

## REPORT APPLICATIVO

ANALISI DI LABORATORIO & ANALISI DA PROCESSO  
ASSICURAZIONE QUALITÀ ANALITICA



# Risultati accurati grazie all'assicurazione della qualità analitica

Qualità garantita ed analisi costituiscono un binomio indissolubile. Per garantire risultati ad alto livello, infatti, non è più sufficiente seguire un semplice → *processo analitico* (analisi operative e/o in accordo alle normative); l'attenzione prestata alle singole fasi di lavoro, insieme ad un → *sistema di assicurazione della qualità*, hanno una funzione di primaria importanza. Il produttore si occupa direttamente del controllo della qualità, per conto degli utenti dei Test in Cuvetta LANGE.

I → *certificati di qualità* e *quelli* di lotto specifici sono infatti sempre disponibili per il cliente, sul sito [www.hach-lange.it](http://www.hach-lange.it). Inoltre, HACH LANGE fornisce altresì supporto agli utenti che vogliano eseguire misure individuali di controllo della qualità (la gamma di soluzioni → *ADDISTA* consiste in materiali di riferimento per il controllo qualità)

A cura di:  
Petra Pütz

- Ing. Chimico [Laureata in ingegneria chimica]
- Applicazione per prodotti di laboratorio HACH LANGE



# Nelle analisi è necessario il controllo qualità?

La qualità di prodotti e servizi è attualmente di fondamentale importanza e gli acquirenti richiedono sempre più dai fornitori e produttori standard di eccellenza. Per questa ragione diventa necessario controllare e documentare più volte la qualità di servizi e prodotti offerti (ad esempio, nel rispetto della normativa ISO 9001:2000). I risultati delle analisi possono essere considerati come "prodotti" e devono pertanto essere in grado di dimostrare la loro qualità in modo da poter essere valutati e confrontati. La responsabilità dei dati spetta agli utenti stessi o ai loro supervisor, entrambi ugualmente responsabili di interpretazioni e decisioni inadeguate fondate su analisi non corrette. Integrare appropriate misure di controllo della qualità nei punti di maggiore rilevanza del processo

**Qualità del prodotto**  
**+ Qualità dell'applicazione**  
**+ Misure di controllo della qualità**  
**= Qualità del risultato**

di analisi garantisce risultati affidabili, riducendo al minimo il rischio legato alla responsabilità individuale.

## Com'è organizzato il controllo qualità in laboratorio?

Organizzare e adottare un sistema di Assicurazione della Qualità Analitica in laboratorio comporta l'introduzione

di diversi standard nazionali e internazionali, come ad esempio EN 45 001, ISO CD 13530.

I punti fondamentali sono:

- Definizione delle misure da implementare
- Presenza di misure esterne ed interne di controllo della qualità
- Sistema di analisi (controllo e manutenzione)
- Personale di laboratorio (competenze e formazione)
- Documentazione delle misure implementate

Il nostro principale obiettivo è definire standard di qualità uniformi per i risultati relativi alle analisi di laboratorio. Saranno altresì stabiliti requisiti fondamentali per gli stessi metodi operativi, oltre che per la produzione di strumenti e reagenti e per gli operatori, requisiti applicabili per tutti gli impianti di trattamento delle acque reflue civili e laboratori pubblici e privati.

## Costruzione del sistema di assicurazione della qualità

Il sistema AQA può essere suddiviso in due aree:

### 1. Controllo qualità interno

Di competenza degli stessi utilizzatori sul campo.

### 2. Controllo qualità esterno

Per esempio i risultati di una collaborazione fra l'utente e il produttore oppure fra diversi laboratori (sul campo).

Le definizioni operative (misure, frequenza e obiettivi di controllo della qualità) garantiscono che le singole verifiche siano idonee per il monitoraggio delle analisi in corso.

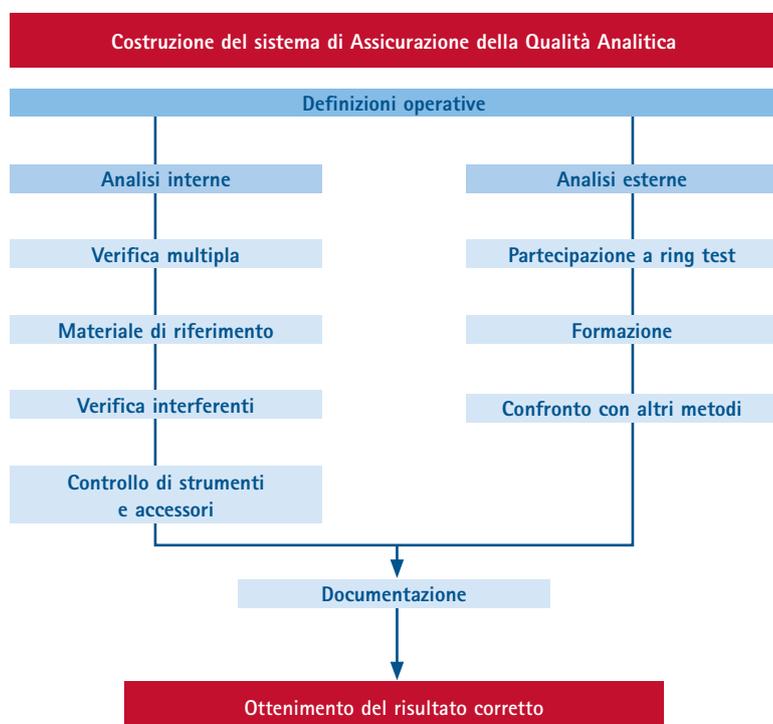


Fig. 1: Misure di controllo della qualità interne ed esterne



Fig. 2: Diversi metodi di controllo della qualità e loro vantaggi

### ADDISTA

HACH LANGE ha creato un sistema pratico che riunisce le fasi di Assicurazione della Qualità Analitica. Le soluzioni ADDISTA possono essere utilizzate per eseguire misure fondamentali per il sistema di controllo della qualità. Il sistema ADDISTA comprende una soluzione di riferimento/spiking adatta per i Test in Cuvetta LANGE e due soluzioni per ring test. Esiste inoltre una versione con una soluzione di riferimento e una per ring test idonea per la verifica della strumentazione da processo per la determinazione dei nutrienti.

### Verifica con materiali di riferimento

Analisi regolari del materiale di riferimento sono un elemento basilare per qua-

lunque processo di Assicurazione della Qualità Analitica, che avviene attraverso l'analisi di soluzioni a titolo noto e la trascrizione dei dati su schede di controllo qualità. Quando le letture si attestano entro un predeterminato intervallo di confidenza (variazione consentita del valore), si evince che la strumentazione utilizzata (fotometro, test in cuvetta, pipette ecc.) funziona correttamente e che le analisi sono state eseguite in modo adeguato.

### Verifica interferenti

Malgrado la correttezza dei metodi e della strumentazione, i campioni possono talora contenere sostanze che provocano una distorsione delle analisi (p.es. alte concentrazioni di COD nella determinazione del nitrato). Quanto sopra

può essere verificato mediante diluizione o spiking.

### Diluizione

Un campione, per esempio, può essere diluito 1:10 (1 ml + 9 ml di acqua distillata) e in seguito analizzato nel rispetto delle regolamentazioni vigenti. Il risultato prodotto dovrà essere confrontabile con quello misurato nel campione tal quale una volta preso in considerazione il fattore di diluizione. Sarà importante altresì osservare i limiti dell'intervallo di misura nella scelta del fattore di diluizione. Se il risultato misurato nel campione tal quale fosse già compreso nell'intervallo di misura più basso del test in cuvetta, il campione dovrà essere sottoposto a spiking.

# Ring test: in uso da più di 20 anni



ADDISTA per analisi di laboratorio con soluzioni per ring test A+B e materiale di riferimento.



ADDISTA per strumentazione per analisi del processo AMTAX, NITRATAX e PHOSPHAX

## Spiking

Secondo questo metodo, il campione viene miscelato con una soluzione (chiamata "materiale di riferimento"), misurata successivamente con l'apposito test in cuvetta (E1). In parallelo, il campione verrà inoltre valutato tal quale (E2). L'indice di spiking è calcolato come segue:

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

L'indice di spiking calcolato dovrebbe essere pertanto compreso all'interno di un intervallo di confidenza predeterminato (specificato sul retro della confezione ADDISTA). Se il valore si attesta al di fuori di tale intervallo, significa che il campione contiene ioni interferenti e dovrà essere analizzato utilizzando un metodo adeguato (diluizione, pretrattamento, ecc, a seconda del tipo di campione). Un metodo piuttosto semplice per eliminare eventuali inesattezze è spesso la diluizione del campione, che riduce la concentrazione delle sostanze interferenti.

## Partecipazione a ring test

I ring test sono un elemento importante per il controllo esterno della qualità e si basano sul principio che campioni identici devono essere analizzati in modo indipendente da partecipanti diversi in condizioni fra loro confrontabili. Il lavoro dei singoli può essere inoltre valutato utilizzando i risultati di ognuno. Il processo può fornire altresì informazioni sulla precisione e la correttezza della procedura di analisi. Si richiede poi che laboratori ufficialmente riconosciuti prendano parte a tali prove eseguite regolarmente al fine di garantire che la qualità dei laboratori stessa possa essere certificata in qualunque momento. La partecipazione a un test di questa natura è sovente un requisito per il riconoscimento della

confrontabilità dei metodi di analisi.

Una partecipazione ai ring test HACH LANGE con esito positivo consentirà al partecipante di ricevere una valutazione completa dei risultati ed un certificato:

## Verifica multipla

Letture in doppio di uno stesso campione o la ripetizione di singole fasi di un'analisi (p.es. il prelievo) aumentano l'affidabilità dei singoli risultati misurati. Consentono inoltre il riconoscimento immediato dei principali errori analitici, mentre una media dei valori misurati migliora in modo sostanziale la precisione dei risultati. Verifiche in doppio sono parte integrante delle analisi quotidiane, a prescindere dalla procedura di analisi utilizzata.

## Confronto con altri metodi

Nonostante le procedure di analisi operative forniscano risultati confrontabili con quelle standard per quasi tutte le matrici normali, gli utenti si concentreranno sulla confrontabilità dei risultati



Certificato attestante la valida partecipazione a ring test

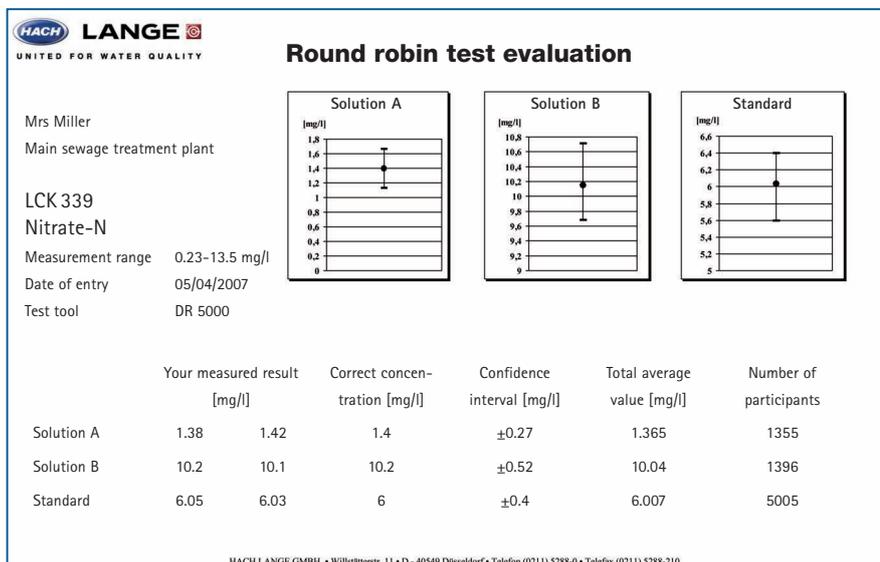


Fig. 3: Valutazione del ring test utilizzando come esempio il parametro per l'azoto nitrico. Oltre ai singoli risultati calcolati dall'utente vengono forniti la corretta concentrazione, l'intervallo di confidenza, il valore medio totale e il numero totale di partecipanti al ring test.

ottenuti con la procedura prescelta. Si raccomanda pertanto, durante i controlli, di suddividere e analizzare il campione in doppio, anche con metodi diversi, osservando le misure di controllo della qualità per ogni analisi.

### Formazione

La partecipazione continuativa a seminari di formazione (ad esempio ogni anno) mantiene gli operatori aggiornati, approfondendo le conoscenze analitiche da un punto di vista specialistico. Comprendere le correlazioni analitiche, riconoscere possibili fonti di errore ed eseguire prove pratiche in gruppo aumenta la capacità di condurre al meglio le analisi e di valutare correttamente i risultati ottenuti.

### Verifica di strumenti e accessori

Per i fotometri HACH LANGE sono disponibili set di filtri di taratura per

valutare la luce diffusa e la accuratezza fotometrica, che rendono facile e veloce il controllo diretto della strumentazione da parte dell'utente. I dati risultanti sono poi registrati.

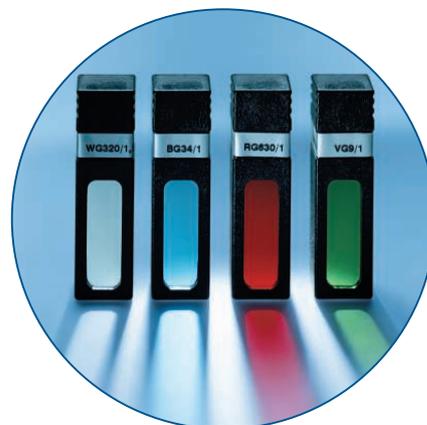
Rispetto al semplice contratto di manutenzione previsto in passato, oggi è possibile optare per una gamma di servizi HACH LANGE per il controllo di fotometri o di strumenti da processo.

Una frequente causa di errore è l'errato prelievo del volume di campione, causato ad esempio da pipette regolate in modo scorretto o non adeguatamente utilizzate. Controlli regolari delle pipette con il kit LCA 722 indicano che tali fonti di errore possono essere individuate e corrette rapidamente, senza che sia necessario l'uso di bilance da laboratorio.



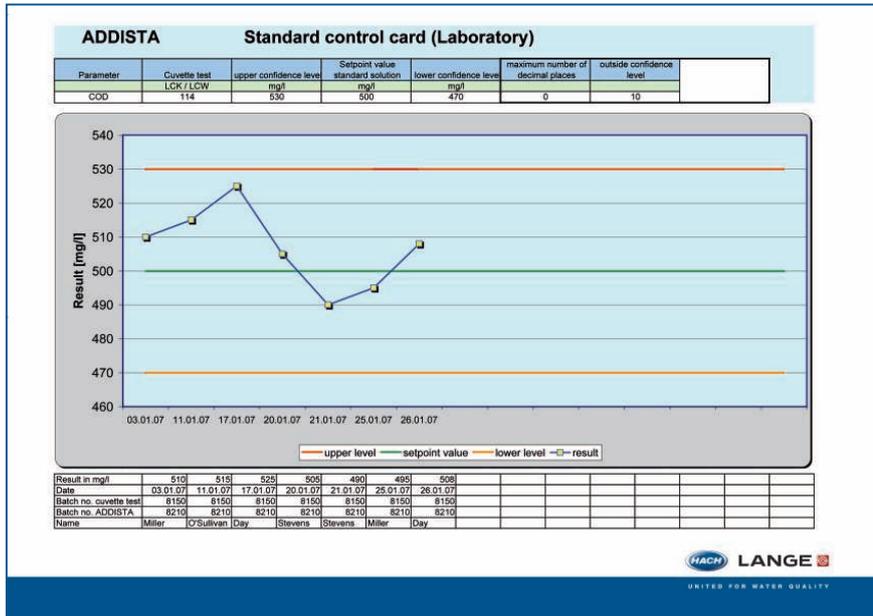
"I nostri ring test in Europa resistono alla prova del tempo da oltre 20 anni. L'incredibile livello di diffusione di questo metodo semplice per il controllo della qualità esterna è dimostrato dal numero crescente di partecipanti di anno in anno. L'elevata percentuale di ring test con esito positivo, più dell'85%, è la prova delle buone prestazioni di laboratorio dei clienti HACH LANGE".

Sabine Kater, Product Manager,  
HACH LANGE Düsseldorf



Set di filtri di calibrazione per la valutazione dell'accuratezza fotometrica.

# Verifiche di Assicurazione Qualità Analitica



Analisi di laboratorio: carta di controllo

## Documentazione

Il controllo analitico della qualità supporta il processo di verifica, certificando che il sistema di analisi è gestito correttamente e che le analisi sono prive di errori. Si inizia con il campionamento e si conclude con una relazione di analisi nei registri del laboratorio. La documentazione dovrà essere completa ed esaustiva, con chiara indicazione di operatore, dati analitici e data/ora.

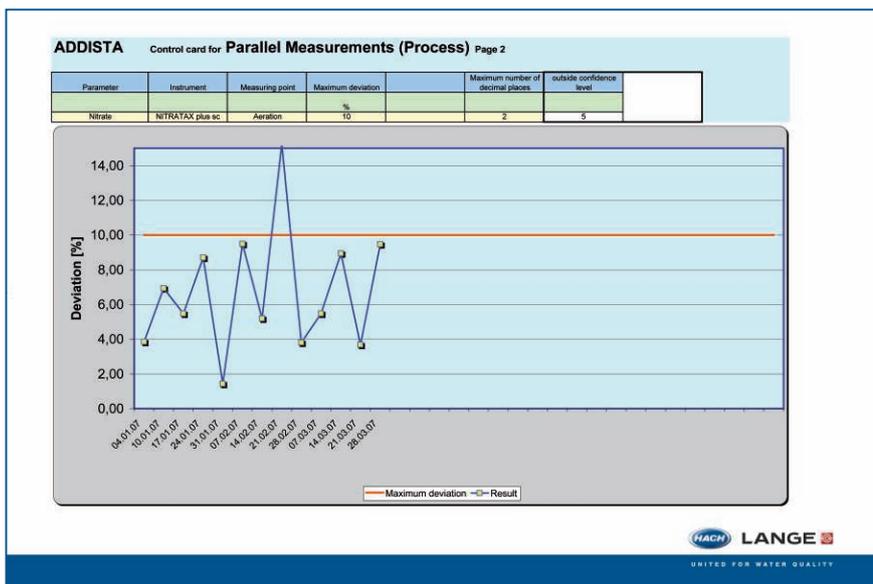
## Carte di controllo

Tutti i risultati relativi alle verifiche di assicurazione della qualità devono essere inseriti nelle relative carte di controllo (è disponibile un CD-ROM con la versione Excel dei protocolli di qualità HACH LANGE). In supporto alla valutazione, verrà fornito un intervallo di confidenza per ogni test in cuvetta.

A cosa prestare particolare attenzione?

- Verifica che i risultati misurati siano all'interno dell'intervallo di confidenza
- Miglioramento dei metodi di lavoro restringendo l'intervallo di confidenza
- Trend osservati

La versione Excel del protocollo di qualità, inoltre, semplifica notevolmente l'intera procedura. Gli utenti devono solo inserire i propri dati nel computer e il programma calcola automaticamente il raggiungimento o meno dell'obiettivo prestabilito (ad esempio la verifica dei risultati all'interno dell'intervallo di confidenza). I risultati potranno inoltre essere presentati in forma grafica, a seconda dell'analisi condotta.



Carta di controllo processo: verifiche in parallelo in laboratorio

## Linee guida AQA: periodicità ed obiettivi di qualità dei controlli

| MISURA                            | OBIETTIVO  | SCOPO   | FREQUENZA  | OBIETTIVO DI QUALITÀ                   |
|-----------------------------------|--|---|--|--|
| Verifica multipla                 | Maggiore precisione                                | Riconoscimento valori errati  | 1 al mese; più frequentemente per parametri critici  | Differenza $\leq 10\%$ *               |
| Verifica materiale di riferimento | Controllo sistema interno                          | Controllo metodi di lavoro  | Ogni 10 campioni, ma almeno 1 al mese  | Rispetto dell'intervallo di confidenza |
| Spiking/diluizione                | Controllo interferenti                             | Prevenzione da misure scorrette legate alla matrice                   | In caso di dati non plausibili; per matrici particolari; almeno ogni 3 mesi  | Deviazione $\leq 20\%$ *               |
| Partecipazione a ring test        | Conferma esterna della buona qualità delle analisi | Verifica correttezza procedure analitiche e abilità operatore         | 1-2 l'anno   | Deviazione $\leq 20\%$ *               |
| Confronto con altri metodi        | Verifica del metodo operativo                      | Prova della validità del test in cuvetta per il campione in questione | 1 l'anno per ogni test in cuvetta e per risultati misurati non plausibili (suddivisione regolare dei campioni per monitoraggio costante) | Deviazione $\leq 20\%$ *               |
| Documentazione                    | Trasparenza delle analisi e dei risultati          | Tracciabilità delle attività di laboratorio                           | Sempre   |  |

Tabella 1: Obiettivo, scopo e frequenza delle varie misure AQA

\* Limiti percentuali applicabili per intervallo 20%-80% del campo di misura. Per ogni concentrazione particolarmente bassa può risultare pertanto più utile specificare l'obiettivo della qualità in mg/l.

Anche i valori empirici sono componenti importanti nella valutazione dei risultati. Le variazioni nella concentrazione dei parametri da valutare dipendono da diversi fattori, come la quantità totale di acqua, la conservazione, il valore del pH, ecc. I valori delle analisi e quelli empirici devono essere conformi. Per esempio: trasparenza dell'acqua = 50 cm e COD = 38 mg/l O<sub>2</sub> => risultato non plausibile.

### Conclusioni

Un'applicazione regolare del Assicurazione della Qualità Analitica si traduce in:

- Tracciabilità dei risultati delle analisi
- Dimostrazione in qualunque momento che il sistema di analisi è perfettamente funzionante
- Riconoscimento immediato degli errori operativi
- Possibilità di confrontare i risultati misurati
- Accuratezza dei risultati delle analisi



Sono disponibili soluzioni con standard multipli e individuali per diversi parametri, fra cui la torbidità



Documentazione della qualità delle analisi

# Supporti per il sistema AQA

## ADDISTA TEST IN CUVETTA

|                |  |
|----------------|--|
| <b>LCA 700</b> | LCK238 LATON<br>LCK304 Ammoniaca<br>LCK311 Cloruri<br>LCK328 Potassio<br>LCK348 Orto-fosfato<br>LCK414 COD                                       |
| <b>LCA 701</b> | LCK306 Piombo<br>LCK321 Ferro<br>LCK329 Rame<br>LCK337 Nichel<br>LCK353 Solfato<br>LCK360 Zinco  |
| <b>LCA 702</b> | LCK301 Alluminio<br>LCK308 Cadmio<br>LCK313 Cromo (VI), totale<br>LCK353 Solfato   |
| <b>LCA 703</b> | LCK049 Orto-fosfato<br>LCK114 COD<br>LCK303 Ammoniaca<br>LCK311 Cloruri<br>LCK339 Nitrati<br>LCK350 Orto-fosfato<br>LCK353 Solfati<br>LCK386 TOC |
| <b>LCA 704</b> | LCK153 Solfati<br>LCK305 Ammoniaca<br>LCK311 Cloruri<br>LCK314 COD<br>LCK340 Nitrati<br>LCK349 Orto-fosfato<br>LCK385 TOC                        |

## ADDISTA TEST IN CUVETTA

|                  |  |
|------------------|--|
| <b>LCA 705</b>   | LCK014 COD<br>LCK302 Ammoniaca<br>LCK311 Cloruri<br>LCK387 TOC                               |
| <b>LCA 706</b>   | LCK521 Ferro<br>LCK529 Rame<br>LCK537 Nichel<br>LCW032 Manganese                             |
| <b>LCA 707</b>   | LCK341 Nitriti<br>LCK348 Orto-fosfato/totale<br>LCK614 COD                                   |
| <b>LCA 708</b>   | LCK338 LATON<br>LCK350 Orto-fosfato/Fosforo totale<br>LCK514 COD                             |
| <b>LCA 709</b>   | LCK138 LATON<br>LCK342 Nitriti<br>LCK349 Orto-fosfato/Fosforo totale<br>LCK614 COD           |
| <b>LCA 310*</b>  | LCK310 Cloro libero  |
| <b>LCA 333*</b>  | LCK333 Tensioattivi non ionici   |
| <b>LCA 390*</b>  | LCK390 AOX   |
| <b>LCA 555*</b>  | LCK555 BOD   |
| <b>LCA 753**</b> | <b>ADDISTA processo per</b><br>Ammoniaca (AMTAX)<br>Nitrati (NITRATAX)<br>Fosforo (PHOSPHAX) |
| <b>LCA 754**</b> | <b>ADDISTA processo per</b><br>TOC (TOCTAX)  |

\* Monoparametriche senza possibilità di partecipare a ring test

\*\* Solo standard e soluzioni per ring test

## Servizi HACH LANGE



Servizio di assistenza continua per effettuare ordini o per richiedere informazioni.



Supporto tecnico e assistenza analitica attraverso il nostro personale altamente qualificato.



Seminari e workshop: aggiornamento continuo e scambio di know-how analitico.



Assicurazione di qualità completa con soluzioni standard, rigorosi controlli strumentali e soluzioni di controllo ADDISTA.



Assistenza tecnica qualificata per mantenere il vostro sistema analitico sempre efficiente con contratti di manutenzione personalizzati.



[www.hach-lange.it](http://www.hach-lange.it) sempre aggiornato per informazioni, metodiche, offerte e anche per i vostri ordini!

## Verifica strumentale

|                |  |
|----------------|--|
| <b>LZP 310</b> | Set filtri di calibrazione per controllo luce diffusa e accuratezza fotometrica per CADAS e XION |
| <b>LZV 537</b> | Set filtri di calibrazione per controllo luce diffusa e accuratezza fotometrica per DR 2800/5000 |
| <b>LCA 722</b> | Kit per verifica pipette HACH LANGE  |
| <b>LZP 181</b> | Kit per il test di controllo dell'accuratezza fotometrica (no per DR2800/5000)                   |

## Documentazione

|                        |   |
|------------------------|---|
| <b>DOC082.52.00654</b> | Protocollo di controllo qualità per documentare le misure AQA relative alle analisi di laboratorio e di processo; versione Excel in CD-ROM (versione inglese) |
|------------------------|---|

La società si riserva il diritto di apportare cambiamenti senza previa notifica.