



Carlo Corno  
Unichim  
Milano  
c.corno@unichim.it

## PROVE INTERLABORATORIO

### Uno strumento per assicurare la qualità dei dati

**La partecipazione a prove interlaboratorio costituisce un efficace strumento di monitoraggio e controllo della qualità dei risultati ottenuti da un laboratorio.**

Per una corretta valutazione della capacità del partecipante è però necessario che le prove siano organizzate con criteri di qualità, in conformità a norme e linee guida emesse da organismi internazionali. Questi documenti e alcune recenti iniziative a livello europeo hanno lo scopo di rendere il più possibile uniforme e oggettiva la valutazione.

I risultati ottenuti da un laboratorio di prova comportano spesso un'elevata criticità, in relazione alle decisioni che possono determinare, soprattutto nel settore ambientale e in quello della salute. La loro qualità deve quindi essere adeguatamente garantita (1).

La qualità di un dato analitico è riconducibile alla riferibilità delle misure (2), che deve essere assicurata da riferimenti metrologici accettati, e alla disponibilità di una stima dell'incertezza associata al dato stesso, quale somma dei contributi derivanti dalle singole fasi di cui si compone il procedimento seguito, dal campionamento al trat-

tamento del campione (dissoluzione, estrazione ecc.) fino alla misurazione finale (3).

Il modo migliore per garantire la qualità dei risultati passa attraverso l'adozione di un "Sistema Qualità", costituito dall'insieme della struttura organizzativa, delle procedure, dei processi e delle risorse necessari ad attuare la gestione per la qualità".

Il documento di riferimento per coloro che intendono impostare ed attuare un Sistema Qualità (SQ) in un laboratorio di prova è la norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 (EN 17025) "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura". In essa sono riportati i requisiti che devono essere

soddisfatti da un laboratorio per operare in "qualità" ed ottenere l'accreditamento, per le prove di interesse, da parte degli organismi preposti al conferimento di tale riconoscimento.

Nel capitolo 5 della norma, relativo ai requisiti tecnici, al paragrafo 5.9 "Assicurazione della qualità dei risultati di prova e di taratura", viene specificato (Figura 1) che i laboratori devono avere procedure di monitoraggio e controllo della validità dei risultati delle prove eseguite e si indica, fra queste "la partecipazione a programmi di prove interlaboratorio o di prove di valutazione".

## Le prove valutative

Una prova, o confronto, interlaboratorio viene definita, nella ISO/IEC Guide 43-1:1997, come "L'organizzazione, la gestione e la valutazione di prove sullo stesso materiale o su materiali simili eseguite da due o più laboratori in accordo a predeterminate condizioni".

Nella definizione, per materiali simili si intendono materiali "intrinsecamente o statisticamente ritenuti non diversi", cioè materiali che, o per la loro stessa natura (ad esempio soluzioni acquose) o in seguito alla valutazione, effettuata con definiti criteri statistici, dei risultati di apposite prove di omogeneità, sono da ritenere "non diversi".

Riguardo all'espressione "in accordo a predeterminate condizioni", ciò non comporta necessariamente l'impiego dello stesso metodo di prova ma, più in generale, il rispetto di alcune prescrizioni dell'organizzatore della prova.

Una prova interlaboratorio può avere scopi diversi; ad esempio può essere organizzata per assegnare un valore certificato, e la sua incertezza, a un materiale di riferimento, oppure per accertare la validità di nuovi metodi di misura (convalida dei metodi e determinazione dei parametri di precisione, riproducibilità e ripetibilità).

Gli scopi principali, e più frequenti, sono comunque quelli di:

- valutare le prestazioni di laboratori singoli nell'esecuzione di specifiche prove;
- verificare il loro comportamento nel tempo (mantenimento o miglioramento della capacità);
- identificare eventuali problemi di un laboratorio allo scopo di mettere in atto azioni correttive/preventive, che possono riguardare il personale, le condizioni ambientali, le apparecchiature, le procedure di taratura ecc.

Sono questi gli obiettivi delle "prove valutative" di un laboratorio, in inglese "proficiency testing schemes" (PTS), definite, secondo la norma UNI CEI EN 45020:1998, come le "determinazioni del livello delle prestazioni di un laboratorio mediante prove di confronto fra laboratori".

Le risultanze di un laboratorio in questo tipo di prova possono essere affiancate a quelle delle visite di valutazione degli organismi di accreditamento e contribuire alla verifica della competenza tecnica di un laboratorio accreditato e della conformità del suo sistema qualità alla norma EN 17025.

In tal caso però è indispensabile che la prova sia organizzata secondo regole ben precise. Questa garanzia deve estendersi a tutte le fasi del processo, dalla scelta di materiali di prova adeguati al loro invio ai laboratori partecipanti, alla raccolta dei dati prodotti dai laboratori e alla loro elaborazione.

Esistono al riguardo documenti internazionali ai quali devono fare riferimento tutti i soggetti coinvolti in una prova, i laboratori, gli organismi di accreditamento e gli enti organizzatori.

## I documenti di riferimento

Il Sinal, l'ente di accreditamento italiano aderente all'EA (European Co-operation for Accreditation), nel documento PG-0001/02 "Richiesta formale di accreditamento" chiede ai laboratori di "fornire informazioni circa la partecipazione a circuiti interlaboratorio".

Inoltre nel documento DG-0007 (rev. 3) "Requisiti generali per l'accreditamento dei laboratori di prova" si dichiara, al punto 6.5, che "Il laboratorio è tenuto a partecipare

ai programmi di prove di confronto interlaboratorio eventualmente indicati dal Sinal e a fornire al Sinal i relativi risultati".

Nello stesso documento, al paragrafo 5.9, si specifica che "Il laboratorio deve verificare che l'organizzazione dei confronti interlaboratorio sia conforme alla Guida ISO 43 ed alla Guida ILAC G13 (per esempio rivolgendosi ad organizzazioni accreditate per tale attività)".

Il documento prosegue dicendo che "I risultati dei confronti interlaboratorio periodici o delle prove su materiali di riferimento dovrebbero essere gestiti con carte di controllo per verificare eventuali tendenze e l'efficacia delle azioni correttive/preventive eventualmente adottate".

Infine si conferma che "I laboratori devono comunicare al Sinal la loro partecipazione a confronti interlaboratorio, inviando i risultati forniti, i valori di riferimento ed i criteri di valutazione dell'organismo organizzatore della prova".

È importante il riferimento, nel documento citato, alla Guida ISO 43 e al documento successivo, ILAC G13:2000 "Guidelines for the Requirements for the Competence of Providers of Proficiency Testing Schemes".

Infatti nel 1997 sono state pubblicate le parti 1 e 2 della Guida ISO/IEC 43, che annullavano e sostituivano la prima edizione della ISO/IEC Guide 43:1984, per fornire

**Norma EN 17025**  
**Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura**

**5.9 - Assicurazione della qualità dei risultati di prova e taratura**

Il laboratorio deve avere procedure di controllo della qualità per monitorare la validità delle prove. .... Il monitoraggio può includere, non limitandosi ad essi, quanto segue:

- a) l'utilizzo regolare di materiali di riferimento certificati e/o il controllo della qualità interno che utilizza materiali di riferimento secondari;
- b) la partecipazione a programmi di prove interlaboratorio o di prove di valutazione;
- c) la ripetizione di prove utilizzando metodi identici o differenti;
- d) l'effettuazione di nuove prove sugli oggetti conservati;
- e) la correlazione di risultati fra caratteristiche diverse di un oggetto.

Figura 1 - Procedure di controllo della qualità dei risultati secondo la norma EN 17025

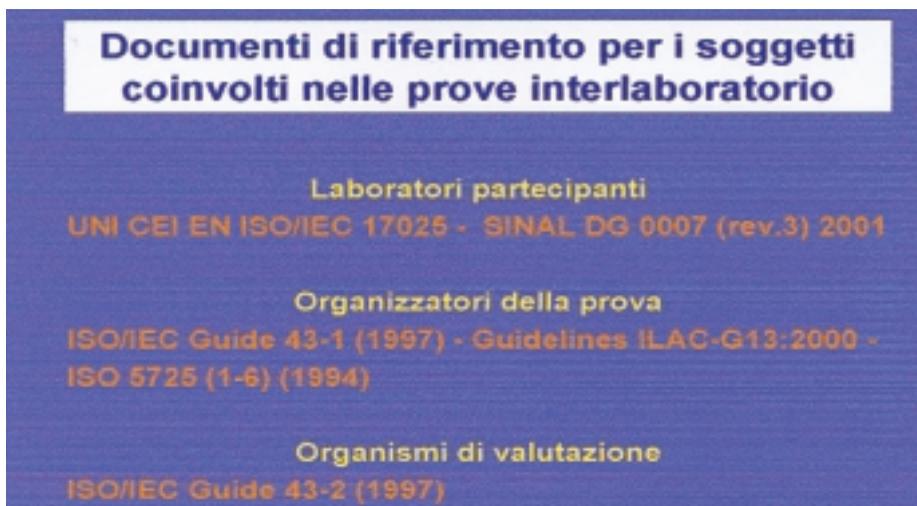


Figura 2 - Quadro riassuntivo dei documenti di riferimento per i soggetti coinvolti nelle prove interlaboratorio

le linee guida in relazione alle prove valutative interlaboratorio.

Nelle parti 1 e 2 del documento sono indicati i criteri che devono essere osservati, rispettivamente, dall'organizzatore nello sviluppo e nella gestione della prova e dagli enti di accreditamento dei laboratori nella selezione delle prove e nella utilizzazione dei risultati ai fini della valutazione delle prestazioni. Ciò naturalmente allo scopo di fornire adeguate garanzie ai laboratori partecipanti alla prova. Riguardo all'organizzatore della prova, la ISO 43-1, dopo i capitoli introduttivi, affronta nei capitoli 5 e 6 gli aspetti organizzativi, gestionali, operativi e di comunicazione dei risultati. In particolare nel capitolo 5 sono trattati i punti relativi alla struttura e alla composizione del gruppo di esperti che, sotto la guida di un "Coordinatore della prova", ha il compito di gestire la prova stessa sotto l'aspetto tecnico, statistico e amministrativo. Successivamente sono specificati i requisiti più tecnici e cioè:

- definizione del modello statistico usato con riferimento alle procedure di stima del valore assegnato, di identificazione dei valori anomali, di calcolo della precisione e dell'esattezza;

- modalità di preparazione dei campioni da inviare ai partecipanti alla prova;
- modalità di invio, identificazione, etichettatura, conservazione dei campioni;
- scelta del metodo, se richiesta; normalmente nelle prove valutative il metodo è scelto dal partecipante;
- istruzioni ai partecipanti;
- modalità di valutazione delle prestazioni;
- invio del rapporto di prova e altre comunicazioni ai partecipanti;
- considerazioni relative alla riservatezza e all'etica.

Il documento si chiude con tre allegati, il primo dei quali, molto importante, riporta esempi di metodi statistici per il trattamento dei dati di una prova valutativa interlaboratorio. La parte 2 della ISO 43 riporta i requisiti per la selezione e l'uso delle prove valutative da parte degli organismi di accreditamento dei laboratori. Infatti, poiché i risultati ottenuti da un laboratorio in una prova valutativa interlaboratorio sono usati da questi organismi per valutarne la competenza tecnica, è importante che la prova presa in considerazione sia organizzata e gestita con competenza, efficienza ed equità.

La guida 43-2 specifica che gli organismi di accreditamento devono usare prove interlaboratorio organizzate in conformità alle linee guida descritte nella ISO/IEC Guide 43-1 e devono documentare le loro politiche sulla partecipazione alle prove interlaboratorio dei laboratori accreditati. Le informazioni al riguardo devono essere fornite ai partecipanti e ad altre parti eventualmente interessate.

Uno dei punti più rilevanti riguarda l'utilizzo dei risultati da parte degli organismi di accreditamento dei laboratori, con particolare riguardo ad alcune limitazioni al loro uso. Si precisa che il risultato positivo ottenuto da un laboratorio evidenzia la sua capacità in quella prova ma non una competenza costante. Viceversa, una prestazione insoddisfacente può riflettere una occasionale deviazione dal normale comportamento del laboratorio e non segnala necessariamente una chiara incapacità. Per questa ragione il risultato ottenuto da un laboratorio non può costituire l'unico elemento di valutazione da parte dell'organismo di accreditamento.

Nel documento si afferma inoltre che se un laboratorio ottiene risultati che si collocano al di fuori dei criteri di accettabilità, l'organismo di accreditamento deve avere procedure di intervento che includano una comunicazione preliminare, con un invito al laboratorio ad investigare e commentare la propria prestazione.

L'ultimo paragrafo della guida riguarda, più in particolare, il comportamento del laboratorio in riferimento al risultato ottenuto in una prova di valutazione. Si precisa che il laboratorio deve mantenere la registrazione di tutti i risultati ottenuti, compresi gli esiti delle indagini attivate per individuare le ragioni di eventuali prestazioni negative e delle conseguenti azioni correttive/preventive adottate.

Questa ultima parte è stata ripresa, come si

## Bibliografia

(1) G. Perego, *Chimica e Industria*, 2003, **85**(5), 11.

(2) BIPM/IEC/ISO/OIML/IUPAC/IUPAP: VIM, Vocabulaire International des termes fondamentaux et généraux de

Métrologie, ISO Ed. 1993

(3) UNI ENV 13005:2000 "Guida all'espressione dell'incertezza di misura"

è visto, dal Sinal nel documento DG-0007. Un elenco riassuntivo dei documenti di riferimento per i soggetti coinvolti nelle prove interlaboratorio è riportato nello schema di Figura 2.

## I programmi europei EPTIS e COEPT

Tenuto conto della crescente importanza delle prove valutative interlaboratorio, l'Unione Europea (UE) ha approvato e finanziato nel 1998 un progetto di ricerca presentato da 16 organizzazioni di altrettanti Paesi europei, sotto gli auspici dell'EA e delle organizzazioni di laboratori europei Eurachem e Eurolab. Il progetto aveva come scopo il censimento e la raccolta, in un database da rendere disponibile in un apposito sito web, del maggior numero possibile di Proficiency Tests (PTS) organizzati nei Paesi aderenti, principalmente nel campo della chimica analitica. L'Italia è stata uno dei 16 Paesi aderenti a questo progetto e l'organizzazione che ha rappresentato il nostro Paese è stata Unichim, da tempo attiva nella programmazione e realizzazione di prove interlaboratorio.

Il progetto è stato denominato EPTIS (European Proficiency Testing Information System). Accanto alla segnalazione dei PTS, nel database EPTIS sono forniti dettagli sulla conduzione della prova, sull'elaborazione statistica dei dati e sul numero di laboratori partecipanti ad ogni ciclo di prova.

Negli anni seguenti EPTIS si è sviluppato, a seguito della richiesta di molti organizzatori di essere inseriti nel sito con la segnalazione dei PTS disponibili: ad oggi i PTS segnalati sono circa 800. EPTIS ha conosciuto un successo che va oltre l'ambito dei Paesi della UE e, infatti, gli Stati Uniti, alcuni Paesi dell'America latina e Paesi della ex Europa

orientale hanno concordato l'inserimento dei loro Enti organizzatori nel sito.

Chiaramente l'inserimento di nuovi organizzatori italiani, o di nuovi PTS, è possibile e sollecitato. Unichim si farà carico di provvedere alla registrazione delle informazioni dettagliate pervenute, per arricchire la presenza del nostro Paese nel sito EPTIS.

Nel corso degli anni EPTIS ha avuto l'apprezzamento e la sponsorizzazione di numerose associazioni internazionali quali ILAC, Eurachem, IAAC e IRMM.

In seguito al successo di EPTIS, i promotori del progetto hanno deciso di procedere ad una successiva indagine sulle procedure adottate dagli organizzatori delle prove nei diversi Paesi nelle elaborazioni e nel trattamento statistico dei dati.

Allo scopo di chiarire questi importanti punti è stato preparato un progetto di ricerca, denominato COEPT (Comparability of the Operating and Evaluation of Proficiency testing) che è stato presentato all'UE e approvato con data d'inizio il 2003.

Sono stati selezionati quattro settori di lavoro:

- Acque potabili
- Suoli contaminati da idrocarburi poliaromatici (IPA)
- Alimentare (latte)
- Ambienti di lavoro.

La prima fase (2003) è consistita nella valutazione dei dati elaborati dai diversi organizzatori su insiemi di dati reali e virtuali proposti dai responsabili del progetto. Tenuto conto che questa raccolta ha portato alla conclusione che i risultati potevano essere considerati soddisfacenti è stata attivata la seconda fase, che ha messo a disposizione degli organizzatori campioni di riferimento originali; i risultati delle analisi e delle elaborazioni sono stati raccolti dai coordinatori del progetto. Questa fase è tuttora in corso e le conclusioni saranno disponibili nella

seconda metà del 2005 e pubblicate sull'apposito sito internet.

Anche in questo caso l'Italia è stata fra i Paesi aderenti al Progetto e Unichim ha avuto il doppio ruolo di partecipante italiano alla gestione del progetto e di ente organizzatore in ambedue le fasi di pratica attuazione.

## L'organizzazione di prove interlaboratorio in Italia

Dal database EPTIS risulta che attualmente in Italia vi sono 17 Enti organizzatori di prove interlaboratorio, operanti in 14 diversi settori, che vanno dalla chimica analitica all'ambiente, ai materiali, alle analisi cliniche ecc. Complessivamente si trovano sul database 46 prove interlaboratorio attualmente organizzate.

Maggiori dettagli riguardanti gli organizzatori, le prove, i settori, i materiali, le proprietà e i metodi di prova possono essere trovati sul sito [www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de).

È probabile che il numero effettivo di organizzatori, prove, materiali ecc. sia superiore in quanto sono possibili casi di mancata segnalazione dell'attività in corso, che di conseguenza non è stata registrata.

Il database EPTIS non riporta quanti e quali organizzatori di prove interlaboratorio, in Italia e in Europa, operino in conformità ai documenti di riferimento citati in precedenza. Per quanto riguarda l'Italia si segnala che, a partire dall'inizio del 2004 Unichim, recependo quanto richiesto dalla ISO/IEC Guide 43-2 e dal documento Sinal DG-0007, ha adottato, per l'organizzazione delle prove interlaboratorio, un sistema qualità conforme alla ISO/IEC Guide 43-1, alla Guida ILAC G13. Tale sistema è descritto negli appositi "Documenti descrittivi" del Sistema adottato, il Manuale della qualità e le Procedure, gestionali e operative.

### **Proficiency Testing Schemes. Tools for Assessing the Quality of Laboratories**

*Proficiency Testing Schemes (PTS) are an excellent tool to demonstrate and assess the performance of laboratories with regard to specific measurements. As results from proficiency testing may be used in accreditation decisions, it is important that both the accreditation bodies and the providers have confidence in the design and operation of the schemes. Guidelines for the requirements for the organization and recent European projects on PTS are discussed.*

ABSTRACT 