

APAT L.93/01 - progetto a gestione diretta di APAT : "circuiti di interconfronto per l'individuazione di un gruppo tecnico permanente regionale o multi regionale (GTP) per il monitoraggio continuo della qualità dei dati prodotti dai laboratori regionali che svolgono attività di controllo ambientale."

Titolo della IO: **SCelta, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO**

30/11/04	0	APAT/ARPAV	Direzione Progetto APAT/ARPAV	Gruppo Tecnico Permanente
DATA	REV.	REDAZIONE	VERIFICA	APPROVAZIONE

IO02.GTP

SCelta, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO

ORIGINALE PRESSO: APAT

COPIA N°

DESTINATARIO E/O COLLOCAZIONE: _____

CONSEGNATA IL _____ **DA (firma leggibile)** _____

RICEVUTA IL _____ **DA (firma leggibile)** _____

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 2 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO: SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO		

0. INDICE.

Sezione	TITOLO
0.	INDICE
1.	SCOPO DEL DOCUMENTO
2.	RIFERIMENTI
3.	ACRONIMI E ABBREVIAZIONI
4.	PIANO DI PRODUZIONE
5.	ATTIVITA' PRELIMINARI ALLA PRODUZIONE
6.	CAMPIONAMENTO
7.	TRATTAMENTO
8.	VALUTAZIONE OMOGENEITA' DELLA MASSA (BULK)
9.	IMBOTTIGLIAMENTO
10.	CONSERVAZIONE
11.	TRASPORTO
12.	VALUTAZIONE DELL'OMOGENEITA' (INTRA E TRA BOTTIGLIE)
13.	VALUTAZIONE DELLA STABILITA'
14.	CARATTERIZZAZIONE
16.	METODI DI ANALISI
17.	DOCUMENTO INFORMATIVO PER L'UTENTE

1. SCOPO DEL DOCUMENTO

L'istruzione operativa descrive i criteri generali di scelta, produzione e caratterizzazione di un materiale di riferimento, nonché gli studi da eseguire sul materiale per valutarne omogeneità e stabilità. L'istruzione si applica anche alla scelta e caratterizzazione di siti di riferimento ove condurre specifici CI.

2. RIFERIMENTI

1. ISO GUIDE 30 "Terms and definitions used in connection with reference materials" – versione corrente
2. ISO GUIDE 31 "Reference materials – Contents of certificates and labels" – versione corrente
3. ISO GUIDE 34 "General requirements for the competence of reference materials producers" – versione corrente
4. ISO GUIDE 35 "Certification of reference materials – general and statistical principles" – versione corrente
5. ISO GUIDE 43-1 (E) "Proficiency testing by interlaboratory comparisons – Part 1" – versione corrente
6. ISO/DIS13528 (E) "Statistical Methods for use in Proficiency Testing by Inter laboratory Comparisons" – versione corrente
7. UNICHIM - Guida alla scelta e all'uso dei materiali di riferimento – Manuale n. 197, 2002
8. J. of AOAC International 1993-International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (chemical) Analytical Laboratories

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 3 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO:	SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO	

9. ILAC G 13 "Guidelines for the Requirements for the Competence of the Providers of Proficiency Testing Schemes" – versione corrente
10. Draft 'Terminology in soil sampling', IUPAC Recommendations 2003
11. Van der Veen AMH, Linsinger T, Pauwels J, "Uncertainty in the certification of reference materials. 2. Homogeneity study", (2001) Accred Qual Assur 6:26-30
12. Van der Veen AMH, Linsinger T, Pauwels J, "Uncertainty in the certification of reference materials. 3. Stability study (2001) Accred Qual Assur 6:257-256
13. Documento "Dichiarazione d'intenti: Scopi e organizzazione" – ultima revisione
14. Istruzione Operativa (IO03.GTP) "Elaborazione statistica e valutazione dei risultati del Circuito di Interconfronto" – ultima revisione
15. Procedura Gestionale (PG01.GTP) "Organizzazione di Circuiti di Interconfronto (CI)" – ultima revisione
16. Procedura Gestionale (PG03.GTP) "Gestione dei Documenti di Lavoro" – ultima revisione

3. ACRONIMI E ABBREVIAZIONI

ACRONIMI	DEFINIZIONI
APAT	Agenzia per la Protezione dell'Ambiente e per i Servizi Tecnici
ARPAV	Agenzia Regionale per la Prevenzione e Protezione Ambientale del Veneto
CI	Circuito di Interconfronto
DP	Direzione del Progetto
GTP	Gruppo Tecnico Permanente
IO	Istruzione Operativa
MR	Materiale di Riferimento
MRC	Materiale di Riferimento Certificato
SR	Sito di Riferimento - "Area di cui le concentrazioni di uno o più elementi sono caratterizzate in termini di variabilità spaziale."
Campionamento di Riferimento	"Caratterizzazione di un'area, usando un singolo strumento di campionamento ed un solo laboratorio, fino ad un dettaglio che consenta di determinare un modello di distribuzione in grado di stimare in ogni punto di campionamento la concentrazione degli elementi con incertezza nota"
PG	Procedura Gestionale

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 4 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO: SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO		

4. PIANO DI PRODUZIONE

Il produttore del MR deve individuare e pianificare tutti i processi che influiscono direttamente sulla qualità della produzione e della caratterizzazione del MR.

Il piano di produzione del MR comprende una prima fase di scelta del potenziale materiale di riferimento che include diversi aspetti:

- la tipologia del CI nel quale sarà utilizzato il materiale;
- le proprietà del materiale la cui misura è oggetto di prova nel CI;
- il tipo di matrice;
- l'eventuale presenza di interferenti;
- il grado di omogeneità richiesto;
- il grado di stabilità richiesto;
- implicazioni legate alla salute e alla sicurezza.

Il piano di produzione del MR, una volta scelto il materiale candidato, comprende:

- a. - Studio di fattibilità:
 - i. Raccolta informazioni sulla matrice
 - ii. Individuazione del sito dove campionare il materiale
 - iii. Campionamento di un lotto di campioni di prova
 - iv. Preparazione/trattamento del lotto
 - v. Analisi qualitativa del lotto e valutazione dell'omogeneità e stabilità

Se lo studio di fattibilità risulta positivo relativamente ai livelli di concentrazione dei parametri di interesse, al grado di omogeneità e stabilità richiesto, si procede come segue:

- b. Campionamento del materiale;
- c. Trattamento del materiale;
- d. Imbottigliamento.

Anche per CI condotti su SR, è prevista la redazione di un piano di produzione che include:

- la tipologia del CI previsto;
- le proprietà dell'area candidata ad essere SR per lo specifico CI;
- i livelli di concentrazione dei parametri di interesse richiesti;

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 5 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO: SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO		

- il grado di omogeneità richiesto;
- implicazioni legate alla salute e alla sicurezza.

Il piano di produzione del SR, una volta scelta l'area candidata, comprende:

- a - Studio di fattibilità:
 - i. Individuazione dell'area e raccolta informazioni di dettaglio sull'area;
 - ii. Strategia e tecnica di campionamento per l'assegnazione del valore di riferimento
 - iii. Preparazione/trattamento dell'area.

Se lo studio di fattibilità risulta positivo relativamente ai requisiti posti, si procede come segue:

- b. Campionamento di riferimento dell'area;
- c. Trattamento dei campioni;
- d. Analisi dei parametri sui campioni raccolti;
- e. Analisi statistica dei dati e valutazione del valore assegnato di riferimento dei parametri richiesti per il SR.

5. ATTIVITA' PRELIMINARE ALLA PRODUZIONE

La produzione e conservazione dei MR prevede un attento studio su possibili interferenze ed adsorbimenti causati dai contenitori utilizzati. In particolare; è posta attenzione ad ognuna delle fasi della produzione e imbottigliamento che possono determinare interferenze con i parametri di interesse.

Sarà inizialmente condotta una valutazione di compatibilità e di idoneità dei contenitori in funzione delle caratteristiche chimico-fisiche del sistema matrice-misurando del MR in preparazione.

I contenitori, recipienti e linee di trasferimento vengono sottoposti ad una adeguata pulizia prima dell'utilizzo.

La produzione del MR deve essere svolta in un ambiente adeguatamente pulito e privo di eventuali sostanze che potrebbero contaminare i campioni, inoltre le condizioni ambientali devono essere tali da non invalidare i risultati o influenzare in modo negativo la qualità richiesta del MR.

Per il SR, preliminarmente alle attività di caratterizzazione, sono valutati gli aspetti tecnici che possono interferire con le operazioni di campionamento di riferimento. Procedure di pulizia degli strumenti di campionamento sono adottate per minimizzare fenomeni di contaminazione incrociata dei campioni.

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 6 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO: SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO		

6. CAMPIONAMENTO

Il campionamento del potenziale MR viene pianificato in base alle tempistiche del CI considerando i tempi necessari per la produzione, gli studi di omogeneità, stabilità e per la caratterizzazione del MR. Le modalità e il luogo devono essere idonei alla tipologia del CI con l'obiettivo di produrre MR quanto più simili ai campioni reali analizzati nei laboratori ambientali.

Analogamente, il campionamento di riferimento del SR, viene pianificato in base alle tempistiche del CI considerando i tempi necessari alle successive analisi dei campioni.

7. TRATTAMENTO

Nel caso di matrici solide, sia nel caso di MR che SR, quali suolo, sedimento, compost, rifiuto ecc., il trattamento del materiale consiste, in termini generali, nell'esecuzione delle seguenti operazioni:

- essiccazione in forno o all'aria fino al raggiungimento del peso costante;
- setacciatura e/o macinazione fino a granulometria fissata;
- omogeneizzazione (solo per MR);
- riduzione della massa di campione;
- determinazione della distribuzione granulometrica.

Nel caso di matrici liquide, il trattamento del materiale consiste, in termini generali, nell'esecuzione delle seguenti operazioni:

- trattamenti iniziali di tipo fisico per eliminare eventuali grossolane impurità;
- trattamento di stabilizzazione (finalizzato a garantire stabilità chimico-fisica e microbiologica alla matrice e agli analiti indagati). Questa fase può essere realizzata per via chimica, fisica o combinazione di entrambe.
- Operazioni di fortificazione e omogeneizzazione (nel caso in cui il materiale di partenza non contenga gli analiti indagati) .

8. VALUTAZIONE DELL'OMOGENEITA' DELLA MASSA (BULK)

Il produttore del MR deve valutare l'omogeneità (eterogeneità residua) della massa del materiale candidato a diventare MR prima della fase di imbottigliamento. La valutazione è condotta mediante un metodo di misura la cui ripetibilità è tale da non incidere significativamente sull'incertezza combinata del metodo. La procedura di valutazione della omogeneità deve essere documentata specificando anche il numero di campioni utilizzati.

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 7 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO:	SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO	

L'omogeneità viene valutata conformemente a [4,6,11,12].

9. IMBOTTIGLIAMENTO

Nella fase di imbottigliamento vengono prese precauzioni per garantire l'omogeneità dei singoli campioni; viene mantenuta traccia dell'ordine progressivo di imbottigliamento, utile per evidenziare eventuali disomogeneità dovute a questa fase della produzione del MR. I singoli campioni prodotti sono etichettati e sigillati.

10. CONSERVAZIONE

Il MR viene conservato in condizioni appropriate tali da minimizzare le degradazioni del MR nel tempo (ambienti protetti, temperatura costante). Se il MR viene conservato per un lungo periodo (la durata dipende dalla natura del materiale), vengono eseguiti controlli periodici per una valutazione di stabilità a lungo termine.

Il SR di riferimento è gestito in modo da ridurre al minimo le alterazioni indotte da fenomeni naturali.

11. TRASPORTO

In fase di pianificazione della produzione ed in funzione della stabilità del MR richiesta sono individuate le migliori modalità per il trasporto dello stesso MR. In particolare sono definite le condizioni del trasporto (durata, temperatura e possibili eventi fortuiti tipo raggi UV, urti etc)

12. VALUTAZIONE DELL'OMOGENEITA' (INTRA E TRA BOTTIGLIE)

A valle dell'imbottigliamento, il produttore deve valutare l'omogeneità del materiale candidato a diventare MR analizzando un numero statisticamente significativo di unità di MR prodotte, selezionate con metodo casuale e/o sistematico. Questa fase deve essere svolta mediante un metodo di misura la cui ripetibilità è tale da non incidere significativamente sull'incertezza combinata del metodo (Sezione 15).

In funzione della quantità minima di MR prevista dal metodo di misura utilizzato per la caratterizzazione del misurando di interesse, l'omogeneità sarà valutata su porzioni di MR comparabili.

L'omogeneità viene valutata conformemente a [4,6,11,12].

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 8 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO:	SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO	

13. VALUTAZIONE DELLA STABILITA'

Una volta verificata l'omogeneità del materiale, il produttore deve valutarne la stabilità (metodo isocrono o altri come stabilito dalle norme internazionali). I risultati delle prove devono fornire indicazioni circa gli effetti degradativi del MR che le condizioni di trasporto e conservazione previste nell'ambito del CI possono determinare.

La stabilità viene valutata conformemente a [4,6,11,12].

14. CARATTERIZZAZIONE

Il processo di caratterizzazione è la fase in cui viene assegnato il valore di riferimento al/ai misurando/i oggetto del CI, ivi compreso il caso di CI svolto su un SR. Il produttore del MR/SR deve utilizzare procedure tecnicamente valide per caratterizzare il materiale.

L'assegnazione del valore di riferimento segue le indicazioni riportate nella Istruzione Operativa (IO03.GTP) "Elaborazione statistica e valutazione dei risultati del Circuito di Interconfronto".

15. METODI DI ANALISI

Il produttore di MR/SR deve utilizzare metodi e/o procedure di analisi documentati includendo protocolli che definiscono le modalità di taratura e misura, nonché le attività correlate (campionamento, conservazione, stoccaggio, trasporto, valutazione dell'incertezza di misura e analisi statistica dei dati).

I metodi di misura interni utilizzati dal produttore di MR/SR devono essere convalidati.

Qualora la fase di campionamento faccia parte del metodo di misura (ad esempio: sottocampionamento da una quantità di materiale) è necessario documentare le procedure e le tecniche statistiche per il prelievo dei sottocampioni.

Gli strumenti di misura utilizzati nell'ambito della produzione di MR/SR devono essere tarati e, periodicamente, devono essere eseguite verifiche di stabilità, linearità, risoluzione, ripetibilità ecc. per assicurarsi che gli strumenti eseguano correttamente la misura.

Nel caso di metodi utilizzati per la valutazione dell'omogeneità e della stabilità è necessario che gli stessi prevedono trattamenti chimico-fisici del MR minimi. Il metodo di analisi deve fornire alta precisione e deve mantenere stabile nel tempo le proprie condizioni di ripetibilità.

	ISTRUZIONE OPERATIVA	IO02.GTP Pagina n. 9 di 9 Revisione n. 0
Titolo della IO: SCELTA, PRODUZIONE E CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI DI RIFERIMENTO		

16. RIFERIBILITA'

La riferibilità consiste in una catena ininterrotta di confronti tramite la quale una misura è direttamente confrontabile con il campione primario di misura.

Il produttore del MR/SR deve fornire documentazione circa la riferibilità delle misure. Quando ciò non è possibile, il produttore di MR/SR deve comunque dimostrare la correlazione delle misure eseguite con altri campioni di riferimento oppure materiali di riferimento certificati (MRC) nazionali e/o internazionali.

17. DOCUMENTO INFORMATIVO PER L'UTENTE

Il produttore del MR/SR deve produrre un documento che riporta le seguenti informazioni sul circa il MR/SR:

- Origine e preparazione del MR/SR;
- Modalità di valutazione dell'omogeneità e della stabilità (solo per MR)
- Modalità di imbottigliamento (solo per MR);
- Modalità di conservazione del MR/SR;
- Valori assegnati di riferimento dei parametri ed incertezza associata;
- Metodi di misura;
- determinazione della distribuzione granulometrica.

Qualora necessario, in considerazione delle caratteristiche del MR, deve essere riportata la data di scadenza del materiale.

Tale documento non è fornito ai laboratori partecipanti a CI realizzati nell'ambito del Progetto, ma deve essere rilasciato agli utenti che facessero richiesta del MR o del SR per altri fini.