2. Posizionare nel condotto il Pitot primario prestando attenzione di lasciare uno spazio di almeno 80 mm dalla parete interna
3. Lasciare stabilizzare il sistema per circa 10 minuti
4. Azzerare il micromanometro e collegarlo al tubo di Pitot
5. Effettuare 3 letture del Δp
6. Togliere il riferimento e posizionare nel condotto, nel medesimo punto di affondamento, il tubo di Pitot soggetto a taratura: effettuare 3 letture del Δp
7. Successivamente ruotare di 180° il tubo di Pitot da tarare e ripetere la stessa procedura come da punto 6

CRITERI DI ACCETTABILITA' :

- i fattori di taratura α_x (come definito nella UNI 10169:01) non devono discostarsi più di 0.02 dal valore medio
- il fattore medio delle tre prove non deve differire più di 0.01

Tali criteri sono desunti dalla stessa norma presa a riferimento.

Si sono considerati due ulteriori criteri:

- differenza di temperatura durante la conduzione dell'intera prova (comprensiva della rotazione del tubo di Pitot di 180°) non superiore a 0,5 °C
- differenza di pressione assoluta rilevata non superiore al 5% del valore medio di pressione durante la conduzione dell'intera prova (comprensiva della rotazione del tubo di Pitot di 180°)

Queste due ultime condizioni non sono riportate nella norma di riferimento (UNI 10169:01) ma derivano dalla pratica adottata dal Laboratorio Combustione e Ambiente di SSC e ne costituiscono parte integrante della procedura di taratura (rif. int. PT-042).



Innovazione e ricerca

E' stato stabilito nella riunione tecnica di presentazione progetto e di condivisione protocollo di prova del 27 giugno 2012 come dovessero essere rispettati tutti i quattro criteri e come gli ultimi due che esulano dalla norma di riferimento fossero da intendersi vincolanti in quanto tesi a garantire condizioni di stazionarietà del flusso nel condotto.

5. PRESENTAZIONE DEI DATI

L'ordine seguito nella presentazione dei dati nelle tabelle di questo rapporto tecnico è quello cronologico di esecuzione delle prove da parte dei laboratori secondo il calendario aggiornato per lo svolgimento dei circuiti di correlazione.

Il calendario finale è riportato nella Tabella 3

Tabella 3 - Calendario finale delle prove di correlazione 2012 con Pitot di riferimento di tipo S (n° serie 0311)

N°	LABORATORIO	PERIODO DI PROVE	NOTE
1	SSC	27 – 31 agosto	
2	ARPA FVG	3 – 7 settembre	
3	GRUPPO CSA	10 – 14 settembre	
4	EUROFINS	17 – 21 settembre	
5	INDAM	24 – 27 settembre	
6	ECOLSTUDIO	1 – 5 ottobre	
7	CONSULENZE AMBIENTALI	8 – 12 ottobre	
8	STUDIO ASA	15 – 19 ottobre	
9	THEOLAB	22 – 26 ottobre	
10	SSC	29 ottobre – 2 novembre	Rientro
11	LAV	5 – 9 novembre	
12	LASER LAB.	12 – 16 novembre	
13	LASI	19 – 23 novembre	
14	WATER & LIFE	26 – 30 novembre	
15	ARCHA	3 – 7 dicembre	
16	ITALCEMENTI	10 – 14 dicembre	

Il laboratorio di riferimento viene considerato quello che riconrolla visivamente l'integrità del Pitot ed effettua una prova di controllo.

I dati della prova di controllo partecipano al computo del trattamento dati sperimentali. Hanno quindi lo stesso valore di un ulteriore laboratorio partecipante al circuito.



INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI
PER L'INDUSTRIA



STAZIONE SPERIMENTALE
PER I COMBUSTIBILI

Innovazione e ricerca

6. TRATTAMENTO DEI DATI SPERIMENTALI

I dati delle prove sono stati predisposti dai laboratori partecipanti su un format excel appositamente preparato da SSC.

I dati raccolti sono stati elaborati tramite fogli elettronici excel, applicando un primo trattamento statistico di base (1° livello) e successivamente, alla fine del circuito, un trattamento statistico più approfondito (2° livello), secondo la norma ISO 5725:04 parte 2, con l'individuazione dei dati sospetti (*straggler*) e anomali (*outlier*).

I dati sperimentali sono stati raccolti a partire da un file excel fatto girare prima della conduzione delle prove a ciascun laboratorio (001_2012_PT_Pitot_ISSI_SSC_dati.xls).

Il file prevedeva in un primo foglio la raccolta dei dati delle prove. In un secondo foglio veniva fornita in automatico l'elaborazione con il primo livello statistico dei dati.

Ogni laboratorio partecipante, dunque, aveva la possibilità, una volta raccolti ed inseriti i dati sul foglio excel, di avere a disposizione già il proprio trattamento statistico di primo livello.

7. MODALITA' DI ELABORAZIONE DEI DATI SPERIMENTALI

La valutazione statistica dei dati di calcolo del fattore K (calcolo della media, della deviazione standard, del coefficiente di variazione percentuale del circuito di correlazione) è relativa alle tre prove svolte da tutti i laboratori secondo il programma concordato.

Nel trattamento statistico di 1° livello (calcolo delle medie, delle deviazioni standard e del coefficiente di variazione percentuale per ogni parametro misurato) sono stati considerati tutti i dati ricevuti dai laboratori partecipanti e, quindi, non è stata fatta alcuna ricerca di dati anomali (*outliers*).

8. ANALISI STATISTICA DEI DATI E CONSIDERAZIONI FINALI

L'analisi statistica di 2° livello dei dati di calcolo del fattore k è stata effettuata applicando la norma ISO 5725: 04 parte 2.

La procedura prevede in una prima istanza un trattamento dei dati secondo la statistica di Mandel che esamina gli stessi per valutarne la coerenza: si rilevano in sostanza gli scostamenti rispetto alla varianza e rispetto al valore medio e se ne conclude l'opportunità di un'ulteriore analisi sui dati per identificare valori sospetti (*straggler*) e/o anomali (*outlier*).

Si passa poi al test di Cochran sulle deviazioni standard dei dati riportati da ogni singolo laboratorio (variabilità intralaboratorio) con l'individuazione dei dati sospetti (limite di confidenza dell'1%) e di quelli anomali (limite di confidenza del 5%).



Innovazione e ricerca

Tale test viene iterativamente ripetuto qualora vengano trovati dati anomali fino a non trovarne più (eliminando via via ovviamente gli outlier).

Analogamente viene eseguito il test di Grubbs sui valori medi dei dati riportati dai laboratori (variabilità interlaboratorio).

In questo caso, conformemente alla parte 2 della norma ISO 5725:04 paragrafo 7.3.4.3 è stato applicato il test di Grubbs per una osservazione anomala sui valori medi dei dati. Nel caso in cui venga trovato un valore anomalo con questo test, lo si esclude ed il test viene ripetuto.

Nel caso in cui dal test di Grubbs non risultino osservazioni anomale sui valori medi, si decide di applicare il test di Grubbs doppio come descritto nel paragrafo 7.3.4.2 della norma.

Successivamente è stato calcolato il valore medio, scarto tipo di **ripetibilità (r)** e di **riproducibilità (R)**, dopo aver individuato ed eliminato i dati statisticamente anormali.

E' stato determinato il "valore assegnato" (ovvero il valore di consenso dei laboratori partecipanti) e lo scarto tipo assegnato" necessari per il calcolo dello z-score.

Valore assegnato X_a: la media della prova

Scarto tipo assegnato, s: scarto tipo della prova

E' stato determinato infine per ogni laboratorio il punteggio z-score conseguito, relativo a tutti i parametri misurati. Questo parametro statistico indica il grado di bontà dei risultati ottenuti dal laboratorio rispetto a quelli medi del circuito di correlazione.

A fini statistici non è stato considerato soltanto il valore medio del circuito ma anche il valore del fattore K rilevato dall'ente di taratura riconosciuto (a disposizione presso il Laboratorio Combustione e Ambiente di SSC).

Il punteggio z-score si calcola come:

$$z\text{-score} = (x_i - m)/s$$

dove x_i è il valore fornito dal laboratorio i -esimo, m il valore assegnato e s è lo scarto tipo assegnato.

Generalmente si può dire che i valori di z-score compresi nell'intervallo $-2 \div -3$ oppure $+2 \div +3$ sono da considerare non soddisfacenti e devono costituire un segnale di attenzione per il laboratorio che li ha ottenuti. Se il valore di z-score risulta inferiore a -3 o superiore a $+3$ il laboratorio deve mettere in atto un'azione correttiva.

Definizione di **Ripetibilità** (precisione sotto condizioni di ripetibilità):

un laboratorio opera in **ripetibilità** quando la differenza (in valore assoluto) tra i risultati di due prove svolte con lo stesso operatore, con le stesse apparecchiature, in condizioni operative concordate e ritenute standard e con lo stesso Pitot di riferimento, secondo la procedura adottata



Innovazione e ricerca

nella normale routine di controllo qualità, supera il valore limite di ripetibilità soltanto in 1 caso su 20, ossia con una probabilità del 5%.

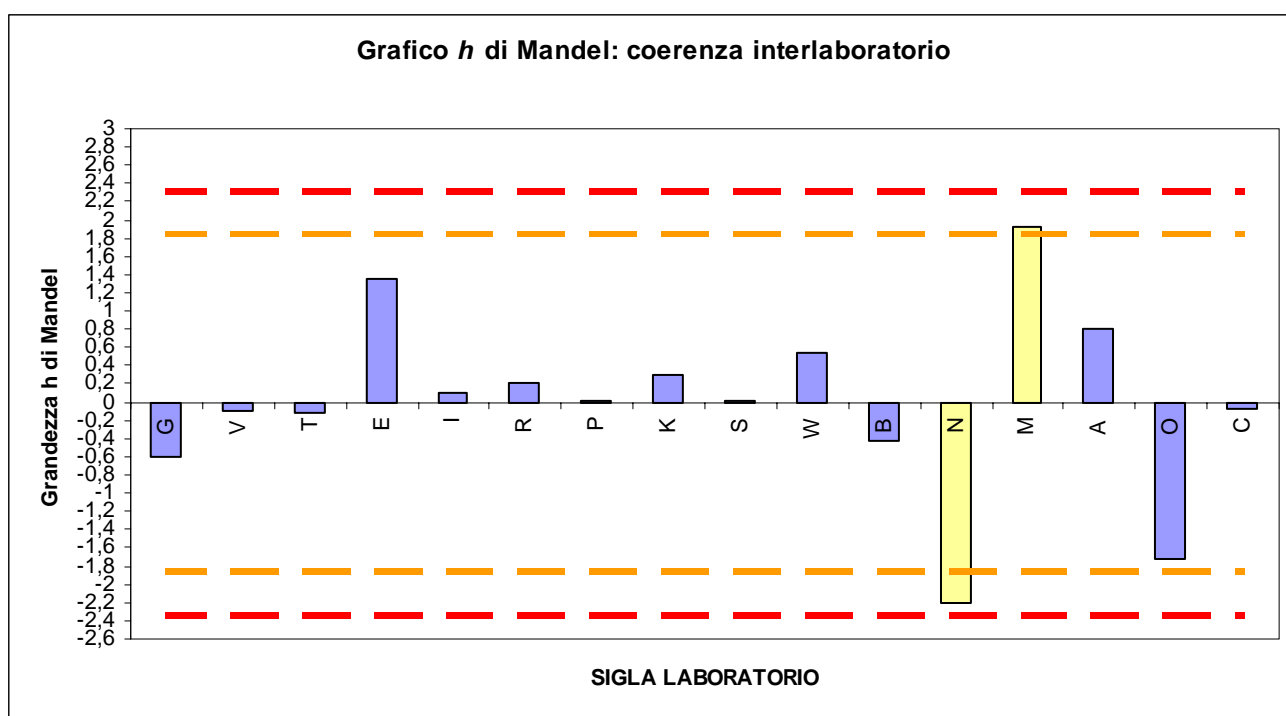
Definizione di **Riproducibilità** (precisione sotto condizioni di riproducibilità):

due laboratori distinti operano in condizioni di **riproducibilità** quando la differenza (in valore assoluto) dei risultati delle prove svolte da ciascuno di essi, con operatori ed apparecchiature differenti, in condizioni operative concordate e ritenute standard e con lo stesso Pitot di riferimento, applicando la procedura adottata nella normale routine di controllo qualità, supera il valore limite di riproducibilità soltanto in 1 caso su 20, ossia con una probabilità del 5%.

RIASSUNTO DEL CIRCUITO DI CORRELAZIONE 2012

Il quadro riassuntivo dei risultati del circuito di correlazione svolto nel 2012 con il Pitot di riferimento di tipo S (n° serie 0311) è presentato in Tabella 4 che segue e commentato in dettaglio nelle pagine successive di questo rapporto.

In figura 4 e 5 sono presentati i grafici h e k di Mandel. Come descritto al paragrafo 7.6.4 della parte 2 della norma ISO 5725:04 sono utili per valutare la coerenza dei dati. Essi possono indicare l'opportunità di un'ulteriore analisi sui dati, per identificare altri valori o laboratori anomali e sono utilizzate come statistiche descrittive (di tutte le determinazioni) più che per individuare outliers o varianze anomale. In questa fase non sono prese decisioni definitive che vengono posticipate al termine della sottoposizione dei dati ai test di Cochran e Grubbs.





Innovazione e ricerca

Figura 4 – Grafico *h* di Mandel sulla coerenza interlaboratorio

E' stata calcolata la statistica *h* di coerenza interlaboratorio per ciascun laboratorio, dividendo lo scarto di "cella" (la media dei valori del fattore *k* trovati del livello 3 che equivale al numero di ripetizioni, meno la corrispondente media generale) per lo scarto tipo tra le medie di cella (per lo stesso livello). Tali statistiche rappresentano pertanto **una misura ponderata dello scostamento dei valori medi di un laboratorio dalla media generale.**

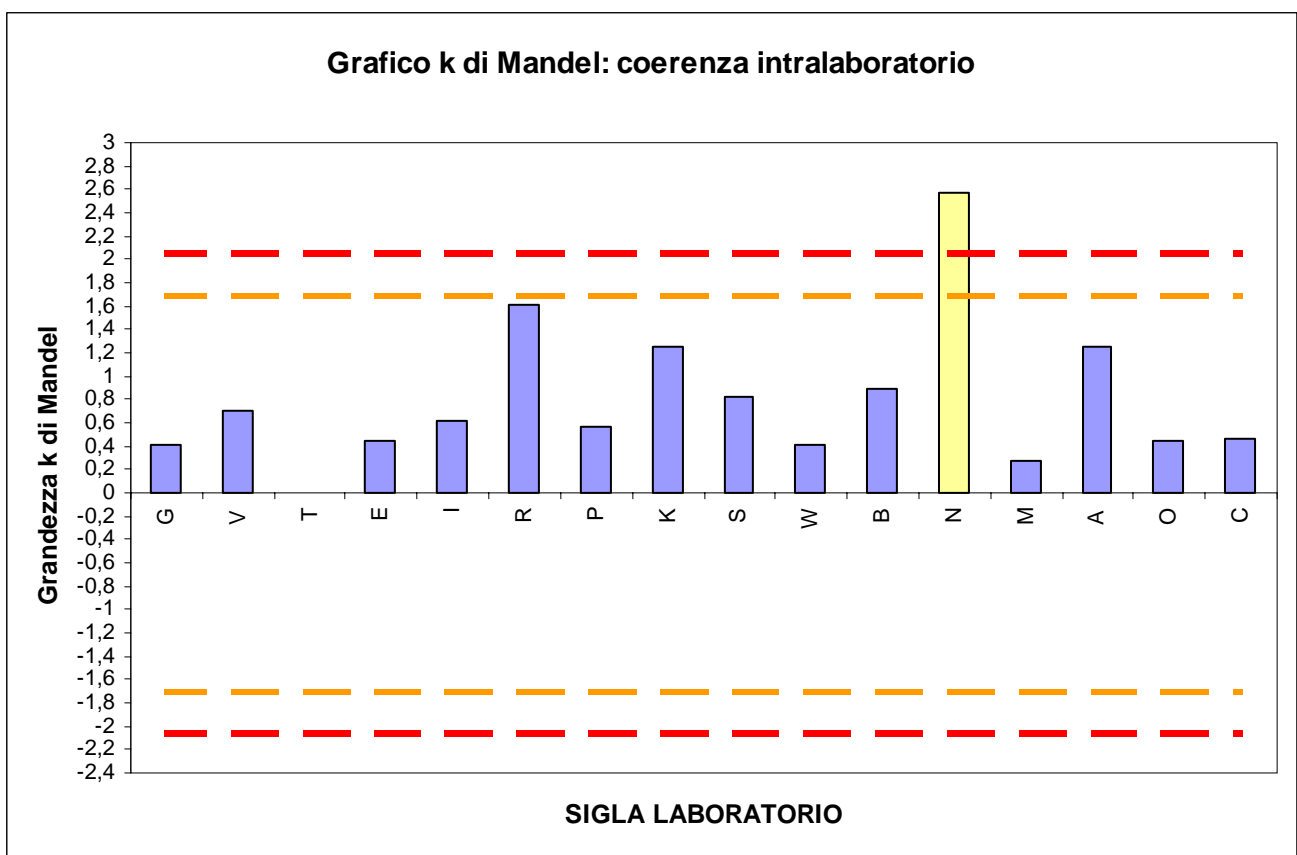


Figura 5 – Grafico *k* di Mandel sulla coerenza intralaboratorio

I valori della statistica *k* di Mandel sono simili alla variabile di Cochran, si ottengono come rapporto tra la deviazione standard di cella e la deviazione standard di ripetibilità. **Sono pertanto una misura standardizzata della deviazione standard di "cella".**

In entrambi i grafici sono stati indicati con la linea tratteggiata arancione e rossa rispettivamente i livelli di fiducia del 95% (arancione) al 99% (rossa) o livelli di significatività del 5% al 1% a partire da prospetti tabellati (prospetto 6 e 7 parte 2 della norma ISO 5725:04).

Si nota come i laboratori N ed M siano da considerare all'interno della soglia considerata d'attenzione dall'analisi di Mandel (laboratorio N al di fuori del livello di fiducia del 95% sulla



Innovazione e ricerca

coerenza interlaboratorio e del livello del 99% sulla coerenza intralaboratorio; laboratorio M fuori dal livello di fiducia al 95% sulla coerenza interlaboratorio).

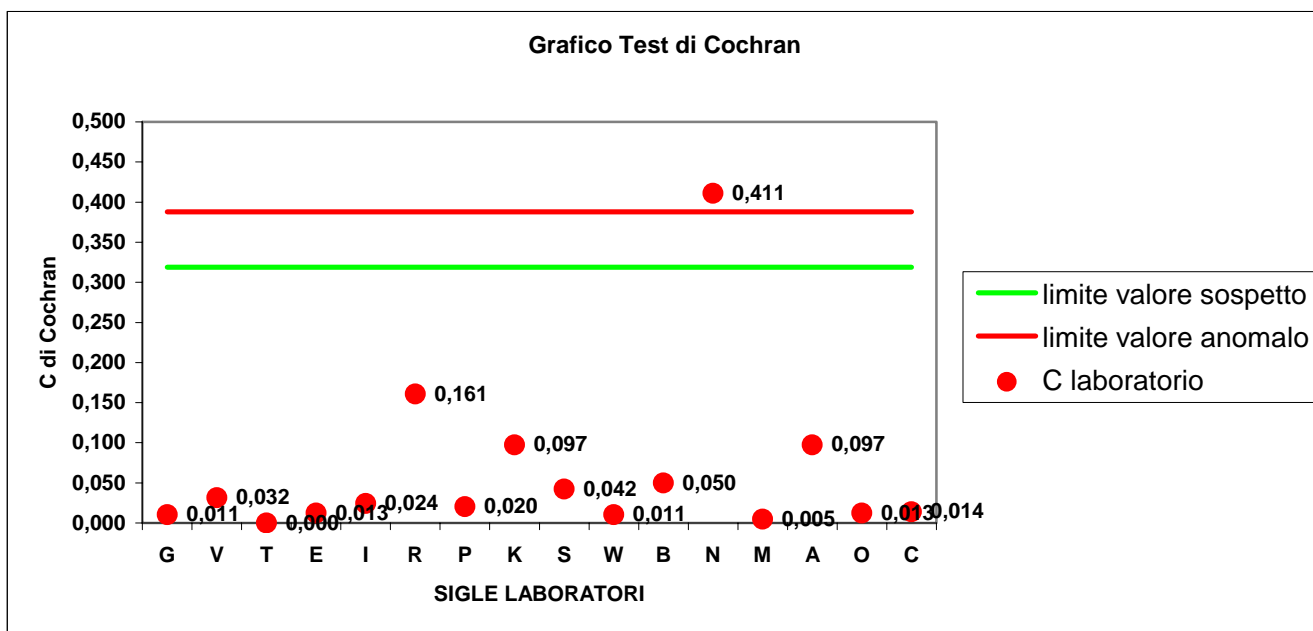


Figura 6 – Grafico Test di Cochran (16 laboratori)

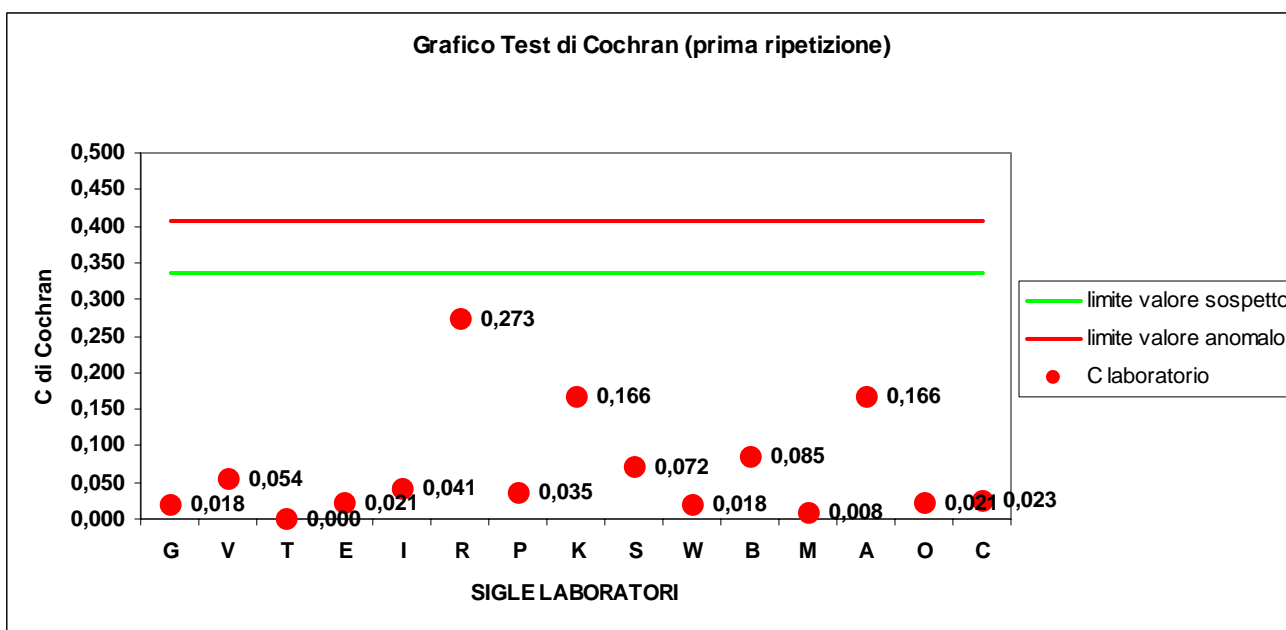


Figura 7 – Grafico Test di Cochran (15 laboratori)



Innovazione e ricerca

In Figure 6 e 7 si riportano i grafici relativi ai test di Cochran (varianza dei dati interlaboratorio) che viene iterativamente ripetuto finché si trovino dati anomali (outliers).

La Figura 6 mostra il test a 16 laboratori in cui è stato trovato il laboratorio M come outlier.

Ripetendo il test una seconda volta (7.3.3.6 parte 2 della ISO 5725:04) (Figura 7) (non considerando quello anomalo) non si trovano outlier né dati (laboratori) sospetti (stragglers).

Si è passati successivamente ai test di Grubbs eliminando il laboratorio M come da conferma dai test precedenti (Mandel e Cochran).

Tabella 4 – Sintesi applicazione test di Grubbs (unilaterale – bilaterale)

Applicazione del test di Grubbs alle medie di cella

Livello	Singolo basso	Singolo alto	Doppio basso	Doppio alto	Tipo di test
1	2,231	2,130	0,541	0,457	Grandezze statistiche del test di Grubbs
Valori dispersi	2,549	2,549	0,3367	0,3367	Valori critici di Grubbs
Valori anomali	2,806	2,806	0,2530	0,2530	

Dalla Tabella appare come non ci siano laboratori anomali per Grubbs.

Tuttavia si evince come i dati del singolo “basso” (ovvero il laboratorio O con il valore più basso della media delle tre ripetizioni) ed quello del singolo “alto” (il laboratorio M) siano molto vicini alla “dispersione”.

Analoghe considerazioni, ma meno accentuate, possono essere applicabili per i “secondi” alti e bassi (il laboratorio G come secondo “basso” e il laboratorio E come secondo “alto”).

In questa trattazione ci limitiamo ad osservare questo aspetto. Seguirà una conclusione con alcune valutazioni aggiuntive a maggiore dettaglio e trattazione dell’aspetto specifico.

Tali dati non sono stati pertanto esclusi dal calcolo della media generale e delle varianze.

Tabella 5 – Statistica generale del circuito

Statistica generale Circuito		Calcolo media e scarto tipo	
var. ripet. sr^2	0,000020	media m	0,841
var. riprod. sR^2	0,0012	scarto tipo rip. sr	0,0045
var interlab sL^2	0,001	scarto tipo riprod. sR	0,0350
		incertezza std. $u(Xa)$	0,01
		incertezza estesa UX	0,02

In Tabella 5 sono riportati i dati riassuntivi.



Innovazione e ricerca

La varianza di ripetibilità è calcolata conformemente a (20) in 7.4.5.1 della parte 2 della ISO 5725:04 così come la varianza di riproducibilità e quella interlaboratorio.

La media del circuito è risultata essere 0,841, lo scarto tipo di ripetibilità viene espresso come la radice della varianza analogia; identico approccio per lo scarto tipo di riproducibilità.

L'incertezza infine viene definita come il rapporto tra lo scarto tipo di riproducibilità e la radice del numero dei laboratori non eliminati secondo i test descritti in precedenza:

$$u(Xa) = s / \sqrt{N}$$

Analogamente l'incertezza estesa (il valore che di fatto viene inserito nell'espressione del risultato) è calcolata come il doppio dell'incertezza standard.

Il grafico conclusivo comprendente gli z-score dei laboratori partecipanti è proposto sotto

z-score laboratori aderenti circuito interlaboratorio determinazione del fattore k Tubo di Pitot 2012

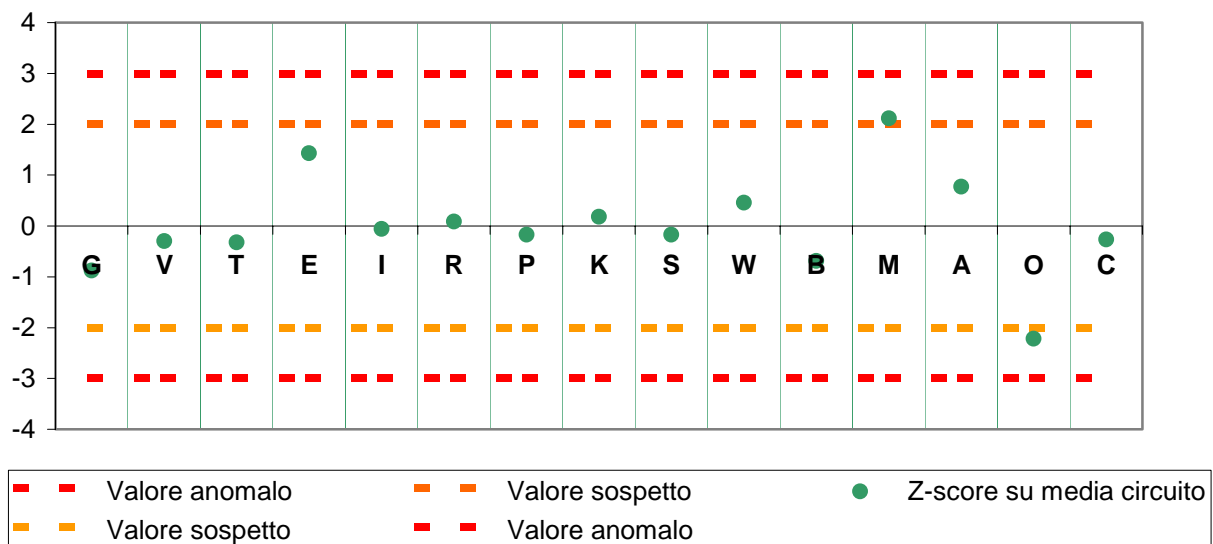


Figura 8 – Grafico z-score laboratori aderenti circuito

L'analisi porta a concludere come il circuito abbia dato un esito complessivamente soddisfacente. Non si ravvisano dati anomali, tuttavia i laboratori M ed O mostrano valori sospetti.



Innovazione e ricerca

Tabella 6 – Analisi dei dati del circuito di correlazione 2012 ed individuazione dei valori anomali (outliers)

ANALISI DEI DATI DEL CIRCUITO ED INDIVIDUAZIONE DEGLI OUTLIERS					
correlazione 2012		Tube di Pitot: S 311			
LABORATORIO		val	Parametri statistici	FATTORE	
				α_x	STAT
1	A	x_1	m	0,861	0,868
		x_2	ds	0,875	0,011
		x_3	CV	0,869	1,219
2	B	x_1	m	0,812	0,817
		x_2	ds	0,818	0,010
		x_3	CV	0,822	1,207
3	C	x_1	m	0,834	0,832
		x_2	ds	0,833	0,004
		x_3	CV	0,829	0,495
4	E	x_1	m	0,891	0,891
		x_2	ds	0,889	0,007
		x_3	CV	0,894	0,737
5	G	x_1	m	0,808	0,811
		x_2	ds	0,812	0,007
		x_3	CV	0,812	0,849
6	I	x_1	m	0,839	0,839
		x_2	ds	0,843	0,005
		x_3	CV	0,836	0,620
7	K	x_1	m	0,847	0,848
		x_2	ds	0,841	0,006
		x_3	CV	0,855	0,761
8	M	x_1	m	0,914	0,915
		x_2	ds	0,917	0,006
		x_3	CV	0,915	0,686
9	N	x_1	m	0,760	0,744
		x_2	ds	0,740	0,013
		x_3	CV	0,732	1,743
10	O	x_1	m	0,766	0,764
		x_2	ds	0,761	0,007
		x_3	CV	0,764	0,961
11	P	x_1	m	0,833	0,835
		x_2	ds	0,839	0,004
		x_3	CV	0,834	0,473



Innovazione e ricerca

12	R	x ₁	m	0,835	0,844
		x ₂	ds	0,845	0,008
		x ₃	CV	0,853	0,902
13	S	x ₁	m	0,830	0,835
		x ₂	ds	0,838	0,005
		x ₃	CV	0,838	0,637
14	T	x ₁	m	0,830	0,830
		x ₂	ds	0,830	0,002
		x ₃	CV	0,830	0,252
15	V	x ₁	m	0,835	0,831
		x ₂	ds	0,827	0,006
		x ₃	CV	0,831	0,669
16	W	x ₁	m	0,860	0,857
		x ₂	ds	0,856	0,006
		x ₃	CV	0,856	0,642

(continua) - Tabella 6 – Analisi dei dati del circuito di correlazione 2012 ed individuazione degli outliers

LEGENDA:

	VALORI ELIMINATI PER COCHRAN
	VALORI SOSPETTI PER COCHRAN
	VALORI ELIMINATI PER GRUBBS
	VALORI SOSPETTI PER GRUBBS
	VALORI ANOMALI PER Z-SCORE
	VALORI SOSPETTI PER Z-SCORE

CRITICITA' RISCONTRATE E CONCLUSIONI FINALI

Da quanto sopra riportato risulta che i laboratori chiamati a partecipare al circuito di interconfronto hanno tutti ottenuto un buon risultato in termini di capacità operativa.

Non risulta vi siano precedenti in letteratura di analoghi circuiti interlaboratorio a livello nazionale.

E' doveroso citare, in un ambito se vogliamo sicuramente più complesso, l'esperienza degli Interconfronti IC NORDEST portati avanti dall'Arpa Veneto (001 – 002 – 003 nel periodo 2006 – 2008) che, su camino reale (cementificio) hanno condotto circuiti nel corso di un triennio su: "Portata, polveri totali" (2006), "Ossidi, TOC, HCl" (2007), "Polveri totali, PM10, metalli" (2008).

In quel caso la difficoltà di trovare un campione omogeneo e stabile nel tempo ha reso e rende una tipologia di circuiti di questo tipo di difficile realizzazione.

Operativamente i "dati accessori" o modalità operative critiche ravvisate da alcuni laboratori con i quali si è avuto modo di discutere dopo aver fornito i dati utili al circuito si possono riassumere nella



Innovazione e ricerca

difficoltà a mantenere costante il flusso del ventilatore nel condotto e dunque la velocità nello stesso, il mantenimento delle condizioni di temperatura tali da rispettare la condizione di accettabilità del dato ed infine il controllo del corretto posizionamento del Pitot rispetto al flusso. Possiamo concludere che si possono trovare principalmente in questi fattori la presenza di errori sistematici.

Mostriamo da ultimo un commento generale ai dati.

Conformemente a quanto dichiarato in partenza, abbiamo tenuto in considerazione la parte 2 della ISO 5725:04 come riferimento.

Per tale motivo è stata fatta la scelta di escludere unicamente i dati anomali per i test di Cochran e Grubbs ripetuti iterativamente (Cochran) o bilateralmente (Grubbs).

Si noti però come la distribuzione dei valori medi riportati in Figura 9 non segua un andamento perfettamente unimodale ma abbia due piccoli “picchi” laterali.

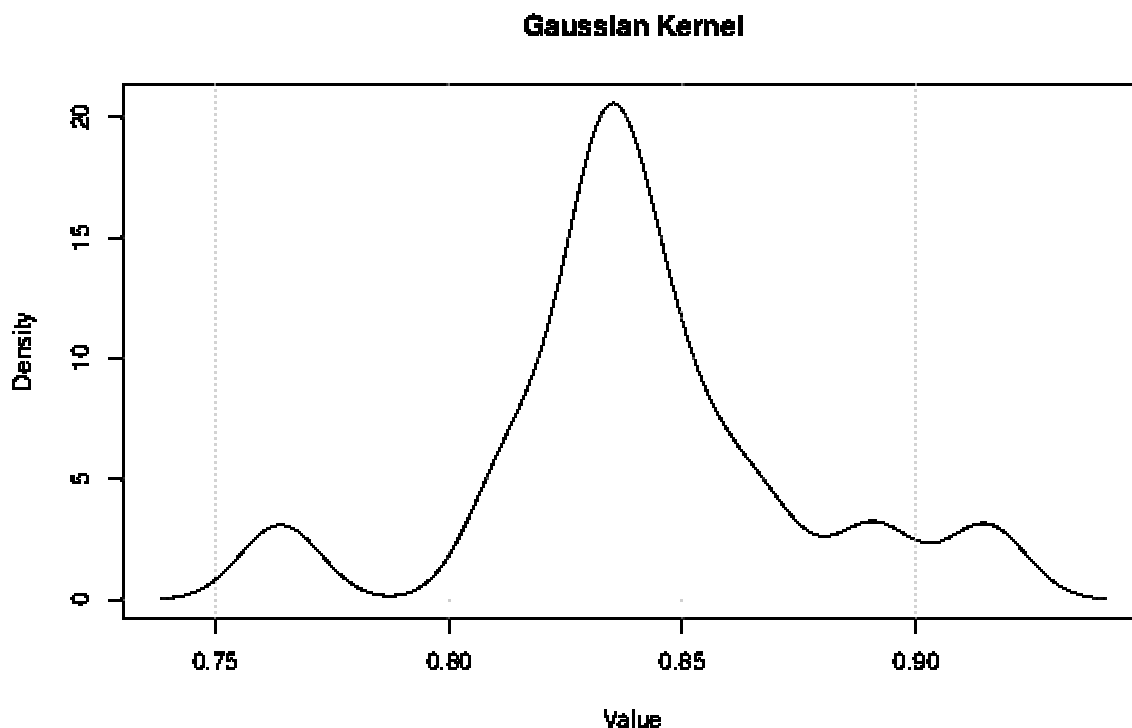


Figura 9 – Stima di densità di probabilità kernel (kernel gaussiano)

I picchi in questione si possono spiegare con quei valori medi dei laboratori che si scostano non abbastanza sensibilmente dalle medie degli altri per essere visti come dispersi da Grubbs ma tuttavia



Innovazione e ricerca

sono tali da spiegare i “picchi”: i laboratori E e M per il “picco” sinistro più accentuato ed il laboratorio O per il “picco” destro.

Riportiamo in Tabella 7 le statistiche del circuito escludendo i laboratori sopra menzionati. Si sottolinea come questo esercizio sia soltanto teorico e come non debba influire sulla statistica ufficiale riportata in Tabella 5.

Tabella 7 – Statistica generale del circuito escludendo i “picchi”

Statistica Circuito corretto	
var. ripet. sr^2	0,000020
var. riprod. sR^2	0,0003
var interlab sL^2	0,0002
Calcolo media e scarto tipo	
media m	0,837
scarto tipo rip. sr	0,0049
scarto tipo riprod. sR	0,0163
incertezza std. $u(Xa)$	0,005
Incetezza estesa UX	0,01

E' interessante notare come di fatto togliendo 4 laboratori su 16 (una percentuale del 25% che può comunque non essere trascurabile) si ottenga una media del circuito di 0,837 allineata con il valore ottenuto dall'Ente certificato (a disposizione presso il Laboratorio Combustione e Ambiente di SSC) di 0,829.

I valori medi di 0,915 – 0,891 e 0,764, responsabili dei “picchi” sono stati infatti valutati anomali da SSC che conformemente alla ISO 5725:04 può assumere il ruolo di “l'esperto statistico”.

I “soli” test di Cochran ma soprattutto Grubbs, in ultima analisi, non “vedono” anomalie che l'esperienza e la pratica sul campo porterebbero a vedere.

Riteniamo anche in virtù di questa ultima osservazione che la buona riuscita del circuito non ne venga inficiata ma ulteriormente rafforzata portando a concludere come una successiva edizione debba assolutamente prevedere una trattazione più approfondita dei test considerati vincolanti.

RINGRAZIAMENTI

Si ringraziano l'Ing. F. Avella, Dott. G. Migliavacca, Dott. D. Faedo, Dott. A. Gallonzelli, Ing. S. Casadei per l'assistenza e la revisione critica della relazione; lo staff dei tecnici del Laboratorio Combustione e Ambiente di SSC addetti alle prove di circuito (S. Ariazzi, F. Pederzoli, A. Stomeo) e tutti i laboratori partecipanti al circuito per l'attenzione e la cura nell'utilizzo dei dispositivi messi a loro disposizione, per la puntualità nel rispetto dei tempi del circuito e per la professionalità generale dimostrata.