

Gestione e attività dei laboratori olfattometrici pubblici

L'ESPERIENZA DI ARPA PUGLIA

Dott. ssa ANNALISA MARZOCCA

CRA CENTRO REGIONALE ARIA- Ufficio Odori

Struttura dell'UOS Ufficio Odori-Laboratorio Olfattometrico

Tre funzionari:

Dott. ssa M. Brattoli

Dott.ssa A. Marzocca

Dott. A. Mazzone

Referente della Struttura Organizzativa Qualità dell'Aria (RSOQA) per la macro-area

BA-BAT-FG

Dott. L. Angiuli

Direttore del Centro Regionale Aria

Dott. R. Giua

Attività dell'UOS

Laboratorio Olfattometrico

- **Attività IN CAMPO**
Attività il campionamento sulle diverse tipologie di sorgenti ad emissione odorigena

- **Attività ANALITICA**
 - Analisi di campioni gassosi in conformità alla norma UNI EN 13725/2004
 - Elaborazione e trattamento dati
 - Gestione del panel

Ufficio Odori

- **Attività per le istruttorie e i controlli in riferimento ai temi di competenza**

- **Redazione di pareri monotematici in materia di odori nell'ambito di procedimenti autorizzativi**

- **Sopralluoghi e riscontro ad Enti per segnalazioni di molestia olfattiva**

- **Gestione delle segnalazioni.**

LABORATORIO OLFATTOMETRICO

ATTIVITA' OPERATIVE PRELIMINARI

- ALLESTIMENTO DELLA SEDE MEDIANTE ADEGUAMENTO DEI LOCALI CHE OSPITANO LA CAMERA OLFATTOMETRICA
- ACQUISTI DI STRUMENTAZIONE E DI ARREDI DA LABORATORIO E QUELLI DA UFFICIO
- SELEZIONE DEGLI ESAMINATORI



ATTIVITA' ANALITICHE PRELIMINARI

- ESECUZIONE DI PROVE E ANALISI PER LA DEFINIZIONE DEI REQUISITI DI QUALITA'
- REDAZIONE DI PROCEDURE INTERNE DI LABORATORIO CON RELATIVI MODULI DI CALCOLO

ATTIVITA' OPERATIVE PRELIMINARI

CAMERA OLFATTOMETRICA

- ✧ Sistema di trattamento di filtrazione dell'aria esterna con carboni attivi conforme alla UNI EN 13725.
- ✧ Sistema per il controllo della temperatura e dei parametri di ventilazione.
- ✧ Sensori per la misurazione e monitoraggio durante le analisi dei parametri temperatura e CO₂ con data logger certificati Accredia.
- ✧ Controsoffittatura in pannelli di gesso

SISTEMA DI AERAZIONE DELLA CAMERA OLFATTOMETRICA



OLFATTOMETRO



**Olfasense Mod. TO Evolution,
munito di sei postazioni di saggio
contemporaneo corredato da
filtro e compressore operante in
modalità SI/NO o SCELTA
FORZATA su 28 step di diluizione**

L'OLFATTOMETRIA DINAMICA EN 13725 del 2003

- E' la tecnica analitica di riferimento per il monitoraggio delle emissioni odorigene, in quanto è l'unica che individua un metodo oggettivo per la determinazione della concentrazione di odore di una miscela di sostanze odorigene espressa in unità odorimetriche/m³ (UO/m³).
- Fornisce le procedure standard per il metodo di misura olfattometrico, adottato come base comune per la valutazione delle emissioni di odore negli Stati membri dell'UE.

L'OLFATTOMETRIA DINAMICA EN 13725 del 2003

- ❑ Prevede l'utilizzo del naso umano come sensore per la misura
- ❑ Definisce Unità di Odore (1 UO) la quantità di odorante che, fatta evaporare in 1 m^3 di aria neutra, in condizioni standard, ed analizzata mediante metodo olfattometrico, produce nel panel una risposta fisiologica (soglia di percezione) equivalente a quella generata da una quantità del gas di riferimento, n-butanolo, pari a $123 \mu\text{g}$, fatta evaporare in 1 m^3 di aria neutra in condizioni standard (che produce una concentrazione pari a 40 ppb)

qualsiasi odorante, in corrispondenza della soglia di percezione, ha una concentrazione uguale a $1 \text{ OU}_E / \text{m}^3$, come n-butanolo.

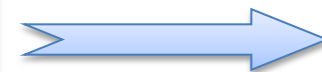
PRINCIPIO DEL METODO OLFATTOMETRICO

*diluizioni
con aria
neutra*



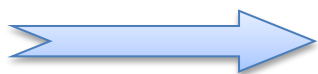
IL PANEL

La diluizione varierà fino a che non si raggiunge il numero di diluizioni in corrispondenza del quale la metà dei valutatori avverte l'odore. Tale concentrazione corrisponde alla soglia olfattiva di percezione del panel, definita come la concentrazione minima di odorante che è percepita con probabilità pari a 0,5.



PRINCIPIO DEL METODO OLFATTOMETRICO

...



La concentrazione di odore (in Unità Odorimetriche) è numericamente uguale al fattore di diluizione alla soglia di percezione: una concentrazione pari a $200 \text{ OU}_E/\text{m}^3$, significa che il campione originale è stato diluito di un fattore 200 per raggiungere la soglia del panel.

MODALITÀ DI ANALISI

SI / NO



All'esaminatore viene chiesto di valutare il gas presentato da una porta specifica e indicare se un odore è percepito o no.

SCELTA FORZATA



All'esaminatore sono presentate due o più porte, di cui una presenta lo stimolo e le altre no. L'esaminatore deve indicare quale delle porte presenta l'odore.

MODALITA' SI / NO

- Nella serie di diluizioni devono essere inclusi il 20% di aria neutra
- Se l'esaminatore effettua più del 20 % di errore sui bianchi (indicandoli come campioni odorigeni), esso sarà escluso dal calcolo del risultato di tale determinazione

Elaborazione dei risultati

Step	CAD
0	—
0	—
5905	—
4313	—
0	—
3159	—
2480	—
0	—
1610	—
1234	—
0	—
823	—
527	—
0	—
406	—
316	—
201	✓
130	✓
99,6	✓

ITE: stima di soglia individuale

ΔZ = Rapporto tra la stima di soglia individuale e la media geometrica di tutte le stime di soglie individuali

se $ITE \geq ITE(\text{medio}) \rightarrow \Delta Z = ITE / ITE(\text{medio})$

se $ITE < ITE(\text{medio}) \rightarrow \Delta Z = - [ITE / ITE(\text{medio})]$

Round 1			
Panelist	ITE	ΔZ	0-Errors
CAD	252.02	-1.09	
TrB	462.56	1.68	8%
GAF	161.65	-1.70	
ZIM	358.18	1.30	
D'E	252.02	-1.09	



Controlli di affidabilità delle risposte:

- Esclusione dei soggetti con più del 20% di errore sui bianchi
- Esclusione dei soggetti che si discostano troppo dalla media delle risposte del gruppo ΔZ (vaglio retrospettivo) $-5 \leq \Delta Z \leq 5$

$$ITE = \sqrt{316 \cdot 201} = 252.02$$

Report dello strumento

Round 1 (CAMPIONE 1_18 1_18 ,

Operator

started / finished

Step	CAD	TrB	GAF	ZIM	D'E
0	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
5905	—	—	—	—	—
4313	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
3159	—	—	—	—	—
2480	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
1610	—	—	—	—	—
1234	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
823	—	—	—	—	—
527	—	—	—	—	—
0	—	✓ X	—	—	—
406	—	✓	—	—	✓
316	—	✓	—	✓	—
201	✓	✓	—	✓	✓
130	✓	✓	✓	✓	✓
99,6	✓	✓	✓	✓	✓
99,6	✓	✓	✓	✓	✓

Round 2 (CAMPIONE 1_18 1_18

Operator

started / finished

Step	CAD	TrB	GAF	ZIM	D'E
0	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
1234	—	—	—	—	—
823	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
527	—	—	—	—	—
406	—	✓	—	—	—
0	—	—	—	—	—
316	—	—	✓	✓	✓
0	—	—	—	—	—
201	—	✓	✓	✓	✓
130	—	✓	✓	✓	✓
99,6	✓	✓	✓	✓	✓
78,1	✓	✓	—	✓	✓

Round 3 (CAMPIONE 1_18 1_18 ,

Operator

started / finished

Step	CAD	TrB	GAF	ZIM	D'E
0	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
1234	—	—	—	—	—
823	—	—	—	—	—
0	—	—	—	—	—
527	—	—	—	—	—
406	—	—	—	—	✓
0	—	—	—	—	—
316	—	✓	—	—	✓
0	—	—	—	—	—
201	✓	✓	— X	✓	✓
130	✓	✓	✓	✓	✓
99,6	✓	✓	✓	✓	✓

Result

Measurement result 549.27 OU_e/m³

Z_{0,6pan} 274.63

*Indication only applicable for measurements in accordance with the traceability requirements of the EN13725.

Round 1			
Panelist	ITE	ΔZ	0-Errors
CAD	252.02	-1.09	
TrB	462.56	1.68	8%
GAF	161.65	-1.70	
ZIM	358.18	1.30	
D'E	252.02	-1.09	

Round 2			
Panelist	ITE	ΔZ	0-Errors
CAD	113.79	-2.41	
TrB	252.02	-1.09	
GAF	358.18	1.30	
ZIM	358.18	1.30	
D'E	358.18	1.30	

Round 3			
Panelist	ITE	ΔZ	0-Errors
CAD	252.02	-1.09	
TrB	358.18	1.30	
GAF	161.65	-1.70	6%
ZIM	252.02	-1.09	
D'E	462.56	1.68	

Esempio di foglio di calcolo

CAMPIONE N. 1					ERRORI BIANCO	BIANCHI TOTALI	% ERRORI BIANCHI	CONTROLLO DI CONFORMITA'	VALIDITA' DEL DATO		
Ciclo di misurazione	Codice esaminatore	Z _{ITE}	Log ₁₀ (Z _{ITE})	ΔZ							
1	CAD	252.02	2.401435007	-1.089724086	0	25	0	CONFORME	VALIDO		
	TrB	462.56	2.665168074	1.68428863	2	25	8	CONFORME	VALIDO		
	GAF	161.65	2.208575709	-1.698931421	0	25	0	CONFORME	VALIDO		
	ZIM	358.18	2.554101332	1.304216754	0	25	0	CONFORME	VALIDO		
	D'E	252.02	2.401435007	-1.089724086	0	25	0	CONFORME	VALIDO		
2	CAD	113.79	2.056104097	-2.413500871	0	19	0	CONFORME	VALIDO		
	TrB	252.02	2.401435007	-1.089724086	0	19	0	CONFORME	VALIDO		
	GAF	358.18	2.554101332	1.304216754	0	19	0	CONFORME	VALIDO		
	ZIM	358.18	2.554101332	1.304216754	0	19	0	CONFORME	VALIDO		
	D'E	358.18	2.554101332	1.304216754	0	19	0	CONFORME	VALIDO		
3	CAD	252.02	2.401435007	-1.089724086	0	18	0	CONFORME	VALIDO		
	TrB	358.18	2.554101332	1.304216754	0	18	0	CONFORME	VALIDO		
	GAF	161.65	2.208575709	-1.698931421	1	18	6	CONFORME	VALIDO		
	ZIM	252.02	2.401435007	-1.089724086	0	18	0	CONFORME	VALIDO		
	D'E	462.56	2.665168074	1.68428863	0	18	0	CONFORME	VALIDO		
					Z _{ITE} medio	Log ₁₀ (Z _{ITE}) medio	Dev. Stand. log ₁₀ (Z _{ITE})	Log ₁₀ Z _{inf}	Log ₁₀ Z _{sup}	Z _{inf}	Z _{sup}
					274.6322642	2.438751557	0.17493	2.266566328	2.610936787	184.742	408.26
					549.2645283					369.485	816.52

IL PANEL

GRUPPO DI VALUTATORI QUALIFICATI (MINIMO 4) PER ESSERE IMPIEGATI COME “SENSORI” NELL’ANALISI OLFATTOMETRICA. IL PANEL DEVE ESSERE SELEZIONATO IN MODO CHE POSSA ESSERE CONSIDERATO UN CAMPIONE RAPPRESENTATIVO DELL’INTERA POPOLAZIONE UMANA.

LA SCELTA DEI PANELIST AVVIENE SECONDO OPPORTUNI CRITERI CONSIDERANDO SOGGETTI AVENTI UNA SENSIBILITÀ OLFATTIVA MEDIA PER RAPPRESENTARE LA POPOLAZIONE.

Avviso pubblico per il reclutamento degli esaminatori di odore

Informazioni tecniche per la definizione e la stesura del bando per la selezione degli annusatori per l'analisi della concentrazione di odore:

- **Attività specifica da affidare all'esaminatore**
- **Modalità di espletamento dell'incarico**
- **Valutazione degli ammessi al bando**
- **Validità ed aggiornamento dell'elenco**
- **Tipologia di contratto**

Selezione degli esaminatori

- **Materiale di Riferimento: odorante (N-BUTANOLO)**
- **La scelta viene fatta in termini di “soglia di percezione” verso l’ n-butanolo. La selezione si basa sull’ipotesi di trasferibilità della risposta dei valutatori verso l’odorante di riferimento a qualunque altro odorante.**
- **Per fare familiarizzare i nuovi esaminatori con i procedimenti olfattometrici, essi devono prima essere addestrati mediante l'esecuzione di almeno una singola misurazione, scartando poi i risultati.**
- **Si devono raccogliere almeno 10 stime di soglia individuale (ITE) per il gas di riferimento ai fini della selezione.**
- **I dati per ogni esaminatore devono essere raccolti nel corso di almeno 3 sessioni in giorni separati con una pausa di almeno un giorno tra le sessioni.**

Selezione degli esaminatori

Perché un esaminatore diventi un membro del gruppo di prova, i dati raccolti per tale esaminatore devono essere conformi ai seguenti criteri:

1. l'antilogaritmo dello scarto tipo SITE calcolato dai logaritmi (\log_{10}) delle stime di soglia individuale, espresse in unità di concentrazione di massa del gas di riferimento deve essere minore di 2.3 $\rightarrow 10^{S_{ITE}} \leq 2.3$
2. la media geometrica delle stime di soglia individuale ITE_{medio} , espressa in unità di concentrazione di massa del gas di riferimento, deve rientrare tra 0.5 volte e 2 volte il valore di riferimento accettato per tale materiale di riferimento \rightarrow l'n-butanolo da $62 \mu\text{g}/\text{m}^3$ a $246 \mu\text{g}/\text{m}^3 \equiv$ da $0.020 \mu\text{mol}/\text{mol}$ a $0.080 \mu\text{mol}/\text{mol}$.
3. Si deve registrare e conservare una cronologia di misurazione per ogni membro del gruppo di prova, determinando una stima di soglia individuale per l'odorante di riferimento per almeno una volta ogni dodici misurazioni regolari in cui è utilizzato tale membro del gruppo di prova.

Selezione degli esaminatori

4. Ogni volta che è raccolta tale stima di soglia individuale per l'odorante di riferimento, si deve completare e valutare la cronologia di misurazione del membro del gruppo di prova in questione.
5. La valutazione deve essere eseguita calcolando i parametri di selezione come definito sopra da almeno le 10 e come massimo le 20 stime di soglia individuali più recenti e confrontare i risultati con i criteri di selezione.
6. Se il membro del gruppo di prova non è conforme, deve essere escluso da tutte le ulteriori misurazioni finché non è nuovamente ripristinata la conformità.

Codice di comportamento del panel

- 1. Il membro del gruppo di prova deve essere motivato ad eseguire il proprio lavoro con coscienza;**
- 2. il membro del gruppo di prova deve essere disponibile ad una sessione completa di misurazione (serie di misurazioni in un giorno, interrotta unicamente da brevi pause);**
- 3. il membro del gruppo di prova deve essere ingaggiato per un periodo di tempo sufficiente a costruire e controllare una cronologia di misurazione;**
- 4. da 30 minuti prima e durante la misurazione olfattometrica, ai membri del gruppo di prova non deve essere consentito fumare, mangiare, bere (eccetto acqua) o fare uso di gomme da masticare o caramelle;**
- 5. i membri del gruppo di prova devono fare particolare attenzione a non causare alcuna interferenza alla propria percezione o a quella degli altri nella camera olfattometrica a causa della mancanza di igiene personale o dell'uso di profumi, deodoranti, lozioni per il corpo o cosmetici;**

Codice di comportamento del panel

6. i membri del gruppo di prova affetti da raffreddore o da altra indisposizione che influenzi la loro percezione olfattiva (per esempio attacchi di allergia, sinusite) devono essere esclusi dalla partecipazione alle misurazioni;
7. i membri del gruppo di prova devono essere presenti nella camera olfattometrica o in locale con condizioni ammissibili 15 minuti prima dell'inizio delle misurazioni al fine di adattarsi all'effettivo ambiente olfattivo della camera olfattometrica del locale di misurazione;
8. durante le misurazioni, i membri del gruppo di prova non devono comunicare agli altri membri i risultati delle proprie scelte.

LABORATORIO OLFATTOMETRICO

ATTIVITA' ANALITICHE PRELIMINARI

VERIFICA DEI VALORI DI FONDO DELLE SACCHE DI CAMPIONAMENTO E IL LIMITE DECISIONALE DELLA MISURA

Il limite decisionale per la misurazione dell'odore è la concentrazione di odore più bassa che può essere determinata come diversa da un campione zero con il 95% di confidenza statistica.

LABORATORIO OLFATTOMETRICO

ATTIVITA' ANALITICHE PRELIMINARI

ESECUZIONE DI PROVE E ANALISI PER LA DEFINIZIONE DEI REQUISITI DELL'ACCURATEZZA E LA RIPETIBILITÀ DEL LABORATORIO SU MATERIALE DI RIFERIMENTO (N-BUTANOLO) IN CONFORMITÀ CON LA UNI EN 13725

CRITERI DI CONFORMITA'
$A_{od} \leq 0,217$
$r \leq 0,477$

TEST DI INTERCONFRONTO TRA LABORATORI



quality parameter assessed using 1-butanol in nitrogen	participation (requirements according to EN 13725)
$A_{95} = 0,071$	complies with requirement: $A \leq 0,217$
$r = 0,226$	complies with requirement: $r \leq 0,477$

STRUMENTAZIONE

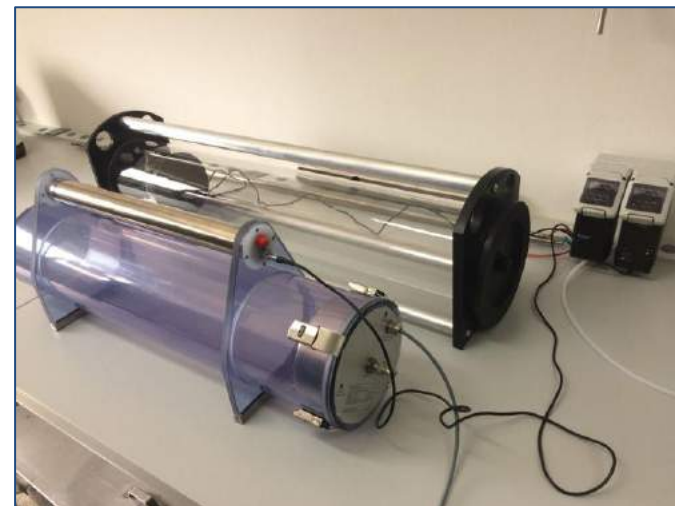
Strumentazione per Tarature interne

- Analizzatore FID interfacciato ad un generatore di idrogeno per effettuare le tarature periodiche dell'olfattometro;



Strumentazione per campionamento

- 2 pompe a depressione per la raccolta istantanea del campione olfattometrico in sacche di materiale polimerico.
- 1 pompa a depressione per il riempimento temporizzato a 30 minuti.



STRUMENTAZIONE

Strumentazione per campionamento

- 1 cappa statica per campionamento su sorgenti areali attive
- Dispositivi di diluizione



- 1 cappa di convogliamento di tipo Low Speed Wind Tunnel per il campionamento di emissioni da sorgenti areali passive



STRUMENTAZIONE

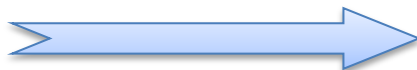
Strumentazione per campionamento

- Sistema di campionamento delle emissioni odorigene in sacchetti o su supporti solidi tramite controllo remotizzato



OPERATIVITA'

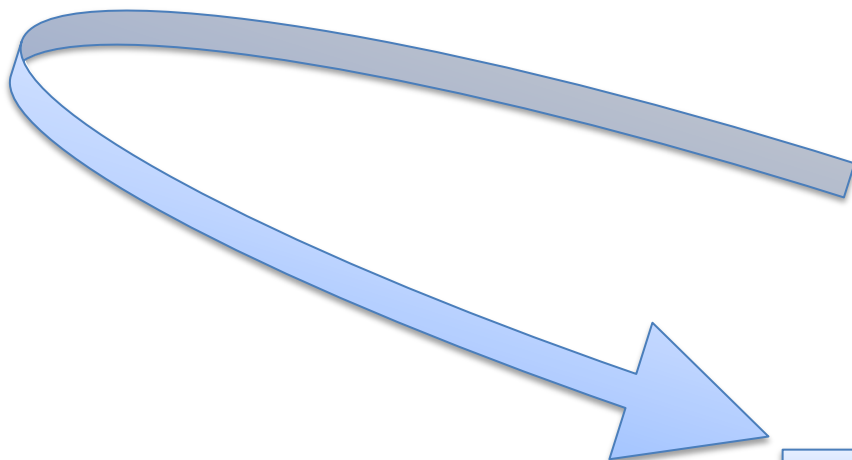
**CAMPIONAMENTO
SULLE DIVERSE
TIPOLOGIE DI
SORGENTI**



**TRASPORTO DEI
CAMPIONI A
TEMPERATURA
CONTROLLATA**



**ACCETTAZIONE
CAMPIONI**



ANALISI DEI CAMPIONI

PERCORSO DI ACCREDITAMENTO DELLA PROVA OLFATTOMETRICA

- ✓ **2 PROCEDURE DI DETTAGLIO REDATTE SECONDO LA UNI EN 13725:2004**
 - ✓ **SELEZIONE DEGLI ESAMINATORI DI ODORE**
 - ✓ **DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ODORE MEDIANTE OLFATTOMETRIA DINAMICA**

- ✓ **INTEGRAZIONE DELLA PROCEDURA GENERALE DEL CRA INERENTE LA GESTIONE DEI CAMPIONAMENTI CON UN PARAGRAFO RELATIVO AI CAMPIONAMENTI OLFATTOMETRICI**

- ✓ **RELATIVI MODULI PER FOGLI DI CALCOLO**

Gravie