



---

AGENZIA REGIONALE PER LA PREVENZIONE E PROTEZIONE AMBIENTALE DEL VENETO

*Laboratori di prova per la sicurezza alimentare: esperienze,  
criticità e prospettive per l'accreditamento*

I.S.S. - Roma, 13-14 Dicembre 2007

**“Criteri applicativi ed esperienze relative alla  
verifica della conduzione delle prove chimiche”**

Alessandro Grigato – ARPAV – Verona

1. Scopo e campo di applicazione
2. Riferimenti normativi
3. Termini e definizioni
4. Requisiti gestionali
- 5. Requisiti tecnici**

1. Scopo
2. Campo di applicazione
3. Rif normativi, termini e definizioni
4. Principi dell'attività di audit
5. Gestione del programma di audit
6. Conduzione dell'audit
- 7. Competenza dell'auditor**

# Riferimenti consigliati

1. AMC, Technical Brief ([www.rsc.org/pdf/amc/brief15.pdf](http://www.rsc.org/pdf/amc/brief15.pdf))
2. NORDTEST, NT Technical Report TR569, *Internal Quality Control*, ([www.nordtest.org](http://www.nordtest.org))
3. EUROLAB, Technical Report 1/2007, Measurement uncertainty revisited – Alternative approaches to uncertainty evaluation ([www.eurolab.org/pub/i\\_pub.html](http://www.eurolab.org/pub/i_pub.html))
4. EUROLAB, Technical Report 1/2006, Guide to evaluation of Measurement of Uncertainty for Quantitative Test Results.

# **5 Requisiti tecnici**

5.1 Generalità

**5.2 Personale**

**5.3 Luogo di lavoro e condizioni ambientali**

**5.4 Metodi prova e taratura e validazione dei metodi**

**5.5 Apparecchiature**

5.6 Riferibilità delle misure

5.7 Campionamento

5.8 Manipolazione degli oggetti da provare e tarare

5.9 Assicurazione della qualità dei risultati

5.10 Presentazione dei risultati

## 5.2 Personale



**Ricordarsi di verificare anche...**

- Definizione di criteri oggettivi per la abilitazione e per il mantenimento della abilitazione
- Registrazioni sul mantenimento
- Abilitazione per gruppi di prove. Attenzione alla compatibilità tra le prove del gruppo

## 5.2 Esempi di NC

*La procedura ... prefissa, per tutte le prove in riconoscimento, gli stessi criteri di qualifica del personale indipendentemente dalle caratteristiche prestazionali degli specifici metodi di prova (CV<20% e 80<recupero<120).*

## 5.3 Luoghi di lavoro e condizioni ambientali



**Ricordarsi di verificare anche...**

- Particolari condizioni di prova previste nel metodo di prova
- Posizionamento delle bilance (tavoli antivibranti, luce solare indiretta)
- Frequenza di eventuali black out
- Vetreria dedicata

## 5.3 Esempi di NC

PREMESSA: trasloco effettuato tre mesi prima

*Prova 1. Durante la effettuazione della prova la bilancia analitica ST26 è rimasta esposta ai raggi diretti del sole.*

*Prova 2 - “Perossidi negli olii” . Non sono state rispettate le condizioni ambientali previste dal metodo ufficiale: la prova è stata eseguita in una stanza investita direttamente dalla luce solare.*

## 5.4.2 Scelta dei metodi



### **Ricordarsi di verificare anche...**

- Corretta esecuzione del metodo di prova
- Sufficiente dettaglio del metodo di prova
- Descrizione di eventuali modifiche apportate
- Definizione dei seguenti punti, almeno:
  - campi di applicazione e di misura
  - caratteristiche tecniche delle apparecchiature
  - modalità di taratura
  - limiti di rivelabilità e di quantificazione
  - ripetibilità
  - calcolo ed espressione dei risultati

## 5.4.2 Esempi di NC

*Prova 5 OD. La procedura di prova .. descrive un procedimento di misura non abbastanza dettagliato da permettere una corretta esecuzione della prova: non sono previsti la leggera agitazione della sonda e il criterio decisionale per la stabilizzazione.*

**NOTA: PROVA IN DOPPIO CON ESITO NEGATIVO**

*Prova 4. Il limite di ripetibilità non viene indicato dal metodo di prova e non è stato calcolato dal lab.*

## 5.4.2 Esempi di NC

*Prova 4 - Nel campo di misura 0,05 – 0,5 mg/l il laboratorio utilizza la cuvetta da 1cm e non da 5 cm come previsto dal metodo di prova.*

*Prova “Rame nei fanghi”. Non è stata predisposta una procedura di dettaglio che definisca:*

- La tecnica di mineralizzazione adottata, tra le tre riportate dal metodo di prova*
- le modalità di taratura: punti, frequenza, controllo; viene eseguita una taratura su 4 punti e non su 3, come previsto dal metodo di prova*
- l'espressione del risultato nel rapporto di prova →*

## 5.4.2 Esempi di NC

...il problema trova un altro riscontro in un ulteriore rilievo afferente al punto 5.10 della norma:

*Il rapporto di prova ... campionato in archivio riporta, per il parametro pH in acque di scarico, un risultato con un numero di cifre decimali (due) non congruente con le indicazioni del metodo di prova (pH 7,28)*

## 5.4.2 Scelta dei metodi

**“Il laboratorio deve confermare che può correttamente eseguire i metodi normalizzati prima di metterli in opera”**

Questo processo è anche chiamato “Validazione secondaria”

o **"Convalida"**



**Ricordarsi di verificare anche...**

- Calcolo della ripetibilità con repliche indipendenti
- Confronto della ripetibilità del lab con quella del metodo normalizzato (se disponibile)
- Verifica della linearità su un numero sufficiente di punti, non solo basata sul coeff di correlazione
- Verifica del rispetto del recupero (se pertinente)

## 5.4.2 Esempi di NC

*Prova 3. Le repliche effettuate per il calcolo della ripetibilità non sono indipendenti in quanto sono state condotte sull'estratto trascurando quindi la fase di preparazione del campione.*

*Prova 4. Il criterio di accettabilità della precisione del laboratorio non è corretto perché si basa sul confronto tra ripetibilità del laboratorio e riproducibilità del metodo di prova.*

## 5.4.4 Metodi non normalizzati



**Ricordarsi di verificare anche...**

Validazione dei metodi non normalizzati. Ad esempio alcuni metodi ISTISAN sono metodi ufficiali ma non sono normalizzati. Infatti nell'ultima pagina è riportato che....

*La responsabilità dei dati scientifici e tecnici pubblicati nei Rapporti e Congressi ISTISAN è dei singoli autori*

## 5.4.5 Validazione dei metodi



**Ricordarsi di verificare anche...**

- Validazione di estensioni e modifiche di metodi normalizzati
- Definizione dei requisiti prestazionali
- Validazione di procedure di taratura interne
- La correttezza delle tecniche utilizzate
- La terminologia, ad evitare pericolosi fraintendimenti →

# termini pericolosi:

- Riproducibilità intralaboratorio
- LOD (limit of determination)
- Accuratezza (della media) = Esattezza
- .....

La  è uno strumento di precisione che garantisce una esattezza e una riproducibilità eccellenti. Gli errori di precisione (a) e di riproducibilità (P) dei volumi dei liquidi dipendono dalla qualità dei puntali utilizzati. Gli errori indicati nella tabella sono stati ottenuti usando puntali

CARATTERISTICHE					
Modello	Rif	Capacità [μl]	Errore di precisione [%]	Errore di ripetitività [%]	Colore del cono
		0,2	± 12	≤ 6,0	

**Errore di precisione = Esattezza**

**Errore di ripetitività = Precisione**

		Max 10,0	± 0,5	≤ 0,4	
--	--	----------	-------	-------	--

## 5.4.5 Esempi di NC

*Prove campionate.... la dichiarazione di conformità viene rilasciata a fronte dei medesimi requisiti prestazionali, indipendentemente dalle caratteristiche dei metodi di prova ( $CV < 20\%$  e  $80 < \text{recupero} < 120$ )*

*Prova 4 - Molinate in acqua potabile. Nella procedura di prova ... non sono descritte le modalità con cui viene calcolato il “limite di **determinazione**”*

**NOTA: il problema era già stato “preannunciato” dal RED →**

## 5.4.5 Esempi di NC

(Da RED dell'elenco prove in estensione)

*Il campo di misura riportato ( $\geq 800$  ug/l) non è compatibile con i dati di validazione del metodo interno (linearità 8-160 mg/l; limite di quantificazione 2,1 mg/l).*

*La procedura di taratura delle micropipette ... non è stata validata, inoltre: non riporta criteri di accettabilità per la ripetibilità; non prevede il controllo delle condizioni ambientali e le caratteristiche delle apparecchiature e dell'acqua da utilizzare; non prevede l'emissione di un rapporto di taratura.*

## 5.4.6 Stima dell'incertezza di misura



### Ricordarsi di verificare anche...

- Compatibilità di  $U$  con i dati di validazione
  - Limite di ripetibilità più stretto di  $U$
  - Incertezza di taratura più stretta di  $U$
  - Cifre significative compatibili con  $U$
  - $U$  accettabile al LOQ
  - $2S_{\text{int}} \leq U$
- Lo scarto tipo utilizzato nell'approccio metrologico
  - Scarto tipo di ripetibilità intermedia
  - Scarto tipo della singola misura per  $U$  riferita al valore individuale

## 5.4.6 Esempi di NC

*Prova 4. L'incertezza di misura e il limite di ripetibilità non sono tra loro compatibili ( $U=7\mu\text{g/l}$  e  $r=17\mu\text{g/l}$  a livello di  $40\mu\text{g/l}$ )*

*Prova 1. Nel budget dell'incertezza è stato preso in considerazione lo scarto tipo della media di 12 misure e non lo scarto tipo della singola misura.*

*Acidità negli olii. L'incertezza calcolata è relativa al risultato di una singola misura e non alla media di due repliche come previsto dal metodo ufficiale*

## 5.5 Apparecchiature

Ricordarsi di verificare l'elenco cronologico degli inconvenienti riscontrati



# Per un audit costruttivo...

L'ispettore ha una grande responsabilità perché influenza lo sviluppo tecnico e culturale del laboratorio.



Deve quindi essere tecnicamente competente!

# La valutazione delle AC proposte

PREMESSA: Il lab, **al terzo accreditamento**, non conosce il termine “**limite di ripetibilità**”, **non ha mai verificato la precisione della prova campionata**, non rispetta le modalità operative dei metodi, ha “sballato” le prove in doppio delle due prove (non comunicate)..

...e in più, a fronte del rilievo sulla mancanza di attività di QC, propone la seguente AC:

*“ Si procederà alla valutazione dell’accuratezza utilizzando la carta dei ranges, mentre per la valutazione della precisione si procederà al confronto tra le medie dei risultati della sede secondaria con quelle della sede primaria.”*

# Per un audit costruttivo...

E' SOLO "COLPA" DEL LABORATORIO???



Devi essere tecnicamente competente, ma questo non basta: un audit efficace e costruttivo si basa anche su buone capacità relazionali.

# Per un audit costruttivo...

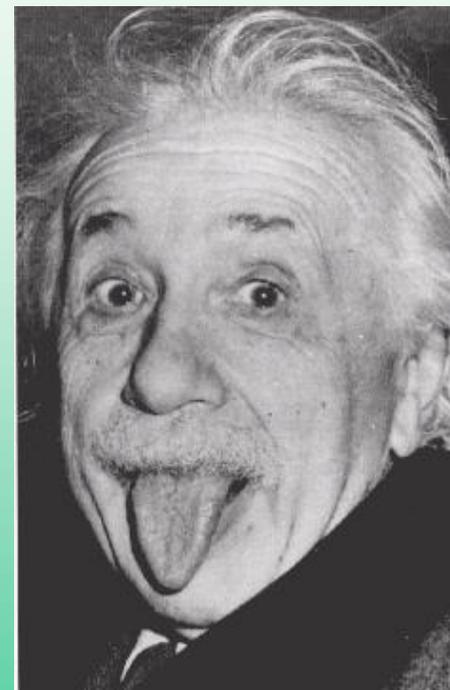
- Ogni audit è una nuova sfida / esperienza
- Sforzati di capire la nuova realtà che hai di fronte
- Un problema può essere affrontato e risolto in molti modi diversi, non solo con quello che conosci tu
- La diversità è sempre una opportunità di crescita e di miglioramento
- **Se alla fine dell'audit non hai appreso qualcosa di nuovo, allora non hai fatto bene il tuo lavoro.**

By Silvia Tramontin

# Per un audit costruttivo...

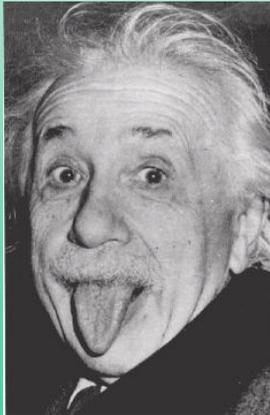
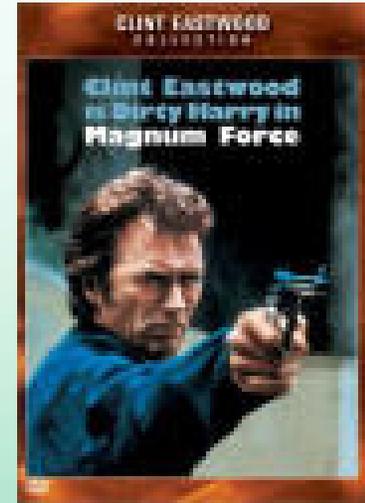
Formulare correttamente i rilievi.

*La formulazione di un problema è di gran lunga più difficile della sua soluzione.*



**Un rilievo espresso male o NON CONDIVISO è più dannoso di un rilievo sfuggito all'ispettore**

# L'ispettore non è....



Grazie e buone  
feste a tutti