



# Risultati riconosciuti basati sull'assicurazione di qualità analitica (AQA)

## Introduzione

Esiste un nesso indissolubile tra analisi e misure di assicurazione di qualità. C'è molto di più, oltre al metodo di riferimento utilizzato, per garantire una qualità analitica elevata. L'attenzione dedicata alle singole fasi operative e le **misure di assicurazione di qualità** giocano un ruolo decisamente più rilevante. Hach® supporta gli operatori che utilizzano i Test in Cuvetta LCK eseguendo per loro conto una frazione sostanziale delle misure di assicurazione di qualità. In concreto ciò si traduce nella continua disponibilità dei **certificati di qualità e di lotto**, per esempio sul sito Web di Hach. Agli operatori, inoltre, viene fornito supporto anche quando eseguono singole misure di controllo di qualità.

### Perché è necessario il controllo di qualità?

Al giorno d'oggi, la qualità di merci e servizi è di cruciale importanza. Acquirenti e utenti si aspettano che fornitori e produttori siano in grado di garantire alti standard qualitativi. È per questa ragione che la qualità dei servizi e prodotti offerti viene controllata e documentata in molteplici occasioni (per esempio, in conformità allo standard ISO 9001:2000).

Anche i risultati delle analisi possono essere considerati alla stregua di merci e, pertanto, deve essere possibile attestarne la qualità. La responsabilità dei dati risultanti ricade sugli stessi operatori o sui loro supervisor. Entrambi, pertanto, devono rispondere di eventuali interpretazioni errate nonché delle decisioni prese in conseguenza di risultati di analisi non corretti. L'integrazione di idonee misure di controllo qualità in corrispondenza dei punti critici del processo di analisi garantisce l'affidabilità dell'analisi e minimizza il rischio di esposizione a conseguenze derivanti dai dati.

### Natura dell'organizzazione dell'assicurazione di qualità in laboratorio

Per organizzare e portare a termine le attività di assicurazione di qualità analitica nei laboratori è necessario confrontarsi con svariati standard internazionali e locali. Gli aspetti chiave sono:

- Definizione delle misure da implementare in base agli standard applicabili.
- Misure di assicurazione di qualità interna ed esterna
- Apparecchiature analitiche (monitoraggio e manutenzione)
- Personale di laboratorio (competenze e formazione)
- Documentazione delle misure implementate

L'obiettivo primario consiste nel definire standard di qualità uniformi per i risultati misurati a partire dall'analisi operativa. I requisiti fondamentali dovranno essere stabiliti per i metodi operativi, per i produttori di apparecchiature e reagenti e per gli operatori. I requisiti sono in vigore nei settori industriali e municipali.

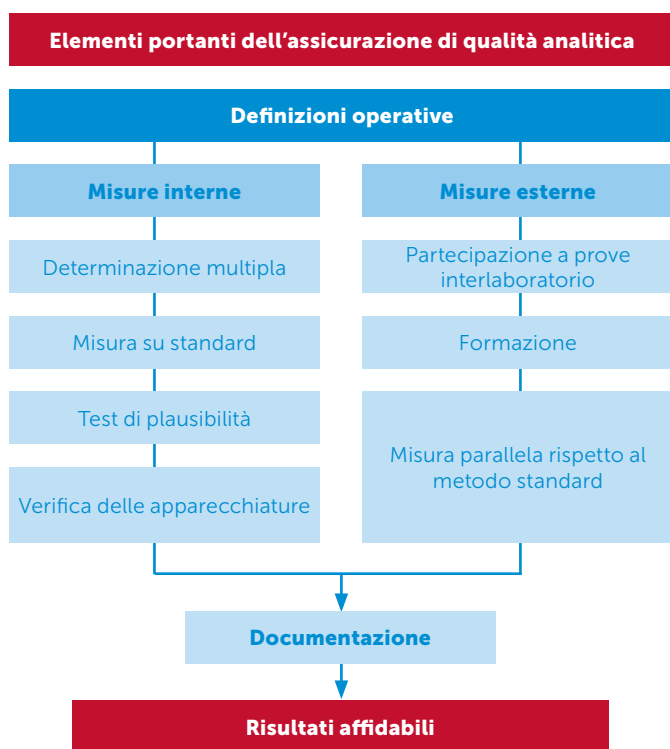
### Qualità del prodotto

+ Qualità del flusso di lavoro

+ Misure dell'ass. di qualità

= Risultati di qualità





Misure di assicurazione di qualità interna ed esterna

## Glossario AQA

### Misure interne

#### Determinazione multipla

Le determinazioni multiple per un campione o per la ripetizione di singole fasi di un'analisi (per esempio il campionamento) incrementano l'affidabilità del singolo risultato di misura. Le determinazioni multiple consentono di riconoscere immediatamente le principali anomalie. Il calcolo della media dei valori misurati migliora sostanzialmente la precisione dei risultati. Le determinazioni in duplicato dovrebbero far parte delle analisi eseguite ogni giorno, indipendentemente dalla procedura di analisi impiegata.

#### Misura su standard

Le analisi periodiche eseguite su una soluzione standard formano la struttura di base di qualsiasi processo di assicurazione di qualità. Consistono nell'analizzare soluzioni a contenuto noto e nel documentare le letture su una scheda di controllo standard. Se le letture rientrano in un intervallo di confidenza predeterminato (distribuzione permessa intorno al valore del setpoint), ciò conferma che le apparecchiature utilizzate (quali fotometro, test in cuvetta, pipette e così via) funzionano correttamente e che l'analisi è stata condotta in modo adeguato.

Addista è un pratico sistema creato da Hach per l'analisi operativa che coniuga i singoli elementi portanti dell'assicu-

### Elementi portanti del controllo di qualità

L'assicurazione di qualità analitica può essere suddivisa in due aree:

- 1. Assicurazione di qualità interna** – svolta dagli stessi operatori.
- 2. Assicurazione di qualità esterna** – può essere il risultato, per esempio, di una collaborazione tra l'operatore e il produttore delle apparecchiature o tra laboratori diversi.

Le definizioni operative (definizione di misure, frequenza e obiettivi del controllo di qualità) assicurano che le singole misure siano allineate alle esigenze dello specifico impianto.

razione di qualità analitica. La linea Addista include una soluzione standard/spiking idonea per i test in cuvetta LCK, oltre a due soluzioni per circuito interlaboratorio.

#### Test di plausibilità

I campioni possono contenere sostanze che provocano errori di analisi (per esempio alte concentrazioni di COD nel caso della determinazione di nitrati). È possibile eseguire una verifica tramite diluizione o metodo delle aggiunte note.

*Diluizione:* per esempio, il campione viene diluito in rapporto 1:10, ossia 1 mL di campione + 9 mL di acqua distillata e analizzato in base alla procedura operativa. Il risultato ottenuto deve essere confrontabile con il risultato misurato del campione originale una volta eseguita la correzione per il fattore di diluizione. Nota: è importante tenere conto dei limiti dell'intervallo di misura quando si sceglie il livello di diluizione. Se il risultato misurato del campione originale ricade già nell'intervallo di misura inferiore del test in cuvetta, il campione deve essere sottoposto al metodo delle aggiunte note.

*Metodo delle aggiunte note:* consiste nel miscelare il campione con la soluzione di spiking e nell'eseguire quindi la misura con l'opportuno test in cuvetta (E1). In parallelo, la misura sul campione viene eseguita anche senza soluzione di spiking (E2). Il tasso di spiking viene calcolato come segue:  

$$\text{Tasso spiking} = E1 - E2/2$$

# AQA – Raccomandazioni su frequenza e obiettivi di qualità

MISURA	OBBIETTIVO/BENEFICIO	FREQUENZA MINIMA	OBBIETTIVO DI QUALITÀ <sup>3</sup>
<b>Determinazione multipla</b>	Riconoscimento anomalie, maggiore precisione	Una volta al mese <sup>1</sup> per operatore e matrice	Differenza ≤10 %
<b>Misura su standard</b>	Verifica del metodo di lavoro, monitoraggio di sistema interno	Ogni 10° campione; almeno una volta al mese <sup>1</sup> per operatore	Mantenimento dell'intervallo di confidenza
<b>Test di plausibilità</b>	Prevenzione di false letture correlate alla matrice	Se si ottengono risultati implausibili o si verificano variazioni della matrice, oppure almeno una volta a trimestre <sup>1</sup>	Differenza ≤20 %
<b>Prove interlaboratorio / misure comparative (con metodi operativi)</b>	Controlli esterni del sistema	Una o due volte l'anno per operatore	Differenza ≤20 %
<b>Misura parallela (con metodo di riferimento)</b>	Verifica del metodo operativo	Una volta l'anno per Test in Cuvetta	Differenza ≤20 %
<b>Pipette (controlli dei volumi)</b>	Verifica del volume corretto	Due volte l'anno	Differenza ≤1 %
<b>pHmetro</b>	Verifica del corretto funzionamento	Una volta al mese	Differenza ≤0,2 unità di pH
<b>Termostato</b>	Verifica della temperatura corretta	Una volta l'anno	Differenza ≤3 °C
<b>Fotometro</b>	Verifica del corretto funzionamento <sup>2</sup>	Una volta l'anno	Conformemente alle specifiche del produttore
<b>Misura su standard</b>	Monitoraggio di sistema interno	Una volta al mese	Mantenimento dell'intervallo di confidenza
<b>Test di plausibilità</b>	Prevenzione di false letture correlate alla matrice	Se si ottengono risultati implausibili o si verificano variazioni della matrice	Differenza ≤20 %
<b>Misure comparative con laboratorio</b>	Verifica del corretto funzionamento	Una volta la settimana	Differenza ≤20 %

ANALISI DI LABORATORIO

PROCESSO

<sup>1</sup> Anche nel caso di studi importanti (per esempio, confronto con metodi di monitoraggio ufficiali)

<sup>2</sup> Per esempio, per set di filtri analitici o nel corso della manutenzione dello strumento

<sup>3</sup> Può essere conveniente definire la differenza accettabile in mg/L anziché in termini percentuali, per esempio nel caso delle letture in intervalli di concentrazione estremamente bassi.

A questo punto il tasso di spiking calcolato deve rientrare nell'intervallo di confidenza predeterminato. Se non rientra, il campione contiene ioni interferenti. In tal caso, prima dell'analisi deve essere preparato con un metodo idoneo a ridurre la concentrazione delle sostanze interferenti (diluizione, digestione e così via, a seconda del tipo di campione).

### Verifica delle apparecchiature

Una causa frequente di errore è la misura non corretta dei volumi, per esempio se si utilizza una pipetta regolata in modo errato o se non si maneggia correttamente la pipetta. I controlli periodici permettono di riconoscere e correggere rapidamente tali cause di errore.

Nel caso dei fotometri sono disponibili set di filtri per il controllo metrologico di taratura per la verifica della luce passante e dell'accuratezza fotometrica. Tali filtri permettono agli stessi operatori di verificare in modo rapido e semplice i dispositivi in uso. I dati risultanti vengono riportati in una scheda di ispezione. Un'altra possibilità per garantire l'affidabilità degli strumenti consiste nel prenotare un programma di assistenza Hach.

### Misure esterne

#### Partecipazione a prove interlaboratorio

La prova interlaboratorio è un elemento importante dell'assicurazione di qualità esterna. Il principio su cui poggia è l'analisi indipendente di campioni identici eseguita da vari partecipanti in condizioni comparabili. L'attività dei singoli partecipanti può essere valutata in base ai singoli risultati. Il processo fornisce anche informazioni in merito alla precisione e correttezza della procedura di analisi. La partecipazione a una prova interlaboratorio costituisce spesso un requisito per il riconoscimento dell'equivalenza dei metodi di analisi operativa.

#### Misura in parallelo

Per quasi tutte le matrici normali di campioni le procedure di analisi operativa forniscono risultati comparabili con quelli delle procedure standard. Ciononostante, il problema della comparabilità dei risultati con i metodi di riferimento resta al centro dell'attenzione. Nel corso del monitoraggio normativo si consiglia, pertanto, di suddividere il campione e analizzarlo in parallelo con il test in cuvetta, includendo anche le necessarie misure di assicurazione di qualità.

### Formazione

La partecipazione periodica a seminari di formazione permette di mantenere aggiornate le proprie conoscenze analitiche. Essere in grado di comprendere le correlazioni analitiche, riconoscere possibili cause di errore ed eseguire analisi con un gruppo di propri pari sono elementi che migliorano la capacità di utilizzare al meglio l'analisi operativa e di valutare correttamente i risultati.

### Documentazione

L'assicurazione di qualità analitica supporta la verifica dei risultati e documenta l'utilizzo corretto del sistema di misura. Il primo passo è il prelievo di un campione, l'ultimo rapporto dell'analisi nel registro operativo o di laboratorio. La documentazione deve essere accurata e strutturata in maniera chiara. Devono essere evidenti tanto l'autore che ha svolto una specifica analisi, quanto i dati e la tempistica dell'analisi. Tutti i risultati delle misure di assicurazione di qualità devono essere riportati nelle schede di controllo pertinenti.

#### A cosa è necessario prestare attenzione?

- I risultati di tutte le misure devono rientrare nell'intervallo di confidenza.
- Puntare a migliorare i metodi di lavoro restringendo l'intervallo di confidenza.
- Osservare i trend.

Anche i valori empirici sono un componente importante nella valutazione dei risultati. Variazioni di concentrazione delle sostanze possono dipendere da svariati fattori, quali quantità totale d'acqua, periodo di tempo trascorso nell'impianto, valore del pH e così via. I valori di analisi e i valori empirici devono corrispondere tra loro.

### Conclusione

L'applicazione periodica della metodologia AQA assicura che:

- I risultati delle analisi siano tracciabili.
- Lo stato corretto del sistema di analisi sia documentato.
- Gli errori di manipolazione possano essere immediatamente riconosciuti.
- Sia possibile il confronto tra i risultati misurati.
- I risultati delle analisi siano riconosciuti.