



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Attività internazionali, Eurachem

Marina Patriarca, Istituto Superiore di Sanità - ISS

VIII Workshop dei Laboratori di Riferimento
per Metalli Pesanti negli Alimenti e nei Mangimi e Additivi nei Mangimi
Torino, 13 - 14 dicembre 2018





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Ridefinizione delle unità del SI





Una decisione storica!

- **Chi:** I 54 Stati Membri della Convenzione del Metro
- **Quando:** 16 Novembre 2018
- **Cosa:** approvazione all'unanimità della revisione del Sistema Internazionale delle Unità di misura (SI) che modifica le definizioni delle unità per le grandezze massa, temperatura termodinamica, intensità di corrente elettrica e quantità di sostanza). Tutte le unità del SI sono ora definite in termini di costanti universali.
- **Perchè:** aumentare la stabilità e l'accuratezza del SI e soddisfare le necessità delle nuove tecnologie
- **In vigore dal:** 20 Maggio 2019



Un passo indietro...

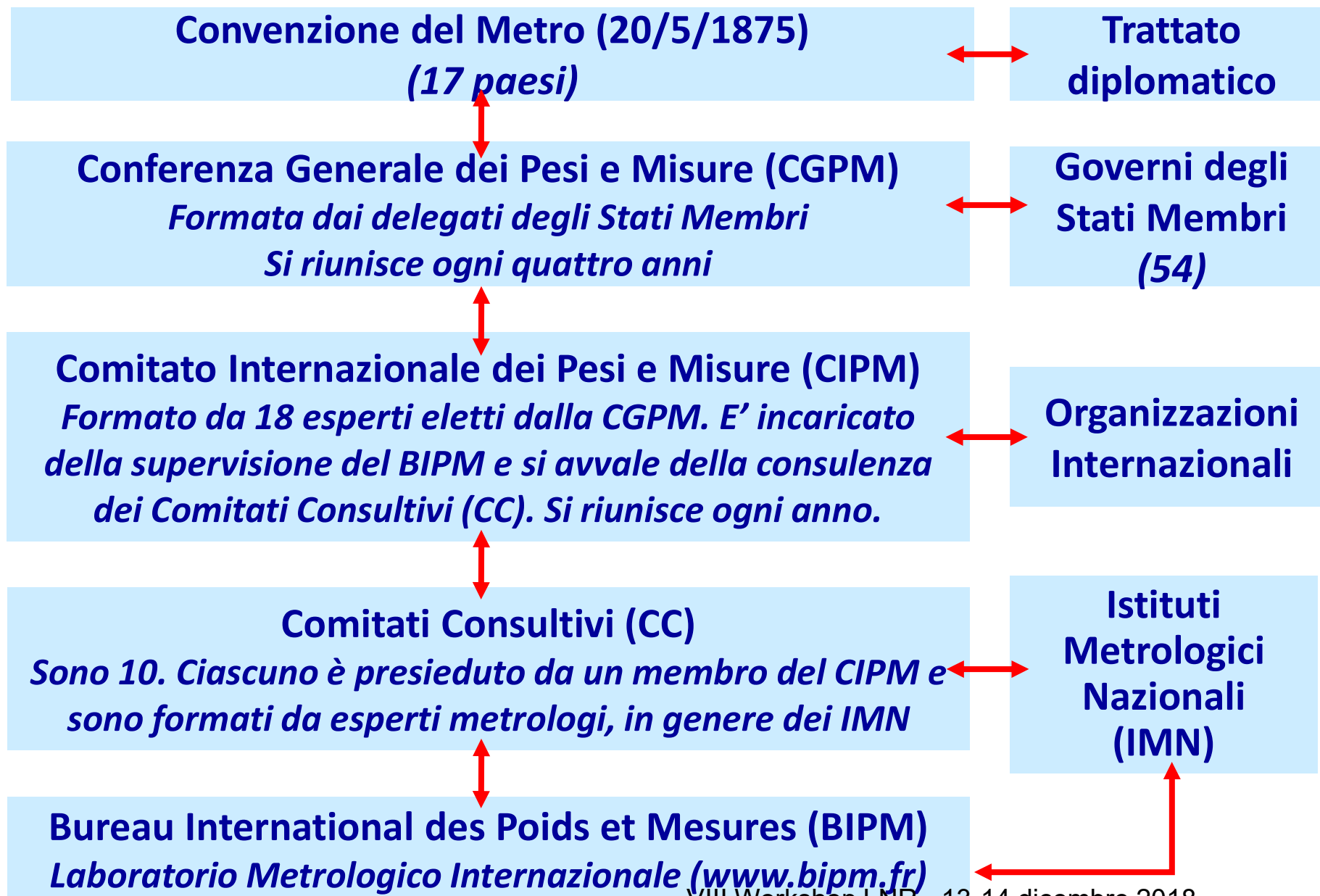


Nel 1120 Enrico I di Inghilterra decretò come riferimento comune per le misure di lunghezza:

“la distanza tra la punta del naso del Re e l’estremità del Suo pollice con il braccio disteso”

http://www.npl.co.uk/about/history_length/page02.html

STRUTTURA METROLOGICA INTERNAZIONALE



Sistema Internazionale delle unità di misura

Unità di base

Grandezza

- Lunghezza
- **Massa**
- Tempo
- **Intensità di corrente elettrica**
- **Temperatura termodinamica**
- **Quantità di sostanza**
- Intensità luminosa

Unità SI

- metro (m)
- kilogrammo (kg)
- secondo (s)
- ampere (A)
- kelvin (K)
- mole (mol)
- candela (cd)

DPR n. 802 del 12 agosto 1982

Attuazione della direttiva (CEE) n. 80/181 relativa alle unità di misura



Unità di massa: kilogrammo, simbolo: kg

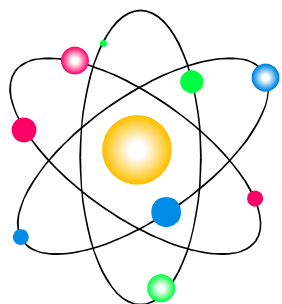
Il Prototipo Internazionale del Kilogrammo (un cilindro di una lega di platino (90%) e iridio (10%)), conservato in aria sotto tre campane presso il BIPM.

Utilizzato da 130 anni, è l'ultima unità SI basata su un artefatto fisico.





UNITA' DI QUANTITA' DI SOSTANZA



La mole è la quantità di sostanza di un sistema che contiene tante entità elementari (atomi, molecole, ioni, elettroni, ecc) quanti sono gli atomi in 0,012 kg di carbonio 12.

(14° CGPM, 1971, Ris. 3)



Nuove definizioni in base a costanti fondamentali

- kilogrammo → costante di Planck (h)
- ampere → carica elettrica elementare (e)
- kelvin → costante di Boltzmann (k)
- mole → costante di Avogadro (N_A)



Perché è importante?

- Elimina la necessità di fare riferimento ad un singolo oggetto fisico
- Elimina le conseguenze della deriva nel tempo dei valori dei campioni nazionali periodicamente confrontati con il prototipo
- Aumenta l'accuratezza nella realizzazione delle unità di misura per far fronte alle necessità delle nuove tecnologie
- Rende le basi del SI disponibili per tutti



Basi scientifiche: bilancia di Kibble

- Confronto diretto tra la forza generata da un campo elettrico e la forza gravitazionale su un campione di massa.
- Al livello di accuratezza oggi raggiunto, mette in relazione la forza generata con costanti fondamentali, tra cui la costante di Planck e la carica elettrica fondamentale.
- E' quindi possibile definire le unità SI di massa e intensità di corrente elettrica in base a queste costanti fondamentali.



Basi scientifiche: il numero di Avogadro

Il numero di atomi in una mole di silicio (Si) determinato con accuratezza di uno su un miliardo attraverso:

- Dimensione, misurata mediante cristallografia
- Densità
- Massa atomica

Materiale: Cubo di Si purissimo, ad elevato arricchimento in ^{28}Si

Verifica della congruenza delle nuove definizioni per le unità di massa e di quantità di sostanza



Cosa cambia per i laboratori di prova?

- In pratica, nulla
 - Il miglioramento delle incertezze è molto piccolo rispetto alle incertezze nelle misurazioni di routine
 - Non è necessario ripetere tarature
 - Il Sistema Nazionale di Taratura non verrà modificato nell'immediato e i principi del CIPM Mutual Recognition Arrangement rimangono validi.
- Nel tempo, potrebbero esserci
 - Piccoli cambiamenti nella determinazione delle masse atomiche
 - Sviluppo di strumenti ad accuratezza più elevata (ad es. termometri)



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

**30th Inter-Agency Meeting
(IAM-30)
Budapest 5 May 2018**

Report to Eurachem General Assembly
Dublin 17 - 18 May 2018



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Inter-Agency Meeting: aims

- to promote co-operation between international organisations (INGO, IGO) involved in:
 - development of methods of analysis and sampling for food products
 - related quality assurance measures
- to support the needs of the Codex Alimentarius Commission.

Eurachem holds observer status.



Specific aims

To address opportunities for harmonised approaches, by promoting:

- common rules for:
 - validation of methods of analysis and sampling
 - associated quality assurance measures
- coordination of efforts
- international collaboration
- uniformity of terminology



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Method Validation/Statistical Update Issues



AOAC Expert Review Panel Methods Progress – use of proficiency test data

- On-going project
- Collect data from two specifically organised proficiency tests on infant formula
- Use them to evaluate the performance of both official and other methods used by participants, in terms of repeatability, reproducibility and trueness.



International GLs for the validation of qualitative methods

- Draft technical specification ISO/DTS 16393
“Molecular biomarker analysis -- Qualitative methods -
- Validation scheme for binary analytical methods for
food and food products”.
- Commission Regulation (EU) No 519/2014, item
4.3.2. "Specific requirements for semi-quantitative
screening methods“:

two types of qualitative tests:

- those devoted to determine a nominal property
- those aiming to assess the conformity of an item to a specification, based on pre-established cut-offs, in terms of a binary (Yes/No) response.

Different statistical methods

Higher complexity and costs associated with the full characterisation of a nominal property.



Revision of ISO 5725 - update

- Part 1. General principles and definitions
- Part 2. Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- Part 3. Intermediate measures of the precision of a standard measurement method
- Revision project initiated: ISO/AWI 5725-1 – 2015
- ISO/CD 5725-2 registered and ballot initiated on 15 03 2018
- Decision to revise: 2018



Revision of ISO 5725 - update

- Part 4. Basic methods for the determination of the trueness of a standard measurement method
- Part 5. Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method
- Part 6. Use in practice of accuracy values
- ISO/CD 5725-4 registered in 2016. First ballot completed. Work on-going
- Decision to revise: 2015.
- Reviewed and confirmed in 2017



Update on AOAC/IDF/ISO Method Review Process

- review of the characteristics of methods currently endorsed by Codex and their corresponding classification according to the Codex criteria, for purposes of harmonization in view of creating an electronic searchable database of Codex methods
- On-going



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Update on published reports

Non-targeted testing:

- USP-FCC guidance in Food Chemicals Codex (2018)
- Further developments, online in the December 2018 FCC Forum

www.foodchemicalscodex.org/fcc-forum

open for public comments for at least 90 days.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

From the Codex Secretariat

- Inclusion of information on IAM members activities in the CCMAS agenda.
- Recommendations to strengthen collaboration and identify good practices and possible synergies with relevant INGOs and IGOs, including observers.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

**39th CODEX Committee on Methods
of Analysis and Sampling Meeting
(CCMAS39)
Budapest 7-11 May 2018**

Report to Eurachem General Assembly
Dublin 17 - 18 May 2018



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling: aims

Set up to maintain a body of appropriate methods of analysis and sampling of food products and related quality assurance measures.

Exclusions:

- residues of pesticides or veterinary drugs in food
- assessment of microbiological quality and safety in food
- assessment of specifications for food additives



Activities

- Defining appropriate criteria for endorsement
- Collaborating with other international groups also working on the same topics
- Identifying methods of analysis and sampling appropriate to Codex Standards
- Defining procedures and guidelines for the assessment of food laboratory proficiency, as well as quality assurance systems for laboratories.

Eurachem attends as an observer.



Guidelines on Measurement Uncertainty - revision

- GL aimed primarily to inform bodies
- Improve and clarify the content.
- Cover general aspects of MU, without recommendation of lot assessment
- Illustrate:
 - the use of MU in the interpretation of meas. results;
 - the relationship between MU and the sampling plan.
- The work will be carried out via eWG led by DE.
- Participation open to Codex Members and Observers.



General Guidelines on Sampling - revision

- Including development of electronic tools/apps to support the appropriate design of sampling plans
- Existing similar tools (links in the report):
 - FAO mycotoxin sampling tool
 - FAO/WHO microbiological sampling plan analysis tool
 - FAO/WHO histamine sampling tool
- The work will be carried out via eWG led by NZ.
- Participation open to Codex Members and Observers.



- FAO mycotoxin sampling tool
(<http://tools.fstools.org/mycotoxins/>)
- FAO/WHO microbiological sampling plan analysis tool
(<http://tools.fstools.org/Samplingmodel/>)
- FAO/WHO histamine sampling tool
(<http://tools.fstools.org/histamine/>).

Histamine Sampling Tool (Version 1.0)

[\(Home | Design a Plan | Analyze a Plan\)](#)



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations



Design a Plan

This tool will attempt to find sampling plans which meet user-defined objectives.

The tool will search for combinations of the number of samples, n , and a concentration threshold, m , that achieve these objectives.

Default values are provided for the different parameters listed below. You can modify these default values to match your requirements and click

Parameter	Value	Allowable Range	Description
Histamine Limit (H) (mg/kg):	<input type="text" value="200"/>	(10 to 500)	This is a user-defined maximum acceptable concentration, often a health-based and/or regulatory limit.
Level of Protection:	1 in <input type="text" value="10000"/>	(100 to 1,000,000)	This is the maximum acceptable fraction of samples from a lot allowed to exceed the histamine concentration limit (H). E.g. 1 in 10,000 samples.
Confidence Limit (%):	<input type="text" value="98"/>	(20 to 99)	This is the desired confidence limit that lots that do not meet the level of protection specified will be rejected by the sampling plan.
Standard Deviation (\log_{10}):	<input type="text" value="0.5"/>	(0.1 to 2.0)	This is the expected standard deviation of the histamine concentration within a lot. It is on the \log_{10} scale. When combined with a \log_{10} mg/kg mean concentration value, it is used to generate a log-normal distribution of histamine concentration within the lot.
Acceptable number of samples above little m (c):	<input type="text" value="0"/>	(0 to 200, $\leq n_{\max}-1$)	The plan design will include a parameter which defines a concentration threshold, m , generally referred to as "little m ." Sample concentrations higher than little m are counted and compared to this value, c . If the count exceeds c then the lot is rejected.
Maximum samples (n_{\max}) to test:	<input type="text" value="10"/>	(1 to 1,000)	The tool will consider plans where the number of samples, n , does not exceed n_{\max} .

Results will be displayed below.

Histamine Sampling Tool (Version 1.0)

[\(Home | Design a Plan | Analyze a Plan\)](#)



Food and Agriculture
Organization of the
United Nations



Analyze a Plan

This tool estimates the probability of accepting lots of product given that they are tested according to a user-defined sampling plan.

Default values are provided for the different parameters listed below. You can modify these default values to match your requirement

Parameter	Value	Allowable Range	Description
Number of samples (n):	<input type="text" value="3"/>	(1 to 1,000)	The number of samples to be tested per lot.
Little m (mg/kg):	<input type="text" value="50"/>	(1 to 200)	Sample concentrations higher than little m are counted and compared to c, below. If the count exceeds c then the lot is rejected.
Acceptable number of samples above little m (c):	<input type="text" value="0"/>	(0 to 200, <= n-1)	This is the acceptable number of samples allowed above little m before the lot is rejected. A value of 0 indicates the lot will be rejected if any samples are found above little m. Note, if Big M is included, a single sample above Big M will result in the lot being rejected regardless of the value of c and c should be greater than 0.
Optional: a second concentration parameter, Big M, is included for three-class sampling plans. If a single sample has a concentration higher than Big M, the lot is rejected.			Include Big M: <input type="text" value="No"/>
Concentration Threshold for Unacceptability (M) (mg/kg):	<input type="text" value="200"/>	(10 to 500)	Big M must be greater than little m if not included.
Histamine Limit (H) (mg/kg):	<input type="text" value="200"/>	(10 to 500)	This is a user-defined maximum acceptable concentration, often a health-based and/or regulatory limit.
Standard Deviation (log₁₀):	<input type="text" value="0.5"/>	(0.1 to 2.0)	This is the expected standard deviation of the histamine concentration within a lot. It is on the log ₁₀ scale. When combined with a log ₁₀ mg/kg mean concentration value, it is used to generate a log-normal distribution of histamine concentration within the lot.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

World Food Safety Day

Invito del Codex per la preparazione di uno o più mini video per promuovere il World Food Safety Day (7 giugno 2019).

Data la rilevanza dell'evento, è importante che il nostro Paese sia presente!

Mettiamo in gioco la nostra creatività e immaginazione!

Nel link:

<https://twitter.com/FAOWHOCodex/status/1041605199037644800>

troverete alcuni esempi.

E le informazioni su come inviare le vostre idee e proposte.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Una rete europea di istituti metrologici ed altre organizzazioni interessate alle misurazioni analitiche

34 paesi membri



Per l'Italia:





Cos'è Eurachem? www.eurachem.org

- **Una rete europea** di istituti metrologici ed altre organizzazioni interessate alle misurazioni analitiche
- **Scopo:** promuovere la qualità delle misurazioni analitiche, sostenere e migliorare la riferibilità in chimica
- **Come:** attraverso Gruppi di lavoro, Linee guida autorevoli, Workshop e altri eventi formativi, Network nei paesi membri. Tutti documenti guida Eurachem sono liberamente accessibili e possono essere tradotti dai paesi membri nella propria lingua
- **Si rivolge a:**
 - laboratori che eseguono misurazioni analitiche
 - enti di accreditamento
 - utenti (a qualsiasi titolo) dei dati di laboratorio
 - società scientifiche e associazioni di laboratori analitici



Novità da Eurachem

- Eurachem Newsletter
- Foglio informativo “Treatment of observed bias”
- Foglio informativo “Setting target measurement uncertainty”
- Foglio informativo “A new ISO/IEC 17025 for laboratories”
- Traduzione italiana del Foglio informativo “Prove valutative: quante e quanto frequentemente?”
- Revisione della Guida Eurachem/CITAC su “Riferibilità delle misurazioni analitiche” (2019)
- Gruppo di lavoro “Reference Materials”
- 2019 Training Course “Laboratory Accreditation: Critical issues of the accreditation standards - ISO/IEC 17025:2017 and ISO 15189:2012” Nicosia, Cyprus, 21-22 Febbraio 2019
- 2019 Workshop on Validation of targeted and non-targeted methods of analysis, Tartu, Estonia, 20-21 Maggio 2019
- Nuova presidenza



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Eurachem

A focus for analytical chemistry in Europe

Words from the Chair....

Ladies and gentlemen,

With a great pleasure I keep track of the growing international recognition of Eurachem and its unflagging effort in the field of metrology in chemistry. You may not be aware that several of our guides were translated to non-European languages. For instance the Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement Guide is



David Milde speech at the OPCW event.
Photo: Michalis Ioannou

News

Issue 35

Autumn/Winter 2017

In this Issue:

<i>Words from the Chair</i>	1
<i>Eurachem Week 2017</i>	2
<i>The General Assembly</i>	4
<i>PT Workshop</i>	6
<i>Changes in ISO/IEC 17011</i>	7
<i>News</i>	8
<i>Working Group Reports</i>	10
<i>National Reports</i>	12
<i>Upcoming Meetings</i>	19
<i>Contact points</i>	20

Important information to our customers concerning the quality of measurements

1 Do you use results of chemical analyses as a basis for your decisions and judgements?

2000



2 Nobody is



Eurachem



A FOCUS FOR ANALYTICAL CHEMISTRY IN EUROPE

CITAC



Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

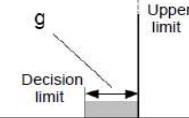
2009

Use of uncertainty information in compliance assessment

In this leaflet we present the Eurachem/CITAC guide on how to assess compliance with a specification or a regulation

Introduction

When test results are used to assess compliance i.e. whether specifications or regulations are met, measurement uncertainty of the test results taken into account. Assessment of compliance in cases I and IV in Figure 1 is clear –



Eurachem



A FOCUS FOR ANALYTICAL CHEMISTRY IN EUROPE

CITAC



Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

Metrological Traceability of Analytical Results

2005

In order for results to be comparable we need traceability.

In this leaflet we would like to point out to analytical laboratories what traceability is and how a laboratory can demonstrate traceability of its results using an example of a mercury determination.



About

The references

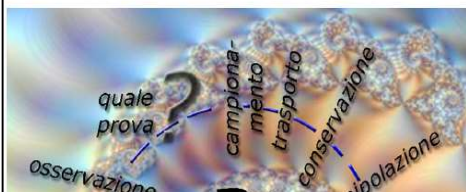
Ideally the references should be values of national and international standards expressed in SI units. The traceability is realised through chains of calibration. For temperature and many other physical quantities

Prove valutative per le fasi pre- e post-analitiche

2009

Introduzione

Di solito le analisi chimiche di routine comprendono parecchie fasi, ad es. la scelta del procedimento, il campionamento, la preparazione del campione, la misurazione, il calcolo del risultato, la stima dell'incertezza di misura e l'emissione di un rapporto di prova per il cliente. Il risultato fornisce la base per decisioni ed azioni importanti. Le fasi che precedono e seguono la misurazione vengono spesso definite fasi "pre- e post-analitiche". Vi sono molte fonti di incertezza associate con queste fasi, alcune delle quali possono porre limiti oggettivi al grado di qualità complessiva del risultato.



I programmi di proficiency testing (PT) e di valutazione esterna della qualità (VEQ) rappresentano dei mezzi obiettivi per valutare la qualità delle analisi di routine. Tuttavia, quando, nelle fasi che precedono o seguono la misurazione, esistono procedure specifiche che si applicano ai campioni di prova, ma

Proficiency Testing (Prove valutative) ed altri confronti interlaboratorio

Tipologie di confronti interlaboratorio

2005

In che modo la partecipazione a prove valutative può essere utile al mio laboratorio?

Introduzione

La partecipazione a prove valutative (Proficiency testing, PT) può riguardare prove di tipo quantitativo, qualitativo o interpretativo, tuttavia in questo contesto vengono trattati solo i PT per prove quantitative. La partecipazione a PT è una parte essenziale dell'assicurazione della qualità nei laboratori di analisi ai quali fornisce molti vantaggi. Nei PT l'organizzatore valuta le prestazioni dei partecipanti in base a criteri definiti a priori nella fase di progettazione dello schema di PT.

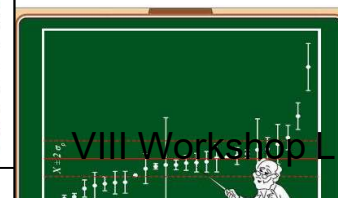
Valutazione della prestazione

La maggior parte degli schemi di PT prevede una forma di punteggio, il "z-score" o altri punteggi simili⁽¹⁾, e criteri di valutazione corrispondenti. Vengono stabiliti il valore assegnato, X , e lo scarto tipo per la valutazione delle prestazioni; questi valori sono utili per calcolare il punteggio ottenuto dal risultato del laboratorio, x , ad esempio lo z-score con la formula: $z = (x - X) / \sigma_p$

La valutazione degli z-score si basa sui criteri seguenti:

- $|z\text{-score}| \leq 2,0$ è ritenuto soddisfacente;
- $2,0 < |z\text{-score}| < 3,0$ suggerisce un possibile problema ("segnale di allarme");
- $|z\text{-score}| \geq 3,0$ è ritenuto non soddisfacente (1).

Questa valutazione si basa sull'assunto che i risultati analitici seguano una distribuzione



VIII Workshop LNR 13-14 dicembre 2018



A new ISO/IEC 17025 for laboratories

Something is changing in the life of laboratories!

A significant revision has led to the publication of ISO/IEC 17025:2017. A three-year transition period is provided for all parties to fully implement the new version but some effort will be required to ensure a smooth transition. This applies to laboratories and national accreditation bodies. The latter will be supported by regional and international accreditation organisations which need to ensure a harmonised procedure for the implementation of the Standard, the assessment of laboratories and the peer review of the accreditation bodies. The structure of the Standard has changed extensively to be in line with the format of the new ISO/IEC 17000 series but the requirements for laboratories remain broadly similar.

What is changing?

- The structure (see Fig. 1)
- Sampling addressed as a standalone activity
- The use of a decision rule
- Risks and opportunities
- The management system
- Reference to new standards
- The Annexes



Figure 1: Comparison of 2005 and 2017 versions of ISO/IEC 17025

New definition of "laboratory"

A laboratory is defined as a body performing one or more of the following activities: testing; calibration; and sampling, associated with subsequent calibration or testing. The "subsequent calibration or testing" are not necessarily carried out in the same entity. This means that sampling as a standalone activity can be accredited against the Standard.

The decision rule

A decision rule describes how measurement uncertainty is accounted for when stating conformity with a specified requirement. It is the laboratory's responsibility to document the decision rule, including the statistical basis, and to communicate it to and agree it with the customer. Further information is available in ISO/IEC Guide 98-4 [1] and a guide published by Eurachem/CITAC [2].

Risks and opportunities

It is the laboratory's choice how to address risks. This requires deliberate consideration of what is important for the individual laboratory. The process involves identifying, evaluating and defining measures to control risks and enhance opportunities for the laboratory to achieve its purpose and objectives.

The Standard requires the laboratory to plan and implement actions to address risks and opportunities. This is reflected not only in a number of subclauses – i.e. on impartiality, statements of conformity, management of nonconforming work, and management reviews – but in its philosophy as a whole. No reference is made to "preventive actions" – risk-based provisions as well as clauses relating to improvement cover the need.



The management system

Two options for laboratories



Figure 2: Management system options. Annex B gives more detailed information

There are two management system options (see Fig. 2).

Option A: Compliance with the provisions of clauses 4-7 and 8.2-8.9.

Option B: Laboratories implementing a management system in accordance with ISO 9001 need to comply with clauses 4-7 of ISO/IEC 17025.

Some other significant changes

- Clause on improvement now includes feedback from the customer.
- Emphasis on impartiality – defined as "presence of objectivity" – and confidentiality.
- Liability is covered in more detail; some of its aspects are addressed under confidentiality.
- Metrological traceability is addressed in more detail (reflecting the provisions of ILAC P10 [3]) with reference to relevant international agreements. Annex A provides further details.
- Specific requirements for reporting sampling activities.
- Requirement to take into account uncertainty from sampling.
- More detailed requirements on expression of opinions and interpretations.
- Additional tools are listed to ensure the validity of results. More strict requirements are set with regard to participation in proficiency testing.
- More detailed requirements for control of data and information management, taking into account new technology.
- Management review shall reflect the various changes, including risks and opportunities.
- A quality manual, as such, is not required.
- Additional requirements are set for externally provided products and services; according to a Note, the latter can include, among others calibration, sampling and testing services (i.e. subcontracting).
- "Laboratory management" is used instead of "top management". The terms "technical manager" and "quality manager" are not used; relevant responsibilities are to be assigned to competent personnel.

How can laboratories proceed smoothly?

- Obtain a copy of the new standard and have a clear understanding of its philosophy and provisions.
- Make a cross-reference table illustrating the link between existing processes and procedures and the relevant clause in the new standard.
- Examine existing procedures in light of the risk-based approach to evaluate whether they are still relevant for your laboratory.
- Identify any clauses that seem to require new procedures (gap analysis plus risk assessment).
- Communicate with the national accreditation body.
- Plan internal audit and management review to check the appropriateness of the revised system.

Useful information on the new standard...

Can be found in the Eurachem News article at <http://www.eurachem.org/17025>, the EuroLab "cookbooks" at <http://www.eurolab.org/cocokbook>, the ISO videos at <http://www.iso.org/17025/101> and <http://www.iso.org/17025/102>, and the ISO brochure at <http://www.iso.org/17025/103>.

References

- [1] ISO/IEC Guide 98-4:2012, Uncertainty of measurement – Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment (available as JCGM 106 from www.bipm.org)
- [2] S. L. R. Ellison and A. Williams (Eds), Eurachem/CITAC guide: Use of uncertainty information in compliance assessment, First Edition (2007) (available from www.eurachem.org)
- [3] ILAC P10-01/2013 ILAC Policy on Traceability of measurement results (available from www.ilac.org)



Setting Target Measurement Uncertainty

Measurement results are only fit for purpose if the measurement uncertainty (MU) is reliable and has a magnitude small enough for the intended use. The target MU is the maximum admissible uncertainty defined for a specific measurement goal.

In compliance assessment, the MU should be small enough to enable identification of deviations from compliance relevant to the interests to be protected (such as public health or industrial productivity). Too large an uncertainty would not provide the required protection, while an uncertainty that is too small could mean the use of unnecessary expensive measurements.

The Eurachem/CITAC guide on 'Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement' suggests how to set upper boundaries for the uncertainty based on the intended use of the result [1].

The impact of the MU on decisions is illustrated in a fictional scenario.



Mr. Rais is a farmer planning to sell oranges to a juice producer. The juice producer checks oranges for thiazobenzazole pesticide residues and Brix level (degrees Brix provides a measure of orange juice sweetness). The producer only accepts oranges with thiazobenzazole residues below 1 mg kg⁻¹ and a Brix level above 55 °Bx, paying more if the Brix level is above 65 °Bx.

Mr. Rais contracted Laboratory C to analyse his oranges before shipping them to the producer knowing that the customer also checks the oranges in its laboratory.

Mr. Rais was very happy with the results provided by Laboratory C although the pesticide residue analyses were expensive.

The producer accepted the oranges but decided to pay less than expected.

After asking the juice producer, the detailed results of both laboratories were compared. This showed that although the results were metrologically compatible they supported different decisions on the oranges' price.

Laboratory C:
Thiazobenzazole: (0.592±0.019) mg kg⁻¹ (k = 2; 95 %)
Brix: (70±25) °Bx (k = 2; 95 %)
(k is the coverage factor for stated confidence level)

Juice producer's Laboratory:
Thiazobenzazole: (0.31±0.00) mg kg⁻¹ (k = 2; 95 %)
Brix: (61.2±1.1) °Bx (k = 2; 95 %)
(k is the coverage factor for stated confidence level)

The measurement of thiazobenzazole residues performed by Laboratory C is associated with an extremely low uncertainty making measurements more expensive than necessary. However, the uncertainty associated with the determination of the Brix level is too large, making compliance decisions too uncertain.



Measurement results are only fit for the intended use if the measurement uncertainty (MU) is smaller than a maximum acceptable value (i.e. the target MU).

Even if the customer or the regulator does not define the target MU, the laboratory should define it to decide if the measurement is fit for the intended use. The Eurachem/CITAC guide [1] suggests the use of different indicators of the measurement quality requirement to define the target MU. Information used to define the target MU is presented from the most likely to become harmonised to the ones supported with less adequate data. The following figure presents this hierarchy of adequacy with numbers from #1 to #9.



Approaches to defining the target MU described in the Eurachem/CITAC Guide, where u^S and U^S represent the target standard and expanded uncertainties, respectively. (the numbers in the bottom of the circles identify the sections of the Guide)

Reference

[1] R. Bottencourt da Silva, A. Williams (Eds.) Eurachem/CITAC Guide: Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement, (2013). ISBN 978-989-98723-7-0. Available from <https://www.eurachem.org>.



Prove valutative Quante e quanto frequentemente?

Introduzione

Un laboratorio accreditato deve definire a quali (livello) e quanti (frequenza) programmi di prove valutative (PT) partecipare. Questo argomento è trattato nel documento consultivo EA-4/18 della European Co-operation for Accreditation [1] e, in maggior dettaglio, in una Guida Eurachem [2].

Un assortimento equilibrato di strumenti

I requisiti per la qualità del lavoro tecnico possono essere soddisfatti in modi diversi e specifici per ogni laboratorio. Perciò la EA-4/18 raccomanda che un laboratorio definisca il suo livello e la sua frequenza di partecipazione a PT dopo un'attenta analisi delle altre strategie in atto per l'assicurazione di qualità (AQ), quali:

- Partecipazione allo sviluppo e alla validazione di metodi analitici;
- Esperienza in studi di caratterizzazione di materiali di riferimento (MR);
- Uso regolare di MR o di materiali di riferimento certificati (MRC);
- Controllo di Qualità Interno (CQI);
- Studi Interni, ad esempio verifiche con tecniche indipendenti o analisi di campioni "in cieco";
- Partecipazione in altri confronti interlaboratorio.

Questi "strumenti" sono complementari, ma non perfetti, e non assicurano automaticamente l'"idoneità per lo scopo" dei risultati prodotti. Limitazioni importanti dovrebbero essere identificate, ad esempio la difficoltà di ottenere un campione stabile per il CQI o le differenze di composizione tra MR/MRC e i campioni di prova analizzati di routine. Inoltre si noti che in alcuni settori la frequenza minima di partecipazione a PT può essere stabilita nella legislazione. Spesso, alcuni organizzatori di PT offrono una partecipazione con frequenza flessibile, ad esempio per 2, 4, 6 o 12 esercizi/anno; in casi rari, la partecipazione a PT potrebbe non essere proprio possibile.

Aree di competenza tecnica

Nella pianificazione della partecipazione al PT il laboratorio inizia il processo elencando le proprie aree di competenza tecnica, definite in termini di tre parametri:

- Una tecnica di misura;
- Una proprietà;
- Un prodotto.

Due esempi sono la "PCR quantitativa in tempo reale (RT-qPCR) per la determinazione di sequenze del DNA di patogeni nella carne" e la "Spettroscopia di emissione atomica a plasma accoppiato inductivamente (ICP-AES) per la determinazione della concentrazione del magnesio nel siero umano".

Un'area di competenza tecnica può includere tecniche di misurazione differenti, ma equivalenti e quindi comparabili, proprietà differenti e/o prodotti differenti. Nel pianificare il proprio livello di partecipazione al PT, il laboratorio può fare riferimento a quanto descritto nello scopo di un metodo normativo o ai dati di validazione di un metodo interno. Qualora siano disponibili schemi appropriati di PT, si ritiene opportuno che il laboratorio partecipi ad almeno un PT per ognuna delle sue aree di competenza tecnica.



Valutazione del rischio

Per decidere quale livello o frequenza (di partecipazione al PT) siano idonei, il laboratorio può condurre una semplice valutazione del rischio considerando, ad esempio:

- Limitazioni della metodologia, ad esempio instabilità strumentale o interferenze da parte di componenti della matrice;
- Esperienza, preparazione e avvicinamento del personale tecnico;
- Qualità e disponibilità di MR, ecc;
- Uso previsto dei risultati, ad esempio nella scienza forense e nel controllo ambientale, e le conseguenze, qualora un risultato errato venga riportato al cliente;
- Numero di prove/misurazioni eseguite tra due PT;
- Complessità della procedura di prove e variazioni dei requisiti, ad esempio riduzione dei limiti di conformità.



Esempi

1. Un laboratorio determina un ampio gruppo di pesticidi in campioni di frutta e ortaggi. A seconda del particolare pesticida, il laboratorio usa due tecniche di misura basate su principi diversi, LC-MS e/o GC-MS. Inoltre, a seconda del contenuto di acqua della matrice (elevato, ad esempio cetrioli, pere, ecc. o scarso, ad esempio, peperoncino, anacardi, ecc.), sono necessarie tecniche di preparazione del campione differenti. Perciò il laboratorio divide le sue attività in quattro aree di competenza tecnica, per ciascuna delle quali sarebbe necessario partecipare a prove valutative. Il laboratorio partecipa per lo più a PT per matrici di frutta e ortaggi con contenuto di acqua elevato, per cui sceglie di partecipare più frequentemente a PT per matrici di frutta e ortaggi con contenuto di acqua elevato.

Area di competenza tecnica	Tecnica di misura	Proprietà (*)	Prodotto - frutta & ortaggi
1	LC-MS	Pesticidi (1)	Alto contenuto di acqua
2	LC-MS	Pesticidi (1)	Scarso contenuto di acqua
3	GC-MS	Pesticidi (2)	Alto contenuto di acqua
4	GC-MS	Pesticidi (2)	Scarso contenuto di acqua

(*) pesticidi analizzati nel laboratorio con LC-MS (1) o GC-MS (2)

2. In un'azienda ci sono due laboratori, in siti differenti. Entrambi determinano minerali ed elementi in tracce in vari prodotti alimentari quali carne, pesce e cereali, mediante ICP-MS, ma con tecniche di preparazione del campione differenti per le matrici carne/pesce e per i cereali. Perciò ciascun laboratorio definisce la sua partecipazione al PT in base a due aree di competenza tecnica: (i) contenuto di minerali/elementi in tracce in matrici carne/pesce mediante ICP-MS; e (ii) contenuto di minerali/elementi in tracce nei cereali mediante ICP-MS. Ciascun laboratorio dovrebbe partecipare a PT per entrambe le tipologie di matrici. Tuttavia, in uno dei due laboratori, a causa di un maggiore avvicinamento, il personale è generalmente meno esperto. L'azienda decide pertanto che questo laboratorio partecipi a PT con maggiore frequenza rispetto all'altro.

La strategia per la partecipazione a PT

La strategia per la partecipazione a PT, quale parte del programma complessivo per il controllo della qualità, è definita una volta stabilito il livello e la frequenza. Questa strategia dovrebbe coprire, almeno, il periodo tra due riaccredittamenti ed essere riesaminata annualmente. Durante gli audit, il laboratorio deve essere preparato a spiegare le motivazioni tecniche che hanno portato alla decisione del "livello" e della "frequenza" della partecipazione a PT.

Ulteriori informazioni / approfondimenti

[1] EA-4/18:2010 - Guida on the level and frequency of proficiency testing participation, www.european-accreditation.org

[2] I. Mann and B. Brookman (eds.) Eurachem Guide: Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing Schemes (2nd ed. 2011), www.eurachem.org

Informazioni sugli organizzatori di PT e sugli schemi possono essere ottenuti dagli Enti di Accreditamento nazionali, dal sito di EPTIS (www.eptis.org) o da altre organizzazioni nazionali o internazionali.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Gruppo di lavoro Eurachem/CITAC
sui Materiali di Riferimento

VIII Workshop LNR - 13-
14 dicembre 2018

43



Scopo della revisione

- Soddisfare l'esigenza di una linea guida pratica, nel settore delle misurazioni analitiche, che sia utile ai laboratori, agli ispettori ed altre parte interessate
- Fornire indicazioni ed esempi pratici per armonizzare l'interpretazione delle regole generali indicate nella ISO Guide 33 nei laboratori analitici
- Fornire i riferimenti a indicazioni specifiche sull'uso dei MR/C riportate in altre Guide Eurachem.
- Promuovere la conoscenza dei principi descritti nella ISO Guide 33 sia tra gli operatori del settore che in modo più ampio, ad es. nella formazione accademica.



Argomenti inclusi nel progetto di revisione

- TIPI DI MR
- CLASSIFICAZIONE DEGLI MR
- RIFERIBILITA' METROLOGICA DEGLI MR
- DISPONIBILITA' E CRITERI PER LA SELEZIONE DEI MR
- USI DEGLI MR
 - Validazione dei metodi di prova e stima dell'incertezza di misura
 - Verifica dell'uso corretto di un metodo di prova
 - Taratura
 - Controllo di qualità
- VALUTAZIONE DELLA ADEGUATEZZA DEGLI MR
 - Certificati e altre informazioni di supporto
- PREPARAZIONE DI MR PER USO INTERNO
- DEFINIZIONI
- DOCUMENTI DI RIFERIMENTO ESSENZIALI
- BIBLIOGRAFIA
- LISTE DI RISCONTRO
- ESEMPI



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Eurachem

A focus for analytical chemistry in Europe



**Pancyprian Union of Chemists
Division of Quality Assurance
Eurachem Cyprus Committee**

email: qualityassurancepuc@gmail.com

Laboratory Accreditation

**A TWO-DAY TRAINING COURSE - CRITICAL ISSUES OF THE ACCREDITATION
STANDARDS - ISO/IEC 17025:2017 AND ISO 15189:2012**

21st -22nd February 2019

Cleopatra Hotel, Nicosia, Cyprus

<https://eurachem.org/index.php/events/calendar/icalrepeat.detail/2019/02/21/21/-/laboratory-accreditation-2-day-training-event>



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



1989-2019

Eurachem

A focus for analytical chemistry in Europe



[Home](#)

[Program](#) ▾

[Speakers](#)

[Registration](#) ▾

[Venue](#) ▾

[Sponsorship & exhibition](#) ▾

[Visit Estonia](#)



[Contact us](#)



eurachem2019.akki.ut.ee



Eurachem

Eurachem week 2019
20-21 May 2019 Workshop
22-24 May 2019 General Assembly



European Union
European Structural
and Investment Funds



Investing in your future

Hosted by:
 UNIVERSITY OF TARTU

Welcome to Eurachem 2019!

Topic of the scientific workshop:
“Validation of targeted and non-targeted methods of analysis”



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Eurachem new Chairs and Secretariat

Published: Wednesday, 04 July 2018 22:16



At the 34th Eurachem General Assembly in Dublin, the Chair, David Milde (Czech Republic) handed over the Chairmanship to the Vice-Chair, Marina Patriarca of Italy. At the same time, the General Assembly elected Vicki Barwick (UK) as the new Vice-Chair, each for a two year term. The Eurachem Secretariat was handed over to Francesca Rolle, Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (Italy).



[Read more: Eurachem new Chairs and Secretariat](#)



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Buon viaggio!

Arrivederci a Roma, 2019