

## Controllo e monitoraggio ambientale: garanzia della qualità delle misure e campionamento

Paolo de Zorzi – *ISPRA CN-LAB Area Metrologia*

Webinar

«Incertezza associata al campionamento nelle analisi  
chimiche»

ROMA, 9-10 marzo 2023

### OBIETTIVO



1. Quali aspetti rilevanti per un laboratorio di prova che esegue analisi ambientali per garantire la qualità dei propri risultati
2. Quale ruolo ha il campionamento nel processo di misura
3. Accreditation del campionamento

## MONITORAGGIO AMBIENTALE

**La conoscenza dello stato dell'ambiente, quindi della qualità di tutte le componenti delle matrici ambientali, si alimenta attraverso le attività di monitoraggio**

**Funzione assegnata al Sistema Nazionale per la Protezione dell'Ambiente (SNPA) dalla Legge n. 132/2016 (art. 3)**

## STRUMENTI PER IL MONITORAGGIO

- Reti di monitoraggio (per diverse matrici ambientali)
- Modelli

Le strutture tecniche SNPA (servizi territoriali, laboratori) operanti all'interno di 21 Agenzie assicurano tale attività.

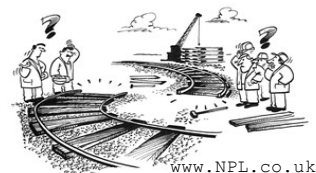
Negli anni passati, operazioni di riorganizzazione interna (diversificata da un'agenzia ad un'altra), per tenere conto di economie di scala e specializzazioni, hanno progressivamente ridotto il numero di laboratori

## ATTIVITA' DI MONITORAGGIO E CONTROLLO - SNPA



- Circa **100 laboratori** per il **Controllo e monitoraggio ambientale** in Italia.
- **Centinaia di migliaia di campioni** analizzati (la percentuale maggiore sono matrici ambientali)
- **Milioni di misure** i cui risultati devono essere comparabili, confrontabili, adeguati allo scopo.

**Validazione** (il metodo è adatto allo scopo)



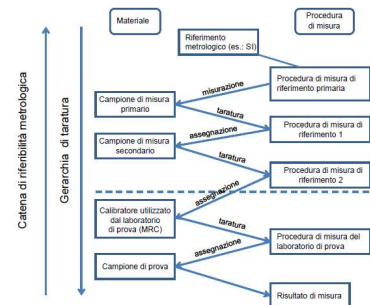
**Riferibilità**  
(il mio risultato è comparabile a un riferimento comune)

**Incertezza** (quanto bene conosco il risultato)

**QC**  
(il mio risultato, nel tempo, mantiene le prestazioni)

## RIFERIBILITA'

La riferibilità metrologica è la proprietà di un risultato di misura per cui esso è posto in relazione a un riferimento attraverso una catena ininterrotta di tarature, ciascuna delle quali contribuisce all'incertezza di misura (VIM3§2.41)



La riferibilità allo stesso riferimento determinato è di importanza essenziale per la **comparabilità dei dati**.

La comparabilità (capacità di confrontare) e l'affidabilità (attendibilità) dei risultati di misurazioni tra laboratori diversi sono della massima importanza se questi risultati devono costituire una base accettabile sulla quale prendere decisioni e attuare regolamenti e disposizioni di legge.

## VALIDAZIONE

VERIFICA, nella quale i requisiti specificati sono adatti all'utilizzo previsto (VIM3§2.45)

La validazione è quindi un processo in cui vengono acquisiti i dati necessari per dimostrare che le prestazioni della procedura di misura sono adeguate allo scopo.

- Selettività
- Limite di rivelabilità e Limite di quantificazione
- Intervallo di misura o Linearità
- Sensibilità analitica
- Robustezza del metodo
- Giustezza
- Precisione
- Incertezza di misura



## CONTROLLO DI QUALITA' (QC)

Un monitoraggio continuo è una valutazione critica dei procedimenti di misurazione e delle procedure operative utilizzati.

Un controllo del processo di misura a partire dal prelievo del campione, l'ingresso del campione di prova nel laboratorio fino al rapporto di prova o un controllo delle sole parti critiche del processo di misura.

**Il QC ci dirà se il procedimento di misurazione funziona ancora come al momento della sua validazione – il mio metodo funziona oggi?**

◆ **il controllo della qualità interno:**

- Carte di controllo
- Utilizzo di materiali di riferimento (certificati o non)

◆ **il controllo della qualità esterno:**

- Prove valutive

## INCERTEZZA DI MISURA

...quel numero che compare alla destra del risultato



### DEFINIZIONI (VIM3)

**incertezza:** “parametro non negativo che caratterizza la dispersione dei valori che sono attribuibili al misurando sulla base delle informazioni disponibili” (VIM3 § 2.26)

**misurando:** “grandezza che si intende misurare” (VIM3 § 2.3)

**risultato di misura:** “insieme di valori attribuiti a un misurando congiuntamente a ogni altra informazione pertinente disponibile” (VIM3 § 2.9)

## INCERTEZZA: INFORMAZIONE FONDAMENTALE



- è una parte intrinseca del risultato di misura
- rende possibile confrontare i risultati
- migliora la conoscenza della procedura di misura
- indica la qualità metrologica della misurazione garantendo trasparenza
- aiuta a dimostrare la conformità con i limiti (legali o contrattuali) e i criteri di accettabilità stabiliti
- è richiesta dalla ISO/IEC 17025 (requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura) – Accredimento.

**.....e il campionamento?**

## CAMPIONAMENTO (1)

**“Sampling.....**

*.....is an art; it should become a science. ”*

Spesso, un buon campionamento era considerato il risultato di una serie di fortunate circostanze piuttosto che un processo scientifico

## CAMPIONAMENTO (2)

Primi approcci scientifici al campionamento negli anni 20' con l'attenzione verso le tematiche agricole;

Dagli anni 50', teorie sul campionamento furono sviluppate nel settore minerario

Letteratura e guide sul campionamento pubblicate al fine di definire un quadro di riferimento comune in differenti campi. Negli ultimi decenni, si sono sviluppati studi su diversi aspetti del campionamento (sample preparation, uncertainty, intercomparison)

La maggiore attenzione è stata rivolta alle procedure/tecniche analitiche per migliorare la qualità delle misure

**MA**

La variabilità analitica può essere piccola in confronto a quella che deriva al campionamento

**Un risultato di una misura non può essere più affidabile del campione su cui è stata eseguita.**

## CAMPIONAMENTO (3)

• Il campionamento è stato frequentemente trascurato e considerato al di fuori del processo di misura.....si dice:

- Se per il campionamento hai un protocollo di riferimento "corretto" il campione che otterrai sarà rappresentativo e corretto;
- Hai bisogno di operatori ben formati per eseguire un protocollo di campionamento;
- La misura è solo in laboratorio

## PROCESSO DI MISURA (1)

- Se il campionamento è da considerare lo decide il “misurando” (International vocabulary of basic and general terms in metrology - VIM3 § 2.3)

**CASO A)** il misurando è relativo solo al campione di laboratorio (il laboratorio di misura non partecipa al campionamento ed il risultato deve rappresentare solo il campione così come ricevuto);

**CASO B)** il misurando è relativo alla proprietà di un insieme che il campione intende rappresentare e da cui il campione è stato prelevato

## PROCESSO DI MISURA (2)

**Campionamento e analisi strumentale: parti dello stesso processo di misurazione**



### Cosa misuriamo ?

Frazione di massa di Cr nel suolo in un'area vasta (è il “misurando” del **CASO B**)





## PROCESSO DI MISURA (2)

Ma è sempre necessario “prelevare” un campione ?



- Misure con XRF portatile ?
- Misure di radioattività ambientale ( $\gamma$  in situ)?

Sempre Caso B



Non prelevo un campione ma seleziono “punti di campionamento” secondo specifiche strategie. Opero, di fatto, un campionamento.

## ACCREDITAMENTO dei Laboratori di Prova (UNI CEI EN ISO/IEC 17025)

**Qualità, affidabilità, competitività**

L'accREDITAMENTO migliora la reputazione e la competitività degli organismi e dei laboratori, e offre benefici tangibili alla Pubblica Amministrazione, alle imprese e ai consumatori che si affidano ai servizi accreditati.

**L'accREDITAMENTO è lo strumento per dimostrare la competenza tecnica dei laboratori (prova e taratura)**

**Vale anche per il campionamento**

## ACCREDITAMENTO dei Laboratori di Prova

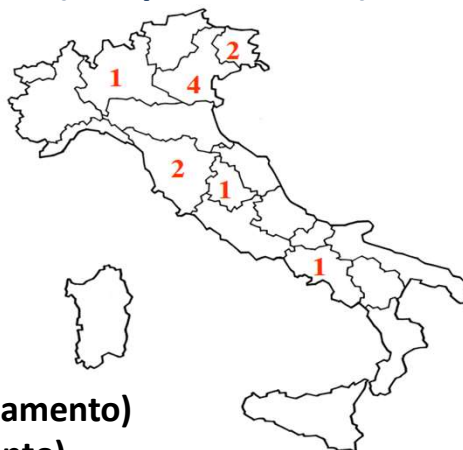
### ART.12 - LEGGE 132/2016

1. Il Sistema nazionale organizza i propri laboratori che si occupano di analisi ambientali in una **rete nazionale di laboratori accreditati per armonizzare i sistemi di conoscenza, di monitoraggio e di controllo delle matrici ambientali**, anche al fine di assicurare economie nelle attività di laboratorio che presentino natura di elevata complessità e specializzazione



I laboratori della rete nazionale dei laboratori accreditati sono tenuti ad applicare i metodi elaborati e approvati dal Sistema nazionale come metodi ufficiali di riferimento

## ACCREDITAMENTO nell'SNPA (campionamento)



**11 Lab SNPA accreditati (campionamento)**

**4 Prove accreditate (campionamento)**

(Fonte: Banca Dati ACCREDIA)

## ACCREDITAMENTO nell'SNPA - Campionamento

### UNI ISO 11338-1:2021

Emissioni da sorgente fissa - Determinazione di idrocarburi policiclici aromatici come particolato o in fase gas - Parte 1: Campionamento

### UNI EN ISO 19458:2006

Qualità dell'acqua - Campionamento per analisi microbiologiche

### UNI EN 1948-1:2006

Emissioni da sorgente fissa - Determinazione della concentrazione in massa di PCDD/PCDF e PCB diossina simili - Parte 1: Campionamento di PCDD/PCDF

### UNI EN 13946:2014

Qualità dell'acqua - Guida per il campionamento di routine e la preparazione di diatomee bentoniche da fiumi e laghi

## Uso/non uso dell'incertezza di Campionamento

L'analisi di conformità con i valori limite di legge: il ruolo dell'incertezza associata a risultati di misura (Manuali e Linee Guida 52/2009)



Criteria condivisi del Sistema per la stima e l'interpretazione dell'incertezza di misura e l'espressione dei risultati (Linea Guida SNPA 34/2021)



*L'incertezza .....non tiene in considerazione né la componente legata al campionamento né la componente legata alla variabilità spaziale (e temporale). Per approfondimenti può essere consultata la Linea guida Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches.*

## CONCLUSIONI E QUESTIONE APERTE

I laboratori implementano sistemi di controllo e assicurazione della qualità dei dati di misura nelle attività di monitoraggio e controllo ambientale.

Validazione, riferibilità, controllo di qualità-QC, incertezza di misura

Il campionamento aspetto rilevante e nel passato trascurato

Il campionamento è parte del processo di misura e va valutato (in funzione del misurando)

Accreditamento del campionamento: circoscritta implementazione in SNPA

L'incertezza di campionamento non è al momento considerata nel processo di valutazione di conformità del dato ai limiti di legge e nella definizione delle incertezze di riferimento.

Grazie per l'attenzione

[paolo.dezorzi@isprambiente.it](mailto:paolo.dezorzi@isprambiente.it)

[www.isprambiente.gov.it](http://www.isprambiente.gov.it)