

Confronti Interlaboratorio e Studi collaborativi – attività svolte

Paolo de Zorzi

Servizio Metrologia Ambientale - ISPRA

Roma 4 aprile 2013

Pianificazione 2012-2013 (1)

Circuito / Studio collaborativo	Ricezione risultati	Invio Valutazioni Preliminari - Rapporto
Elementi in tracce in acqua a livelli bassi o prossimi agli SQA delle acque superficiali (As, Cd, Ni, Pb, Zn) "ISPRA-IC021"	Gen 2012	Feb / Mag 2012
PM ₁₀ e PM _{2,5} di materiale particolato nell'aria ambiente ISPRA-IC022	Lug 2012	In corso
NO, NO ₂ ed O ₃ nell'aria ambiente ISPRA-IC023	Set 2012	In corso
Convalida del metodo in cuvetta per la determinazione del COD in acque reflue ISPRA-SC005	Apr 2012	Ott 2012

Pianificazione 2012-2013 (2)

Circuito / Studio collaborativo	Ricezione risultati	Invio Valutazioni Preliminari - Rapporto
IPA in sedimenti lagunari ISPRA-IC024	Feb 2013	Feb / Giu 2013
Elementi in tracce in sedimenti lacustri ISPRA-IC025	Feb 2013	Mar / Lug 2013
Clorofilla <i>a</i> in acqua da colture algali	Accantonato	
Studio eco-tossicologico su lisciviato da rifiuti	Rinviato da Ott 2012 a Sett 2013	

ISPRA-IC021 – Metalli nelle acque

Partecipanti	73 lab - 94 % delle adesioni
Conclusione	In accordo alla pianificazione
Documenti	Valutazioni Preliminari z-score e Rapporto conclusivo
Prossime attività	-
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ funzionalità area riservata➤ disomogeneità calcolo incertezza➤ 45% lab usa CRM in matrice
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ z-score entro 1 mese dalla conclusione➤ 97% delle misure con incertezza➤ l'80% dei lab con valori di z-score accettabili➤ 1° circuito prossimo SQA

ISPRA-IC022 – PM₁₀ e PM_{2,5} nell'aria ambiente

Partecipanti	16 ARPA/APPA
Conclusione	Prorogata la scadenza
Documenti	Rapporto conclusivo (entro Aprile 2013)
Prossime attività	Riunione tematica in estate
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ Proroga invio risultati dei lab➤ Restituzione risultati in forme non concordate➤ Fase di revisione dei risultati (mesi)
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ Ampia partecipazione (in crescita e rappresentativa) e nuove adesioni➤ Ottimo supporto ARPA Lazio➤ Primo confronto su PM 2.5

ISPRA-IC023 – NO, NO₂ ed O₃ nell'aria ambiente

Partecipanti	14 ARPA/APPA
Conclusione	Prorogata la scadenza (giugno)
Documenti	In fase di redazione il Rapporto conclusivo
Prossime attività	Incontro con JRC - Riunione tematica in estate
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ Rinuncia tardiva di 2 ARPA➤ Luogo di svolgimento del confronto interlaboratorio➤ Miscele di riferimento per la taratura➤ valutazione dell'incertezza
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ Primo confronto nazionale su alcuni inquinanti gassosi➤ interesse diffuso tra le ARPA/APPA

ISPRA-SC005 – Convalida metodo in cuvetta COD

Partecipanti	32-35 laboratori
Conclusione	In accordo alla pianificazione
Documenti	Rapporto Conclusivo
Prossime attività	-
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ Incompleta compilazione delle schede➤ Utilizzo incongruo dei kit da parte dei laboratori (2 kit per lo stesso materiale)➤ Basso numero di risposte dei laboratori per metodo APAT-IRSA (equivalenza)
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ Ottimi valori di Ripetibilità e Riproducibilità➤ Matrice reale➤ Tempistica rispettata

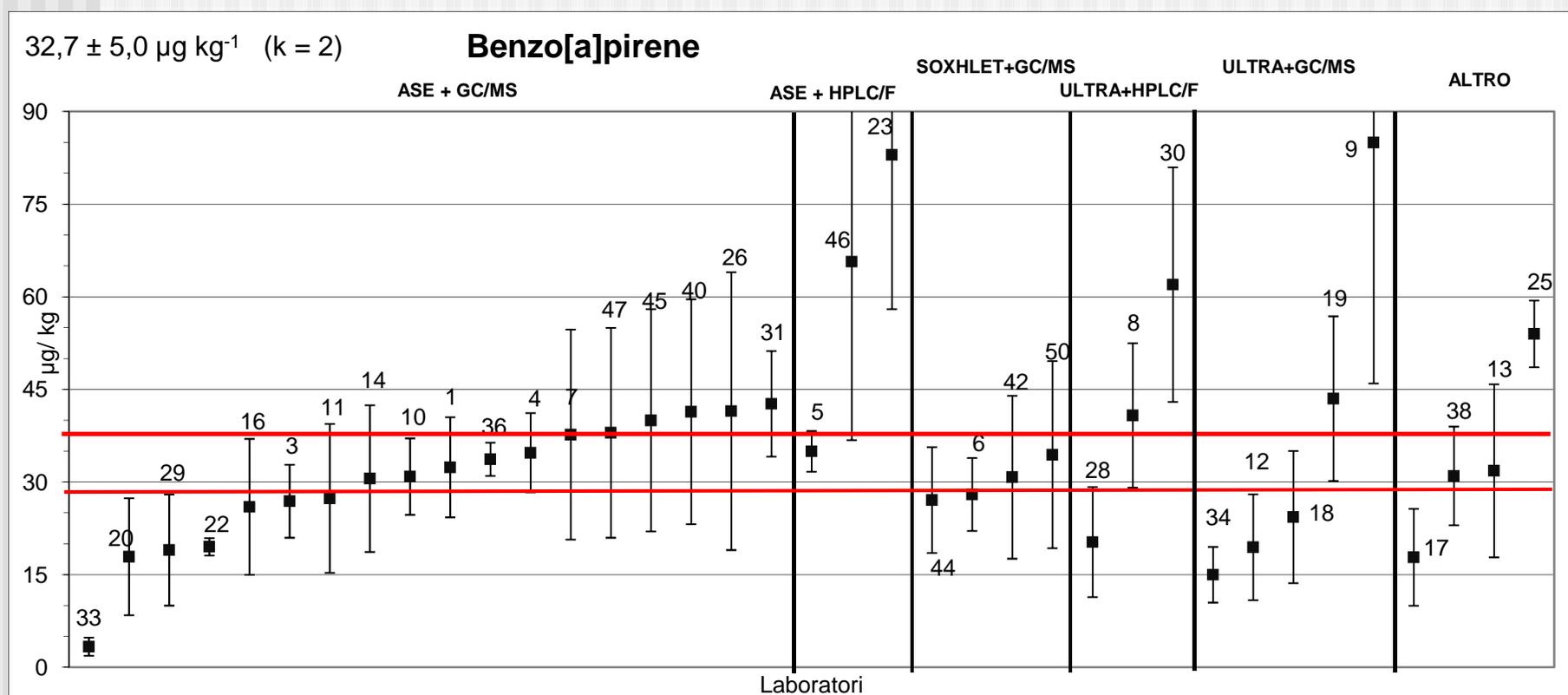


ISPRA-IC024 – IPA nei sedimenti

Partecipanti	38 lab su 50 adesioni (76%)
Avvio	26 novembre 2012
Conclusione	26 gennaio 2013 - effettiva 9 febbraio 2013
Documenti	Valutazioni Preliminari (1 marzo 2013)
Prossime attività	<ul style="list-style-type: none">➤ Esecuzione studio stabilità➤ Redazione rapporto entro 5/2013➤ Riunione plenaria 6/2013
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ LOQ largamente inadeguati agli SQA (Benzo[a]pirene) - prevista revisione in chiave più restrittiva a livello comunitario
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ Elevata percentuale dei valori z-score "accettabili" (valore di riferimento di consenso)



ISPRA-IC024 – IPA nei sedimenti

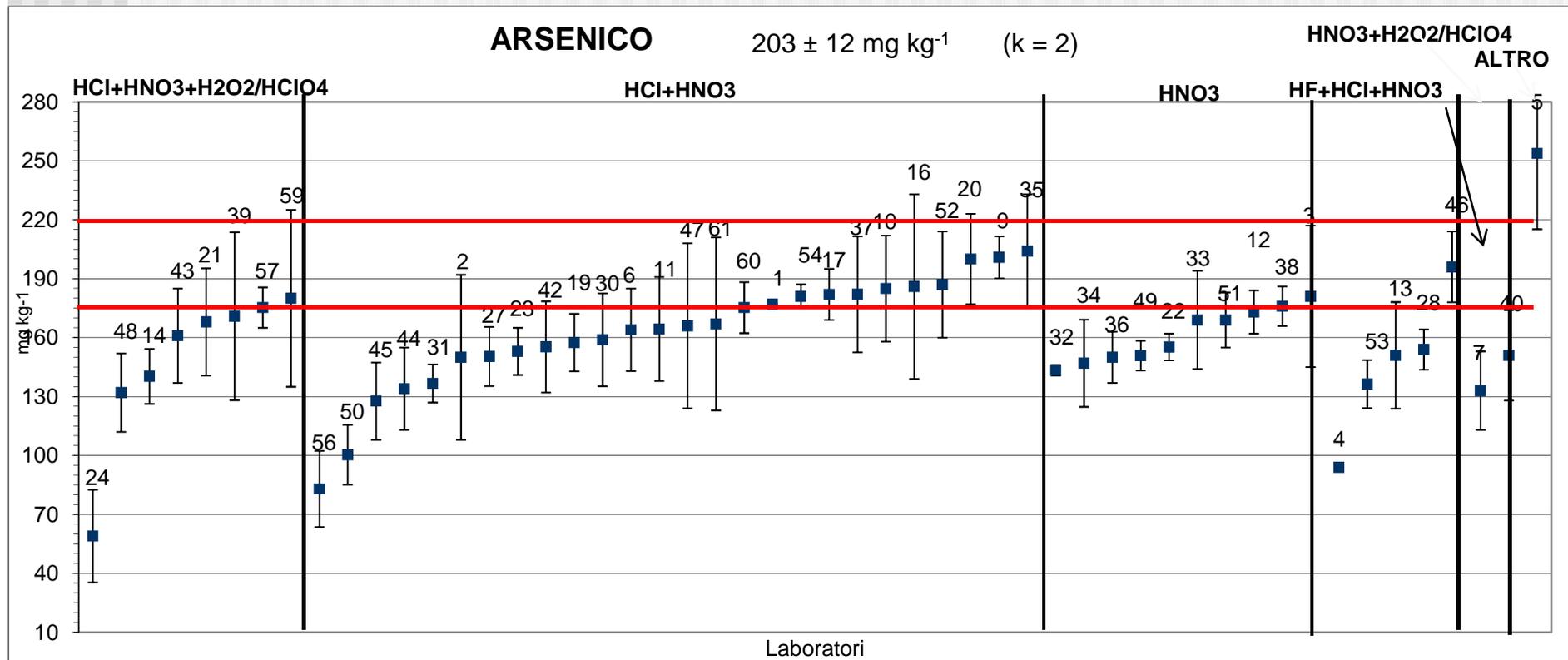


ISPRA-IC025 – metalli nei sedimenti

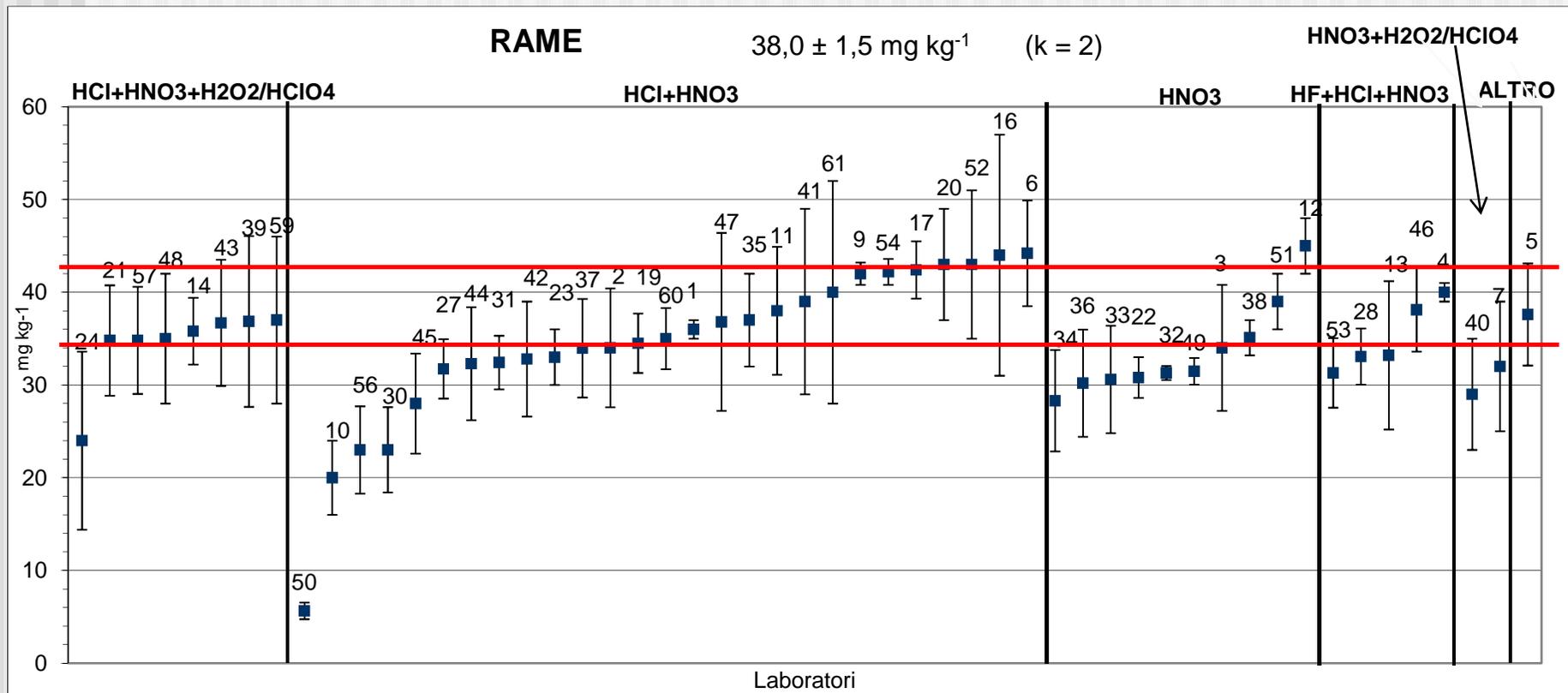
Partecipanti	55 lab su 61 adesioni (90%)
Avvio	10 novembre 2012
Conclusione	15 febbraio 2013 (ricezione risultati) – effettiva 19 febbraio 2013
Documenti	Valutazioni Preliminari (27 marzo 2013)
Prossime attività	<ul style="list-style-type: none">➤ Esecuzione studio stabilità➤ Redazione rapporto entro 6/2013➤ Riunione plenaria 6/2013
Criticità 	<ul style="list-style-type: none">➤ Spedizione MR (mancato recapito)➤ Verifica valori assegnati per Ni e Pb➤ z-score As e Co (alta percentuale >3)➤ LOQ e U non adeguati per Cd
Positività 	<ul style="list-style-type: none">➤ Elevata percentuale dei valori z-score "accettabili" (Cd, Cu e Hg)



ISPRA-IC025 – metalli nei sedimenti



ISPRA-IC025 – metalli nei sedimenti



ISPRA-IC025 – metalli nei sedimenti

- Differenza tecniche estrazione:
 - “totali” vs. “parziali”
 - Ni e Pb

- Uso di Materiali Riferimento Certificati:
 - 18 laboratori (33%)

Quale controllo sulla giustezza ?



ISPRA-IC025 – valori di riferimento

- Metodo EN13656:2002 (eccetto Hg)
 - $\text{HNO}_3 + \text{HCl} + \text{HF}$
 - ICP-MS

- MRC

NIST 1646a

BCR-142r

ISPRA-IC025 – Controllo qualità

MRC	Arsenico		Cadmio		Rame	
	mg kg ⁻¹		mg kg ⁻¹		mg kg ⁻¹	
	ISPRA	MRC	ISPRA	MRC	ISPRA	MRC
NIST 1646a	6,35 ± 0,09	6,23 ± 0,21	0,161 ± 0,006	0,148 ± 0,007	9,79 ± 0,05	10,01 ± 0,34

MRC	Cobalto		Piombo		Nichel	
	mg kg ⁻¹		mg kg ⁻¹		mg kg ⁻¹	
	ISPRA	MRC	ISPRA	MRC	ISPRA	MRC
BCR-142R	12,25 ± 0,13	12,1 ± 0,7	39,63 ± 0,66	40,2 ± 1,9	63,21 ± 01,03	64,5 ± 2,5

ISPRA-IC025 – Azioni

- Verifica valori assegnati per Ni e Pb da estrazione con aqua regia (Es. metodo EPA 3051a)
- Doppio valore per proprietà d'interesse.

Funzionalità della Rete

Positività



- Attiva partecipazione dei laboratori e migliore rispetto delle scadenze
- Miglioramento della qualità delle prestazioni dei lab
- Rapido riscontro dei risultati (Valutazioni Preliminari)

Migliorare



- Rispetto delle indicazioni dei protocolli (studi collaborativi)
- Inadeguata restituzione delle info su incertezza (modalità di calcolo) e utilizzo di MR (scarsa comprensione delle eventuali anomalie dei risultati)
- Valori assegnati di riferimento per metalli

**Grazie
dell'attenzione**

