

PROVE VALUTATIVE IN CAMPO CHIMICO E AMBIENTALE**Informazioni di carattere generale su organizzazione e gestione**

Organizzatore	UNICHIM Piazzale Rodolfo Morandi, 2 20121 MILANO
Accreditamento	Rilasciato da ACCREDIA (N. 0003)
Attività subappaltate	Preparazione e distribuzione dei materiali di prova Controlli analitici per verifiche dei requisiti di omogeneità e di stabilità del materiale di prova
Principali documenti di riferimento	UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010 "Conformity assessment – General requirements for proficiency testing" ISO 13528:2015 "Statistical methods for use in proficiency testing for interlaboratory comparisons" D.Lgs. 31 del 2 febbraio 2001, Attuazione della Direttiva 98/83/CE relativa alla qualità delle acque destinate al consumo umano" (pubblicazione su GU n. 52 del 3 marzo 2001-Suppl. Ord. N. 41) e aggiornamento D.M. 14 giugno 2017. D.Lgs. 152 del 3 aprile 2006 "Norme in materia ambientale". G.U. n. 88 del 14 aprile 2006, Suppl. Ord. n. 96.

Indice

1. Elenco delle prove.....	3
2. Finalità delle prove	3
3. Organizzazione e gestione delle prove.....	3
4. Programmazione delle prove	3
5. Adesione alle prove	4
6. Iscrizioni alle prove	4
7. Materiali di prova.....	4
8. Distribuzioni dei materiali di prova	5
9. Parametri di prova.....	5
10. Determinazioni analitiche	5
11. Trasmissione dei risultati	5
12. Valutazione della prestazione dei laboratori	6
13. Documentazione fornita ai partecipanti	7
14. Riservatezza.....	7

1. Elenco delle Prove

- Componente inorganica nelle acque (WATER-CIAC)
- Solventi organici nelle acque (WATER-SOLV) (ex WATER-ALAC + WATER-ARAC)
- Idrocarburi in matrici ambientali (ENVIR-IDRO)
- Idrocarburi policiclici aromatici in matrici ambientali (ENVIR-IPAS)
- Policlorobifenili in matrici ambientali (ENVIR-PCBS)
- Diossine in matrici ambientali (ENVIR-DIOX)
- Metalli pesanti in matrici ambientali (ENVIR-META)
- Prodotti Fertilizzanti (PROD-FERT) (ex FERT)
- Compost (PROD-COMP) (ex COMP)
- VOC in aria ambiente mediante canister (AIR-VOCA)
- Indicatori di qualità di acque di scarico (WATER-CISP) (Prova su committenza esterna)
- Composti Organici Volatili (COV) in aria ambiente campionata mediante fiala secondo il metodo UNI CEN/TS 13649:2015 con estrazione mediante CS₂ (AIR-VOFI)

2. Finalità delle Prove

Offrire a ciascuno dei laboratori partecipanti l'opportunità di valutare la propria prestazione analitica (Prova valutativa) e dimostrare in maniera oggettiva le proprie capacità a clienti, Ente di accreditamento ed eventuale Ente di controllo.

UNICHIM si riserva di utilizzare i dati statistici relativi alle serie storiche delle Prove, per valutazioni riguardanti le prestazioni di tecniche, metodi, ed aspetti particolari della procedura analitica.

3. Organizzazione e gestione delle prove

La responsabilità per quanto riguarda l'organizzazione e la gestione di ciascuna Prova è affidata ad un Coordinatore affiancato da un Gruppo di Esperti, tutti espressamente incaricati dalla Sezione Prove Interlaboratorio di UNICHIM secondo quanto previsto dalla norma di riferimento UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010. I loro nominativi sono riportati nel documento ISTRU redatto per ogni singolo ciclo di Prova, reso disponibile prima della spedizione dei materiali di prova ai partecipanti.

Alcune attività vengono affidate a subappaltatori preventivamente qualificati: si tratta in particolare della preparazione, conservazione e spedizione dei materiali di prova e dei controlli analitici necessari ai fini della verifica dei requisiti di omogeneità e stabilità dei materiali stessi. UNICHIM si assume comunque la responsabilità nei confronti dei laboratori partecipanti alle PI, per quanto riguarda le attività svolte dai subappaltatori incaricati.

4. Programmazione delle prove

Il calendario annuale delle prove, corredato di tempistica, elenco dei parametri di prova, documentazione

Il Responsabile della Sezione Prove
Interlaboratorio



INFO_PROVE CHIMICHE_rev6
del 4 gennaio 2021

pag. 3/7

messa a disposizione dei partecipanti, è liberamente consultabile sul sito web a partire dal mese di novembre dell'anno precedente quello di riferimento.

5. Adesione alle Prove

Riservata ai soli Soci UNICHIM. La partecipazione è normalmente a titolo gratuito.

Nel caso di una Prova effettuata su richiesta di un Committente esterno, la partecipazione è ristretta alla rosa stabilita dal Committente della Prova stessa.

Eventuali Prove di tipo collaborativo rimangono in ogni caso riservate ai soli Soci. L'adesione a tali prove avviene attraverso una richiesta del laboratorio interessato (di norma una scheda di adesione sottoscritta) ed è comunque subordinata all'accettazione da parte dell'Organizzatore.

6. Iscrizione alle Prove

Effettuata direttamente dal laboratorio interessato, accedendo all'area riservata del sito web di UNICHIM mediante User ID e password assegnati all'atto dell'associazione.

L'operazione è guidata dal sistema, all'interno di un menù che comprende tutte le prove disponibili. Una volta confermata l'iscrizione alla prova prescelta, il sistema attribuisce automaticamente un codice (generato con una funzione di numeri casuali), che viene riportato nella ricevuta attestante l'avvenuta iscrizione (scaricabile e/o stampabile); tale codice costituirà l'unico elemento di identificazione del partecipante nel Rapporto di Prova valutativa emesso a conclusione della Prova.

L'operazione può essere replicata per tutte le Prove cui il laboratorio è interessato, ottenendo per ciascuna di esse una ricevuta contenente il codice attribuito dal sistema (che sarà diverso per ogni prova scelta). Il sistema prevede la possibilità di cancellazione dell'iscrizione, anch'essa comprovata da un medesimo tipo di ricevuta. L'iscrizione va effettuata all'interno dell'intervallo temporale stabilito dall'Organizzatore, disponibile all'interno della programmazione annuale delle Prove pubblicata sullo stesso sito web.

La stessa modalità viene utilizzata nel caso di eventuali Prove organizzate su committenza esterna, ferma restando la restrizione di cui al p.to 5.

7. Materiali di prova

Matrici: acque, suoli, fanghi, sedimenti, fly ash, fertilizzanti, compost, aria ambiente.

I materiali di prova sono normalmente preparati a partire da matrici reali, contaminate naturalmente o artificialmente.

Nel caso di matrici acquose, si utilizza un confezionamento in bottiglie di plastica e i campioni sono distinti in funzione dei parametri che devono essere determinati e/o delle particolari condizioni di conservazione (aggiunta di stabilizzanti specifici).

Nelle Prove dedicate all'analisi di contaminanti organici in matrici acquose, il materiale di prova è costituito da una soluzione dei contaminanti da determinare in solvente organico (generalmente metanolo), che va aggiunta, a cura del laboratorio partecipante, ad un volume stabilito di acqua fornita dall'Organizzatore.

Nel caso di matrici solide, la granulometria del materiale è tipicamente $< 90 \mu\text{m}$ ($< 500 \mu\text{m}$ in fertilizzanti e compost), con un confezionamento in bottiglie di vetro scure.

Prima della distribuzione ai partecipanti, il materiale di prova è sottoposto a verifiche circa i requisiti di omogeneità e stabilità richiesti in funzione degli obiettivi fissati nella Prova, eseguite su un numero di aliquote stabilito sulla base delle indicazioni contenute nella norma di riferimento ISO 13528 : 2015.

In caso di esito negativo di tali verifiche, non si procede alla distribuzione del materiale, modificando la programmazione della Prova e dandone tempestiva comunicazione agli iscritti alla Prova stessa.

Le soluzioni acquose non vengono sottoposte a verifica sistematica, in quanto considerate "intrinsecamente omogenee". Le verifiche riguardanti la stabilità vengono omesse quando il soddisfacimento di tale requisito è ipotizzabile *a priori* sulla base di informazioni di letteratura (ad esempio, nel caso dei POP's).

8. Distribuzione dei materiali di prova

I materiali di prova vengono spediti a mezzo corriere presso la sede di ciascun laboratorio iscritto, alla data fissata nel programma liberamente consultabile sul sito web di UNICHIM. Eventuali inconvenienti nel ricevimento del materiale (ritardi oltre i 3 giorni previsti, anomalie nella confezione e nell'aspetto, fuoriuscita del materiale dal contenitore, ecc.) vanno tempestivamente segnalati alla Segreteria di UNICHIM.

Viene garantita la disponibilità di aliquote residue del materiale distribuito, limitatamente ai casi di mancata consegna da parte del vettore incaricato o di danneggiamento accidentale durante il trasporto, comunque non oltre i termini di tempo fissati per l'esecuzione delle determinazioni.

Nel caso di materiali di prova a limitata stabilità (è il caso della Prova WATER-CISP), ne viene predisposto il ritiro da parte di ciascun laboratorio partecipante in località prestabilite.

9. Parametri di prova

Per ciascuna Prova, la rosa dei parametri per i quali viene richiesta la determinazione è fissata tenendo conto della normativa in vigore, di suggerimenti di Enti internazionali (ad esempio EPA) e delle esigenze dei laboratori operanti nel settore merceologico cui la Prova stessa fa riferimento.

L'elenco dei parametri è precisato per ciascuna Prova all'interno del programma annuale di cui al p.to 4.

10. Determinazioni analitiche

Le istruzioni operative sono riportate in un documento contraddistinto dall'acronimo ISTRU, specifico per ogni ciclo di ciascuna Prova (vedi p.to 13).

I metodi di prova sono liberamente scelti da ciascun laboratorio partecipante, al quale viene comunque richiesto, in sede di trasmissione dei risultati, di precisare alcune delle condizioni operative adottate.

In ottemperanza a quanto raccomandato dalla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010 (p.to 4.6.1.2), i campioni di prova vanno trattati con le stesse modalità utilizzate per i campioni analizzati nella routine.

Per ciascun parametro di prova viene normalmente richiesta una sola determinazione.

11. Trasmissione dei risultati

I risultati vanno trasmessi, entro la scadenza stabilita dalla programmazione della Prova (vedi p.to 4), attraverso l'area riservata del sito www.unichim.it, selezionando la Prova in questione; per l'accesso si utilizzano sempre User ID e Password di cui al p.to 6.

Per facilitare l'operazione è predisposta una griglia che definisce unità di misura e numero di decimali (o di cifre significative) con le quali esprimere il risultato e richiede informazioni riguardo tecnica, metodo ed eventuali altre condizioni operative, attraverso menu a tendina.

In base a quanto riportato nel paragrafo 5.5.3 della norma ISO 13528:2015, i risultati devono essere espressi sempre in forma numerica. Pertanto non sono ammessi risultati del tipo "< ...", "inferiore al limite di rilevabilità" ecc., se non inserendoli nella casella "osservazioni generali"; in tal caso, tuttavia, la casella dati deve rimanere vuota. Come indicato nello stesso paragrafo della norma sopra citata, un risultato così espresso sarà escluso dall'elaborazione fatta dall'organizzatore. Il laboratorio, attraverso le informazioni contenute nel Rapporto di Prova, avrà comunque a disposizione tutti gli elementi per valutare, al suo interno, la propria prestazione.

Nel caso delle prove chimiche, non è ammesso il valore "0".

12. Valutazione della prestazione dei laboratori

- Modello di distribuzione: normale

- Elaborazione dei dati: mediante "analisi robusta" (Algoritmo A, ISO 13528:2015, Allegato C.3)

- Dati statistici utilizzati: media robusta, x^* e relativo "scarto tipo robusto", s^*

- Calcolo dello z score: $z = (x_i - x_{pt})/\sigma_{pt}$

x_i : risultato fornito dal laboratorio i -esimo

x_{pt} (valore assegnato): "**Valore di consenso dai laboratori partecipanti**" (§ 7.7 della ISO 13528:2015) o **da un loro sottoinsieme (subset)**, determinato sulla base della qualità dei risultati forniti e della tecnica di misura utilizzata (ISO 13528:2015, § 7.7.1.1)

σ_{pt} (scarto tipo assegnato): ricavato dallo scarto tipo relativo percentuale; valore prefissato per ciascun parametro di prova e riportato nel documento ISTRU

$u(x_{pt})$ (incertezza del valore assegnato) = $1,25 \times s^*/\sqrt{p}$ (s^* rappresenta lo scarto tipo robusto dei risultati utilizzati per determinare il valore di x_{pt} e p il numero di tali risultati)

Qualora non fosse soddisfatta la condizione:

$$u(x_{pt}) \leq 0,3 \sigma_{pt}$$

invece dello z score viene calcolato lo z' score

$$z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + [u(x_{pt})]^2}}$$

N.B. I simboli utilizzati sono quelli riportati in ISO 13528:2015, Allegato A.

In accordo con quanto indicato dalla norma ISO 13528, la prestazione del laboratorio è "adeguata" solo quando il valore di z (o z') si colloca nell'intervallo $-2 \div +2$.

Valori al di fuori di tale intervallo sono segnalati nel Rapporto di Prova con l'annotazione:

- **W** (Warning), se il valore è compreso tra $+2 \div +3$ o $-2 \div -3$

- **A** (Action), se il valore è < -3 o $> +3$.

13. Documentazione fornita ai partecipanti

Le istruzioni riguardanti l'esecuzione della prova sono contenute in un documento in formato pdf, identificato dall'acronimo della Prova e dal numero del ciclo, seguito dall'acronimo ISTRU, reso disponibile prima della distribuzione dei materiali di prova,

I risultati forniti dai partecipanti, l'elaborazione statistica degli stessi e la valutazione delle singole prestazioni vengono riportate in un Rapporto di Prova valutativa (RdP), la cui data di emissione è stabilita dalla programmazione della Prova stessa. Eventuali variazioni che si rendessero necessarie a livello di programmazione o nel caso dell'emissione di un Supplemento al Rapporto di Prova (SUPRdP), i partecipanti vengono tempestivamente informati via e-mail.

I documenti ISTRU, RdP, SUPRdP e quello presente (INFO) sono consultabili nell'area riservata del sito web di UNICHIM a partire dal giorno della loro emissione e sono liberamente scaricabili.

Nel caso di Prove organizzate su committenza esterna, viceversa, i documenti vengono inviati ai partecipanti via e-mail e non caricati sul sito web.

14. Riservatezza

Nel Rapporto di Prova UNICHIM utilizzerà il codice assegnato in fase di iscrizione alla Prova stessa quale unico elemento identificativo dell'origine dei dati. Il codice è noto solo a UNICHIM ed al Laboratorio in questione.

Il partecipante dovrà curare che sia User ID che codice assegnato in fase di iscrizione alla Prova non vengano divulgati a terzi; contestualmente, UNICHIM assume l'obbligo di riservatezza a questo riguardo.

Il Rapporto di Prova, in quanto scaricabile solo dall'area riservata del sito web www.unichim.it, è accessibile a tutti i Soci UNICHIM e solo ad essi.

Il partecipante si impegna a non scambiare informazioni con altri partecipanti, in merito ai risultati delle determinazioni effettuate nell'ambito della Prova.

In presenza di evidenze oggettive di collusione fra partecipanti o di falsificazione di risultati, UNICHIM si riserva di escludere dalla Prova i soggetti che si siano resi responsabili di tali comportamenti.