

Laboratori Nazionali di Riferimento  
per i metalli e i composti azotati  
negli alimenti e nei mangimi,  
per gli additivi nei mangimi,  
per i contaminanti da processo

### XI Workshop

organizzato da

Istituto Zooprofilattico Sperimentale  
del Piemonte, Liguria e Valle d'Aosta

Centro di Riferenza Nazionale  
per la Sorveglianza e il Controllo degli  
Alimenti  
per gli Animali (C.Re.A.A.)

e

Istituto Superiore di Sanità

Dipartimento di Sicurezza Alimentare,  
Nutrizione e Sanità Pubblica Veterinaria  
(SANV)

23-24 maggio 2022

Web Conference  
Online – MS Teams

# Approccio condiviso per l'incertezza di misura nella valutazione di conformità: la linea guida di ARPA

M. Fiore – N. Calace

## 7.8.6 Formulazione delle dichiarazioni di conformità

7.8.6.1 Quando fornisce una dichiarazione di conformità a una specifica o norma, il laboratorio deve documentare la regola decisionale utilizzata, tenendo conto del livello di rischio ad essa associato (per esempio erronea accettazione, erroneo rifiuto, e le ipotesi statistiche) e applicare tale regola.

Nota Quando la regola decisionale è dettata dal cliente, da regolamenti o documenti normativi, non sono necessarie ulteriori considerazioni sul livello di rischio.

7.8.6.2 Il laboratorio deve riportare la dichiarazione di conformità in modo tale che essa identifichi chiaramente:

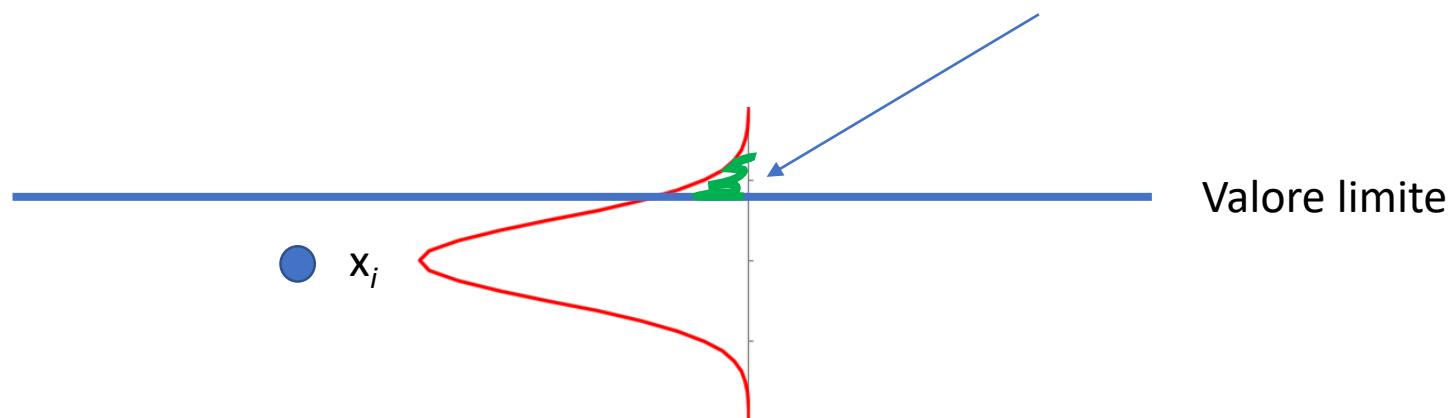
- a) a quali risultati si applica la dichiarazione di conformità;
- b) quali specifiche, norme o parti di esse sono soddisfatte o non soddisfatte;
- c) la regola decisionale applicata (a meno che non sia già contenuta nella norma o nella specifica richiesta).

Nota Per ulteriori informazioni, vedere la Guida ISO/IEC 98-4.

... perché oltre a documentare la regola la norma introduce il concetto di rischio???

## ... da dove siamo partiti ...

... perché nel documentare la regola la norma introduce il concetto di rischio???



SIGLA RT-08

REVISIONE 05

DATA 15-12-2021

NOTA/NOTE Errata Corrige del 10-02-2022

Il Laboratorio che emette dichiarazioni di conformità deve definire, nei propri documenti, i criteri per la loro emissione, tenendo conto o meno dell'incertezza di misura.

... le variabili in gioco ...

valutazione conformità =  $f$  (limite, incertezza, regola)

valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, incertezza, regola)

valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, incertezza, ~~regola~~)

valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, ~~incertezza~~, ~~regola~~)



valutazione conformità = problema risolto!

## Decreto del ministero della Salute 14 giugno 2017

Recepimento della direttiva (UE) 2015/1787 che modifica gli allegati II e III della direttiva 98/83/CE sulla qualità delle acque destinate al consumo umano. Modifica degli allegati II e III del decreto legislativo 2 febbraio 2001, n. 31. (17A05618)

### Le caratteristiche di prestazione minima «esattezza», «precisione» e «limite di rilevazione»

Parametri	Esattezza ( <i>cf.</i> : nota 2) % del valore parametrico (ad eccezione che per il pH)	Precisione ( <i>cf.</i> : nota 3) % del valore parametrico (ad eccezione che per il pH)	Limite di rilevazione ( <i>cf.</i> : nota 4) % del valore parametrico (ad eccezione che per il pH)	Note
Alluminio	10	10	10	

TABELLA 2

La conformità va valutata nel rispetto dei valori parametrici di cui all'allegato I.

L'incertezza di misura non deve essere utilizzata come tolleranza supplementare per i valori parametrici!!!

### Caratteristica di prestazione minima «Incertezza di misura»

Parametri	Incertezza di misura ( <i>cf.</i> : nota 1) % del valore parametrico (ad eccezione che per il pH)	Note
Alluminio	25	

TABELLA 1

valutazione conformità = ~~f~~ (~~limite~~, ~~incertezza~~, ~~regola~~) → valutazione conformità = problema risolto





valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, ~~incertezza~~, ~~regola~~) → valutazione conformità = problema risolto

7.8.6	<b>Formulazione delle dichiarazioni di conformità</b>
7.8.6.1	Quando fornisce una dichiarazione di conformità a una specifica o norma, il laboratorio deve documentare la regola decisionale utilizzata, tenendo conto del livello di rischio ad essa associato (per esempio erronea accettazione, erroneo rifiuto, e le ipotesi statistiche) e applicare tale regola.
Nota	Quando la regola decisionale è dettata dal cliente, da regolamenti o documenti normativi, non sono necessarie ulteriori considerazioni sul livello di rischio.
7.8.6.2	Il laboratorio deve riportare la dichiarazione di conformità in modo tale che essa identifichi chiaramente: a) a quali risultati si applica la dichiarazione di conformità; b) quali specifiche, norme o parti di esse sono soddisfatte o non soddisfatte; c) la regola decisionale applicata (a meno che non sia già contenuta nella norma o nella specifica richiesta).

## ... qual è il livello di rischio associato???

Il criterio di prestazione per l'incertezza di misura ( $k = 2$ ) è la percentuale del valore parametrico indicato nella tabella.

**Decreto del ministero della Salute 14 giugno 2017**

Recepimento della direttiva (UE) 2015/1787 che modifica gli allegati II e III della direttiva 98/83/CE sulla qualità delle acque destinate al consumo umano. Modifica degli allegati II e III del decreto legislativo 2 febbraio 2001, n. 31. (17A05618)

L'incertezza di misura è stimata a livello dei valori parametrici, salvo diversa indicazione.



U = costante

# ... un caso fortunato ...

valutazione conformità =  $f$  (limite, incertezza, regola) → valutazione conformità = problema risolto

... qual è il livello di rischio associato???

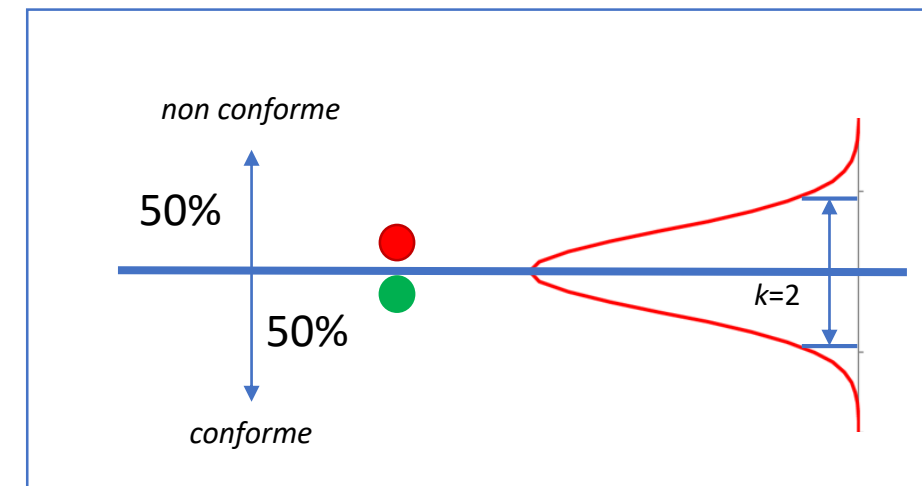
Il criterio di prestazione per l'incertezza di misura ( $k = 2$ ) è la percentuale del valore parametrico indicato nella tabella.

L'incertezza di misura è stimata a livello dei valori parametrici, salvo diversa indicazione.

Decreto del ministero della Salute 14 giugno 2017

Recepimento della direttiva (UE) 2015/1787 che modifica gli allegati II e III della direttiva 98/83/CE sulla qualità delle acque destinate al consumo umano. Modifica degli allegati II e III del decreto legislativo 2 febbraio 2001, n. 31. (17A05618)

Utilizzando questa regola, il legislatore ha ritenuto adeguata l'incertezza di misura in considerazione del rischio di prendere una decisione sbagliata.



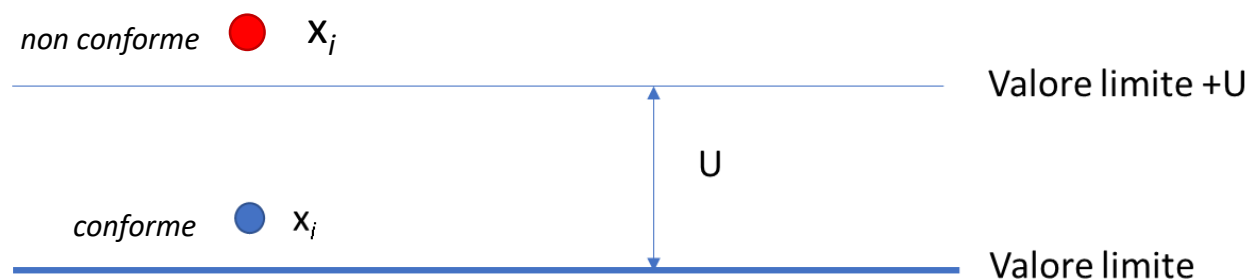
valutazione conformità = problema risolto





**ANALYTICAL QUALITY CONTROL  
AND METHOD VALIDATION PROCEDURES  
FOR PESTICIDE RESIDUES ANALYSIS  
IN FOOD AND FEED  
SANTE 11312/2021**

Supersedes Document No. SANTE/2019/12682. Implemented by 01/01/2022



E14 If required, the result should be reported together with the expanded MU as follows: Result =  $x \pm U$  (units), with  $x$  representing the measured value. For official food control by regulatory authorities, compliance with the MRL must be checked by assuming that the MRL is exceeded if the measured value exceeds the MRL by more than the expanded uncertainty ( $x - U > \text{MRL}$ ). With this decision rule, the value of the measurand should be above the MRL with at least 97.5% confidence.<sup>8</sup> Thus, the sample is considered non-compliant if  $x - U > \text{MRL}$ . E.g., in case the MRL = 1, the result  $x = 2.2$  and  $U = 50\%$ , then  $x - U = 2.2 - 1.1 (= 50\% \text{ of } 2.2) = 1.1$ , which is  $> \text{MRL}$ .

valutazione conformità = problema risolto





**ANALYTICAL QUALITY CONTROL  
AND METHOD VALIDATION PROCEDURES  
FOR PESTICIDE RESIDUES ANALYSIS  
IN FOOD AND FEED  
SANTE 11312/2021**

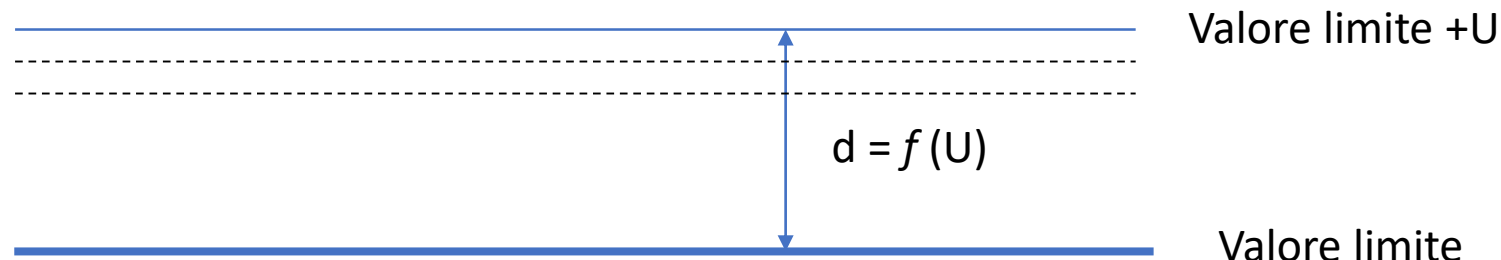
Supersedes Document No. SANTE/2019/12682. Implemented by 01/01/2022

E11 Assessment of whether a sample contains a residue which is an MRL exceedance is generally only a problem in cases where the level is relatively close to the MRL. The decision should take account of concurrent AQC data and the results obtained from replicate test portions, together with any assessment of typical MU. The possibility of residue loss or cross-contamination having occurred before, during, or after sampling, must also be considered.



E14 If required, the result should be reported together with the expanded MU as follows: Result =  $x \pm U$  (units), with  $x$  representing the measured value. For official food control by regulatory authorities, compliance with the MRL must be checked by assuming that the MRL is exceeded if the measured value exceeds the MRL by more than the expanded uncertainty ( $x - U > \text{MRL}$ ). With this decision rule, the value of the measurand should be above the MRL with at least 97.5% confidence.<sup>8</sup> Thus, the sample is considered non-compliant if  $x - U > \text{MRL}$ . E.g., in case the MRL = 1, the result  $x = 2.2$  and  $U = 50\%$ , then  $x - U = 2.2 - 1.1 (= 50\% \text{ of } 2.2) = 1.1$ , which is  $> \text{MRL}$ .

MRL	1,00	1,00	1,00	1,00
R	1,10	1,20	1,30	1,40
U	0,55	0,60	0,65	0,70
MRL+U	1,55	1,60	1,65	1,70



... non è sempre così ...

valutazione conformità =  $f$  (limite, incertezza, regola)

valutazione conformità =  ~~$f$~~  (~~limite~~, incertezza, regola)





# CRITERI CONDIVISI DEL SISTEMA PER LA STIMA E L'INTERPRETAZIONE DELL'INCERTEZZA DI MISURA E L'ESPRESSIONE DEL RISULTATO

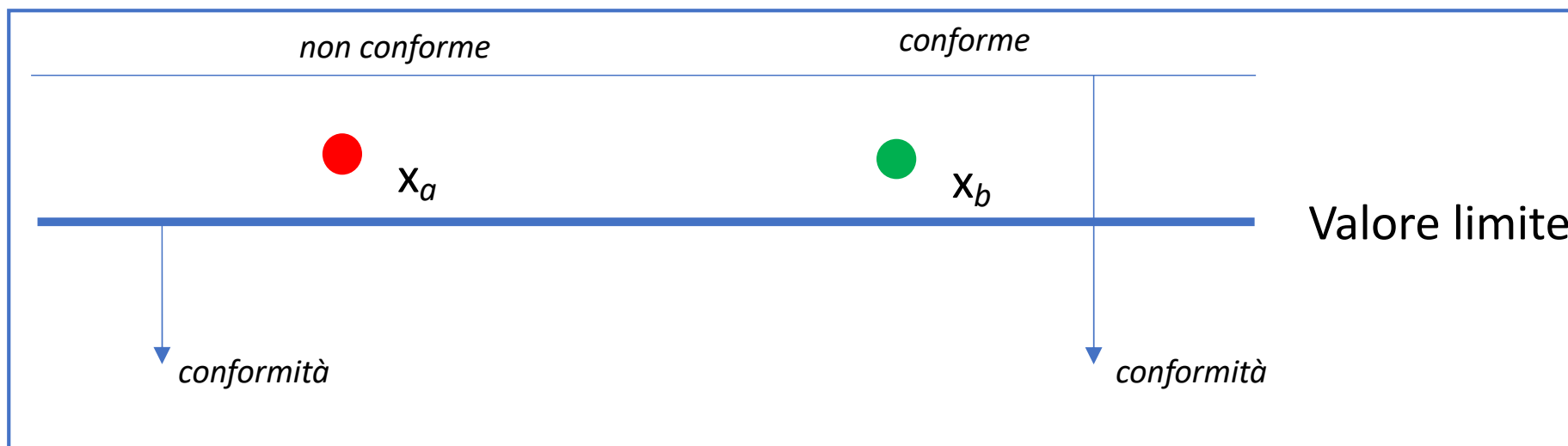


## PREMESSA

La disomogeneità riscontrata nella valutazione dell'incertezza per le diverse analisi e nella scelta delle regole decisionali adottate dalle Agenzie ha evidenziato la necessità di armonizzare le modalità di controllo sul territorio nazionale per entrambi gli aspetti. Queste Linee Guida prevedono pertanto di definire valori di incertezza condivisi da utilizzare nell'ambito delle verifiche e di descrivere le possibili regole decisionali da adottare. L'incertezza elaborata nel documento è relativa alla misura analitica e non tiene in considerazione né la componente legata al campionamento né la componente legata alla variabilità spaziale (e temporale). Per approfondimenti può essere

La disomogeneità riscontrata nella valutazione dell'incertezza per le diverse analisi e nella scelta delle regole decisionali adottate dalle Agenzie ha evidenziato la necessità di armonizzare le modalità di controllo sul territorio nazionale per entrambi gli aspetti. Queste Linee Guida prevedono pertanto di definire valori di incertezza condivisi da utilizzare nell'ambito delle verifiche e di descrivere le possibili regole decisionali da adottare. L'incertezza elaborata nel documento è relativa alla misura analitica e non tiene in considerazione né la componente legata al campionamento né la componente legata alla variabilità spaziale (e temporale). Per approfondimenti può essere

disomogeneità rispetto alla regola



## L'analisi di conformità con i valori limite di legge: il ruolo dell'incertezza associata a risultati di misura

---

### Preparato da

G. Sartori, R. Mufato (*ARPA Veneto*), D. Argentini (*ARPA Lazio*),  
P. Vannini (*ARPA Lombardia*), P. Ammazalorso (*ARPA Marche*),  
B. Griselli (*ARPA Piemonte*), B.P. Andreini (*ARPA Toscana*), M. Belli, M.G. Simeone (*ISPRA*)

### Approvato dal

Consiglio Federale  
riunione del 5 ottobre 2009

Manuali e linee guida 52/2009

**5.3.** Quando le norme di riferimento o gli utenti delle misure non indicano le regole decisionali, per l'analisi di conformità deve essere utilizzato un criterio probabilistico che considera il Risultato della misura ( $R$ ) non conforme quando risulta maggiore del  $VL$  con una probabilità maggiore del 95%. Ovvero il campione è non conforme al  $VL$  quando il risultato della misura supera il  $VL$  oltre ogni ragionevole dubbio cioè tenendo conto dell'incertezza di misura ( $U$ ), stimata ad un livello di confidenza del 95%.

**L'analisi di conformità con i valori limite di legge: il ruolo dell'incertezza associata a risultati di misura**

Preparato da  
G. Sartori, R. Mufato (ARPA Veneto), D. Argentini (ARPA Lazio),  
P. Vannini (ARPA Lombardia), P. Amazzalorso (ARPA Marche),  
B. Griselli (ARPA Piemonte), B.P. Andreini (ARPA Toscana), M. Belli, M.G. Simeone (ISPRA)

Approvato dal  
Consiglio Federale  
riunione del 5 ottobre 2009

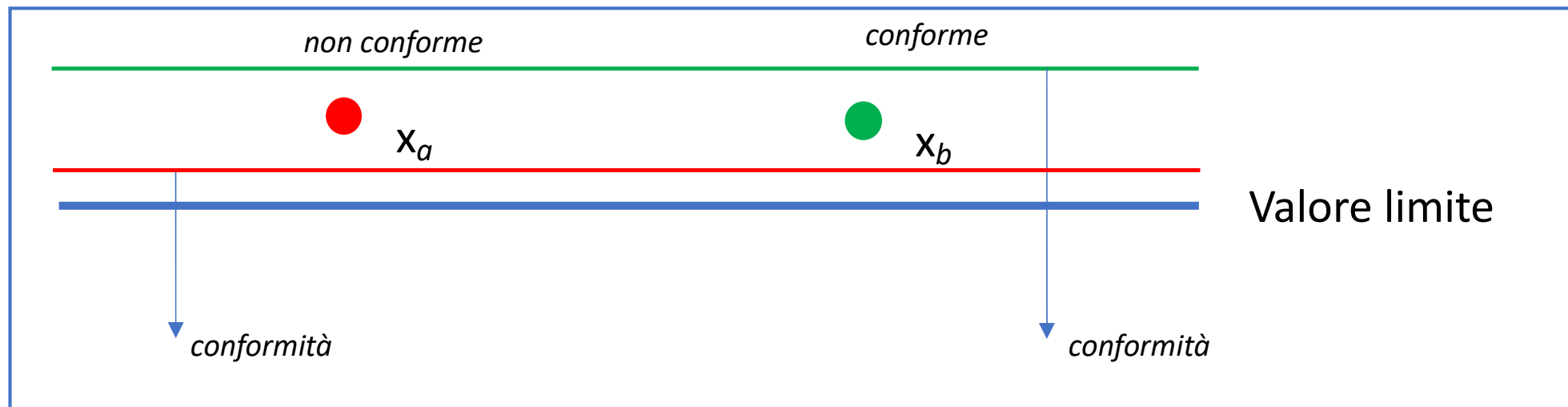
Manuali e linee guida 52/2009

3) calcolo della "guard band" con l'espressione:

$$g = k'_{0,95} * u_c \quad (5)$$

Con:  
 $u_c$  = incertezza tipo composta

disomogeneità rispetto all'incertezza





... il dubbio ...



### Dalle attività sul campo all'origine dei dati: i numeri dei laboratori di ARPA Sicilia

L'indicatore riporta il numero totale di campioni analizzati e dei parametri valutati dai laboratori di ARPA Sicilia. I campioni derivano dalle attività di monitoraggio dello stato dell'ambiente e dalle attività di controllo delle fonti di pressione ambientali.



**6.085**  
I campioni analizzati nel 2020

**227.235**  
Le determinazioni eseguite

L'Agenzia è dotata di quattro strutture laboratoristiche, dislocate sul territorio regionale che oltre alle attività di base curano una specifica linea analitica e in particolare:

- Laboratorio Palermo: Diossine
- Laboratorio Catania: Amianto
- Laboratorio Ragusa: Fitofarmaci
- Laboratorio Siracusa: Aria e Rifiuti

Sedi dei Laboratori	N. campioni	% sul totale	N. parametri	% sul totale	Media parametri/campioni
CT	508	8,3	9460	4,2	19
PA	1903	31,0	38664	17,0	20
RG	1229	20,0	132298	58,2	108
SR	2494	40,7	46813	20,6	19

CRITERI CONDIVISI DEL SISTEMA  
PER LA STIMA E L'INTERPRETAZIONE  
DELL'INCERTEZZA DI MISURA  
E L'ESPRESSIONE DEL RISULTATO

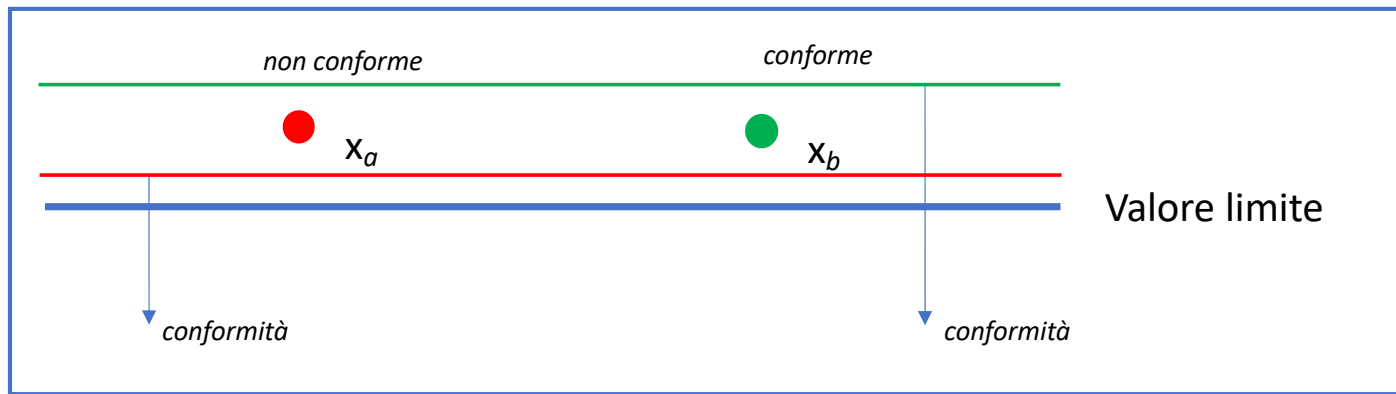
valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, ~~incertezza~~, ~~regola~~)

Il documento in questa revisione, scaturita dalle richieste del Consiglio del Sistema Nazionale svoltosi in data 12 luglio 2021, si limita a riportare una definizione condivisa e univoca delle Regole decisionali senza indicare gli ambiti di applicazione, in quanto la rilevanza giuridica e normativa del tema è tale da rendere opportuno un preventivo confronto con il Ministero della Transizione Ecologica (MiTE).

Scopo della presente Linea Guida è quello di:

- definire le incertezze di misura condivise che i laboratori del SNPA devono utilizzare per le verifiche di conformità<sup>2</sup>. Tali incertezze risultano adeguate allo scopo in quanto elaborate con un approccio matrice-parametro specifico
- descrivere le regole decisionali<sup>3</sup>
- stabilire le modalità di espressione dei risultati analitici in termini di numero di cifre decimali da utilizzare per il confronto con i limiti
- definire la modalità di calcolo delle sommatorie e dell'incertezza ad esse associata.

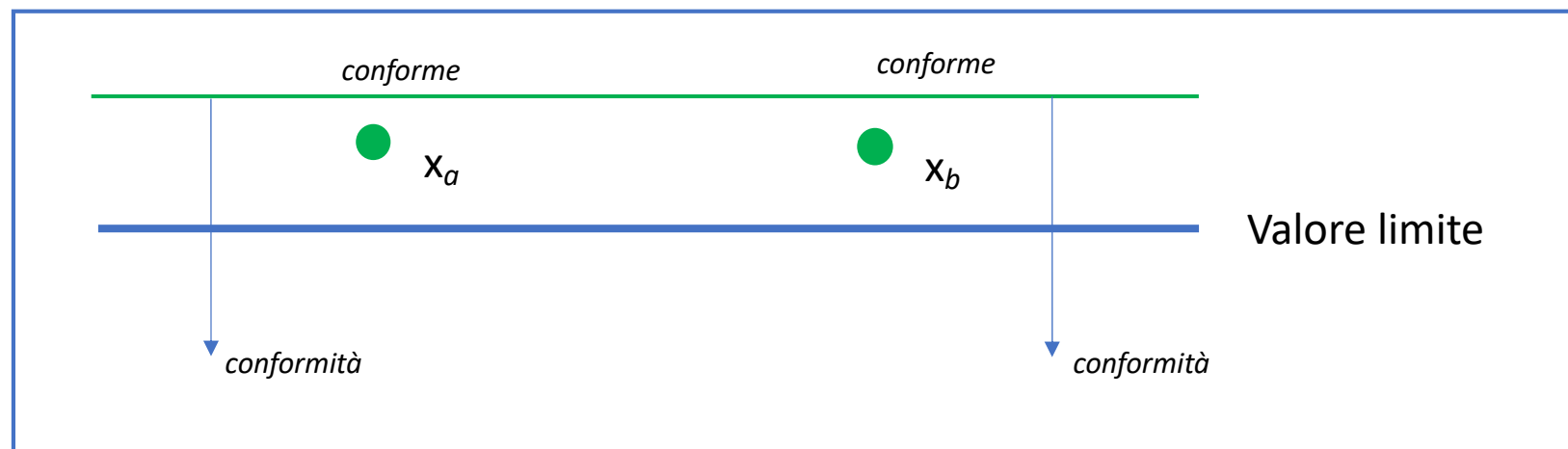
**L'insieme degli obiettivi sopra descritti, e la loro applicazione su scala nazionale, rappresenta un elemento di forza del SNPA in termini di robustezza, omogeneità, credibilità ed autorevolezza.**



disomogeneità rispetto all'incertezza



omogeneità rispetto all'incertezza



## ALLEGATO 1: ELABORAZIONE DELLE INCERTEZZE "SNPA"

Nell'ambito della presente Linea Guida per definire i valori di incertezza SNPA, sono state considerate, in ordine gerarchico, le seguenti modalità:

- ➔ a) criteri prestazionali indicati dalla normativa (quali ad esempio il D.Lgs. 219/2010 relativo alle specifiche tecniche per l'analisi chimica e il monitoraggio dello stato delle acque e il D.M. del 14/06/2017 relativo alla qualità delle acque destinate al consumo umano), eventualmente estesi a parametri/matrici confrontabili;
- ➔ b) elaborazione dei dati relativi ai circuiti interlaboratorio organizzati da UNICHIM, da ISPRA e da alcune ARPA, come previsto anche nella Guida EURACHEM/CITAC STMU 2015 "Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement" al punto 5.2.1;
- ➔ c) incertezze attualmente in uso nei laboratori SNPA.

Tali incertezze, moltiplicate per il fattore di copertura  $k=2$ , rappresentano l'incertezza estesa ( $U = 2u_{SNPA}$ ) da utilizzare nei rapporti di prova (RdP) per la verifica di conformità.

L'incertezza estesa è basata su una distribuzione di probabilità a due code pari al 95% (siamo confidenti al 95% che il valore vero sia compreso nell'intervallo  $X \pm 2 u_{SNPA}$ ). Il valore di incertezza estesa ( $U=2u_{SNPA}$ ), utilizzata nell'applicazione delle regole decisionali per il confronto unilaterale con un limite, rappresenta una distribuzione di probabilità a una coda pari a 97,5%



ALLEGATO 2: DISTRIBUZIONE DI PROBABILITÀ  
(FATTORI DI COPERTURA)

## CRITERI CONDIVISI DEL SISTEMA PER LA STIMA E L'INTERPRETAZIONE DELL'INCERTEZZA DI MISURA E L'ESPRESSIONE DEL RISULTATO



Il laboratorio che abbia già valutato o che debba valutare l'incertezza tipo di misura per la prova dovrà preventivamente verificare che la propria incertezza sia congruente con quella SNPA. Tale verifica si effettua secondo le modalità riportate in Allegato 3.

E12 A default expanded MU of 50% (corresponding to a 95% confidence level and a coverage factor of 2) has been calculated from EU proficiency tests. In general, this 50 % value covers the inter-laboratory variability between the European laboratories and is recommended to be used by regulatory authorities in cases of enforcement decisions (MRL-exceedances). A prerequisite for the use of the 50% default expanded MU is that the laboratory must demonstrate that its own expanded MU is less than 50%. For further risk management evaluations, in specific and justified cases, laboratories may report to regulatory authorities their own estimated lower expanded MU value if supported by sufficient intra- and inter-laboratory evidence.

## ALLEGATO 3: MODALITÀ DI VERIFICA APPLICABILITÀ INCERTEZZA SNPA

Per adottare i valori di incertezza proposti nel presente documento il laboratorio che abbia già valutato internamente l'incertezza di misura per la prova ( $U_{lab}$ ) dovrà verificare che:

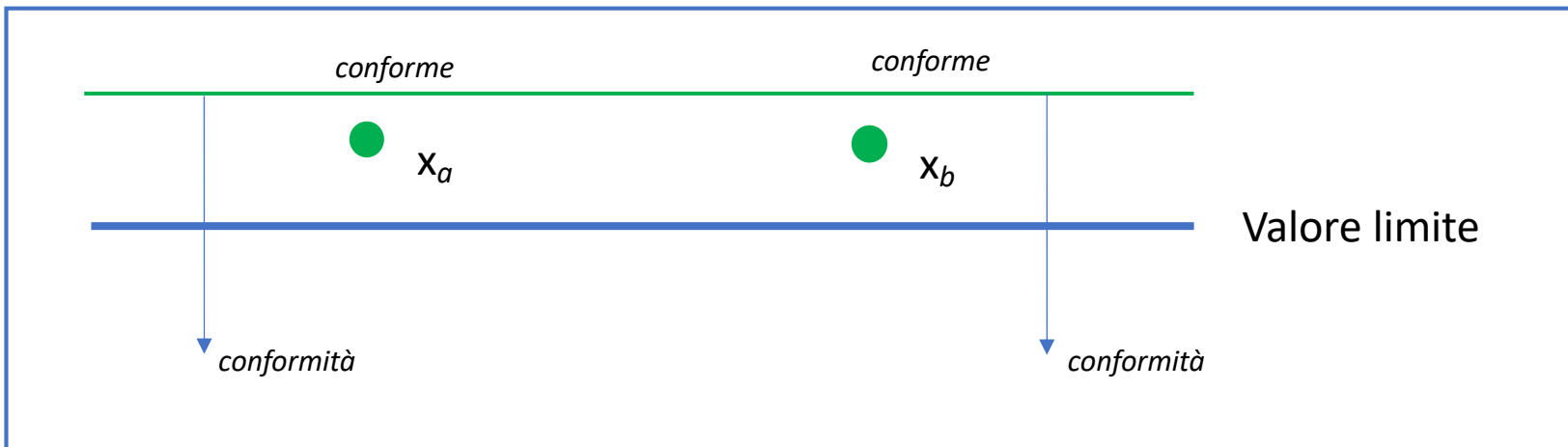
$$U_{lab} \leq U_{SNPA} (= 2 \times u_{SNPA})$$

Poiché l'incertezza calcolata dal laboratorio comprende tutti i contributi alla variabilità individuati, l'esito positivo a tale verifica assicura che in generale le prestazioni

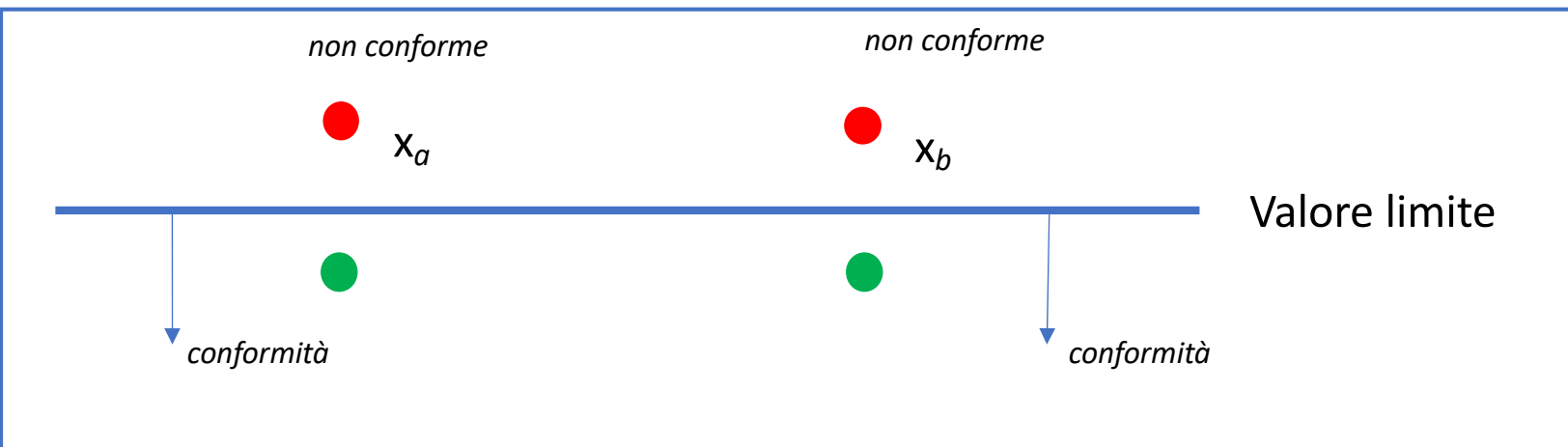
siano adeguate all'esecuzione della prova e all'utilizzo dei valori di incertezza tabulati.

L'applicabilità dell'incertezza SNPA deve inoltre essere verificata valutando:

- i risultati della validazione del metodo e dei controlli periodici
- gli esiti dei circuiti interlaboratorio



omogeneità rispetto alla regola?



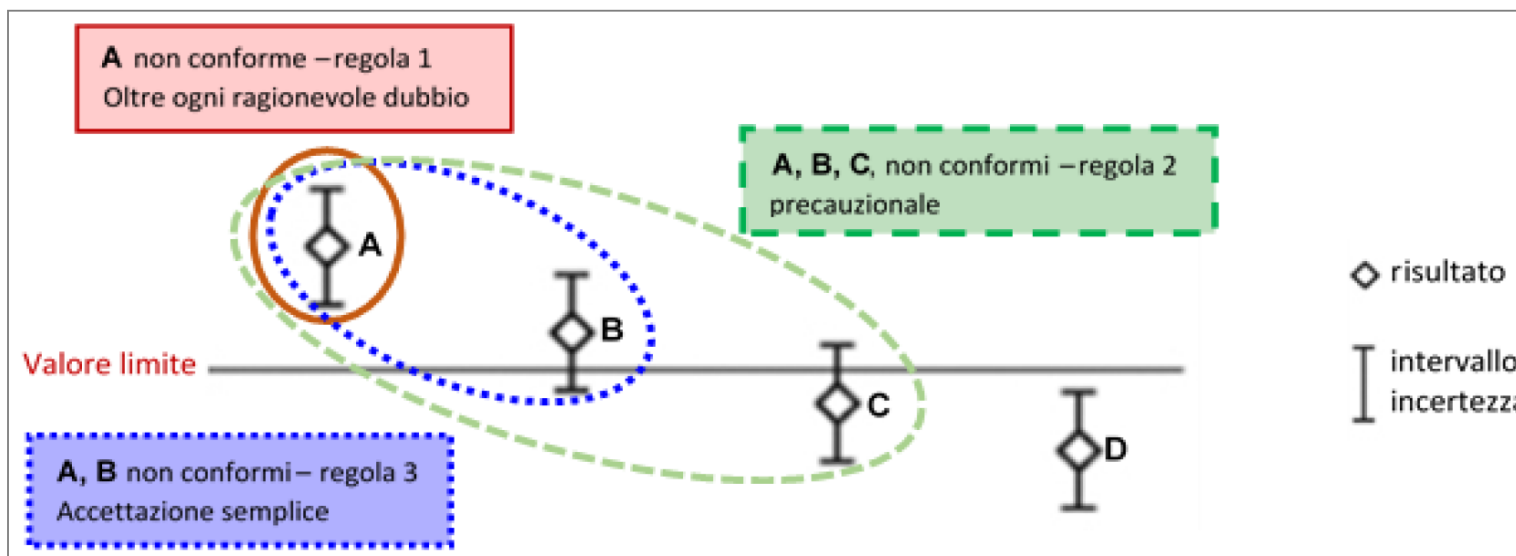


**L'incertezza SNPA va calcolata sulla misura.** Nelle regole che seguono  $X$  è il valore della misura prodotta dal singolo laboratorio,  $U$  è l'incertezza estesa e  $VL$  è il valore limite.

**Regola 1:** non conforme se  $X-U > VL$  - approccio "oltre ogni ragionevole dubbio". Il livello di rischio di dichiarare non conforme un campione in effetti conforme è pari a 2,5%. Tale criterio risulta cautelativo nei confronti di chi formula il giudizio di non conformità, in quanto si ha la certezza, oltre ogni ragionevole dubbio, del superamento (Figura 1).

**Regola 2:** non conforme se  $X+U > VL$  - approccio "precauzionale". Il livello di rischio di dichiarare non conforme un campione in effetti conforme è pari a 97,5%. Tale criterio risulta cautelativo nei confronti delle valutazioni ambientali offrendo un maggiore livello di protezione dal rischio di inquinamento (Figura 1).

**Regola 3:** non conforme se  $X > VL$  - approccio "accettazione semplice". In questo caso il livello di rischio di formulare una valutazione di conformità non corretta è pari al 50% (Figura 1).





VALUTAZIONE DI CONFORMITÀ: NUMERO DI  
CIFRE DECIMALI PER IL CONFRONTO CON IL  
VALORE LIMITE

ESPRESSIONE DEL RISULTATO NEL  
RAPPORTO DI PROVA (RDP)

CALCOLO DELLE SOMMATORIE E  
DELL'INCERTEZZA ASSOCIATA

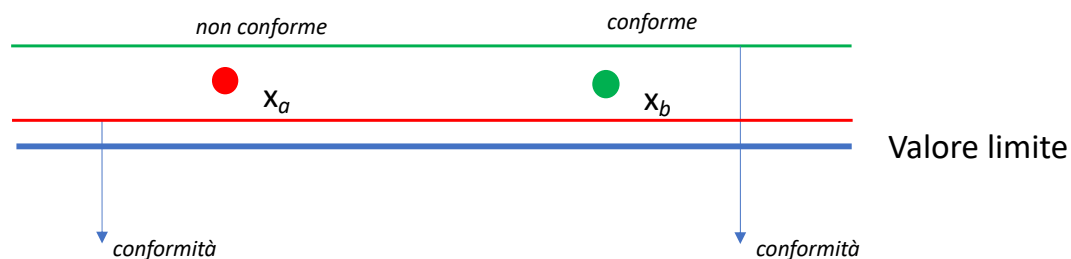
## Dubbi

Come si valuta la conformità?

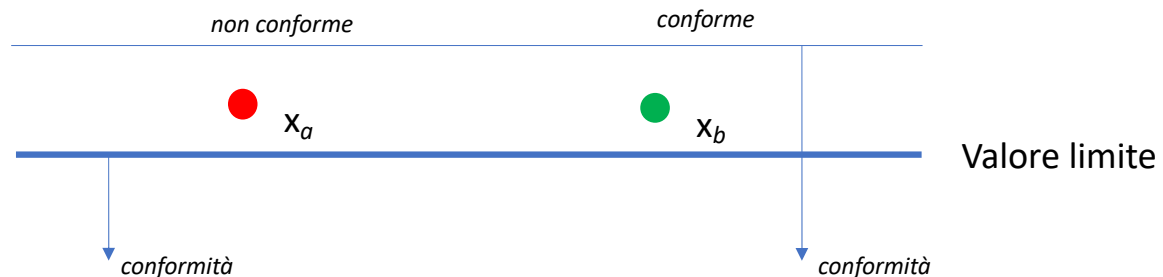
## Certezze

Le nostre valutazioni sono disomogenee!

Incertezze differenti



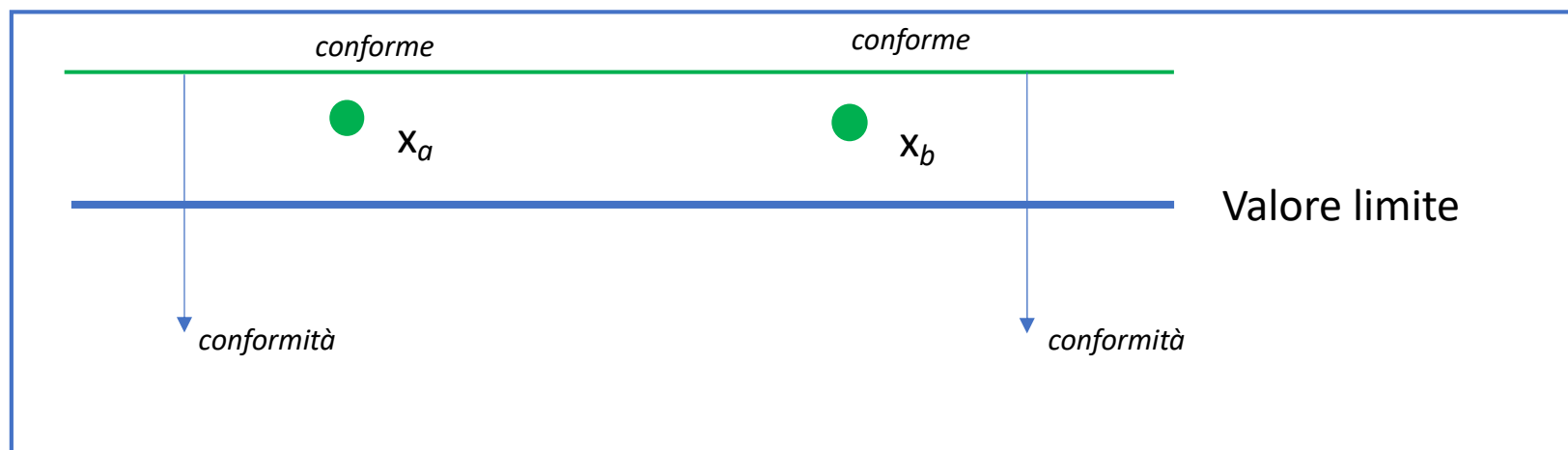
Regole differenti

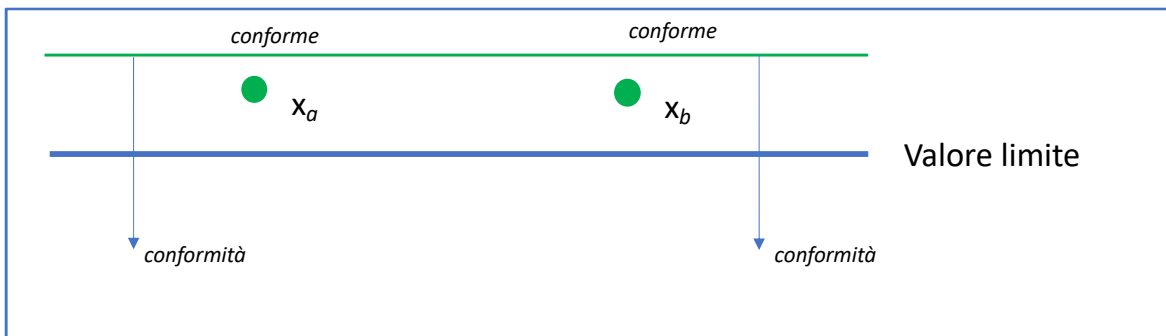


... conclusioni ...

valutazione conformità =  $f$  (limite, incertezza, regola)

valutazione conformità =  $f$  (~~limite~~, ~~incertezza~~, regola)

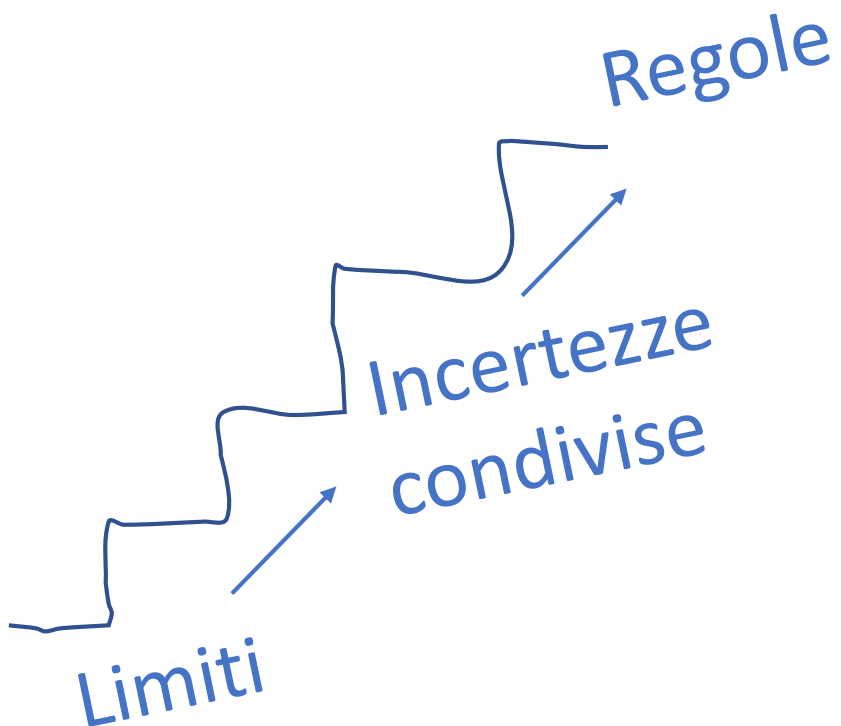




Omogeneità nella valutazione di conformità a parità di regola

Per valutare il confronto con un limite non basta definire la regola

In assenza di incertezze condivise il confronto è sempre disomogeneo



## AUTORI

Luca Amendola – ARPA Lazio  
Sabrina Barbizzi - ISPRA  
Daniela Berto - ISPRA  
Rosella Bertolotto – ARPA Liguria  
Sara Coluccia – ARPA Piemonte  
Maria Di Rosa – ARPA Campania  
Michele Fiore – ARPA Sicilia  
Gianmaria Formenton – ARPA Veneto  
Biagio Gianni – ARPA Friuli Venezia Giulia (ora ARPA Veneto)  
Leonardo Merlini – ARPA Umbria  
Elisa Montanari – ARPAE Emilia Romagna  
Giulia Montanari – ARPAE Emilia Romagna  
Riccardo Narizzano – ARPA Liguria  
Mariano Peri – ARPA Campania  
Gaia Piccini – ARPA Umbria  
Ivan Scaroni – ARPAE Emilia Romagna  
Marco Volante – ARPA Lombardia

**Coordinamento:** Nicoletta Calace – ISPRA

## RINGRAZIAMENTI

Si ringraziano i colleghi delle Agenzie e di ISPRA per le attività di revisione delle Linee Guida. In particolare, si ringraziano i colleghi delle strutture SNPA RRTEMIII/01-Osservatorio Legislativo, RRTEMVI/01-Siti contaminati, RRTEMIV/01-Circuiti interconfronto, RRTEMIV/05-Qualità, RRTEMV/06 Fitofarmaci e pesticidi, RRTEMII/04 Marine strategy, GdLVI/03-Contaminazione ambientale, SOVI/03-02-Analisi di rischio siti contaminati, GdLVI/10 Procedure e metodi per il controllo e il monitoraggio.  
Si ringrazia, infine, il Comitato di Coordinamento ISPRA-ACCREDIA per la condivisione del documento.