

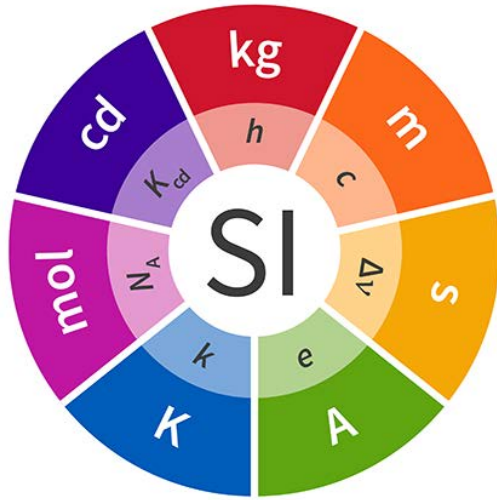
Metrologia moderna: dalla ricerca di laboratorio alle applicazioni reali, con esempi in ambito agricolo



Pier Paolo CAPRA – Andrea SOSSO

Sommario

- **Perché misurare bene è importante**
- **Che cosa fa un istituto metrologico nazionale**
- **Come una misura diventa confrontabile nel mondo**
- **Il ruolo del sistema internazionale delle misure**
- **Perché i confronti internazionali sono necessari**
- **Dai campioni fisici alle costanti fondamentali**
- **Dal laboratorio al campo: nuove difficoltà della misura**
- **Il campionamento come parte del processo di misura**
- **Come si costruisce l'incertezza di misura**
- **Esempio pratico con uno strumento reale**



L'Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (INRiM) è un Ente pubblico nazionale vigilato dal **Ministero dell'Università e della Ricerca (MUR)**, istituito con *Decreto legislativo del 21/01/2004 n. 38*.

L'INRiM svolge e promuove la **ricerca nell'ambito della metrologia**, sviluppa i campioni ed i metodi di misura più avanzati e le relative tecnologie, mediante i quali assolve alle funzioni di **istituto metrologico primario** ai sensi della legge 11 agosto 1991, n. 273. L'INRiM **realizza e mantiene i campioni nazionali per le unità di misura** necessari per la riferibilità e il valore legale delle misure nei settori dell'industria, del commercio, della ricerca scientifica, della salvaguardia della salute e dell'ambiente

L'INRiM inoltre valorizza, diffonde e trasferisce conoscenze e risultati nella scienza delle misure e nella ricerca sui materiali allo scopo di favorire lo sviluppo tecnologico nazionale e il miglioramento della qualità della vita e dei servizi per il cittadino.

Settori scientifici

L'attività dell'INRiM si articola in **quattordici settori scientifici**, elencati su questa pagina in ordine alfabetico.

Ogni settore approfondisce una specifica tematica, declinandola nelle **tre missioni dell'Istituto**:

- attività di ricerca e sviluppo;
- ruolo di istituto metrologico nazionale;
- trasferimento della conoscenza (la cosiddetta "terza missione").

Settori scientifici

Acustica e ultrasuoni

Campi e sistemi elettromagnetici

Chimica, fisica e nanotecnologie

Elettronica quantistica

Magnetismo, materiali e spintronica

Metrologia della lunghezza

Metrologia della massa e delle grandezze apparentate

Misure elettriche ed elettroniche

Ottica quantistica e Fotometria

Scienza e tecnologia alla nanoscala

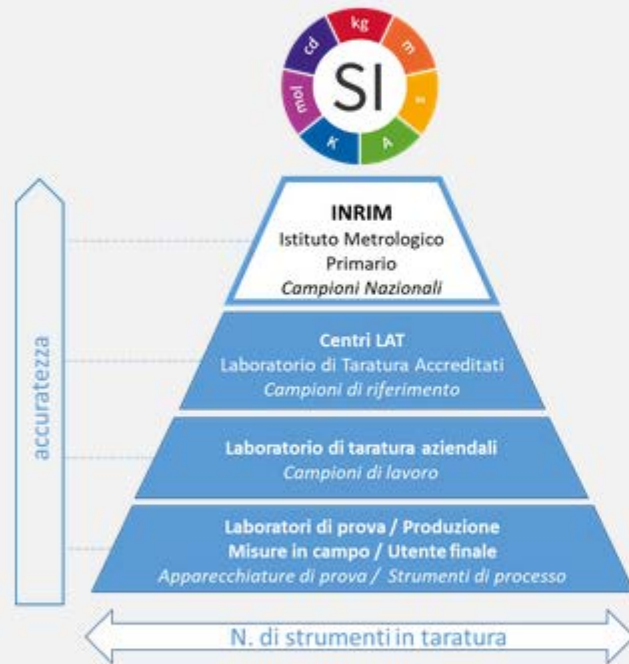
Scienze e tecnologie biomediche

Tempo e frequenza

Termodinamica applicata

Termodinamica fisica

TARATURE E MISURE



INRIM mette a disposizione del Sistema Paese un'articolata attività di **servizi di taratura e misura** nelle diverse aree della metrologia, garantendo la riferibilità metrologica secondo il criteri ILAC-P10 "*ILAC Policy on the Traceability of Measurement Results*", offrendo oltre 400 differenti tipi di Capacità di Taratura e Misura (CMC) e oltre 300 servizi di taratura di strumenti campione impiegati nei campi della **meccanica**, della **termodinamica**, del **tempo e frequenza**, dell'**elettricità**, della **fotometria**, dell'**acustica** e della **chimica**.

E' firmatario del Mutual Recognition Arrangement (MRA) promosso dal Comité International des Poids et

Measures (CIPM) e riguardante il riconoscimento reciproco dei campioni nazionali di misura e dei certificati di taratura e misura emessi dagli Istituti Metrologici Nazionali dei paesi che hanno siglato questo accordo.

I numeri dell'ente:

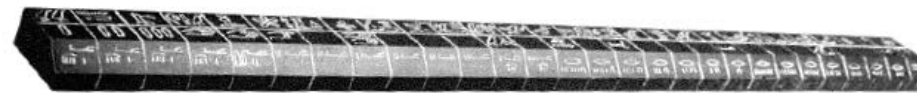
- 132 Laboratori
- 340 Persone
- 151 Progetti

La metrologia nell'antico Egitto

La **metrologia** nell'antico Egitto era una disciplina fondamentale, altamente sviluppata e strettamente legata alle necessità pratiche della vita quotidiana, dell'agricoltura e della costruzione monumentale.



Straordinario era l'uso dei **campioni primari** e dei campioni di seconda linea o di lavoro

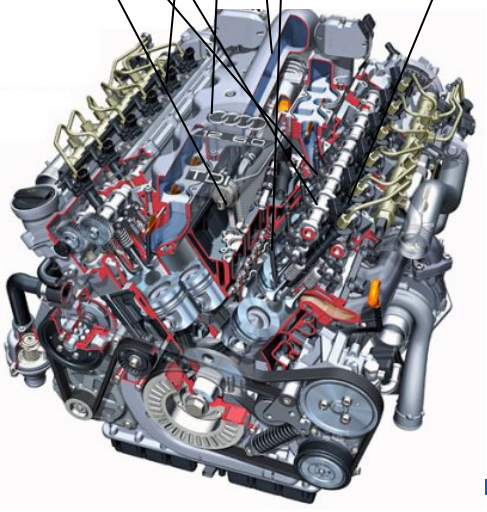
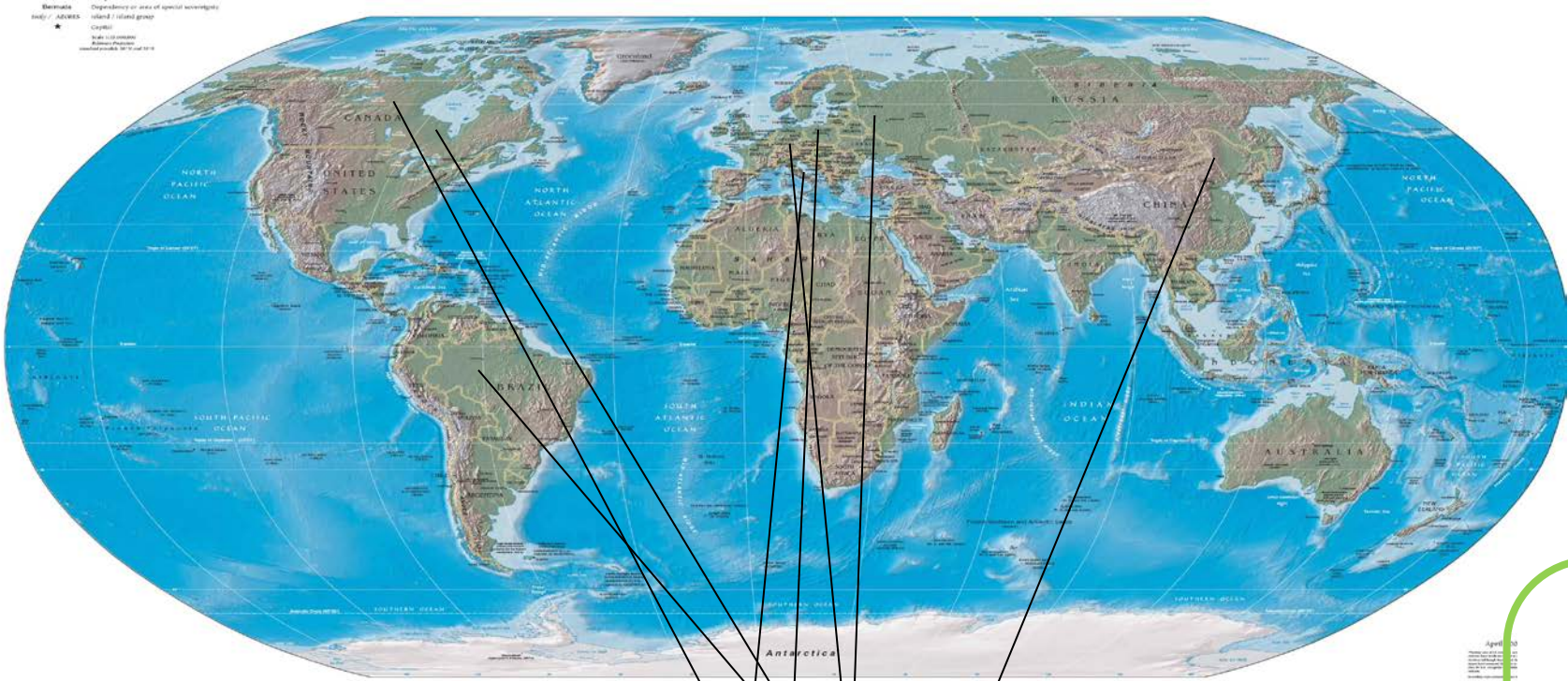


Primary standard

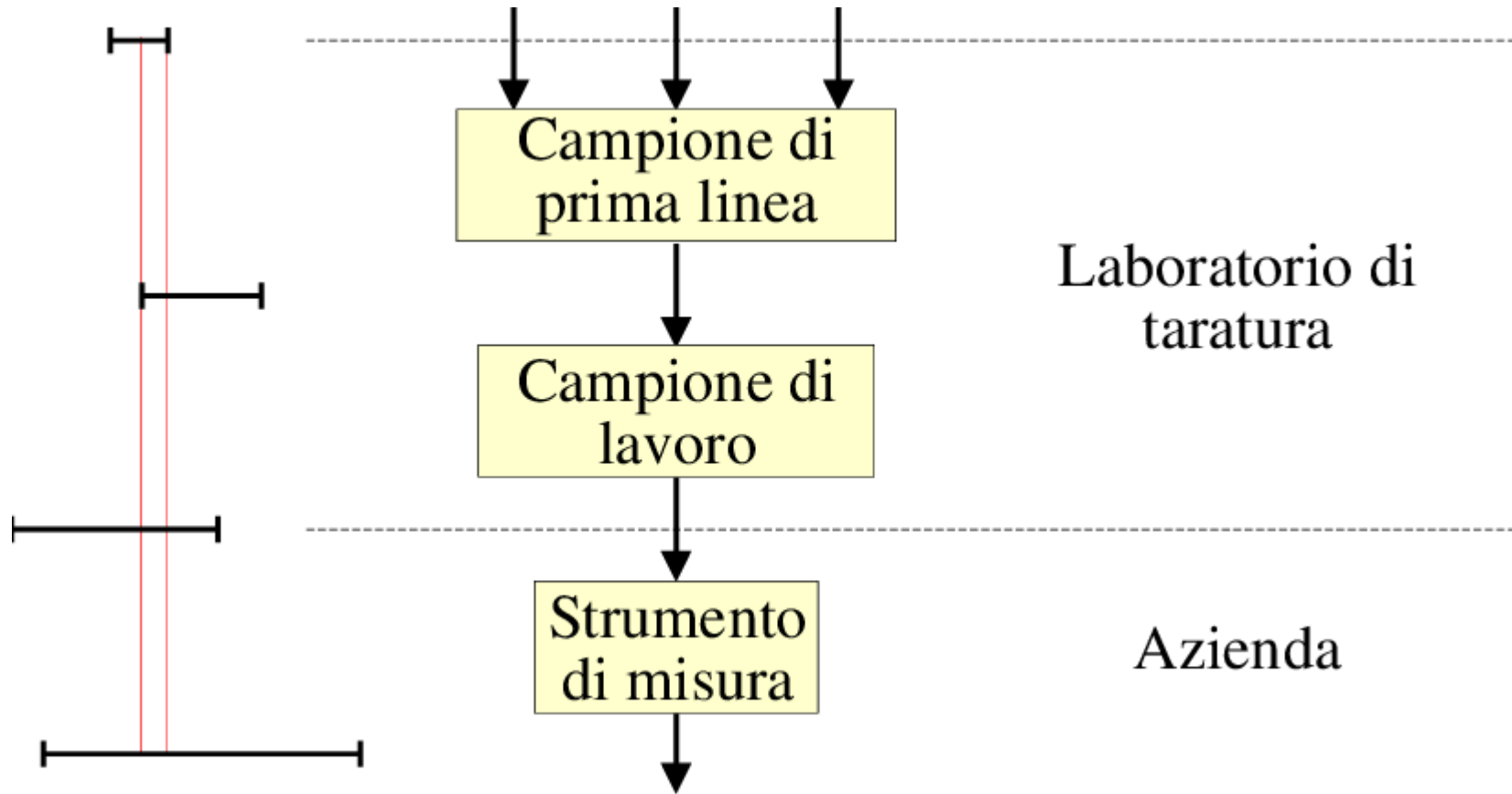


Working Standard

Mercato mondiale



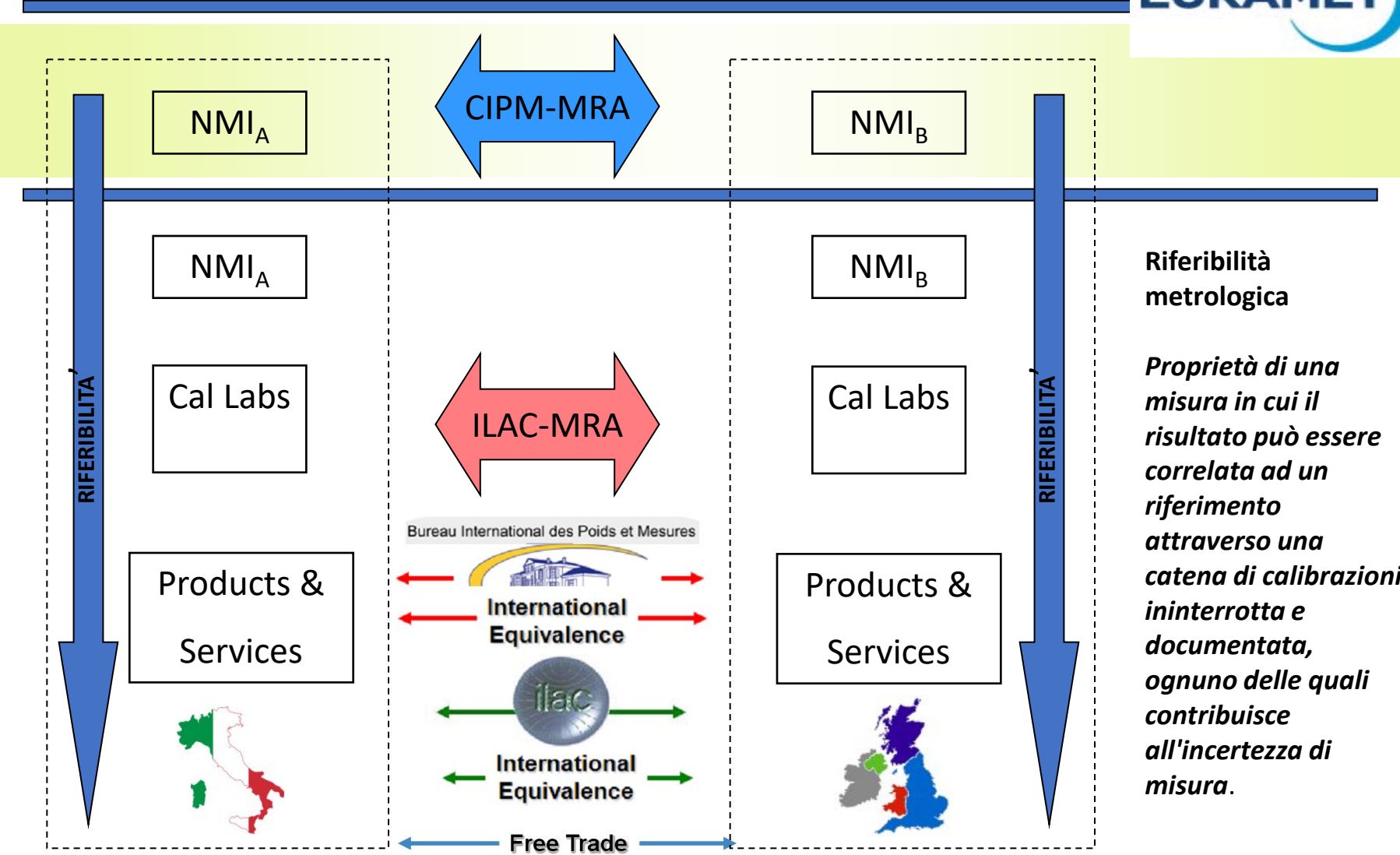
NMI – Istituto Metrologico Primario



La **riferibilità metrologica** è una proprietà di una misura in cui il risultato può essere correlato ad un riferimento attraverso una **catena di tarature ininterrotta e documentata**, ognuna delle quali contribuisce all'incertezza di misura.

L'**incertezza** è un parametro, associato al risultato di una misurazione, che caratterizza la **dispersione dei valori** che possano ragionevolmente essere attribuiti al misurando.

Equivalenza tra enti metrologici



Riferibilità metrologica

Proprietà di una misura in cui il risultato può essere correlata ad un riferimento attraverso una catena di calibrazioni ininterrotta e documentata, ognuno delle quali contribuisce all'incertezza di misura.

Confronti internazionali: risultati di misura e utilità

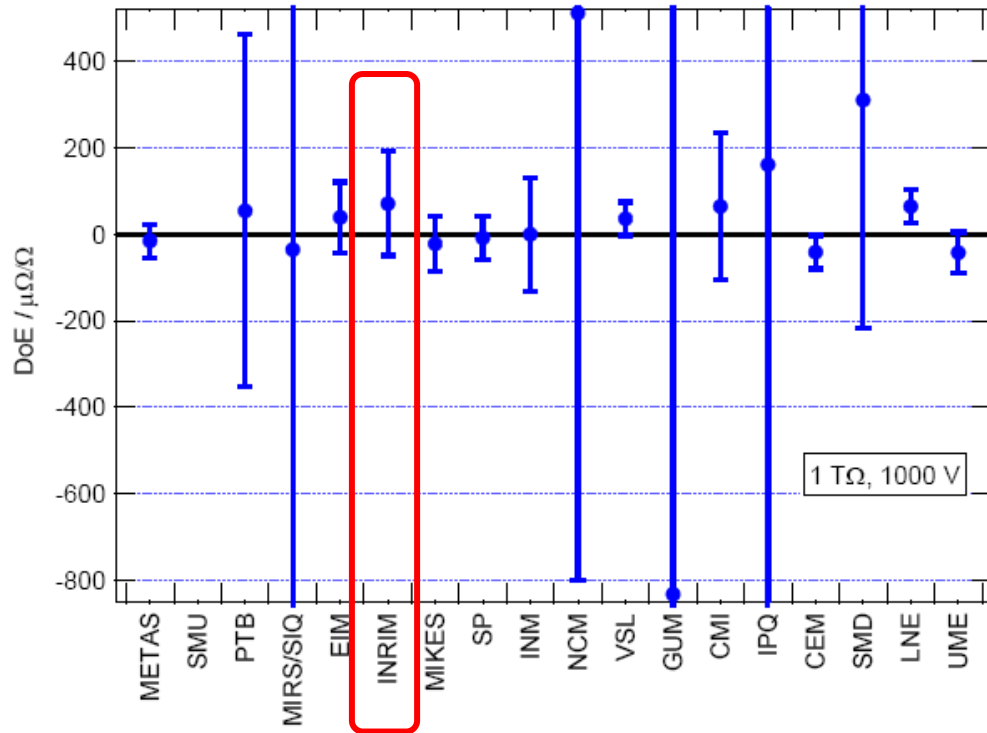


Figure 14b: Degrees of equivalence with respect to the CRV at 1 T Ω , 1000 V.

- Verifica della **capacità metrologiche** dei partecipanti: metodi, strumentazione sperimentale, software e calcoli vengono verificati al livello più alto possibile
- verifica del **grado di equivalenza** dei partecipanti
- presentazione delle CMCs ufficiali presso il sito del BIPM
- **importante momento di scambio** a contenuto tecnico e scientifico tra NMIs
- **Fondamento dell'accordo CPM-MRA**



The BIPM - Parigi

The BIPM

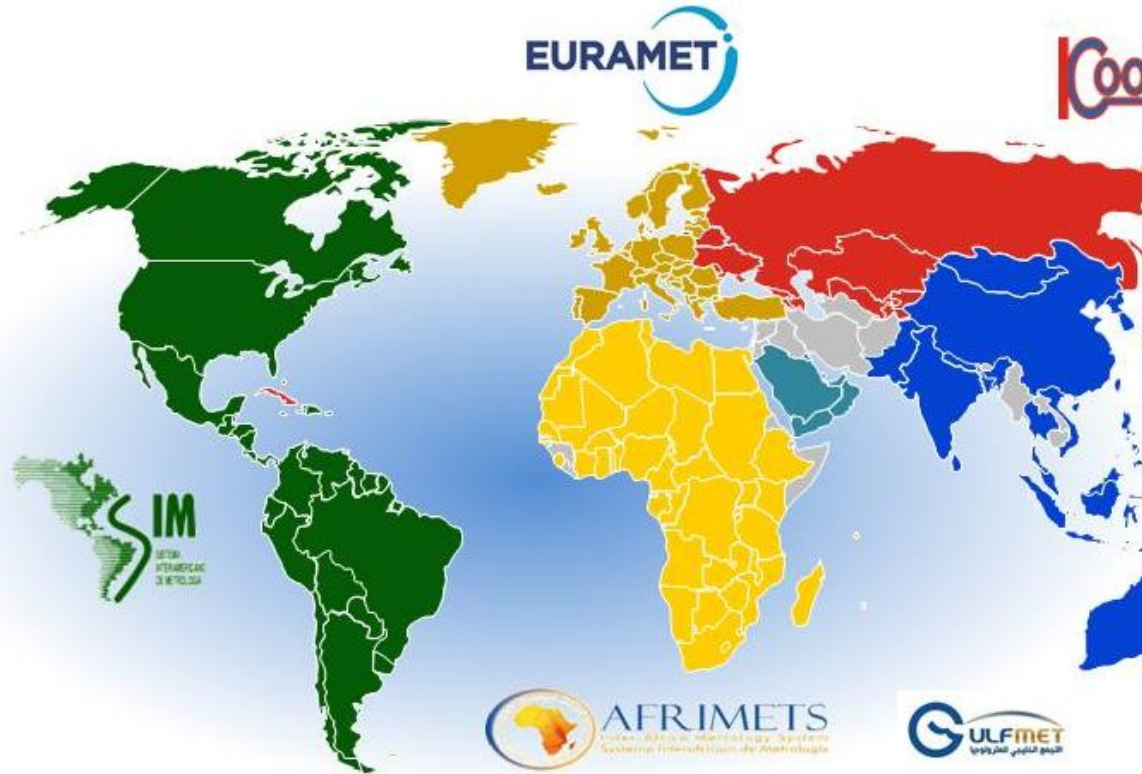
The Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) is the international organization through which Member States work together on matters related to metrology.



As the home of the [International System of Units \(SI\)](#) and the international reference time scale ([UTC](#)), we work with Members' National Metrology Institutes, Regional Metrology Organizations and strategic partners world-wide to promote and advance the global comparability and traceability of measurements for:

- Scientific discovery and innovation
- Industrial manufacturing and international trade
- Improving quality of life and sustaining the global environment.

Established by the Metre Convention in 1875, [our mission](#) is to be the world focus for the international system of measurement.



Currently in the KCDB there are

258

CIPM MRA participants

1263

key comparisons

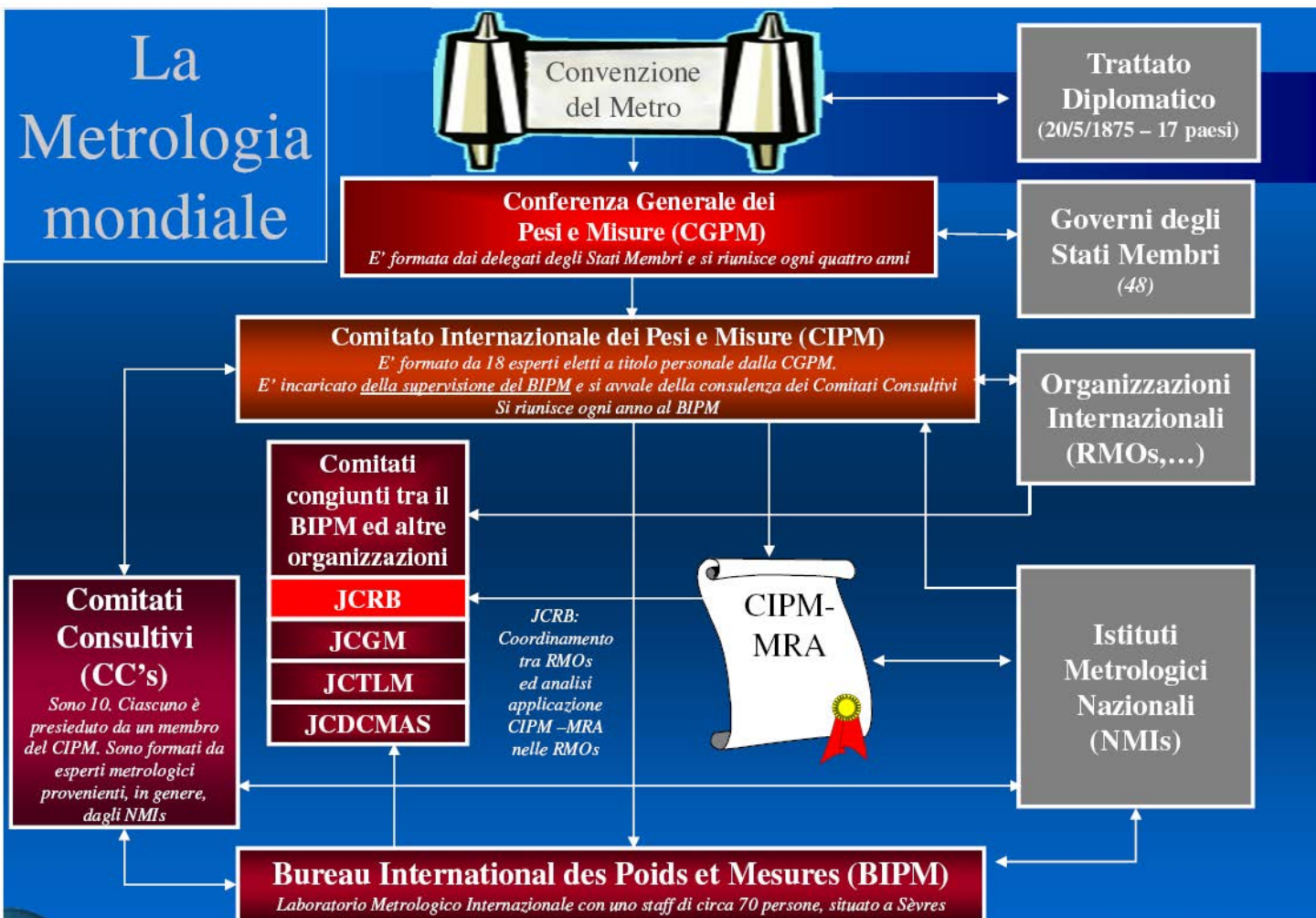
26393

CMCs

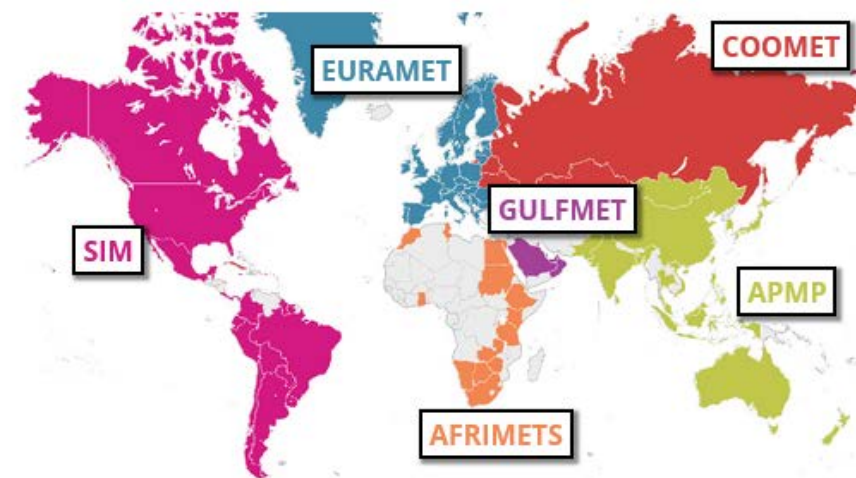
767

supplementary comparisons

Convenzione del METRO e la metrologia mondiale



Statistics



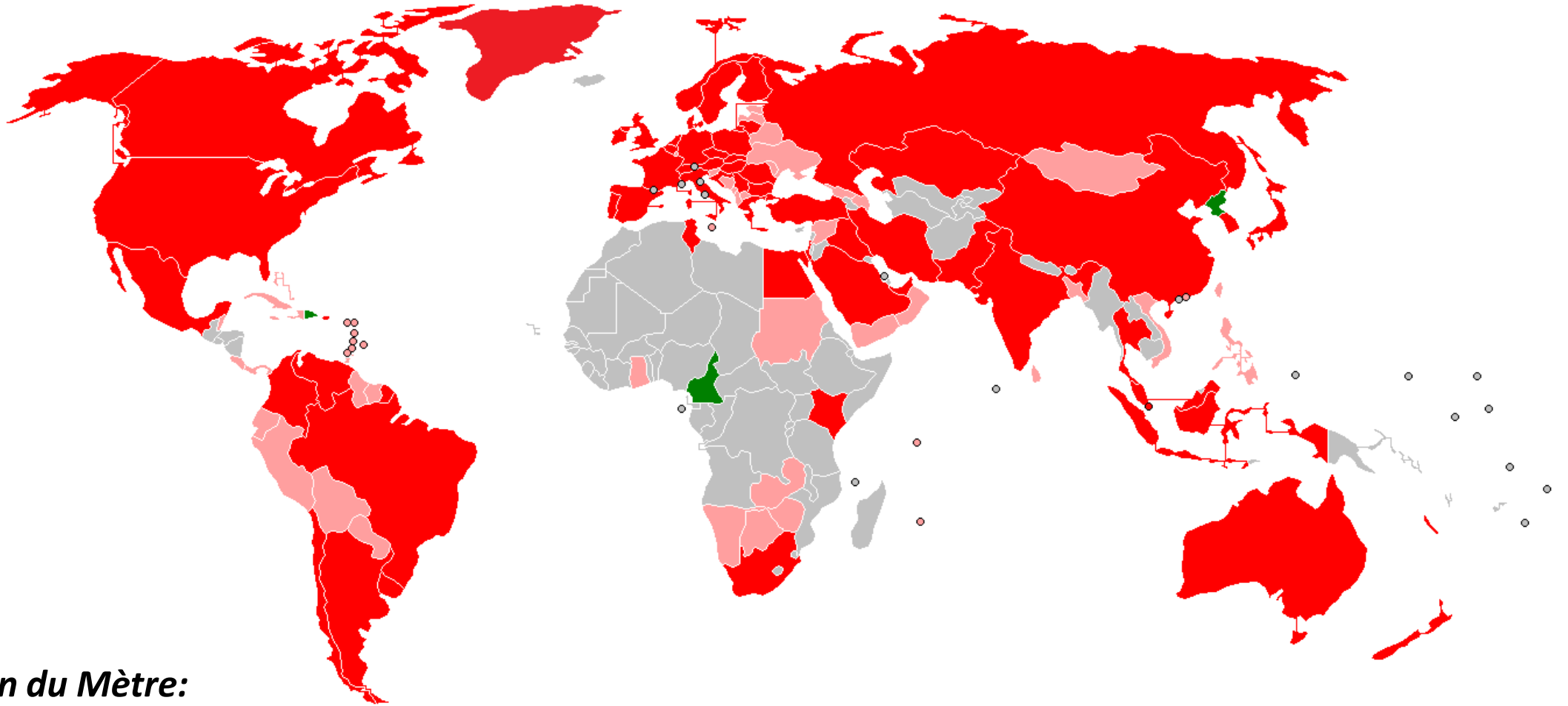
Currently in the KCDB there are

258
CIPM MRA participants

1263
key comparisons

26393
CMCs

767
supplementary comparisons



Convention du Mètre:

La «Convenzione del metro» è un trattato internazionale sottoscritto nel 1875 da diciassette Stati per stabilire linee-guida utili a definire unità di misura valide internazionalmente. Primo importante passo verso la metrologia internazionale. Attualmente aderiscono 55 stati

CIPM - Comitato Internazionale dei Pesi e delle Misure

- Assicura l'unificazione mondiale delle unità di misura, agendo direttamente o con risoluzioni della CGPM;
- Prepara un rapporto annuale per gli Stati membri della Convenzione del Metro, sulla attività scientifica e la situazione amministrativa e finanziaria del BIPM;
- Istituisce e coordina i Comitati consultivi (CC) che svolgono azioni di consulenza verso il CIPM sulle questioni scientifiche, orientano i lavori del BIPM e coordinano gli NMI;
- Sovrintende alle attività scientifiche del BIPM

- Assicura l'uniformità mondiale delle misure e la riferibilità al Sistema internazionale delle unità (SI);
- E' sotto l'autorità della CdM e della CGPM che operano attraverso 10 CC i cui membri provengono dagli NMI;
- Opera non propri laboratori nei settori delle misure fisiche e chimiche con lo scopo di:
 - sviluppare campioni primari e scale di misura delle principali grandezze fisiche e conservare i prototipi internazionali
 - effettuare confronti internazionali tra i campioni nazionali
 - effettuare tarature per Stati membri CdM (solo NMI)
 - effettuare e coordinare le misure per la determinazione delle costanti fisiche fondamentali
 - gestire la banca dati dei confronti chiave accordo CIPM-MRA e CMC degli NMI

BIPM - Bureau International des Poids et Mesures

Le regioni della metrologia

Calibration and Measurement Capabilities

Electricity and Magnetism, Italy, INRIM (Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica)



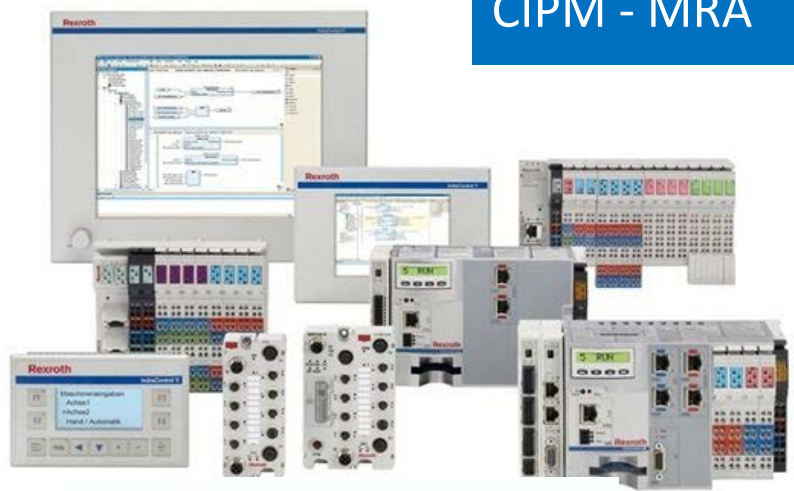
Calibration or Measurement Service			Measurand Level or Range			Measurement Conditions/Independent Variable		Expanded Uncertainty							
Quantity	Instrument or Artifact	Method of measurement	Minimum value	Maximum value	Units	Parameter	Specifications	Value	Units	Coverage factor	Level of Confidence	Is the expanded uncertainty a relative one?	Uncertainty Matrix	Comments	NMI Service Identifier
DC resistance standards and sources: low values	Fixed resistor	Comparison by means of high current DCC bridge	0.1	100	mΩ	Power	10 mW	2 to 15	μΩ/Ω	2	95%	Yes	DCResLowVal	Approved on 06 August 2013	12_15
DC resistance standards and sources: intermediate values	Fixed resistor	Comparison by means of automatic DCC bridge	1	10000	Ω	Power	10 mW	0.5	μΩ/Ω	2	95%	Yes		Approved on 06 August 2013	17
DC resistance standards and sources: intermediate values	Fixed resistor	Substitution using a multimeter	100	100	kΩ	Voltage	10 V	2	μΩ/Ω	2	95%	Yes		Approved on 06 August 2013	19
DC resistance standards and sources: intermediate values	Fixed resistor	Substitution using a multimeter	1	1	MΩ	Voltage	10 V	3	μΩ/Ω	2	95%	Yes		Approved on 06 August 2013	20
DC resistance standards and sources: high values	Fixed resistor	Substitution using a multimeter	10	10	MΩ	Voltage	10 V	6	μΩ/Ω	2	95%	Yes		Approved on 06 August 2013	21
DC resistance standards and sources: high values	Fixed resistor	Calibrator and multimeter or Wheatstone bridge	1E+07	1E+14	Ω	Voltage	10 V to 1000 V	15 to 660	μΩ/Ω	2	95%	Yes	DCResHighVal	Approved on 06 August 2013	23_27
DC resistance standards and sources: standards for high current	DC shunt	Volt-amperometric	10	10000	μΩ	Current	<= 800 A	0.5	mΩ/Ω	2	95%	Yes		Approved on 06 August 2013	29
DC resistance sources: multiple ranges	Multifunction calibrator	Standard resistor and multimeter	1	1E+08	Ω			1.3 to 24	μΩ/Ω	2	95%	Yes	DCResour	Approved on 06 August 2013	30_35

CIPM - MRA

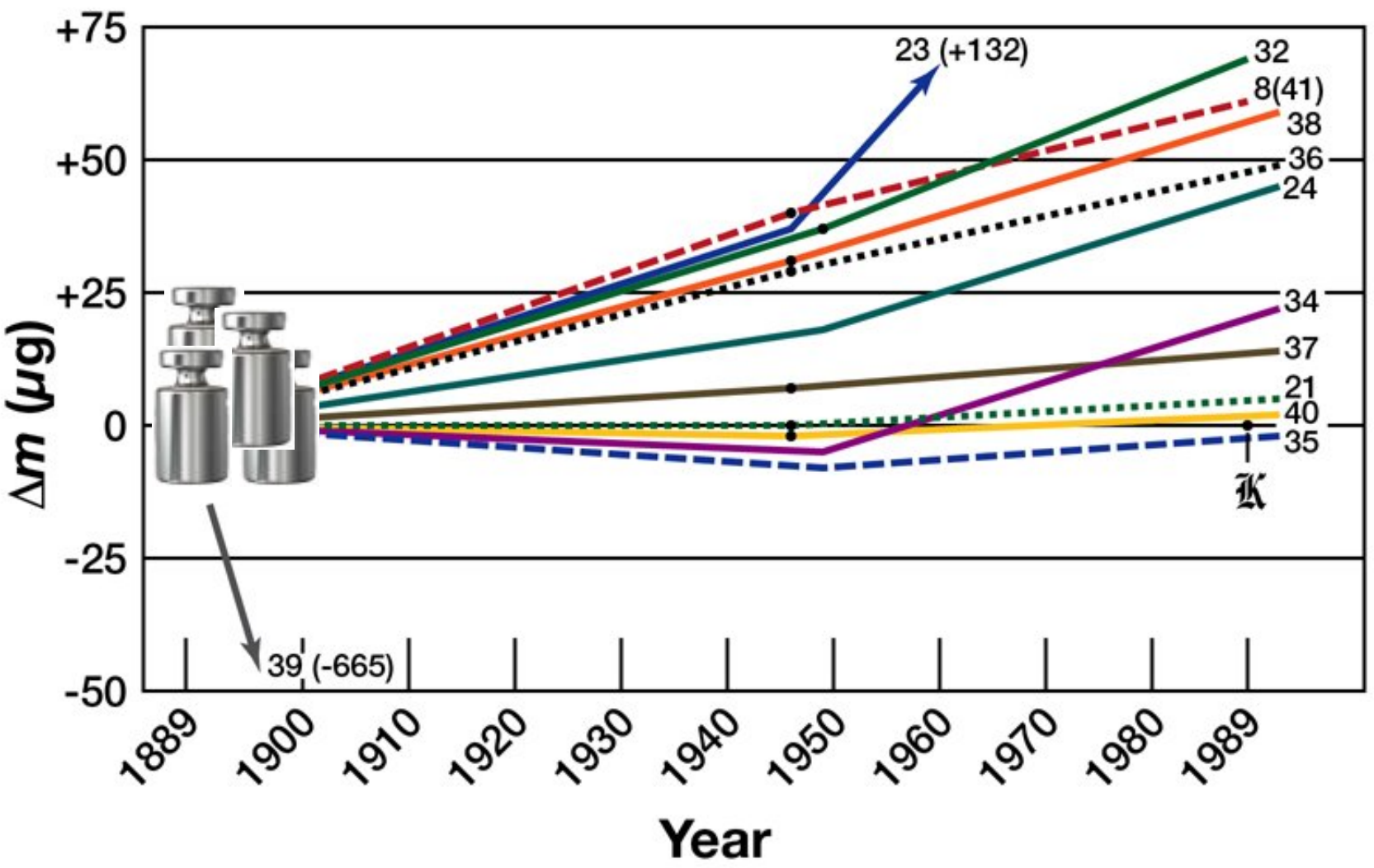
L'accordo CIPM-MRA prevede che gli istituti firmatari:

- Partecipino ai cicli di confronto chiave (key comparisons) organizzati dai comitati consultivi, dagli organismi regionali (EUROMET in Europa) e dal BIPM;
- Sviluppino e implementino, per le attività di taratura, un sistema di gestione della qualità rispondente alle normative (ISO/IEC 17025) che sia sottoposto alla valutazione di un sistema di accreditamento. I partecipanti sono inoltre tenuti a dimostrare le competenze
- Dichiarino le proprie capacità metrologiche, di taratura e misura sul sito ufficiale del BIPM (CMCs);
- Si sottopongano periodicamente (almeno una volta ogni 5 anni) alle visite ispettive (Visits by Peers) disposte dalle Organizzazioni Regionali (RMOs).

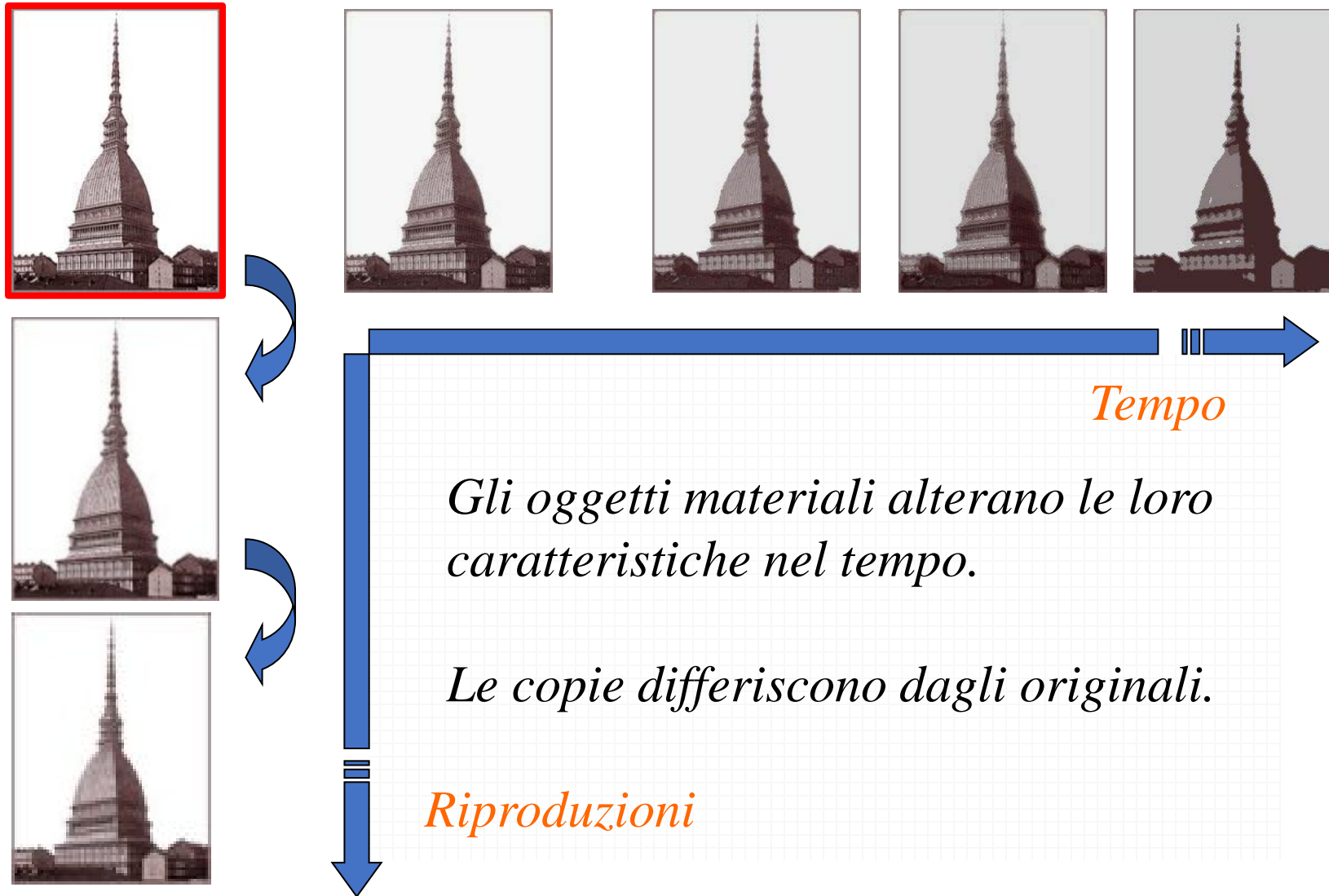
CIPM - MRA



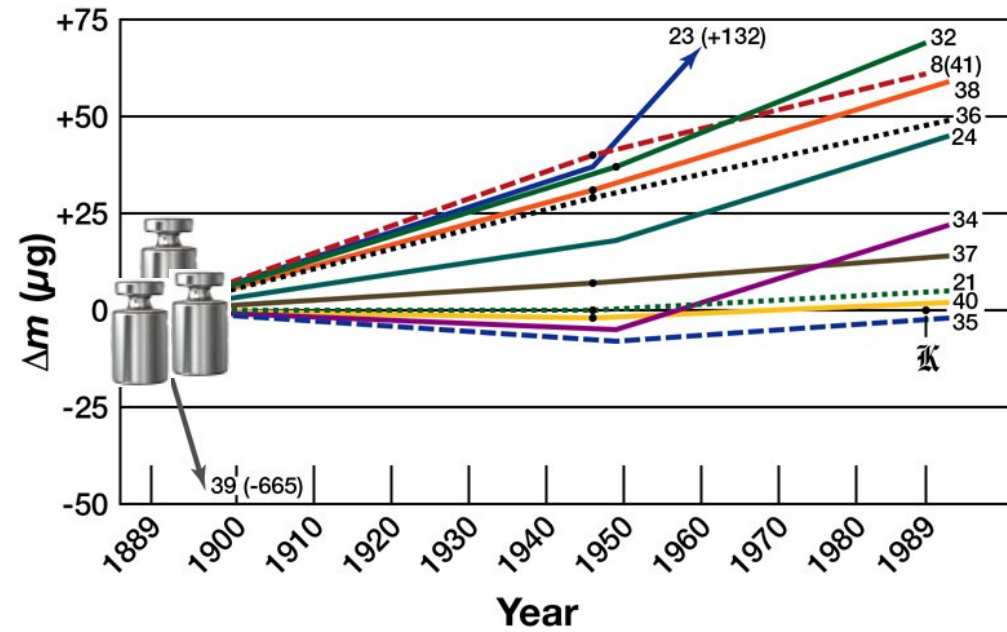
Campioni materiali: impossibile costruirne due uguali



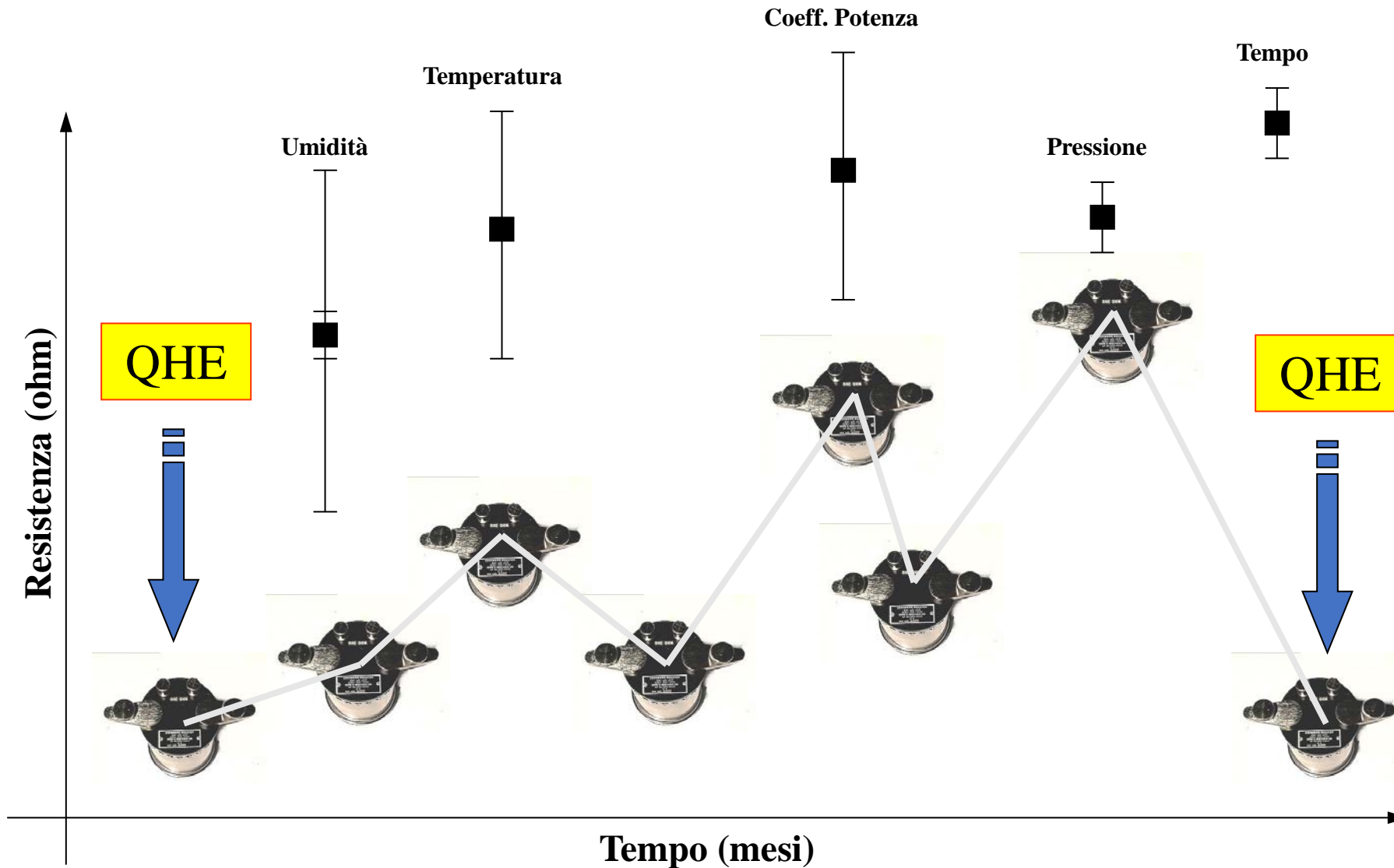
Campioni materiali: deriva del valore di taratura



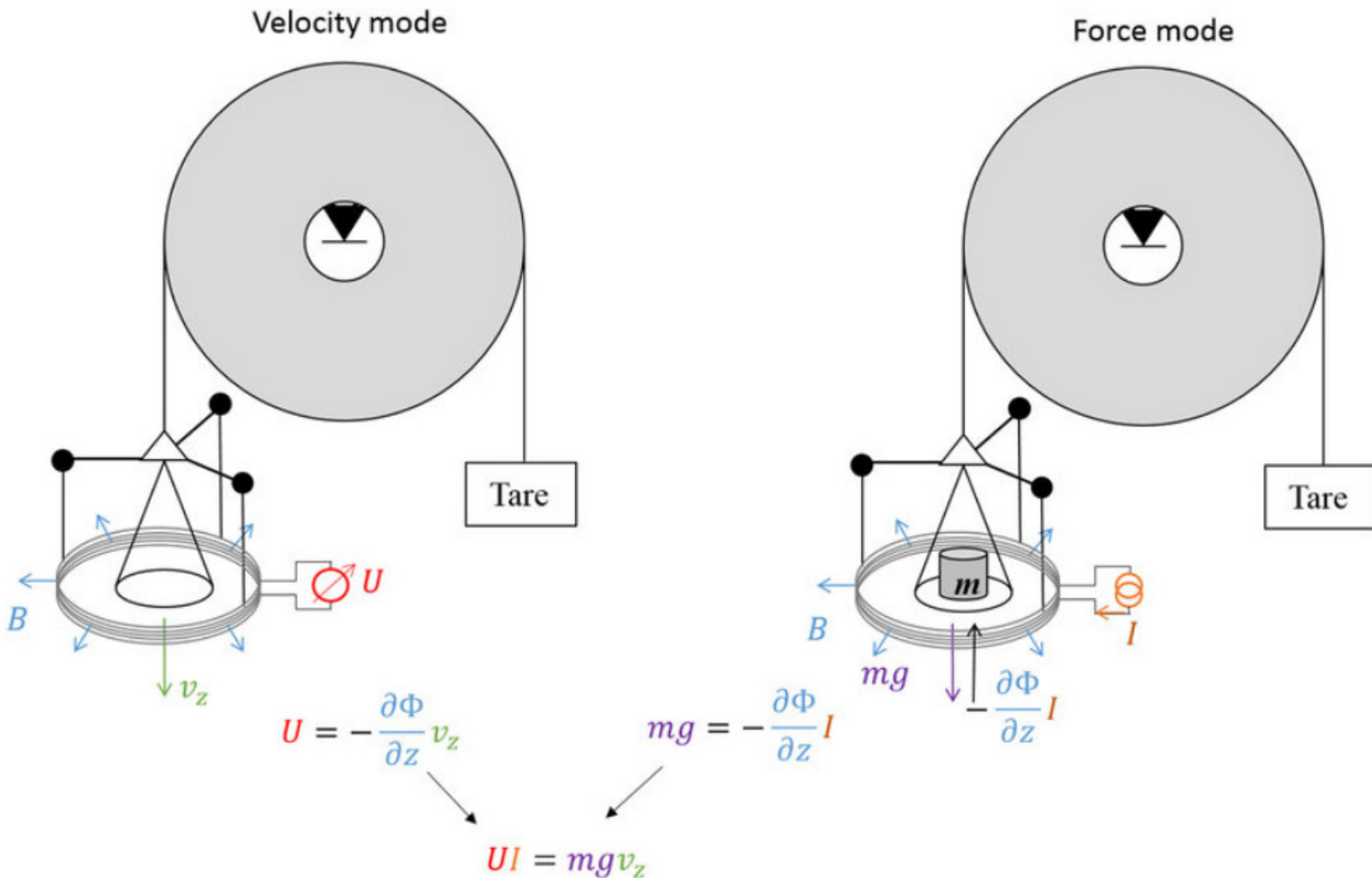
I laboratori metrologici hanno campioni tutti diversi



Campioni materiali: deriva del valore di taratura



Addio al kg campione: la bilancia del Watt



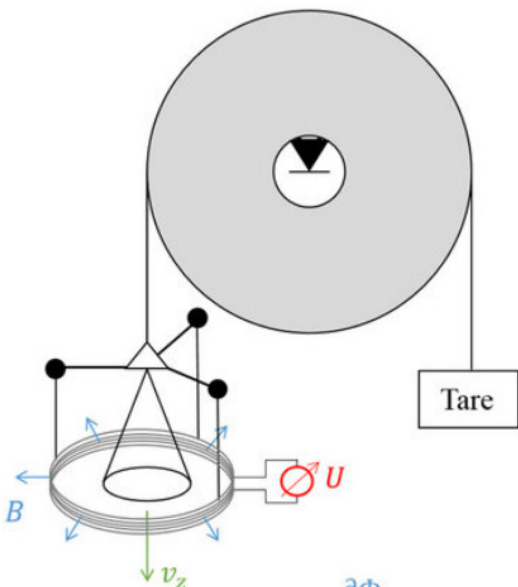
$$m = \frac{VI}{gv}$$

usando l'effetto Josephson e l'effetto Hall, le grandezze elettriche (V I) sono ricondotte a: frequenze (misurabili con estrema precisione), numeri interi e costanti fisiche (h).

Dopo il 2019, h (e anche e) sono fissate: quindi la bilancia non serve più a "trovare" h , ma a realizzare il kg in modo coerente con quella scelta.

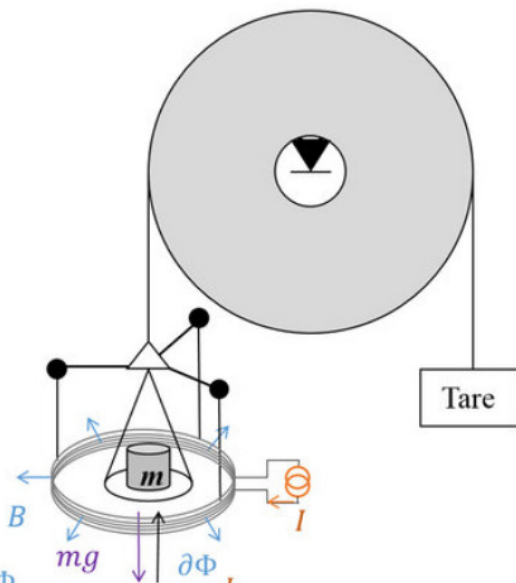
Addio al kg campione: la bilancia del Watt

Velocity mode



$$U = -\frac{\partial \Phi}{\partial z} v_z$$

Force mode



$$mg = -\frac{\partial \Phi}{\partial z} I$$

$$UI = mgv_z$$



$$m = \frac{VI}{gv}$$

$$mgv = VI \Rightarrow m = \frac{VI}{gv} \propto \frac{h f^2}{gv}$$

Kibble balance: confronta potenza meccanica e potenza elettrica

1) $mgv = VI$

Realizzazione quantistica di V e R

2) Josephson: $V = (n f h) / (2 e)$

3) Quantum Hall: $R = (h / e^2) / i$

Corrente e potenza

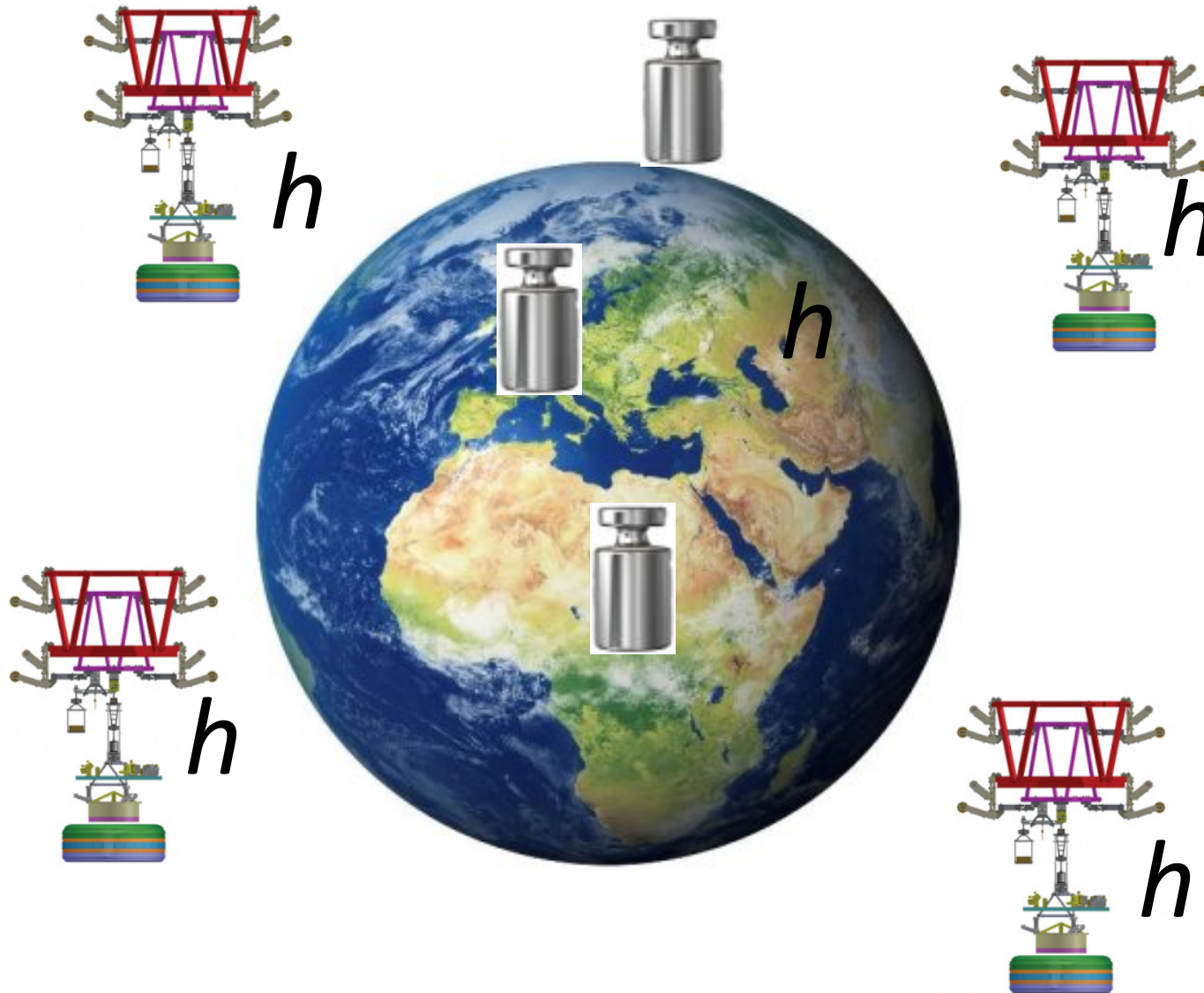
4) $I = V / R = (n f e i) / 2$ (qui rimane e)

5) Ma nella potenza: $VI = [(n f h)/(2 e)] * [(n f e i)/2] = (n^2 f^2 h i)/4$

=> e si cancella, resta h

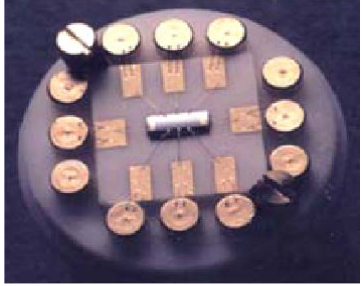
Quindi: $m = (VI) / (g v) = (n^2 f^2 h i) / (4 g v)$

I laboratori metrologici evolvono verso campioni quantici – La Massa

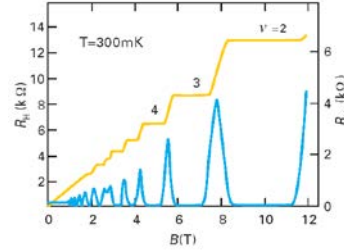


I laboratori metrologici che dispongono della bilancia del Watt, utilizzando lo stesso valore convenzionale della costante fisica h arrivano ad ottenere lo stesso valore della massa m

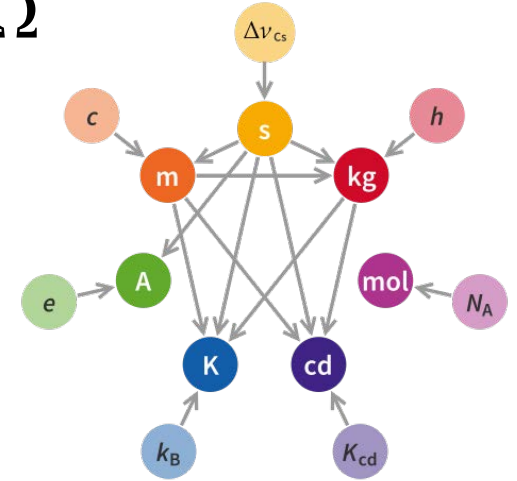
Costanti fisiche invarianti nel tempo e nello spazio: la resistenza elettrica



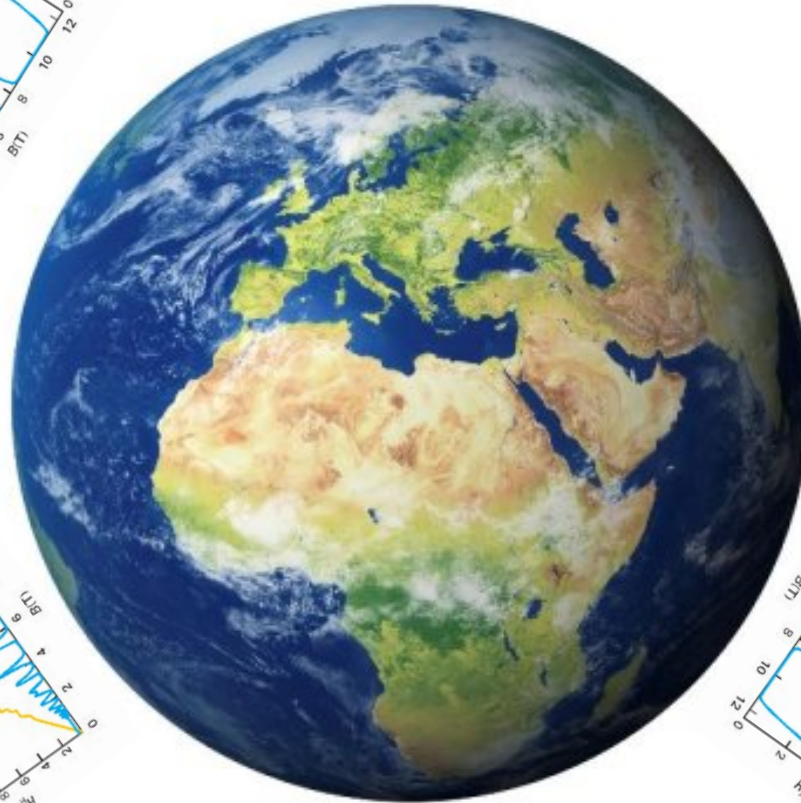
$$R_H = \frac{1}{i} \frac{h}{e^2}$$



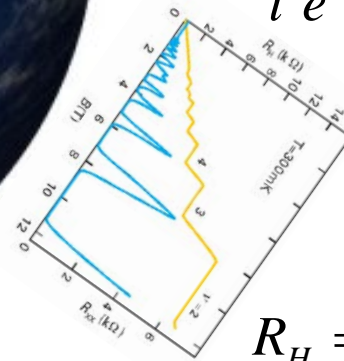
$$R_{K-90} = 25812,807\Omega$$



$$R_H = \frac{1}{i} \frac{h}{e^2}$$



$$R_H = \frac{1}{i} \frac{h}{e^2}$$



$$R_H = \frac{1}{i} \frac{h}{e^2}$$

I laboratori metrologici che dispongono dell'esperimento noto come effetto Hall Quantistico (QHE), utilizzando lo stesso valore convenzionale della costante fisica h arrivano ad ottenere lo stesso valore della Resistenza elettrica

Dalle costanti fisiche alle misure con incertezza

L'incertezza di misura è il margine di dubbio che accompagna ogni risultato sperimentale: non indica un errore, ma il grado di fiducia che possiamo avere nel valore misurato.

Nasce dal fatto che né gli strumenti né le condizioni di misura sono perfetti, e che anche il fenomeno misurato può variare nel tempo o nello spazio.

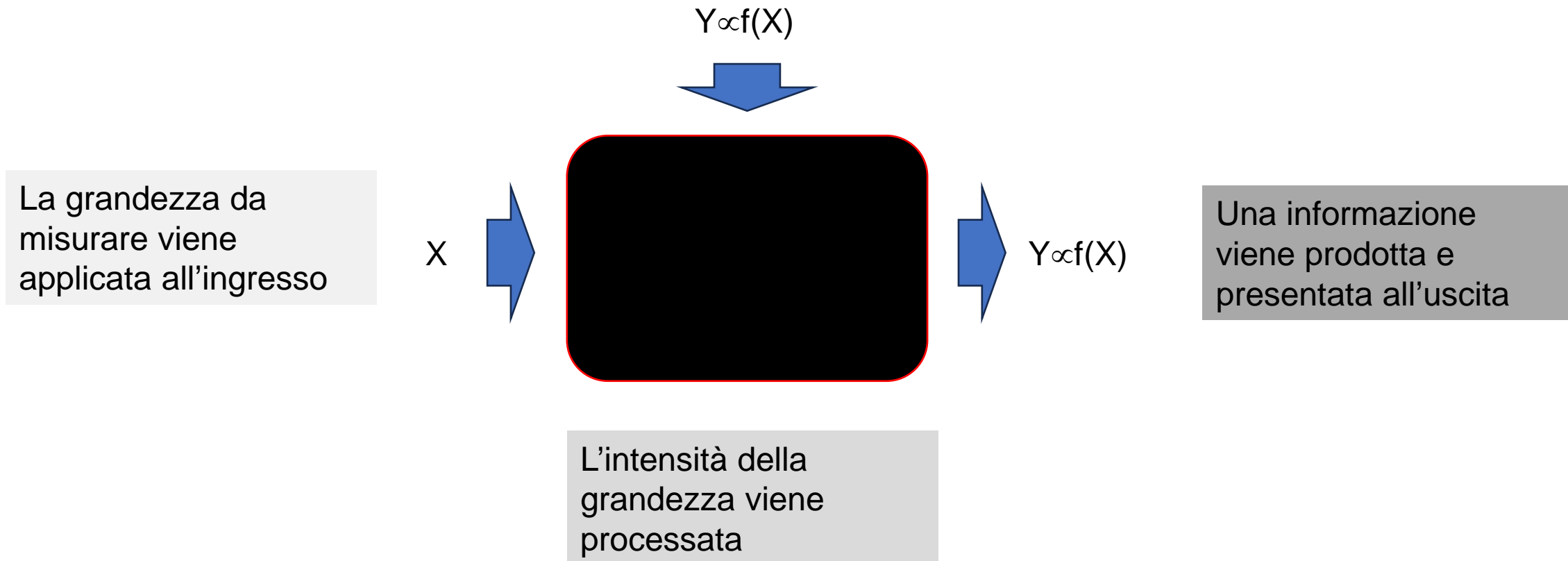
Per questo una misura completa non è solo “ x ”, ma “ $x \pm U$ ”, dove U quantifica quanto possiamo ragionevolmente discostarci dal valore vero.

L'incertezza non è un difetto della metrologia, è il suo linguaggio per esprimere in modo onesto e trasparente la qualità del risultato.

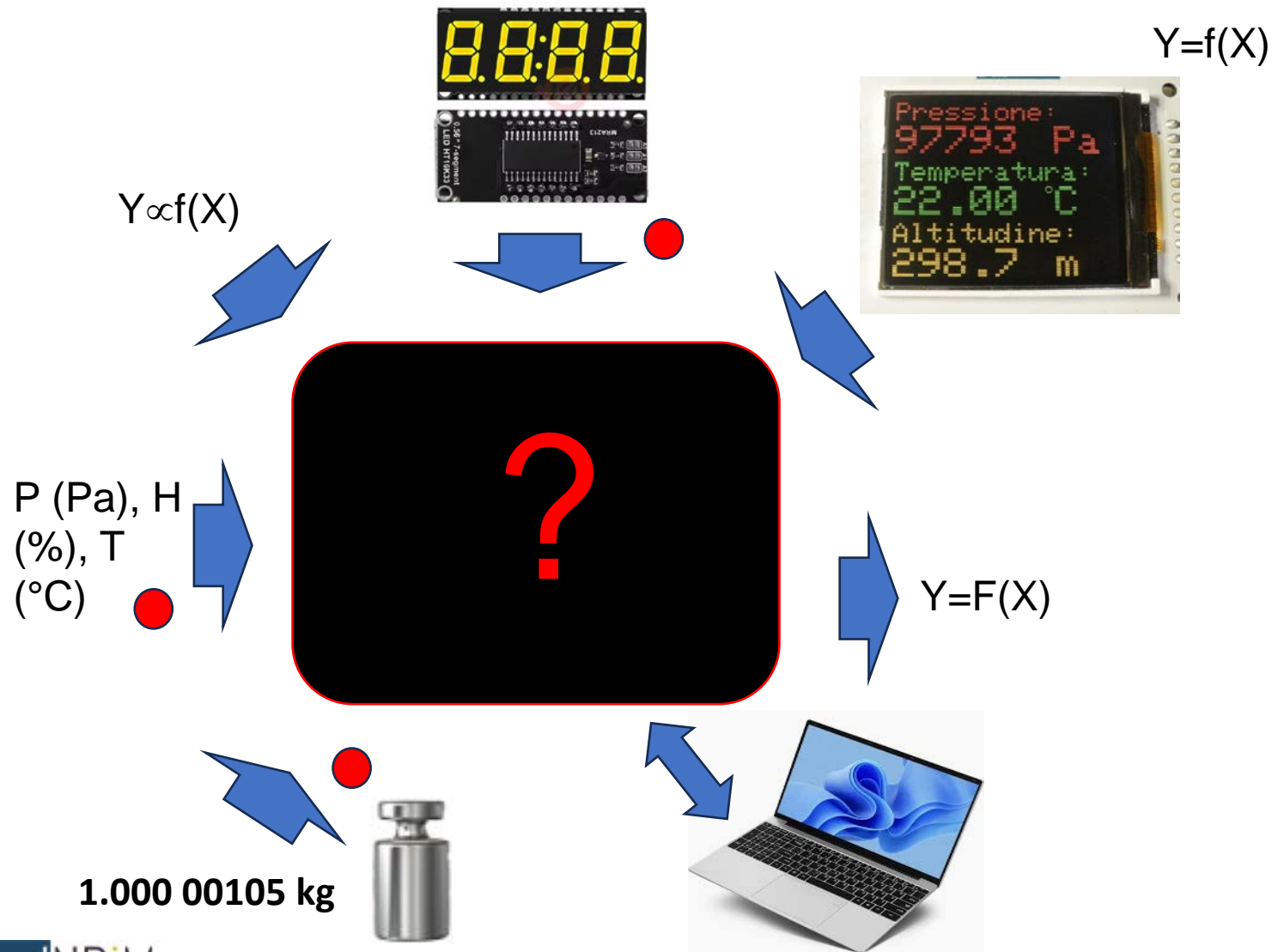
L'incertezza è il ponte tra l'ideale teorico e la misura pratica

Dalle costanti fisiche agli strumenti di misura

Uno **strumento di misura** può essere visto come una **scatola nera**



Strumento di misura = Scatola nera



Uno **strumento di misura** complesso contiene unità di calcolo, riferimenti materiali della grandezza da misurare, display

- Il pallino rosso indica la possibilità, da parte di uno strumento di commettere un errore, contribuendo così all'incertezza di misura

Misura di una grandezza fisica - valutazione dell'incertezza

Dalla definizione dell'unità all'incertezza delle misure

grandezza fisica

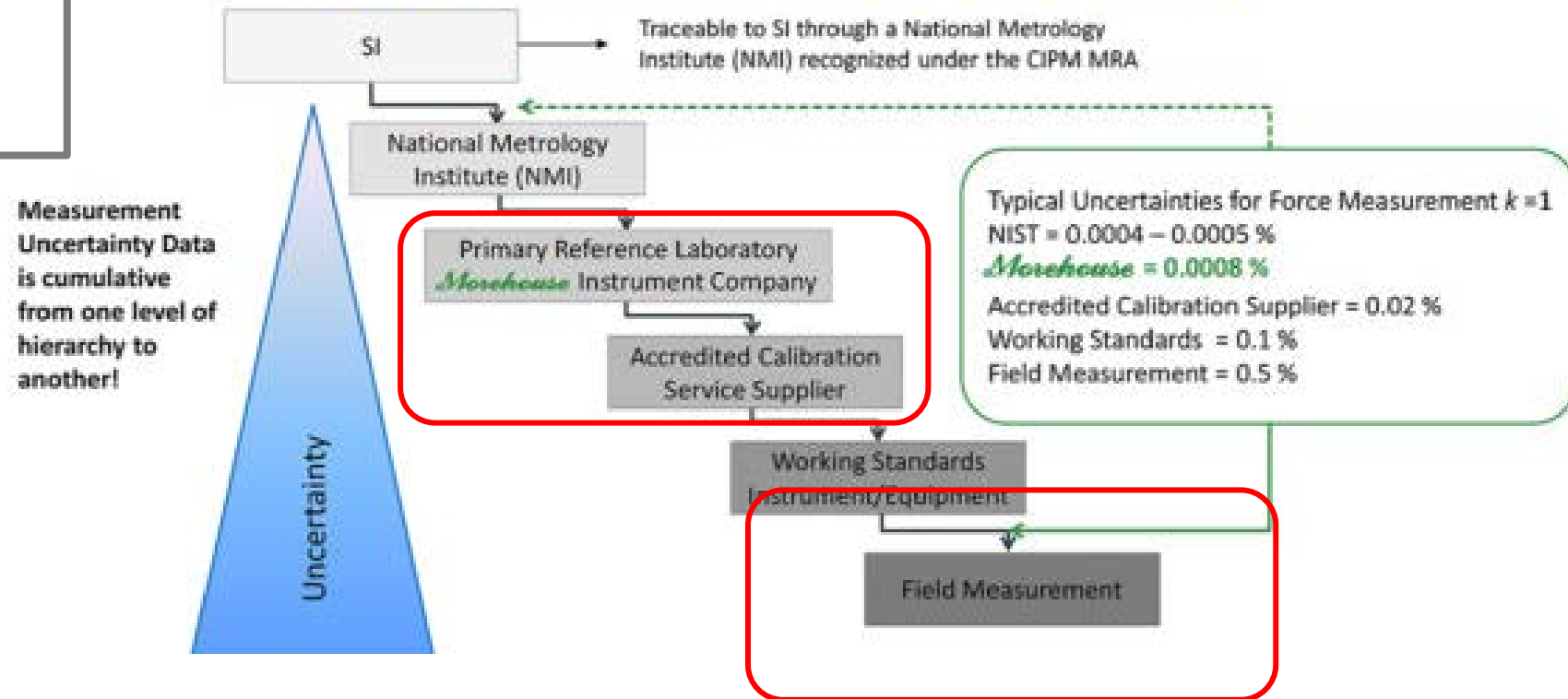
incertezza

$$x = \bar{x} \pm \Delta x$$

valore della misura

Measurement Traceability and Uncertainties

Typical Metrological Traceability Uncertainties for Force Measurements



Sintesi del processo di valutazione dell'incertezza

1. Definizione del problema di misura

Si parte dal chiarire **qual è il misurando**, cioè la grandezza che si vuole determinare, distinguendolo dalla semplice indicazione dello strumento. In questa fase lo strumento può essere visto come una **scatola nera**, che riceve ingressi e restituisce una lettura.

2. Identificazione delle sorgenti di incertezza

Si analizzano tutti i fattori che possono influenzare il risultato: **taratura, risoluzione, condizioni d'uso, grandezze di influenza, modello di misura, operatore, ambiente**. Questa fase serve a costruire il bilancio delle grandezze in ingresso.

3. Valutazione dei contributi di tipo B

I contributi noti da specifiche, certificati, esperienza, limiti dichiarati o informazioni pregresse vengono trasformati in **incertezze standard**. È qui che rientrano tipicamente taratura, risoluzione, incertezza d'uso e grandezze di influenza.

4. Valutazione dei contributi di tipo A

Quando si eseguono misure ripetute, si usa l'analisi statistica per stimare la variabilità sperimentale. In questa fase è importante distinguere tra **scarto tipo delle osservazioni** e **scarto tipo della media**, perché il risultato finale si basa normalmente sulla media delle misure.

5. Costruzione del modello matematico

Il risultato di misura viene espresso mediante una relazione tra il misurando e le grandezze in ingresso. Il modello matematico collega in modo esplicito la lettura strumentale, le correzioni e le grandezze di influenza.

6. Propagazione dell'incertezza

Attraverso i **coefficienti di sensibilità**, ogni contributo viene riportato sul risultato finale. In questo modo si ottiene l'**incertezza standard combinata**, che rappresenta l'effetto complessivo di tutte le sorgenti considerate.

7. Gradi di libertà e fattore di copertura

Dopo aver combinato i contributi, si stimano i **gradi di libertà effettivi** e si sceglie il **fattore di copertura**. Nei casi ordinari, quando i gradi di libertà sono sufficientemente elevati, si può usare in pratica $k \approx 2$ per un livello di copertura di circa il 95%.

8. Espressione finale del risultato

Il risultato non si esprime come un numero isolato, ma come **valore corretto associato alla sua incertezza estesa**, in una forma del tipo:

$$Y = y \pm U (k = 2)$$

In questo modo la misura diventa completa, confrontabile e metrologicamente significativa.

Incertezza di misura (U): non solo ripetibilità

U = parametro associato al risultato di una misurazione che caratterizza la **dispersione dei valori ragionevolmente attribuibili al misurando**

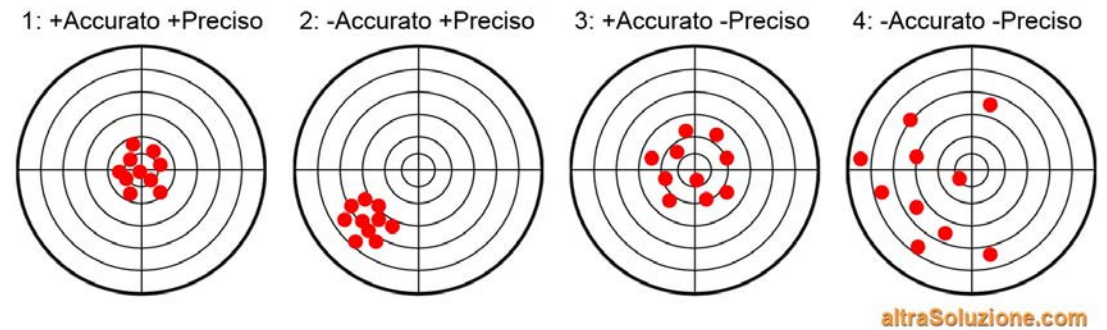
Il “parametro” può essere: **range**, **scarto tipo**, **intervallo** (es. intervallo di fiducia) o **semi-intervallo $\pm u$** , ecc. Quando è espressa come **scarto tipo**, si chiama **incertezza tipo** e si indica di solito con **u**

Un risultato “completo” tipicamente si comunica come **$x \pm U$** (dove U può indicare l'**incertezza estesa**)

L'interpretazione per l'utente: con ragionevole fiducia, **il valore del misurando è in quell'intervallo**

Errore, precisione e incertezza: non sono sinonimi

- **Incetezza** = “intervallo credibile per il misurando”
- **Precisione** = “dispersione delle ripetizioni”
- **Errore** = “distanza da un valore vero/riferimento”



Concetto

Errore

Bias (scostamento)

Precisione

Incetezza (MU)

Che cos'è (in pratica)

differenza tra un singolo risultato e un **valore vero (o di riferimento)**

errore medio (tendenza sistemica)

dispersione tra risultati ripetuti

intervallo attribuibile al misurando dato risultato + conoscenze disponibili

Cosa include

può essere casuale o sistematico

componente sistemica

solo effetti che variano durante le osservazioni (alcuni casuali)

tutti gli effetti rilevanti: casuali e sistematici (ma non “errori grossolani”)

Conducimetro da banco Hanna HI2631 con sonda HI763100

Tipo A

5.0125
5.0111
5.0104
5.0098
5.0065
5.



Tipo B

Dati presi dal manuale

- nel campo **300–2999 $\mu\text{S}/\text{cm}$** la risoluzione è **1 $\mu\text{S}/\text{cm}$** , cioè **0.001 mS/cm**
- accuratezza EC: $\pm 1\%$ della lettura
- risoluzione temperatura: **0.1 °C**
- accuratezza temperatura: ± 0.5 °C
- modalità **NoTC** disponibile per la conducibilità assoluta
- coefficiente di temperatura **0.00–6.00 %/°C**, default **1.90 %/°C**
- temperatura di riferimento **20 o 25 °C**
- tra gli standard EC disponibili c'è **1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$** .

Ipotesi azioni didattiche

- correzione di taratura: $C_{cal} = +0.006 \text{ mS}/\text{cm}$
- incertezza estesa di taratura: $U_{cal} = 0.010 \text{ mS}/\text{cm}$, con $k = 2$
- incertezza d'uso: limite $\pm 0.010 \text{ mS}/\text{cm}$
- incertezza sul coefficiente α : limite $\pm 0.10 \text{ \%}/\text{°C}$
- numero di ripetizioni: $n = 10$

Misure in laboratorio, con campioni metrologici e controllo fine di tutti i parametri di influenza

Dal laboratorio metrologico al laboratorio «AMBIENTE»

Misure in laboratorio su materiali acquisiti con tecniche di campionamento. Minore controllo dei parametri di influenza e aumento dell'incertezza nelle misure



Misure diretta
sul campione



Campionamento



Pre-condizionamento e
preparazione



Misura

Esempio in un campo:

1. Materiale di riferimento non artefatto per essere stabile e misurabile
2. Effetti ambientali considerevoli
3. Azioni dovute al campionamento, metodo, procedura utilizzati

Il numero non nasce in laboratorio

In molti casi si rende necessario parlare di **metrologia fuori dal laboratorio**: cioè di tutto ciò che succede prima che il campione arrivi sul banco. In agraria questo è spesso il pezzo dominante dell'incertezza: non perché gli strumenti siano scarsi, ma perché il misurando non è 'quello nella provetta': è una proprietà del lotto, del campo, della partita.

La Guida **Eurachem/CITAC** mette subito in chiaro che, quando il misurando è definito sull'oggetto di campionamento (lotto/campo), allora **campionamento** e **preparazione** sono **parte integrante del processo di misura e del suo bilancio di incertezza**.

u_{tot} è influenzata da:

campionamento primario (come prendo dal lotto/campo),

preparazione/sub-campionamento (come riduco e omogeneizzo),

misura (metodo/strumento).



RAPPORTI ISTISAN 22|39

ISSN: 1123-3117 (cartaceo) • 2384-8936 (online)

Guida Eurachem/CITAC

**Incertezza di misura
dovuta al campionamento**

**Guida ai metodi e agli approcci
Seconda edizione 2019**

Traduzione italiana

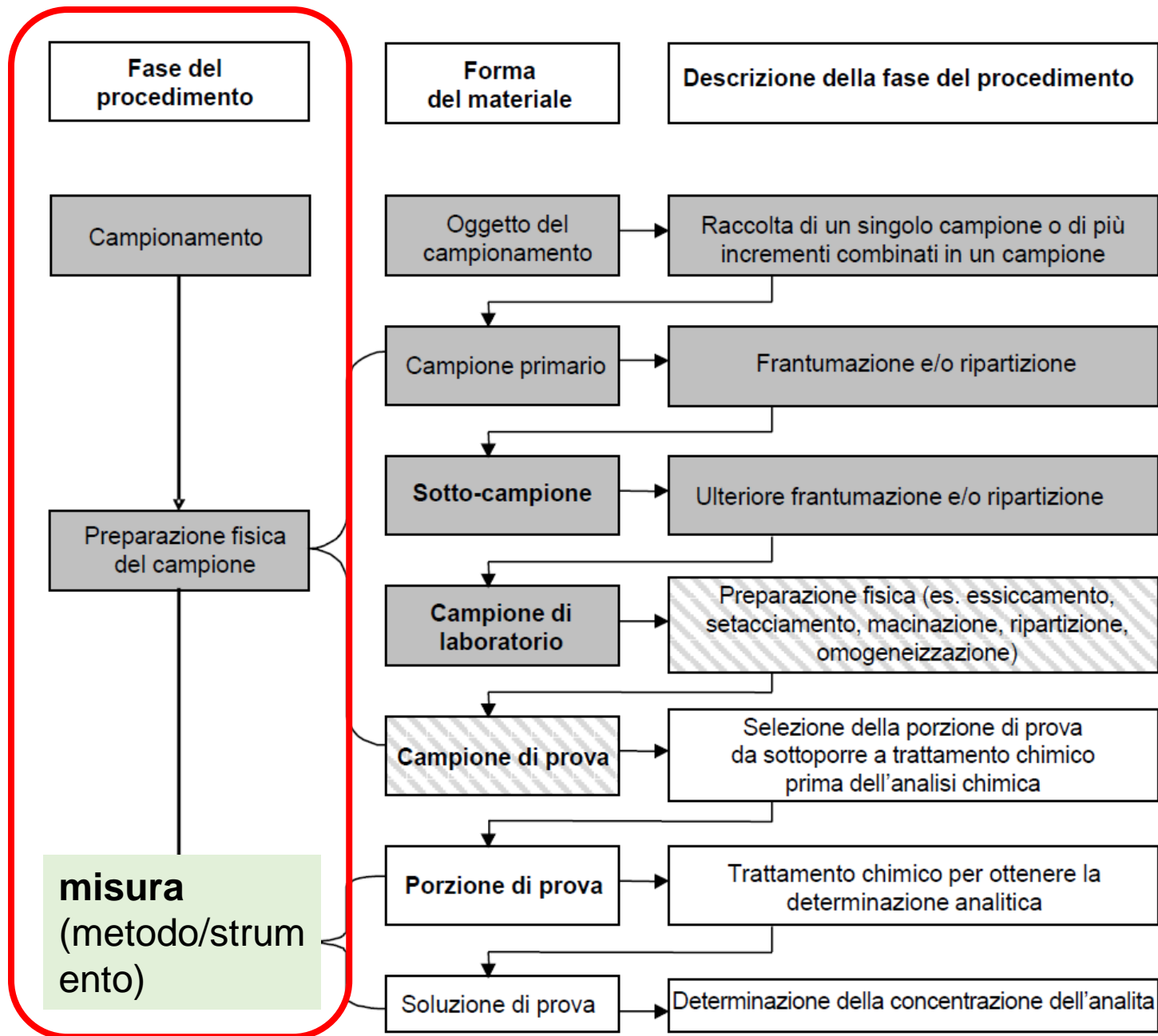
Campionamento

Questa figura mostra un *procedimento di misura completo*: parte dall'**oggetto di campionamento** (quello che voglio rappresentare: lotto/campo/partita) e arriva alla **determinazione analitica**. Tra i due ci sono molte trasformazioni del materiale. **Ogni fase contribuisce all'incertezza del risultato.**

Ogni fase contribuisce all'incertezza del risultato.

Schema che prevede attività on-site e in laboratorio

Non è vero che il campionamento finisce quando il materiale entra in laboratorio: ci sono **altri processi critici**



Dove “nasce” l’incertezza nello schema precedente?

1. **Fase di Raccolta** → **campione primario**: rischio di *non rappresentatività* (eterogeneità spaziale/temporale; bias di scelta).
2. **Frantumazione/ripartizione** → **sotto-campione**: rischio di *segregazione*, perdita di fini, contaminazioni.
3. **Preparazione fisica (essiccamento, macinazione, omogeneizzazione)**: rischio di *perdita di analita*, volatilizzazione/ossidazione, contaminazione, variabilità di umidità.
4. **Selezione porzione di prova**: è spesso il punto più critico se il materiale non è perfettamente omogeneo (qui la “massa di prova” conta).
5. **Trattamento chimico + determinazione**: qui entra l’incertezza “analitica” classica.

Se il misurando è la concentrazione nell’oggetto di campionamento, **tutte le fasi contribuiscono all’incertezza del risultato finale**

Incertezza di misura (U): non solo ripetibilità

- ❖ Il “valore del misurando” è legato al concetto classico di **valor vero**, ma in metrologia si parla di **valori attribuibili**
- ❖ La definizione metrologica implica: per stimare MU devo considerare **tutti gli effetti** che possono influenzare il risultato, **casuali e sistematici (bias)**
- ❖ La sola misura ripetuta cattura solo una parte della storia: spesso **gli scostamenti (bias) residui** contano più della ripetibilità
- ❖ Però: **il campionamento**, anche con un protocollo “corretto”, può generare U molto alta (es. dell’ordine di **80%** su materiali altamente eterogenei)



Fonti di incertezza nel campionamento

Campionamento	Preparazione del campione
<ul style="list-style-type: none">– Eterogeneità (o disomogeneità)– Effetti di una strategia di campionamento specifica (es. casuale, casuale stratificata, proporzionale, ecc.)– Effetti del movimento di un mezzo sfuso (in particolar modo la distribuzione di densità)– Stato di aggregazione del mezzo (solido, liquido, gassoso)– Effetti di temperatura e pressione– Effetti del procedimento di campionamento sulla composizione (es. adsorbimento differenziale nel sistema di campionamento)– Trasporto e conservazione del campione	<ul style="list-style-type: none">– Effetti di omogeneizzazione e/o di sotto-campionamento– Essiccamento– Macinazione– Dissoluzione– Estrazione– Contaminazione– Derivatizzazione (effetti chimici)– Errori di diluizione– (Pre-)Concentrazione– Effetti di speciazione

Fonti di incertezza nel campionamento: da dove nasce davvero la variabilità?

1) Eterogeneità dell'oggetto di campionamento (la "natura" del materiale)

Variabilità **spaziale** (campo/lotto/partita), **temporale** (ora/giorno/stagione)

Variabilità ~~intra unità: strati, granulometria, superficie vs interno, umidità~~

2) Piano di campionamento (come scelgo i punti/unità)

Selezione non casuale → **bias** (campione "comodo" o "bello")

Mancata stratificazione quando esistono gradienti (zone, filari, profondità, tempi)

3) Esecuzione del campionamento (come prelevo davvero)

Massa/volume insufficiente, strumenti non adatti, contaminazioni

Incoerenza operatore-operatore (procedura non robusta)

4) Preparazione fisica e sub-campionamento (anche in laboratorio)

Riduzione, macinazione, setacciatura, miscelazione/omogeneizzazione

Segregazione/perdita di fini, perdita o trasformazione dell'analita (volatilità/ossidazione)

Scelta della **porzione di prova**: punto critico se il materiale non è ben omogeneo

5) Trasporto e conservazione

Tempo-temperatura-luce, evaporazione, crescita/degradazione biologica



Se il misurando è riferito al **lotto/campo**, l'incertezza non nasce solo dallo strumento: nasce in tutta la catena **oggetto**
→ campione → porzione → analisi.

Contromisure pratiche: ridurre bias e variabilità nel campionamento - esempi

1) Definisci bene il misurando e la popolazione

“Media del lotto”? “massimo”? “percentile”? “campo in data X”?

Specifica spazio/tempo/condizioni → evita ambiguità sul significato del numero. (eurachem.org)

2) Riduci il bias con un piano robusto

Randomizza la scelta di unità/punti/tempi (evita “campione comodo”)

Stratifica se esistono gradienti noti (zone, filari, profondità, turni)

Documenta criteri e vincoli → campionamento “difendibile”

3) Lavora sulla rappresentatività (spesso vale più dello strumento)

Aumenta **N** = campioni primari indipendenti (riduce incertezza sulla media)

Usa **incrementi + composito** quando l’obiettivo è stimare la media del lotto (ma ricorda: il composito “nasconde” picchi/outlier)

4) Controlla preparazione e sub-campionamento

Standardizza riduzione/macinazione/setacciatura/miscelazione

Se materiale non omogeneo: meglio più **preparazioni/aliquote indipendenti (M)** che tante repliche strumentali (R)

5) Proteggi il campione fino alla misura

Catena di custodia; tempo-temperatura-luce; contenitori idonei (volatilità, ossidazione, degradaz😊)

6) QC del campionamento (monitoraggio)

Procedure, formazione, audit interni, check periodici (campionamenti “in duplicato” a rotazione)

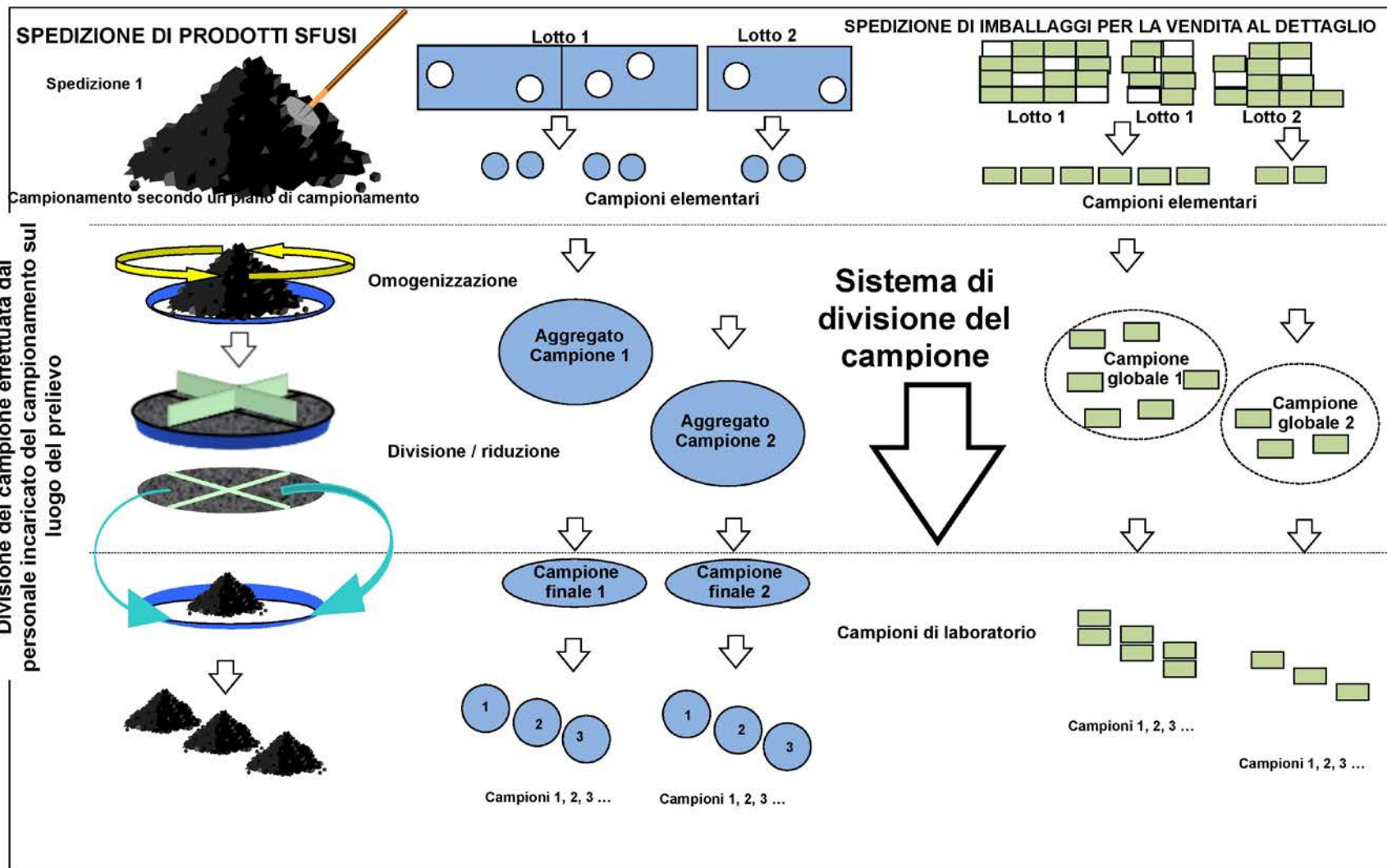
Obiettivo: incertezza **fit-for-purpose**, non “minima a tutti i costi”



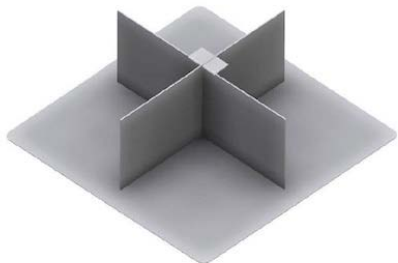
Assicurati che il campione rappresenti davvero l’oggetto di campionamento.

Esempi di trattamento dei campioni: divisione in parti

Sistema di divisione del campione (sottocampionamento) vers. 8.12.2015



Divisione del campione effettuata dal personale incaricato del campionamento sul luogo del prelievo



Fonti di incertezza nel campionamento: da dove nasce davvero la variabilità?

1) Definisci misurando e popolazione

Misurando riferito a **lotto/campo/partita** (non solo alla provetta)
Specifica spazio/tempo/condizioni (fit-for-purpose). (eurachem.org)

2) Scomponi il processo in fasi (catena del campione)

Oggetto → campione primario → sub-campione/preparazione → porzione di prova → analisi
Ogni fase può contribuire alla variabilità (UFS). (eurachem.org)

3) Modello di combinazione (idea chiave)

$$u_{tot}^2 \approx u_{samp}^2 + u_{anal}^2$$

u_{samp} :eterogeneità + protocollo di campionamento + preparazione/sub-campionamento

u_{anal} :trattamento + strumento + calibrazione + ripetibilità

4) Due strade (Eurachem/CITAC)

Empirica (data-driven): campionamenti e analisi ripetute → stima diretta di u_{samp} e u_{anal}

Modellistica (componenti): identificati contributi, li quantifichi e li combini (utile per progettare/ottimizzare)

Descrizione completa di tutte le operazioni. **Preparazione di una procedura**

Se replichi solo la misura sulla stessa aliquota, stimi soprattutto u_{anal} . Per “vedere” u_{samp} servono campioni **indipendenti** dal lotto.

Fasi del processo di misura

Ogni fase contribuisce all'incertezza del risultato.

Campionamento

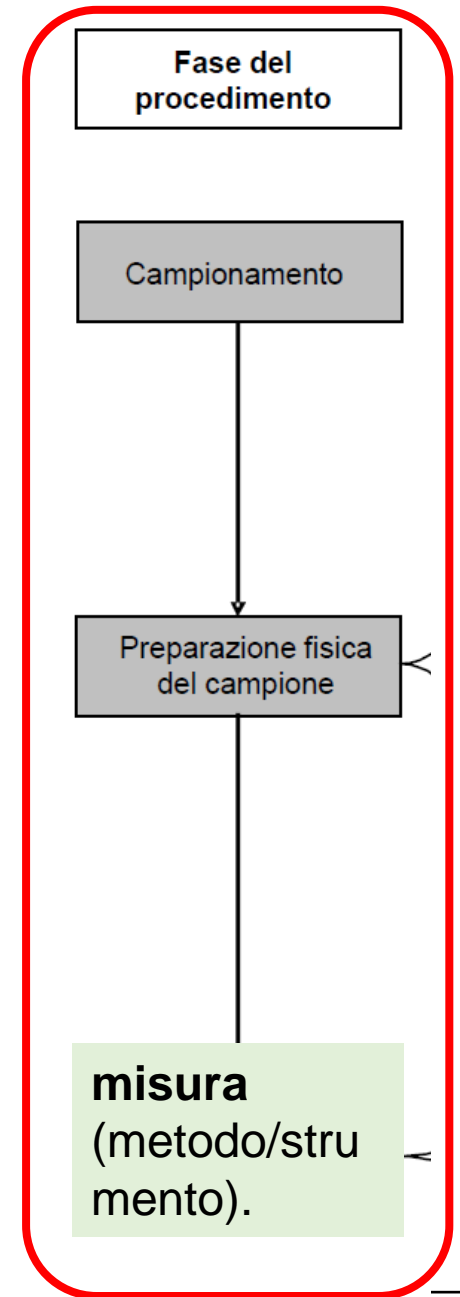


Trattamento di preparazione



Misurazione

Non è vero che il campionamento finisce quando il materiale entra in laboratorio: ci sono **altri processi critici**

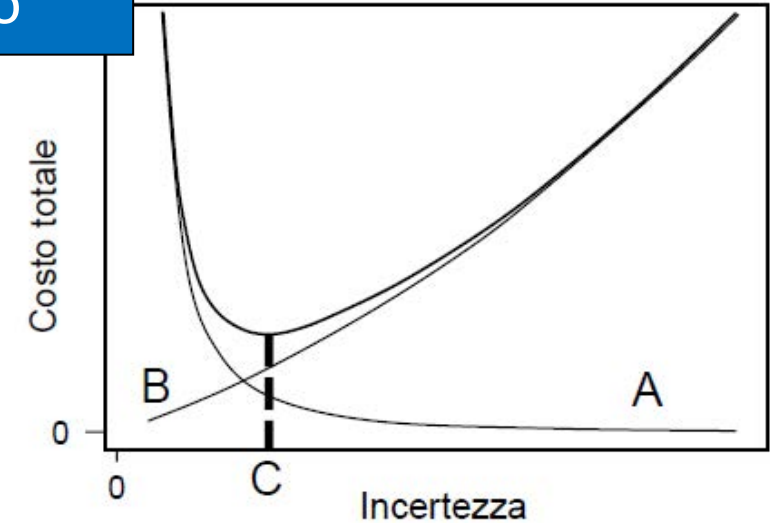


Costi della valutazione (validazione + QC) del campionamento

Valutare l'incertezza da campionamento richiede **validazione** iniziale + **controllo qualità** continuo del campionamento (QC).

È ragionevole confrontare:

- **Costi di validazione + QC del campionamento**
vs
- **Costi conseguenti a decisioni errate** basate su una valutazione inadeguata dell'incertezza.
- Il punto non è “ridurre l'incertezza a tutti i costi”, ma **investire dove riduce davvero il rischio** (tipicamente: rappresentatività, protocollo, formazione, controllo delle condizioni).
- Implicazione pratica per l'organizzazione:
- decidere **quanto sforzo** mettere nella validazione preliminare
- e **quanto** monitorare/aggiornare l'incertezza nel tempo (piano QC per lotti successivi).



“Il costo ‘vero’ non è solo quello della misura: è quello della misura **più** quello delle **decisioni sbagliate** quando l'incertezza (specie da campionamento) è sottostimata.”

Conducimetro da banco Hanna HI2631 con sonda HI763100

Tipo A

5.0125
5.0111
5.0104
5.0098
5.0065
5.



Tipo B

Dati presi dal manuale

- nel campo **300–2999 $\mu\text{S}/\text{cm}$** la risoluzione è **1 $\mu\text{S}/\text{cm}$** , cioè **0.001 mS/cm**
- accuratezza EC: $\pm 1\%$ della lettura
- risoluzione temperatura: **0.1 °C**
- accuratezza temperatura: ± 0.5 °C
- modalità **NoTC** disponibile per la conducibilità assoluta
- coefficiente di temperatura **0.00–6.00 %/°C**, default **1.90 %/°C**
- temperatura di riferimento **20 o 25 °C**
- tra gli standard EC disponibili c'è **1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$** .

Ipotesi azioni didattiche

- correzione di taratura: $C_{cal} = +0.006 \text{ mS}/\text{cm}$
- incertezza estesa di taratura: $U_{cal} = 0.010 \text{ mS}/\text{cm}$, con $k = 2$
- incertezza d'uso: limite $\pm 0.010 \text{ mS}/\text{cm}$
- incertezza sul coefficiente α : limite $\pm 0.10 \text{ \%}/\text{°C}$
- numero di ripetizioni: $n = 10$

2. Identificazione delle sorgenti di incertezza

Si analizzano tutti i fattori che possono influenzare il risultato: **taratura, risoluzione, condizioni d'uso, grandezze di influenza, modello di misura, operatore, ambiente**. Questa fase serve a costruire il bilancio delle grandezze in ingresso.

3. Valutazione dei contributi di tipo B

I contributi noti da specifiche, certificati, esperienza, limiti dichiarati o informazioni pregresse vengono trasformati in **incertezze standard**. È qui che rientrano tipicamente taratura, risoluzione, incertezza d'uso e grandezze di influenza.

4. Valutazione dei contributi di tipo A

Quando si eseguono misure ...

Perché i contributi di tipo B sono importanti?

References:

Norme ISO per laboratori e campionamento

ISO/IEC 17025:2017 — *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories* (3rd ed.).

International Organization for Standardization / IEC.

ISO 24153:2009 — *Random sampling and randomization procedures*. ISO (TC 69). (Utile come ISO “generale” sul campionamento/randomizzazione, trasversale ai settori).

ISO 5667-1:2023 — *Water quality — Sampling — Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*. ISO (serie 5667, campionamento acque).

Incertezze di misura (GUM + vocabolario)

JCGM 100:2008 — *Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*.

Joint Committee for Guides in Metrology (JCGM), disponibile via BIPM.

Eurachem/CITAC (incertezza analitica + campionamento) in italiano

Rapporto ISTISAN 22/39 (2022, trad. it. della 2^a ed. 2019 Eurachem/CITAC) — *Incetezza di misura dovuta al campionamento. Guida ai metodi e agli approcci*. Istituto Superiore di Sanità.

BIPM “divulgativo generale” su SI e kg

BIPM — *The International System of Units (SI) — SI Brochure, 9th edition (2019, con aggiornamenti)*.

METRO-FARM: Metrology Cultivates the Future

Slavica MATIC¹, Pier Paolo CAPRA², Andrea SOSSO², Claudio FRANCESE², Andrea EGIDI², Giorgio MASOERO³


1)UniPa 2)INRIM 3)Turin Acad. of Agriculture

At INRIM, the primary national metrology institute, an innovative project is underway to apply traditional metrology, based on national standards, to agriculture. The aim is to develop advanced measurement techniques to monitor early and precisely the health status of crops, with particular attention to tomato plants, a crucial model for the agri-food sector.

The proposed techniques take advantage of the high sensitivity and accuracy of metrology, allowing to detect biotic and abiotic stresses, long before symptom appearance. This approach opens new horizons to improve crop production efficiency and reduce environmental impact, with significant implications for food sustainability.

- The project focuses on the following measurements:
1. DC electrical measurements: to monitor the biological cycles of plants to identify common plant pathogens or abiotic stresses.
 2. NIR spectroscopy: used to analyze the health status of plants.
 3. Electronic nose (E-nose): to detect specific volatile compounds associated with plant diseases.
 4. pH measurements: to study pH variations in relation with the plant vigour.

pH METR




Electrochemical measurement of the leaf petioles on-site allowed the differentiation of the pH values between infected and healthy leaves, before the onset of disease symptoms.

5. Temperature and humidity monitoring: essential to optimize growth conditions and combat the development of plant pathogens.
6. Soil chemical analysis: to maximize production yield and promote the improvement of natural ecosystems.

LAMP


A rapid point-of-care diagnostic technique capable of isothermally amplifying plant pathogen sequences.



The **LAMP** has been demonstrated to be a specific and sensitive method for remotely acquired detection of different plant pathogens without requiring nucleic acid extraction in the laboratory.

NIR

A non-destructive analytical technique that uses the **near-infrared** region of the electromagnetic spectrum (780–2500 nm) to measure the chemical composition of materials.




It is widely used in agriculture, food science, and pharmaceuticals for rapid analysis.

Soil chemical analysis provides essential data to optimize agricultural productivity while preserving ecosystem balance. By ensuring efficient nutrient management, this approach enhances crop yield and sustainability, reducing environmental impact and promoting long-term soil health.



e-NOSE

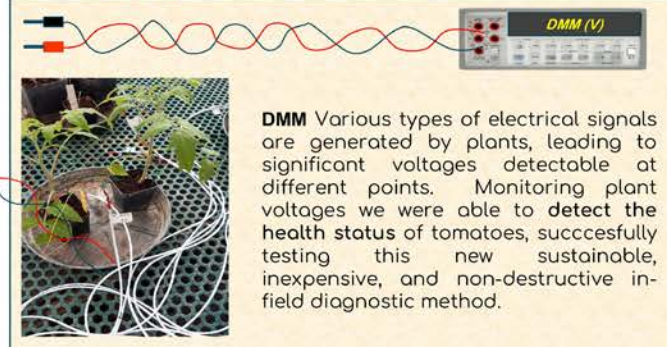


An **electronic nose (e-Nose)** equipped with commercial gas sensors is used to detect specific molecules associated with plant diseases and environmental conditions. This non-invasive technique enables rapid and reliable diagnostics, providing an effective tool for monitoring plant health and environmental quality.

T (°C) - U (%)

Temperature and humidity, both in soil and air, are critical factors influencing agricultural productivity. Accurate monitoring of these parameters enables optimal growing conditions, improving crop yield, resource efficiency, and resilience to climate variations.

DMM (V)



DMM Various types of electrical signals are generated by plants, leading to significant voltages detectable at different points. Monitoring plant voltages we were able to **detect** the health status of tomatoes, successfully testing this new sustainable, inexpensive, and non-destructive in-field diagnostic method.

The ongoing work demonstrates the potential of applied metrology to address one of humanity's most pressing challenges: ensuring the preservation of natural resources and promoting an equitable distribution of well-being. The approach adopted not only contributes to the resilience of agricultural systems, but also favors a transition towards more sustainable and technologically advanced practices. This project highlights the importance of an integrated metrological vision, which combines scientific rigor and innovation to respond to emerging needs of society.

Grazie per l'attenzione