




ASSICURAZIONE E CONTROLLO QUALITÀ  
DEI DATI ANALITICI DI LABORATORIO

Rev.3 del 26.05.2014




Il presente documento è di proprietà eni.  
E' vietata ogni riproduzione a terzi non autorizzata.  
La società proprietaria tutela i propri diritti a termini di legge.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 3 di 34	REV. 3 del 26.05.2014


## EMISSIONE A CURA DI:

Società	Unità	Nome
syndial	BUSA/LABO	Villani Federico
versalis	INDU/CPRT/CLCP	Stefanizzi Maurizio
eni E&P DICS	SICS/Ambiente	Zappalà Katia / Mauri Laura
eni E&P DIME	SIME/Ambiente	Quaratino Antonio
Enimed	HSE/TEGE-RiBo	Incorvaia Orazio / Melfa Riccardo
eni R&M	HSEQ/AMB/TEPBO	Mancini Marcello / Pianu Marcello
Enipower	HSEQ	Bini Ezio
eni Corporate	Istituto Eni Donegani – CHIFIS	Cesti Pietro
Saipem	RISAMB	Patata Leonardo / Ambrosini Paolo

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 4 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## INDICE

1. STATO DELLE REVISIONI E DELLE MODIFICHE
2. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE
3. RIFERIMENTI
4. REQUISITI TECNICI DI QUALITY ASSURANCE – QUALITY CONTROL
  - 4.1 SCELTA DEI METODI DI PROVA
  - 4.2 ASSICURAZIONE E CONTROLLO QUALITA' DEI DATI
  - 4.3 CURVA DI TARATURA E VERIFICA INIZIALE
  - 4.4 VERIFICA CONTINUA E FINALE DELLA TARATURA
  - 4.5 CAMPIONI DI CONTROLLO BS E BD
  - 4.6 BIANCHI DEL METODO
  - 4.7 SURROGATI E STANDARD INTERNI
  - 4.8 VERIFICA EFFETTO MATRICE (MS E MSD)
  - 4.9 RISPETTO DEI TEMPI LIMITE (HOLDING TIME)
  - 4.10 STANDARD DI RECUPERO (RS)
  - 4.11 CAMPIONE DI CONTROLLO DELLE INTERFERENZE (ICS)
  - 4.12 MATERIALI DI RIFERIMENTO
  - 4.13 STUDIO DEL METHOD DETECTION LIMIT (MDL)
  - 4.14 REPORTING LIMIT (RL)
  - 4.15 TABELLE EPA E APAT PER CONTENITORI, STABILIZZAZIONI E HOLDING TIME
  - 4.16 REQUISITI QA/QC
5. I QUALIFICATORI DEI DATI DI LABORATORIO (FLAG – DATA QUALIFIER)
6. MODALITA' DI RESTITUZIONE DEI RISULTATI
7. IL RAPPORTO DI PROVA
8. TEMPI DI RESTITUZIONE DEI RISULTATI
9. IL PIANO DI CAMPIONAMENTO
10. IL VERBALE DI CAMPIONAMENTO
11. LA CATENA DI CUSTODIA
12. COMPARTIMENTAZIONE DELLE AREE CRITICHE DI LABORATORIO
13. CONSERVAZIONE DEI CAMPIONI
14. MATERIALI DI RIFERIMENTO
15. APPARECCHIATURE
16. ABILITAZIONE DEL PERSONALE
17. INCERTEZZA DI MISURA
18. SUBAPPALTO
19. PROTOCOLLI DI ANALISI
20. NON CONFORMITA' SUI CAMPIONI QA/QC, AZIONI CORRETTIVE E RIPETIZIONE DELL'ANALISI A CARICO DEL LABORATORIO
21. COMUNICAZIONE DEI VALORI FUORI SPECIFICA
22. IL FILE EDD (ELECTRONIC DATA DELIVERABLE)
23. REPORT DPR (DATA PACKAGE REPORT)
24. VALID VALUE LIST

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 5 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 1. STATO DELLE REVISIONI E DELLE MODIFICHE

Rev.0	07.05.2012	Prima emissione
Rev.1	15.05.2013	Revisione al documento e revisione alla tabella EDD e Valid Value List
Rev.2	17.05.2012	Aggiornamento 4.7
Rev.3	26.05.2014	Aggiornamento generale

## 2. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

Il presente documento, ha lo scopo di definire i requisiti minimi di assicurazione e controllo qualità del dato analitico che deve poter garantire ciascun laboratorio ambientale che operi per eni.

L'obiettivo della specifica è la garanzia di ricevere dal laboratorio fornitore un processo analitico di qualità e documentato in ogni sua fase, che generi risultati analitici affidabili, scientificamente e legalmente difendibili.

## 3. RIFERIMENTI

- UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005 – “Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e taratura”.
- ACCREDIA RT-08 – “Prescrizioni per l'accreditamento dei laboratori di prova”.
- UNI EN ISO 9001:2008 – “Sistemi di gestione per la qualità. Requisiti”.
- US-EPA Chapter One “Quality Control” (1992 e s.m.).
- EPA QA/G-8 “Guidance on Environmental Data Verification and Data Validation” (2002 e s.m.).
- “DoD Quality Systems Manual for Environmental Laboratories - Version 4.1” (2009 e s.m.).
- HQ Air Force Center for Environmental Excellence - Technical Services Quality Assurance Program – “Guidance for Contract Deliverables - Appendix C: Quality Assurance Project Plan” (V.4.0.02 May 2006 e s.m.).
- UNI 10802:2013 - Rifiuti. Campionamento manuale, preparazione ed analisi degli eluati.
- UNI EN 14899:2006 – “Campionamento rifiuti e predisposizione piano campionamento”
- UNI EN 15002:2006 – “Caratterizzazione rifiuti e preparazione di porzioni di prova”

## 4. REQUISITI TECNICI DI QUALITY ASSURANCE – QUALITY CONTROL


### 4.1 SCELTA DEI METODI DI PROVA

Il laboratorio deve utilizzare per eni metodi di prova analitici normalizzati o ufficiali, garantiti da rigorosi criteri di assicurazione della qualità dei dati.

L'utilizzo di metodi di prova sviluppati dal laboratorio (metodi interni) è consentito solo nel caso di assenza di metodi normalizzati o ufficiali e deve essere preventivamente autorizzato dalla committente, la quale si riserva la facoltà di richiederne una copia in visione prima dell'inizio attività.

Il laboratorio deve fornire alla committente il proprio elenco dei metodi di prova (normalizzati, ufficiali ed interni) accreditati e non accreditati.

La committente deve poter richiedere di eseguire le determinazioni analitiche secondo i metodi di prova definiti nell'elenco prove di cui sopra. Ove non definito dalla committente, il laboratorio può proporre le soluzioni analitiche ritenute più idonee allo scopo del lavoro.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 6 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Il laboratorio deve sempre disporre di un documento definito “*piano di assicurazione della qualità dei dati*” in cui siano definiti, per ciascun metodo di prova:

- tipologia e frequenza dei controlli qualità applicati;
- criteri e limiti di accettazione dei controlli qualità;
- azioni correttive adottate a seguito di mancato rispetto dei limiti di accettabilità;
- MDL (method detection limit, o limite di rilevabilità del metodo) e RL (reporting limit, o limite di quantificazione) con i criteri utilizzati per il calcolo;
- incertezza di misura del laboratorio nel campo di applicazione del metodo.

Il suddetto piano deve essere trasmesso alla committente e comunque deve essere sempre disponibile su richiesta o in fase di audit.

I metodi di prova devono essere sempre rispettati dal laboratorio per quanto attiene i requisiti di *Quality Assurance & Quality Control*: a titolo di esempio, nel caso in cui un laboratorio applichi un metodo della famiglia US-EPA deve rispettare le regole definite nel documento *EPA Chapter One*.

## 4.2 ASSICURAZIONE E CONTROLLO QUALITÀ DEI DATI

I criteri di assicurazione qualità dei dati previsti dalla presente specifica devono essere applicati per tutti i metodi di prova utilizzati dal laboratorio.

Ove non definito dal metodo ufficiale, il laboratorio deve sempre applicare un protocollo analitico per la garanzia della qualità dei dati che preveda per ciascun “batch” di campioni i seguenti campioni di controllo qualità:

Controlli qualità minimi per i batch di preparativa:

- Verifica del bianco del metodo “LB - Laboratory Method Blank” (o “MB - Method Blank”);
- Verifica della precisione / accuratezza del metodo con campioni a concentrazione nota di analita “BS - Method Blank Spike” (o “LCS – Laboratory Control Sample”) e “BD - Method Blank Spike Duplicate” (o “LCSD - Laboratory Control Sample Duplicate”).

Controlli qualità minimi per i batch strumentali:

- Verifica iniziale della curva di taratura con materiale di riferimento di seconda sorgente “CV – Laboratory Calibration Verification” (o “ICV – Initial Calibration Verification”);
- Verifiche continue della curva di taratura “CV – Laboratory Calibration Verification” (o “CCV – Continuous Calibration Verification”).

Per “batch” si intende un numero di campioni, in quantità non superiore a 20, simili per matrice ed estratti, mineralizzati o digeriti nello stesso modo e tempo, con gli stessi reagenti e analizzati in sequenza.


Il concetto di “batch” vale anche se i campioni non hanno bisogno di estrazione o digestione.

La frequenza di applicazione dei campioni di controllo qualità ed i criteri di accettazione devono essere esplicitati nel “*piano di assicurazione della qualità dei dati*” del laboratorio.

Il piano deve essere trasmesso alla committente in fase di qualifica iniziale e aggiornato/ritrasmesso con cadenza annuale.

A richiesta della Committente, il laboratorio deve poter applicare in fase di campionamento i campioni di controllo qualità di campo e di trasporto: es. bianchi di controllo ambientale “*Ambient Blank*”, bianchi di viaggio “*Trip Blank*”, nonché le verifiche delle interferenze di matrice mediante campioni QC “*Matrix Spike*” e “*Matrix Spike Duplicates*”.

I campioni di controllo devono essere sempre introdotti nelle “batch” insieme ai campioni prelevati in campo

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 7 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

da analizzare.

I *Matrix Spike* (MS) e *Matrix Spike Duplicate* (MSD) valgono come campioni analitici.

Il laboratorio deve registrare tutti i controlli qualità richiesti dai metodi ufficiali e i controlli riportati nel “*piano di assicurazione della qualità dei dati*” del laboratorio e deve poter esibirne le registrazioni ogniqualvolta la committente lo richieda, anche a posteriori dell’attività analitica, mediante un adeguato sistema di reporting sia elettronico che cartaceo in cui si evincano le seguenti informazioni:

- anagrafica campioni in analisi per batch (denominazioni, sample ID, apparecchiatura, ecc..)
- tipologia di campione di controllo qualità per batch
- limiti di riferimento e criteri di accettazione per ciascuna tipologia di campione di controllo per batch
- date di analisi e confronto con gli holding time previsti

La committente può, a discrezione, richiedere la visione di report e output strumentali, curve di taratura, report di preparazione delle soluzioni di taratura e quanto a supporto ed evidenza delle analisi effettuate.

Il laboratorio deve conservare le registrazioni con le evidenze dei controlli dei campioni QA/QC per almeno dieci anni dall’analisi.

Il laboratorio deve essere in grado di qualificare i dati (con opportuni “flag”) sulla base delle risultanze dei campioni di controllo e dei confronti con i limiti definiti.

Ciascun flag di qualificazione (data qualifier) è infatti associato a specifici criteri di controllo qualità che presentano valori al di fuori dei limiti di controllo definiti, per i quali non sono state effettuate o non hanno avuto buon esito le azioni correttive.

Una volta qualificati i dati, il laboratorio deve effettuare le azioni correttive previste in funzione del protocollo di analisi applicato e concordato con la Committente.

#### 4.3 CURVA DI TARATURA E VERIFICA INIZIALE

Gli strumenti analitici devono essere tarati secondo le prescrizioni dei metodi di prova.

Tutti gli analiti devono essere presenti sia nelle tarature iniziali che nelle successive e tutte le tarature devono soddisfare i criteri di accettabilità previsti dal metodo o definiti dal laboratorio nel “*piano di assicurazione della qualità dei dati*”.

Nella taratura iniziale (*Initial Calibration*) la “curva” deve rispettare il numero di punti indicati dal metodo.

Il laboratorio deve poter documentare la preparazione dei materiali di riferimento utilizzati.

La taratura iniziale dello strumento per ogni metodo deve essere verificata, per tutti gli analiti, con un materiale di riferimento di origine diversa (“*second source verification - ICV*”) da quello utilizzato per la taratura.


#### 4.4 VERIFICA CONTINUA E FINALE DELLA TARATURA

Durante e al termine della sequenza analitica deve essere verificata la taratura dello strumento: tal fine devono essere utilizzati “QC Type”: *Calibration Verification* (CV)” (o “CCV”) che sono costituiti da un materiale di riferimento che contiene tutti gli analiti di interesse presenti anche nel materiale di riferimento utilizzato per la curva di taratura, ad una concentrazione circa uguale al punto medio della curva.

Per i CV devono essere soddisfatti dei criteri di accettabilità definiti dal metodo usato. In caso di valori di CV fuori limite previsto dal metodo, deve essere identificata e rimossa la causa dell’errore e devono essere ripetute le prove precedenti al campione CV risultato fuori limite.

#### 4.5 CAMPIONI DI CONTROLLO BS E BD

Il *Laboratory Method Blank Spike* (BS) e il *Laboratory Method Blank Spike Duplicate* (BD) sono costituiti da una matrice pulita (es. acqua reagente per analisi eseguite su matrici acquose, sabbia di Ottawa per analisi

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 8 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

su matrici solide e palline di vetro di diametro di 1 mm per analisi di metalli su matrici solide) a cui viene aggiunta una contaminazione degli analiti di interesse in concentrazione circa uguale al punto di mezzo della curva di taratura.

I campioni BS e BD vengono inseriti nelle batch di preparativa: ogni batch deve contenere almeno un BS, mentre il BD è opzionale a cura del laboratorio.

Vengono utilizzati per il calcolo dell'accuratezza, della precisione e del limite di ripetibilità, per valutare le prestazioni del metodo, e non devono essere utilizzati per la verifica della curva di taratura.

Se i valori di un BS o BD non rientra nei limiti di tolleranza previsti, deve essere eseguita un'azione correttiva e devono essere ripetute le prove precedenti al campione BS o BD risultato fuori limite.

BS e BD coincidono con le definizioni EPA di LCS (Laboratory Control Sample) e LCSD (Laboratory Control Sample Duplicate)

#### 4.6 BIANCHI DEL METODO

Il *Method Blank* (LB) è costituito da una matrice pulita (es. acqua reagente per matrici acquose, sabbia di Ottawa per matrici solide e palline di vetro di diametro 1mm per metalli in matrici solide) libera da analiti, che viene sottoposta allo stesso trattamento del campione, sia per quanto riguarda la preparazione, sia per quanto riguarda l'analisi.

Viene utilizzato per evidenziare l'assenza di contaminazioni durante la preparazione e l'analisi del campione (la contaminazione può essere dovuta a impurità del solvente e a contaminazioni della vetreria) con l'utilizzo dei surrogati e degli standard interni che vengono inseriti nel bianco.

In ogni batch di preparativa deve essere presente almeno un LB.

Se i valori di un LB non rientrano nei limiti di tolleranza previsti, deve essere eseguita un'azione correttiva e devono essere ripetute le prove precedenti al campione LB risultato fuori limite.

#### 4.7 SURROGATI E STANDARD INTERNI

I surrogati (SR) sono composti organici di natura simile agli analiti per composizione e comportamento durante il processo analitico (generalmente sono sostanze deuterate, fluorurate o con carbonio marcato), ma non presenti normalmente nei campioni in analisi. Vengono aggiunti ai campioni, ai bianchi e ai BS prima dell'analisi preparativa per verificare l'efficienza e l'accuratezza dell'estrazione degli analiti organici.


Nel caso di analiti inorganici viene addizionata una contaminazione degli analiti di interesse in concentrazione nota ai campioni e ai bianchi prima dell'analisi per verificare l'efficienza e l'accuratezza dell'intero processo preparativo.

I *Certified Reference Materials* (CRM) sono materiali di riferimento costituiti da matrice e contaminanti analoghi al campione in analisi e certificati per il contenuto di analiti in base a risultati ottenuti da prove interlaboratorio.

La determinazione del recupero degli analiti in CRM, quando disponibili, è preferibile ad altre metodiche nella valutazione dell'accuratezza, soprattutto nel caso dell'impiego di Metodi Interni.

Gli standard interni (IS) sono composti di natura simile agli analiti per concentrazione e comportamento durante il processo analitico (generalmente sono sostanze deuterate, fluorurate o con carbonio marcato nel caso di organici od elementi quali Indio, Gallio ecc. nel caso di inorganici), ma non presenti normalmente nei campioni in analisi. Vengono aggiunti ai campioni, ai bianchi e ai BS prima dell'analisi per valutare la prestazione dell'analisi strumentale.



	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 9 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

#### 4.8 VERIFICA EFFETTO MATRICE (MS E MSD)

Il MS (Matrix Spike) e il MSD (Matrix Spike Duplicate) sono campioni analitici a cui viene aggiunta un'aliquota nota di materiale di riferimento contenente gli stessi analiti presenti nel campione in analisi, e che vengono sottoposti alla stessa procedura di analisi del campione.

I campioni di MS/MSD vengono definiti dalla Committente in base al progetto/piano e comunicati al laboratorio.

Vengono utilizzati per valutare le interferenze di matrici del campione, in ogni batch analitica di 20 campioni deve essere presente almeno un MS e un MSD.

#### 4.9 RISPETTO DEI TEMPI LIMITE (HOLDING TIME)

L'*Holding Time* indica entro quanto tempo deve essere completata dal laboratorio la fase preparativa e/o la fase di analisi del campione rispetto alla data/ora di campionamento.

Se il metodo utilizzato prevede una fase preparativa l'*holding time* della preparazione è calcolato dalla data/ora di campionamento fino alla data/ora di fine preparazione, l'*holding time* dell'analisi è calcolato dalla data/ora di preparativa fino alla data/ora di analisi. Se non è presente la preparativa l'*holding time* dell'analisi va dalla data/ora di campionamento alla data/ora di analisi.


Il laboratorio deve rispettare gli *holding time* previsti dai metodi di prova e darne evidenza con le opportune registrazioni nei file EDD.

Per le modalità di stabilizzazione, conservazione e trasporto dei campioni e per i riferimenti di holding time ci si deve riferire al metodo di prova applicato ovvero ai requisiti dichiarati dall'Ente che ha emesso la metodologia analitica (es. per i metodi US-EPA riferirsi a quanto indicato da US-EPA, per i metodi APAT riferirsi alla stessa APAT, ecc.).

Nell'eventualità che per alcuni metodi di prova non siano esplicitati riferimenti agli holding time dei campioni, il laboratorio si deve riferire all'indicazione più cautelativa disponibile in bibliografia. In assenza di indicazioni il laboratorio deve comunque definire un holding time dell'analisi.

Si riportano di seguito alcuni riferimenti a titolo di esempio:

- US EPA CHAPTER THREE INORGANIC ANALYTES Revision 4 February 2007 (per campioni acquosi e solidi)
- US EPA CHAPTER FOUR ORGANIC ANALYTES Revision 4 February 2007 (per campioni acquosi e solidi)
- APAT Manuali e Linee Guida 29/2003 (per campioni acquosi)
- Metodi NIOSH, <http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/> (per campioni di aria)
- ISO 5667-3:2012 "Water quality sampling – Part 3 – Preservation and handling of water sampling" (per campioni acquosi)

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 10 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

#### 4.10 STANDARD DI RECUPERO (RS)

Gli standard di recupero sono analiti in quantità nota di natura simile alle sostanze presenti nei campioni da analizzare, per composizione e comportamento chimico nel processo analitico, ma non presenti normalmente nei campioni in analisi, che vengono aggiunti a tutti i campioni in analisi, ai bianchi e ai BS per verificare il corretto recupero degli standard interni.

#### 4.11 CAMPIONE DI CONTROLLO DELLE INTERFERENZE (ICS)

Il campione di controllo delle interferenze contiene gli analiti interferenti a concentrazione nota ed è usato solo per le analisi in cui si utilizzano tecniche al plasma ad accoppiamento induttivo (ICP). Viene analizzato all'inizio e alla fine della sequenza analitica per verificare il rumore di fondo e la correttezza dei fattori di correzione inter-elemento.

#### 4.12 MATERIALI DI RIFERIMENTO

I materiali di riferimento utilizzati dal laboratorio, inclusi quelli di "seconda sorgente", usati nelle tarature, nelle verifiche di taratura e nell'esecuzione delle analisi dei campioni, devono essere riferibili a materiali di riferimento certificati.

Il laboratorio deve documentare e tracciare la preparazione dei materiali di riferimento e non deve utilizzare materiali scaduti: le date di scadenza delle soluzioni non devono superare la data di scadenza del produttore.

#### 4.13 STUDIO DEL METHOD DETECTION LIMIT (MDL)

Per ogni metodo/matrice, il laboratorio deve eseguire annualmente lo studio del proprio MDL (method detection limit, o limite di rilevabilità) e definire nel "Piano di assicurazione della qualità dei dati" la frequenza di controllo periodico.

Il limite di rilevabilità del metodo (MDL) secondo l'EPA è la minima concentrazione di analita che produce un segnale significativamente differente dal bianco, rilevata dallo strumento con un metodo specifico in una matrice specifica. Rappresenta ad un livello di fiducia del 99% che la concentrazione dell'analita sia superiore a zero. L'MDL viene valutato per ogni matrice, metodo, analita e strumento che viene utilizzato per l'analisi del campione.


Secondo l' US-EPA viene determinato con le seguenti modalità:

1. Si stima l'MDL con uno dei seguenti criteri:

- il valore di concentrazione che corrisponde a un rapporto strumentale segnale/rumore in un range 2,5-5;
- la concentrazione equivalente a 3 volte la deviazione standard di misure replicate dell'analita in acqua;
- la regione della curva di taratura dove è presente un cambio di sensibilità.

Preparare e analizzare sette campioni di *matrix spike* (l'acqua ASTM Tipo II per metodi su matrici acquose, sabbia di Ottawa per metodi su matrici solide e perline di vetro di 1 mm di diametro o più piccole per metalli) che contengano l'analita ad una concentrazione pari all'MDL stimato.

Calcolare la varianza ( $s^2$ ) per ciascun analita nel seguente modo:

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 11 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \left[ \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]$$

dove  $x_i$  è la i-esima misura della variabile  $x$  e  $\bar{x}$  è la media dei valori di  $x$ .

Determinare la deviazione standard per ciascun analita:  $s = (s^2)^{1/2}$

Determinare l'MDL per ciascun analita come: MDL = 3,14 s


Se la quantità aggiunta ai 7 campioni iniziali è più di 10 volte l'MDL calcolato si deve ripetere il processo usando una quantità di aggiunta minore.

Il laboratorio deve studiare il proprio MDL per tutti i metodi di prova che utilizza e mantenerne registrazione. Qualora il metodo preveda una modalità differente di calcolo del MDL (ad esempio per i metodi non appartenenti alla famiglia US-EPA), il laboratorio deve definire il criterio utilizzato nel proprio piano di assicurazione della qualità, sempre disponibile alla committente.

#### 4.14 REPORTING LIMIT (RL)

Per reporting limit (RL) si intende il primo punto della curva di taratura. Il laboratorio deve definire per ciascun metodo, nel proprio "piano di assicurazione della qualità dei dati", il proprio RL.

RL può essere considerato anche come il "limite di quantificazione" del metodo.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 12 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

#### 4.15 REQUISITI QA/QC

Il laboratorio deve applicare, per tutti i metodi di prova, i controlli di qualità previsti con le frequenze definite dai metodi.


#### METODI FISICI E CHIMICO FISICI

Requisiti minimi di taratura e QA/QC per metodi fisici e chimico fisici


QC Check	Frequenza	Criteri	Azioni correttive
Taratura iniziale	Prima delle analisi, ogni qual volta vengano fatte delle modifiche al sistema analitico o quando i controlli continui sono fuori limite di controllo.	Requisiti specifici di metodo	N/A
CV – Verifica iniziale e continua della taratura	All'inizio sequenza e ogni 20 campioni o 12 ore di uso dello strumento. Alla fine sequenza.	Tutti gli analiti all'interno dei limiti di controllo del metodo	Correggere il problema, ritardare e ri-analizzare i campioni correlati.

#### METODI IN GC/FID; GC/ECD; GC/MS; LC/MS; ICP/MS; ICP/OES; IC; UV/VIS

QC Check	Frequenza	Criteri	Azioni correttive
MS tuning	Prima della verifica della taratura.	Requisiti specifici di metodo. (Es. BFB tuning per SW8260 e DFTTP tuning per SW8270)	Ri-eseguire la procedura di tune; ri-controllare il tune.
Taratura iniziale, (su cinque punti)	Prima delle analisi e ogni qual volta vengono fatte delle modifiche al sistema analitico o quando i controlli continui sono fuori limite di controllo.	Rif. EPA SW 8000 e/o requisiti specifici di metodo. Media fattori risposta, lineare $r \geq 0.995$ , quadratica (6 punti) $r \geq 0.995$ , cubica (6 punti) $r \geq 0.995$	N/A
CV (ICV) - Verifica iniziale della taratura (con materiali di riferimento di seconda sorgente).	Immediatamente dopo la taratura iniziale.	Tutti gli analiti all'interno dei requisiti specifici di metodo.	Correggere il problema e ripetere la taratura iniziale e la verifica.
CV (CCV) – Verifica continua della taratura.	All'inizio di ogni batch analitica, in corso ogni 10 campioni e a fine batch analitica.	Tutti gli analiti all'interno dei limiti di controllo del metodo.	Correggere il problema, ritardare e ri-analizzare i campioni correlati al CV.
CB - Bianchi di calibrazione	Dopo ogni verifica della taratura (CV)	Nessun analista trovato al di sopra degli RL	Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati.
SPCC e CCC - System Performance Check Compounds e Calibration Check Compounds	SW8260 e SW8270 con ogni verifica continua della taratura	SPCCs $RF \geq$ limiti di controllo di metodo and %Drift per RF dei CCCs $\leq RF \geq$ limiti di controllo di metodo	Correggere il problema ri-tarare e ri-analizzare i campioni correlati.
LB - Bianco del metodo	Almeno uno per batch analitica di massimo 20 campioni.	Nessun analista trovato al di sopra degli RL	Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati – ri-preparare se necessario.


	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 13 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

QC Check	Frequenza	Criteri	Azioni correttive
BS – Laboratory Blank Spike	Almeno uno per batch analitica di massimo 20 campioni.	Tutti gli analiti all'interno dei limiti specificati nelle tabelle per l'esattezza e la precisione relative ai metodi	Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati – ri-preparare se necessario.
M/MS/SD – Matrix/Matrix Spike/Matrix Spike Duplicate	Un set M/MS/SD per ogni batch analitica di massimo 20 campioni (su richiesta della committente.)	Tutti gli analiti all'interno dei limiti specificati nelle tabelle per l'esattezza e la precisione dei metodi	N.A.
BS/BD – Laboratory Blank Spike Duplicate.	Un set BS/BD ogni batch analitica di massimo 20 campioni (su richiesta della committente.)	Tutti gli analiti all'interno dei limiti specificati nelle tabelle per l'esattezza e la precisione dei metodi	N.A.
Retention time window	ogni analita	Tempo di ritenzione relativo (RRT) per ciascun analita $\pm 0.06$ RRT units dal CV	N.A. (utilizzato per l'identificazione degli analiti).
IS - Internal Standards Escluso diluizione isotopica	Nei metodi che usano gli IS, in ogni campione oggetto di indagine ed in ogni campione di QC	Tempo di ritenzione $\pm 30$ sec. Da tempo di ritenzione dell'IS nel CV Extracted Ion Current Profile (EICP) area tra metà ed il doppio del valore dell'area dell'IS nel CV	Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati.
Surrogate spike Escluso diluizione isotopica	Nei metodi che usano i SR, In ogni campione oggetto di indagine ed in ogni campione di QC	Tutti i surrogati devono rientrare nei limiti di recupero specificati nelle tabelle per l'esattezza e la precisione dei metodi	Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati – ri-preparare se necessario.
Interference check standard	Solo per EPA 6020 e EPA 6010 all'inizio ed alla fine di ogni sequenza analitica o due ogni otto ore quale viene prima.		Correggere il problema e ri-analizzare i campioni correlati.
Dilution Test	Solo per EPA 6020 e EPA 6010 . Ogni nuova tipologia di matrice e su richiesta del Committente	I risultati del campione diluito 1:5 devono discostarsi al massimo $\pm 10\%$ da quelli del campione tal quale (è applicabile solo quando i risultati del campione tal quale sono almeno 25 volte l'MDL)	Fare un post-digestion spike addition.
Post-digestion spike addition	Solo per EPA 6020 e EPA 6010 Quando il Dilution test è fuori limite.	Recuperi all'interno del range 75-125% dei valori attesi	N.A.
Second Column Confirmation	Per metodi in GC e LC senza MS come detector ad eccezione di SW 8015 e SW8082	I tempi di ritenzione nelle diverse colonne devono essere corretti la concentrazione deve rientrare nel 20% di differenza	N.A.
FD – Field Duplicates	Almeno per il 10% dei campioni campionati su richiesta del Committente (billable)	Tutti gli analiti all'interno dei limiti specificati nelle tabelle per la precisione dei metodi	N.A.
FR – Field Replicates	Almeno per il 10% dei campioni campionati su richiesta del Committente (billable)	Tutti gli analiti all'interno dei limiti specificati nelle tabelle per la precisione dei metodi	N.A.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 14 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

QC Check	Frequenza	Criteri	Azioni correttive
TB – Trip Blank SW8260 e SW8015 GRO	Uno per ogni spedizione di materiale su richiesta del Committente (billable)	Nessun analista trovato al di sopra degli RL	N.A.
AB – Ambient Blank SW8260 e SW8015 GRO	Uno per ogni area omogenea e al massimo per 20 campioni prelevati su richiesta del Committente (billable)	Nessun analista trovato al di sopra degli RL	N.A.
EB – Equipment Blank	Dopo il lavaggio dei sistemi di campionamento uno ogni 20 prelievi su richiesta del Committente	Nessun analista trovato al di sopra degli RL	N.A.

Quando le azioni correttive non sono efficaci o non sono applicabili, deve essere tenuta traccia applicando un “Flag” (*data qualifier*) sui QC report del Data Package e sugli opportuni campi del EDD file.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 15 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 5. I QUALIFICATORI DEI DATI DI LABORATORIO (FLAG – DATA QUALIFIER)


Il laboratorio deve applicare per tutti i metodi i seguenti criteri di qualificazione dei dati per evidenziare il fatto che i dati sono associati a campioni QC che presentano valori al di fuori dei limiti di controllo e per i quali non sono state effettuate o non hanno avuto buon esito le azioni correttive.

Nel caso in cui un dato abbia più qualificatori, il laboratorio li può riportare tutti o solamente il più grave secondo il seguente ordine R, UM, M, E, J, B, F, e U.

Nella tabella seguente sono riportati i qualificatori (flag) accettati da eni nei report QA/QC e sui file EDD.


FLAG	DEFINIZIONE
	Nessun flag se l'analita è stato identificato e quantificato, e la quantificazione non è soggetta ad errore a fronte dei previsti campioni e controlli QC (l'analita può essere espressa con la sua incertezza di misura)
<b>J</b>	L'analita è stato identificato e quantificato, ma la quantificazione è da intendersi come stima, in quanto potrebbe essere soggetta ad errore (presenza di QC non conformi)
<b>U</b>	L'analita è stato ricercato, ma non trovato. Il valore associato è inferiore o uguale al valore dell'MDL
<b>F</b>	L'analita è stato identificato e quantificato ma il valore numerico ad esso associato è compreso tra il valore del MDL e il valore del RL (con RL primo punto della curva di taratura)
<b>E</b>	L'analita è stato identificato e quantificato ma il valore numerico ad esso associato è maggiore del limite superiore della curva di taratura (il campione va analizzato come diluito)
<b>R</b>	Il valore è inutilizzabile a causa dell'incapacità di essere analizzato correttamente a causa delle gravi non conformità
<b>B</b>	L'analita è stato trovato anche nei bianchi di controllo associati al campione
<b>M</b>	E' presente un effetto matrice
<b>UM</b>	L'analita è stato ricercato, non trovato a causa di un effetto matrice (basso recupero)

Convenzione di Qualificazione generale dei Dati			
Requisiti QA/QC	Criteri	Flag	Applicato a
Holding Time	Superati i tempi di estrazione e/o analisi	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti del campione
BS	%R > UCL %R < LCL	J risultati positivi R risultati < MDL	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni analizzati nello stesso batch analitico
Method Blank	Analita(i) quantificati $\geq$ RL	B	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni analizzati nello stesso batch analitico
Field Blanks	Analita(i) quantificati $\geq$ RL	B	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni analizzati nello stesso batch analitico
Field duplicates	Field duplicates >5x RL e RPD > CL	J risultati positivi R risultati < MDL	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni raccolti dallo stesso sito nella stessa data di campionamento


	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. <b>QAQCLAB</b>	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 16 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Convenzione di Qualificazione generale dei Dati			
Requisiti QA/QC	Criteri	Flag	Applicato a
	Almeno un FD <5xRL e la differenza tra il FD e il campione >RL (water) or >2xRL (soil/sediment)		
MS/MSD	MS or MSD % R > UCL	M risultati positivi	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni raccolti dallo stesso sito nella stessa data di campionamento
	MS or MSD % R < LCL	M risultati positivi UM risultati < MDL	
	MS/MSD RPD > CL	M risultati positivi UM risultati < MDL	
Sample Preservation/ Collection	Criteri di campionamento conservazione non conformi	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti nel campione
Sample Storage	< 2°C or > 6°C	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti nel campione
Ambient Blank (VOC samples only)	Analiti rilevati ≥ RL	B	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni raccolti dallo stesso sito nella stessa data di campionamento
Trip Blank (VOC samples only)	Analiti rilevati ≥ RL	B	L'analita (gli analiti) in tutti i campioni raccolti dallo stesso sito nella stessa data di campionamento che hanno viaggiato insieme
Initial Five Point Calibration (GC & HPLC methods)	Criteri di linearità >CL	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla calibrazione iniziale
Initial Five Point Calibration (GC/MS methods)	SPCC o CCC >CL	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla calibrazione iniziale
	Criteri di linearità >CL	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla calibrazione iniziale
Second Source Calibration Verification	> UCL  < LCL	J risultati positivi No flag risultati < MDL J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla verifica della calibrazione con quello standard di seconda sorgente
Calibration Verification (GC/MS methods)	SPCC o CCC > CL	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla verifica della calibrazione
	> UCL  < LCL	J risultati positivi No flag risultati < MDL J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla verifica della calibrazione
	> UCL  < LCL	J risultati positivi No risultati < MDL J risultati positivi	Tutti gli analiti associati alla verifica della calibrazione




	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 17 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Convenzione di Qualificazione generale dei Dati			
Requisiti QA/QC	Criteri	Flag	Applicato a
		R risultati < MDL	
Surrogates	Surrogate %R > UCL	J risultati positivi	Tutti gli analiti associati ai surrogati (x Volatili) tutti gli analiti)
	Surrogate %R < LCL	J risultati positivi R risultati < MDL	
Mass Spectrometer Tune	Criteri di abbondanza ionica > CL	R per tutti gli analiti	Tutti gli analiti
Second Column/Second Detector Confirmation (GC & HPLC methods)	Non eseguita	R per tutti gli analiti	Analiti interessati ≥RL
	Divergenza risultati > ±40%	J risultati positivi	Tutti gli analiti interessati
Internal Standard	Retention time > ±30 secondi dall'ultima verifica della calibrazione	R per tutti gli analiti	Tutti gli analiti associati all'IS
	EICP area non rientrante tra -50% e +100% dell'ultima verifica della calibrazione	J risultati positivi R risultati < MDL	
Lowest Calibration Standard	Lowest calibration standard in Initial Calibration >RL	J risultati positivi tra primo punto CC e RL R tutti gli analiti ≤RL	Tutti gli analiti interessati
Tentatively Identified Compounds (TICs)		T	Tutti i TICs
Initial multipoint calibration	Coefficiente correlazione < 0.995	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla calibrazione iniziale
Initial calibration verification/second source standard	CL exceeded	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla calibrazione iniziale e verifica con standard di seconda sorgente
Calibration blank	Analyte detected ≥ RL	B	All results for specific analyte(s) in all detected samples associated with the blank
Calibration verification (Instrument Check Standard)	CL exceeded	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla verifica della calibrazione
Interference check solution (ICS)	CL exceeded	J risultati positivi R risultati < MDL	Tutti gli analiti associati alla verifica dell'ICS
Recovery test (CVAA method)	%R > UCL	J risultati positivi	Tutti gli analiti se non è stata fatta l'aggiunta standard
	%R < LCL	J risultati positivi R risultati < MDL	
Post digestion spike addition (ICP/MS method)	% R > UCL	J risultati positivi	Tutti gli analiti associati alla post digestion spike addition

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 18 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Convenzione di Qualificazione generale dei Dati			
Requisiti QA/QC	Criteri	Flag	Applicato a
	%R < LCL	J risultati positivi R risultati < MDL	
Method of standard addition (CVAA method)	Aggiunte successive non eseguite o Spike non appropriato o coefficiente di correlazione < 0.995	J tutti gli analiti	Tutti i risultati positivi
UCL = upper control limit LCL = lower control limit CL = control limit			

I limiti di riferimento, a titolo esemplificativo, sono riportati negli allegati D e G del documento *"Quality Systems Manual for Environmental Laboratories - Version 4.1. e s.m."*

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 19 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 6. MODALITA' DI RESTITUZIONE DEI RISULTATI

Come riscontro delle analisi si richiede che il laboratorio possa fornire:

- Tabella preliminare dei risultati in formato xls
- Anteprima di stampa del rapporto di prova definitivo
- Rapporto di prova documentale (come da paragrafo successivo)
- File dei dati in formato elettronico (es. tabelle excel) contenenti tutte le informazioni anagrafiche dei campioni ed i relativi risultati pubblicati anche sul rapporto di prova
- Electronic Data Deliverable (EDD) secondo i requisiti riportati nella presente specifica
- Data Package Report (DPR) secondo i requisiti riportati nella presente specifica (solo protocollo TOP)

Il laboratorio deve segnalare preventivamente e tempestivamente, rispetto all'emissione del rapporto di prova, l'eventuale presenza riscontrata di sostanze diverse rispetto a quanto specificatamente richiesto.

Si precisa che il rapporto di prova documentale, oltre ai dati analitici sperimentali, deve poter contenere, a seconda delle esigenze dei singoli richiedenti, anche eventuali dati calcolati (es. sommatorie).

### Comunicazione dei valori fuori specifica:

La committente deve essere tempestivamente informata in caso di valori fuori norma/specifica. La/le persone da informare, anche a mezzo telefonata e/o e-mail saranno comunicate dai gestori del contratto/gestori delle attività.


## 7. IL RAPPORTO DI PROVA

Il Rapporto di Prova deve rispettare i requisiti definiti nei seguenti documenti:

- UNI CEI EN ISO/IEC 17025 "Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e taratura"
- ACCREDIA RT-08 "Prescrizioni per l'accreditamento dei laboratori di prova"
- UNI 10802:2013 - Rifiuti. Campionamento manuale, preparazione ed analisi degli eluati
- UNI EN 14899:2006 – "Campionamento rifiuti e predisposizione piano campionamento"
- UNI EN 15002:2006 – "Caratterizzazione rifiuti e preparazione di porzioni di prova"

Di seguito le informazioni minime che devono essere riportate nel corpo del rapporto di prova:

- Nome, indirizzo del laboratorio e luogo dove le prove sono state eseguite, se differente dall'indirizzo del laboratorio;
- Indicazione univoca del rapporto di prova (es. numero di serie), identificazione di ogni pagina che lo costituisce (pagina x di y) e indicazione della fine;
- Nome e indirizzo del cliente;
- Descrizione e indicazione non ambigua del campione da analizzare (matrice, descrizione, punto di campionamento);
- Data di ricevimento del campione al laboratorio;
- Identificazione del metodo utilizzato e stato di revisione;
- Data di esecuzione (inizio e fine) della singola prova;
- Riferimento a piani o procedure di campionamento utilizzati dal laboratorio (quando applicabile poiché non campionato dal committente);

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 20 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

- Risultati e corrispondenti unità di misura;
- Nome, funzione e firma della persona che autorizza l'approvazione e il rilascio del rapporto di prova;
- Indicazioni sugli eventuali scostamenti o aggiunte rispetto ai metodi normati;
- Indicazione dell'incertezza di misura (non percentuale) e del fattore di copertura (NOTA: l'incertezza di misura va sempre riportata quando la prova è accreditata ACCREDIA);
- Indicazioni della specifica di riferimento (quando richiesta), ad esempio limiti di legge o autorizzativi, ed indicazione del valore di riferimento per ciascun composto (ove applicabile).

I rapporti di prova che contengono risultati di campionamento devono includere quanto segue:

- Data del campionamento e riferimento al verbale di campionamento;
- Nome del campionatore;
- Luogo del campionamento;
- Dettagli sulle condizioni ambientali durante il campionamento che possano avere effetto sull'interpretazione dei risultati;
- Riferimento ad ogni norma o altre specifiche concernenti il metodo o la procedura di campionamento, gli scostamenti, le aggiunte o le esclusioni rispetto alle relative specifiche.

Nel caso di rapporto di prova relativo ad un rifiuto da caratterizzare, devono essere riportate, di minima, le seguenti indicazioni:

- Classificazione del rifiuto ai fini dello smaltimento finale (a seguito dei risultati ottenuti su tutti i parametri ricercati ed in ragione di quanto previsto dalla normativa vigente);
- Attribuzione del codice C.E.R. o conferma rispetto quanto indicato dalla Committente;
- Classificazione di pericolosità del rifiuto e attribuzione del codice di pericolo;
- Giudizio firmato da professionista Chimico iscritto all'Ordine.

Riguardo l'invio dei rapporti di prova in formato elettronico, su specifica richiesta delle singole committenti eni, potranno essere richieste delle varianti sul nome file del RdP definitivo in formato elettronico.

## 8. TEMPI DI RESTITUZIONE DEI RISULTATI

Ove non sia prevista la "procedura di urgenza", attivata su specifica richiesta della committente, il tempo standard di restituzione dei dati analitiche di 10 giorni lavorativi (salvo tipologie di analisi che non lo consentano tecnicamente, e che devono essere preventivamente segnalate dal laboratorio).


Per le analisi di caratterizzazione dei rifiuti il tempo di restituzione è di 8 giorni lavorativi.

Per procedura di urgenza si intende l'attivazione di una richiesta di restituzione dei risultati e del relativo rapporto di prova in un tempo di 24 ore, 48 ore, 72 ore o 120 ore dal termine del campionamento.

Per i monitoraggi ambientali (aria), salvo applicazione di procedure di urgenza, il tempo standard di restituzione dei dati analitici in forma di rapporto o tabella preliminare è di 5 giorni lavorativi.

I tempi di consegna standard dei rapporti di prova cartacei o digitali con firma elettronica non devono superare i 15 giorni lavorativi dalla data di trasmissione dei risultati preliminari.

Il gestore del contratto, o suo delegato, potrà avvalersi di definire con il laboratorio tempi di consegna dei rapporti di prova più restrittivi in funzione delle specifiche attività.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 21 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 9. IL PIANO DI CAMPIONAMENTO

In assenza di un “piano di campionamento” definito dalla committente, è compito del laboratorio proporre l'elaborazione. Il piano di campionamento dovrà comunque essere soggetta a benestare da parte della committente.

Il piano di campionamento, per specifiche e definite attività, può essere anche predisposto “*una tantum*” ad inizio validità del contratto ed applicato ogniqualvolta sia necessario.

Il piano di campionamento deve descrivere la strategia e le procedure adottate dal laboratorio per il campionamento, nonché eventuali riferimenti a norme specifiche.

Sul verbale di campionamento deve essere riportato il riferimento univoco al piano di campionamento adottato.

Per quanto attiene il campionamento di rifiuti, devono essere garantiti i requisiti previsti dalle norme tecniche in materia: UNI 10802, UNI EN 14899, UNI EN 15002.

## 10. IL VERBALE DI CAMPIONAMENTO


Ove il campionamento sia stato effettuato dal laboratorio, questi deve produrre e consegnare alla Committente un verbale di campionamento che deve contenere le seguenti informazioni minime:

- Numero di verbale di campionamento (da riportare come riferimento sul corrispondente rapporto di prova);
- Informazioni univoche inerenti le anagrafiche della Committente (Sito/Indirizzo);
- Data e ora del campionamento;
- Luogo e punto del campionamento;
- Nome, cognome e ruolo dei tecnici campionatori;
- Tipologia e matrice del campione;
- Riferimento al piano di campionamento adottato;
- Natura e aspetto del campione (visivo/olfattivo);
- Quantità di campione campionata;
- Numero di sottocampioni raccolti e descrizione dei supporti di campionamento utilizzati;
- Condizioni di stabilizzazione del campione (quando necessario);
- Riferimento alla catena di custodia (presa in carico e destinazione del campione al laboratorio);
- Annotazioni di “evidenze” visive ed olfattive del campione;
- Eventuali note esplicative (se necessario) da trasmettere al laboratorio;
- Eventuali requisiti aggiuntivi previsti dalle Norme tecniche sul campionamento e caratterizzazione dei rifiuti.

Nel caso di campionamento di rifiuti, il laboratorio, se richiesto dalla committente, deve poter produrre un report fotografico in campo costituito da almeno due fotografie: una sul rifiuto tal quale prima del campionamento e una sul campione dopo il prelievo. Il report fotografico deve essere trasmesso alla committente unitamente a copia del verbale di campionamento.

Nei siti/cantieri eni è necessario richiedere autorizzazione per l'esecuzione delle fotografie al gestore del contratto / gestore dell'attività o ad altra funzione delegata.

Tutti i campioni prelevati dal laboratorio devono essere raccolti in contenitori idonei, sigillati ed etichettati. Qualora si tratti di aliquote di campioni destinate ad essere conservate come contro campioni (di interesse della committente e/o di Enti di controllo), questi devono essere rigorosamente sigillati, siglati e conservati.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 22 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Una copia del verbale di campionamento deve essere sempre fornito alla committente al termine dell'attività nel giorno stesso in cui è avvenuto l'intervento.

## 11. LA CATENA DI CUSTODIA

L'adozione e la corretta modalità di utilizzo della "catena di custodia" del campione ne assicurano la custodia e l'integrità in tutto il percorso dal campionamento, trasporto, ricevimento al laboratorio, preparazione, analisi e archiviazione, generazione dei dati e refertazione, fino allo stoccaggio finale del campione analizzato.

Nella catena di custodia devono essere riportati almeno i seguenti dati:

- Anagrafiche della committente (nome cliente, numero di contratto, richiedente, nome progetto)
- Identificazione di ciascun campione per ciascun contenitore (denominazione, matrice, punto di campionamento, data e ora del campionamento);
- Riferimento al/i verbale/i di campionamento;
- Nome e cognome dei tecnici campionatori;
- Tipologie e numero di contenitori utilizzati (supporti);
- Profili analitici richiesti e relativi metodi di analisi;
- Indicazione della data richiesta per la consegna dei risultati;
- Indicazioni per eventuali riferimenti a limiti di legge o di specifica;
- Indicazioni dei referenti per la richiesta di invio risultati (fax, telefono, e-mail);
- Nome, cognome e firma di chi compila la Catena di custodia e si assume la responsabilità per l'invio in conformità dei campioni al laboratorio;
- Referente all'interno del laboratorio.

All'arrivo dei campioni al laboratorio, la Catena di Custodia deve essere completata dai tecnici preposti che provvedono a verificare l'idoneità dei campioni prima dell'analisi e l'identificativo dei contenitori (supporti di campionamento), nonché lo stato di conservazione e di eventuale stabilizzazione dei campioni.

Sulla catena di custodia, in apposito campo compilato al ricevimento in laboratorio, devono essere registrate le condizioni del campione al ricevimento (integrità, adeguatezza contenitori, temperatura contenitori) e le eventuali anomalie.

Le catene di custodia devono essere archiviate e conservate dal laboratorio insieme alla documentazione di registrazione dei campioni, mentre una copia deve essere restituita alla committente.


## 12. COMPARTIMENTAZIONE DELLE AREE CRITICHE DI LABORATORIO

Le aree di lavoro in laboratorio per la preparazione, l'estrazione e l'analisi dei campioni devono essere rigorosamente compartimentate e separate fisicamente per evitare fenomeni di contaminazione incrociata, in particolare per le analisi di composti volatili e per le analisi di microinquinanti in tracce (es. PCDD/PCDF/PCBs) o per le analisi microbiologiche.

## 13. CONSERVAZIONE DEI CAMPIONI

Il laboratorio deve disporre di idonei armadi / celle frigorifere per la conservazione dei campioni della committente contenenti potenziali analiti termolabili.

Le celle di conservazione campioni devono essere sottoposte a monitoraggio continuo e registrazione della temperatura interna. I sensori di controllo temperatura delle celle devono essere sottoposti a piano di taratura. Le registrazioni dei tracciati di temperatura devono essere conservate.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 23 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Il laboratorio deve dare evidenza di gestire gli eventuali stati di fuori controllo delle temperature.

Al laboratorio compete la conservazione delle aliquote di pertinenza della committente, corrispondenti ai campioni sottoposti ad analisi. La conservazione di eventuali ulteriori aliquote (es. controcampioni a seguito di piani di caratterizzazione) restano a carico della committente, salvo accordi specifici tra le Parti.

#### **14. MATERIALI DI RIFERIMENTO**

Il laboratorio deve garantire le idonee condizioni di gestione e conservazione dei materiali di riferimento utilizzati per le prove come previsto dai requisiti della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025.

Tutti i materiali di riferimento sono a carico del laboratorio, che ne deve garantire la disponibilità prima dell'inizio dei lavori.

#### **15. APPARECCHIATURE**

Tutte le apparecchiature utilizzate per le analisi richieste, indipendentemente dall'accreditamento delle prove stesse, devono sottostare ai requisiti previsti dalla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, essere sottoposte a manutenzione preventiva ed interventi di taratura programmata.

#### **16. ABILITAZIONE DEL PERSONALE**

Tutto il personale tecnico che esegue campionamenti e prove di laboratorio per eni deve essere sottoposto a documentata abilitazione tecnica iniziale e verifica periodica continua.

Il personale deve essere in grado di riprodurre le prestazioni dei metodi normati e ufficiali (precisione, accuratezza, recuperi) ed il laboratorio deve conservare opportuna documentazione di registrazione, ivi incluse le registrazioni originali delle prove eseguite per l'abilitazione iniziale e la verifica periodica del proprio personale.

#### **17. INCERTEZZA DI MISURA**


Il laboratorio deve disporre di uno studio dell'incertezza di misura per tutti i metodi di prova utilizzati per la committente, in particolare al livello di concentrazione corrispondente ai limiti di specifica certificati per ciascun analita (es. limiti di legge del Dlgs 152/06). Il laboratorio deve poter fornire alla committente un documento riepilogativo con i valori di incertezza di misura stimati dal laboratorio in corrispondenza dei limiti di legge/specifica.

#### **18. SUBAPPALTO**

Nel caso in cui il laboratorio debba ricorrere al subappalto di attività analitiche o di campionamento, devono essere rispettati tutti i requisiti della presente specifica tecnica e della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025.

Deve essere fornito preventivamente alla committente l'elenco dei laboratori proposti in subappalto, con la garanzia sottoscritta da parte del Legale Rappresentante del laboratorio fornitore che i laboratori proposti rispondono a tutti i requisiti previsti contrattualmente e previsti dalla presente specifica, unitamente ad una dichiarazione che l'appaltatore si rende garante e responsabile di tutta l'attività.

Prima di ogni attività analitica subappaltata deve essere informata la committente, la quale dovrà darne preventiva autorizzazione scritta attraverso le preposte funzioni.


	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 24 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 19. PROTOCOLLI DI ANALISI

Eni ha definito tre PROTOCOLLI (livelli) analitici; BASIC, STANDARD e TOP che si differenziano per il grado di approfondimento dei controlli qualità applicati e per i supporti documentali da produrre finalizzati a dimostrare l'applicazione dei controlli QA/QC e la tracciabilità dei processi analitici. Nella tabella seguente sono riportati i requisiti da rispettare per tutte le prove di laboratorio, in funzione del protocollo di analisi richiesto:

DESCRIZIONE REQUISITI PER LE PROVE		APPLICAZIONE REQUISITI NEI PROTOCOLLI		
		Nr. 1 BASIC	Nr. 2 STANDARD	Nr. 3 TOP
1	Conformità della prova ai requisiti previsti dalla UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005 e dall'ente di accreditamento.	Sì	Sì	Sì
2	Utilizzo di metodi di prova interni validati dal laboratorio.	Ammesso	Ammesso, previo preventiva autorizzazione	Ammesso solo in assenza di metodi normati e previo preventiva autorizzazione
3	Stampa rapporto di prova con marchio ACCREDIA (ove applicabile).	Sì	Sì	Sì
4	Disponibilità del dossier sullo studio dell'incertezza di misura.	Sì per i metodi accreditati	Sì per tutti i metodi	Sì per tutti i metodi
5	Stampa dell'incertezza di misura sul rapporto di prova.	Sì sempre per le prove accreditate	Sì sempre per tutte le prove	Sì sempre per tutte le prove
6	Rispetto dei tempi limite di preparazione ed analisi (Holding Time).	Sì	Sì	Sì
7	Applicazione dei campioni di controllo qualità previsti dai metodi di prova, con frequenze e limiti di accettabilità definiti nel piano di assicurazione qualità dei dati del laboratorio, ove non previsto dai metodi ufficiali.	Sì	---	---
8	Applicazione dei campioni di controllo qualità previsti dai metodi di prova, con frequenza di massimo 20 campioni per ciascuna batch analitica (se non definito dai metodi ufficiali) e limiti di accettabilità definiti nel piano di assicurazione qualità dei dati del laboratorio (se non definito dai metodi ufficiali).	---	Sì	Sì
9	Evidenza di partecipazione a circuiti interlaboratorio con frequenza annuale per VOC in GC/MS, SVOC in GC/MS, PCDD/F in HRGC/HRMS, PCB in GC/MS, Metalli in ICP su matrici acque, terreni e rifiuti.	---	Sì	Sì
10	Gestione delle azioni correttive a seguito dei FLAG sui QC non conformi rispetto ai limiti di accettabilità.	---	Sì	Sì
11	Registrazione dello studio del "Method Detection Limit".	Sì	Sì	Sì
12	Presenza di un "matrix spike" e un "matrix spike duplicate" in ogni batch (ove non previsto dal metodo ufficiale).	---	Sì (su richiesta)	Sì
13	Registrazione e disponibilità del file EDD. Il file EDD deve essere trasmesso alla committente a conclusione delle analisi relative ai campioni di ciascuna SDG unitamente ai rapporti di prova.	Sì	Sì	Sì
14	Data Package Report. Il DPR deve essere trasmesso alla committente a conclusione delle analisi relative ai campioni di ciascuna SDG unitamente ai rapporti di prova e ai file EDD.	---	---	Sì



	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 25 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Riepilogo dei controlli minimi di assicurazione qualità fatto salvo quanto previsto dal metodo di prova utilizzato:

**R = Richiesto obbligatorio**

**C = Condizionale (se previsto dal metodo o richiesto dalla committente)**

	BS	BD	CV	CB	LB	MS	SD	IS	SR
BASIC	R	C	R	R	R	C	C	C	C
STANDARD	R	R	R	R	R	C	C	C	C
TOP	R	R	R	R	R	R	R	C	C

#### QAQC-TYPE

BS	Method Blank Spike (LCS)
BD	Method Blank Spike Duplicate (LCSD)
CV	Lab. Calibration Verification (ICV / CCV)
CB	Lab. Calibration Blank (ICB / CCB)
LB	Lab Method Blank (MB)
MS	Lab. Matrix Spike (MS)
SD	Lab. Matrix Spike Duplicate (MSD)
IS	Internal Standard (ove previsto dal metodo)
SR	Surrogate (ove previsto dal metodo)

Indipendentemente dal protocollo applicato, le evidenze dei controlli QA/QC e le registrazioni a supporto (report strumentali, curve di taratura, ecc) devono essere conservate per un tempo pari a 10 anni e devono poter essere fornite alla committente ogniqualvolta le richieda, anche a posteriori dell'attività analitica svolta.

## 20. NON CONFORMITA' SUI CAMPIONI QA/QC, AZIONI CORRETTIVE E RIPETIZIONE DELL'ANALISI A CARICO DEL LABORATORIO

### Protocollo 1: basic

Il protocollo basic non prevede azioni correttive e qualifica dei dati con applicazione e registrazione dei flag.

### Protocollo 2: standard.

Il protocollo standard prevede la qualifica dei dati con applicazione e registrazione dei flag e l'applicazione di azioni correttive.


Le prove devono essere ripetute, rimuovendo le cause che hanno portato alla qualifica del dato (azione correttiva).

Nel caso di dato fuori scala (oltre l'ultimo punto della curva di taratura), deve essere condotta nuovamente l'analisi su un diluito qualora il valore riscontrato sia oltre il limite superiore della curva di taratura (ultimo punto) con una tolleranza del 10%. Deve essere tenuta traccia nel file EDD sia del risultato sulla prova iniziale sia del risultato sul/i campione/i diluito/i.

### Protocollo 3: top.

Valgono le regole definite per il Protocollo Standard.

Le prove devono essere ripetute se la percentuale di dati con flag nei campioni N supera il 5% del totale dei risultati per le analisi di campioni liquidi ed il 10% del totale dei risultati per le analisi di campioni solidi.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 26 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

## 21. COMUNICAZIONE DEI VALORI FUORI SPECIFICA

La committente deve essere tempestivamente informata in caso di valori fuori norma/specifica. La/le persone da informare, anche a mezzo e-mail, sono definite in fase di emissione dell'ordine (gestore del contratto, gestore dell'attività o persona da lui delegata). Il laboratorio deve disporre di efficaci sistemi di comunicazione dei valori fuori specifica.

## 22. IL FILE EDD (ELECTRONIC DATA DELIVERABLE)

Il laboratorio deve essere in grado di produrre un file denominato "EDD" (*Electronic Data Deliverable*) con le caratteristiche di seguito specificate.

Il file EDD deve essere un file ASCII delimitato da TAB con estensione ".txt".

Il laboratorio deve generare un file EDD per ogni SDG (*Sample Delivery Group*) e il nome deve essere l'identificativo univoco del SDG che il laboratorio attribuisce al set di campioni inviati contestualmente dalla committente.

I campi del file EDD devono essere riportati nell'ordine e con le caratteristiche indicate nella seguente "Tabella requisiti file EDD": relativamente al numero di campi da riportare nel file EDD ci si deve riferire al tipo di protocollo QA/QC applicato (Basic – Standard – Top).

Il file EDD, a seconda del protocollo richiesto deve contenere le seguenti informazioni:

	N	QC unicamente relazionati ai campioni N della committente	Diluiti e Riestratti	IS (internal standard)	SR (surrogate)
BASIC	R				
STANDARD	R	R	R	C	C
TOP	R	R	R	C	C

**R = Richiesto obbligatorio**

**C = Condizionale (se previsto dal metodo)**

Sono esclusi dal file EDD i campioni utilizzati per le tarature iniziali (Initial Calibration) e quelli per lo studio del MDL (MDL Study).

Sono altresì esclusi dal file EDD tutti i QC non relazionati ai campioni della committente.


- **Field Name**

La prima riga del file EDD deve contenere il "Field Name" di ciascun campo rispettando il *case sensitive*.

- **Valid Value List**

Al fine di standardizzare i file EDD, eni ha definito le liste dei valori validi.

I campi contrassegnati con una "X" devono contenere valori validi richiamati in apposito file "Valid Value List" in formato Excel fornito dalla committente in allegato alla presente specifica tecnica e può essere periodicamente aggiornato da eni con stato di revisione indipendente.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 27 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

### • Data Type

La colonna "Data Type" descrive il formato di campo:

- Text: formato alfanumerico. Non deve contenere il carattere "TAB"
- Number: formato numerico con la virgola come separatore decimale. Non sono ammessi valori esponenziali e separatori di migliaia
- Date: formato data come dd/mm/yyyy
- DateTime: formato data ora come dd/mm/yyyy hh:min

### • Data Length

La colonna "Data Length" definisce la lunghezza massima del solo Data Type "Text".

### • BASIC – STANDARD - TOP

Indica per ciascun protocollo QA/QC applicato, se il campo è:


NR = Non Richiesto (il campo NON deve essere presente nel file EDD: solo per protocollo BASIC)

R = Obbligatorio (il campo deve essere sempre valorizzato)

C = Condizionale (il campo viene valorizzato se si verifica una determinata condizione)

O = Opzionale (la valorizzazione del campo non è obbligatoria)

Qualora il campo sia (C) condizionale o (O) opzionale, e non venga valorizzato, non deve essere riportato alcun valore o carattere nello stesso.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica		N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio		Pag. 28 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

**Tabella requisiti file EDD - VERSIONE "ENI03"**

Table Ref.	Field Number	Field Name	Valid Value List	Data Type	Data Length	BASIC	STANDARD	TOP	DESCRIZIONE
SAMPLE	1	RowNum		Number		R	R	R	Identificativo progressivo univoco della riga del file EDD.
SAMPLE	2	ENIVersionCode		Text	10	R	R	R	Codice che identifica la versione del formato di file EDD. Il codice deve essere univoco: es. ENI02 è il codice che identifica la presente versione di formato file EDD.
SAMPLE	3	ENIProtocolType	X	Text	1	C	C	C	Tipo di protocollo applicato.  Il valore va riportato per i soli campioni N della committente.
SAMPLE	4	LabName		Text	20	R	R	R	Codice di identificazione del laboratorio fornitore come definito sul contratto.
SAMPLE	5	LabSDG		Text	50	C	C	C	Identificativo univoco del Sample Delivery Group (consegna/accettazione del lotto di campioni ricevuto) attribuito dal sistema LIMS del laboratorio esecutore dell'analisi.  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	6	ENISDG		Text	50	C	C	C	Identificativo univoco del Sample Delivery Group (consegna/accettazione del lotto di campioni inviato dalla committente) attribuito dalla committente.  Il valore va riportato se fornito dalla committente per i propri campioni.
SAMPLE	7	ENIProjectID		Text	50	C	C	C	Nome/numero del progetto / piano di campionamento ed analisi eventualmente attribuito dalla committente.  Il valore va riportato se fornito dalla committente per i propri campioni.
SAMPLE	8	ENIContractReference		Text	30	C	C	C	Numero di riferimento dell'ordine di lavoro (ODL) in caso di contratto aperto, o numero del contratto in caso di contratto specifico.  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	9	ENISampleID		Text	40	C	C	C	Identificazione univoca dell'ID del campione oggetto di test nei sistemi eni (es. identificativo assegnato dal LIMS eni).  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	10	ENIFieldID		Text	100	C	C	C	Denominazione del campione assegnata dalla committente come appare sulla COC o sul verbale di campionamento (es. Piezometro 1, Cumulo 5, Punto E1).  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	11	LabSampleID		Text	40	R	R	R	Identificatore univoco del campione assegnato dal sistema LIMS del laboratorio fornitore.
SAMPLE	12	NativeID		Text	40		C	C	Questo campo viene utilizzato per identificare il campione del laboratorio da cui sono derivati altri campioni. Il campo va valorizzato con il "LabSampleID" (vedasi esempio in "Tabella utilizzo NativeID e LRType").  Il valore va riportato per tutti i QC di tipo "Duplicate" o "Replicate" di campo o di laboratorio ( "FD", "FR", "BD", "LD", "LR", "SD") e per "MS".
SAMPLE	13	QAQCName	X	Text	5		R	R	Codifica del nome di campione QC.
SAMPLE	14	QAQCType	X	Text	5		R	R	Codifica del tipo di campione QC.
SAMPLE	15	Matrix	X	Text	20	R	R	R	In questo campo viene indicata la matrice. Applicabile a tutti i tipi di campione.
SAMPLE	16	SampleDateTime		DateTime		C	C	C	Data e ora di campionamento.  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	17	LabReceiveDate		Date		C	C	C	Data di ricevimento del campione da parte del laboratorio.  Il valore va riportato per i soli campioni della committente.


	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>		N. DOC. <b>QAQCLAB</b>	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>		Pag. 29 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Table Ref.	Field Number	Field Name	Valid Value List	Data Type	Data Length	BASIC	STANDARD	TOP	DESCRIZIONE
SAMPLE	18	LabAcceptanceDate		Date		C	C	C	Data di accettazione del campione da parte del laboratorio. Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
SAMPLE	19	SampleDescriptionNote		Text	255		O	O	Eventuali note aggiuntive al campione.
TEST	20	AnalysisMethod	X	Text	50	R	R	R	Nome del metodo di prova utilizzato per l'analisi.
TEST	21	CommonName	X	Text	20	R	R	R	Nome sintetico che caratterizza l'analisi (famiglia del test e tecnica).
TEST	22	LabLocation		Text	20	R	R	R	Sede del laboratorio in cui è stato eseguito il test.
TEST	23	InstrumentID		Text	20		C	C	Identificatore univoco dello strumento/apparecchiatura analitica utilizzata per eseguire il test. Il valore va riportato per i soli test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura.
TEST	24	OperatorID		Text	20		O	O	Identificatore univoco dell'operatore che ha eseguito il test.
TEST	25	LRType	X	Text	3		C	C	Codifica della replica del test. Il valore va riportato solo sui test replicato, riestratto o rianalizzato per conferma.
TEST	26	ExtractionMethod	X	Text	20		C	C	Nome del metodo di prova utilizzato per l'estrazione/mineralizzazione del campione. Il valore va riportato solo sui test che prevedono estrazione/mineralizzazione.
TEST	27	LabExtractDate		Date			C	C	Data di estrazione del campione in laboratorio. Il valore va riportato solo sui test che prevedono estrazione/mineralizzazione.
TEST	28	LabAnalysisDateTime		DateTime		R	R	R	Data e ora di analisi del campione.
TEST	29	LabPrepLot		Text	40		C	C	Viene utilizzato per identificare univocamente un lotto di campioni provenienti dalla stessa preparativa ed associati ai corrispondenti campioni QC di preparativa. Il valore va riportato solo sui test che prevedono una fase di preparazione.
TEST	30	LeachMethod		Text	50		C	C	Nome del metodo di prova utilizzato per il test di cessione. Il valore va riportato solo sui test che prevedono il test di cessione.
TEST	31	LeachDate		Date			C	C	Data di effettuazione del test di cessione. Il valore va riportato solo sui test che prevedono il test di cessione.
TEST	32	InstrSeqID		Text	100		C	C	Identificativo univoco della sequenza analitica strumentale. Il valore va riportato per i soli test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura.
TEST	33	LabAnalysisLot		Text	100		R	R	Identificativo univoco del batch analitico e dei relativi campioni QC analizzati contestualmente.
TEST	34	CalRefID		Text	100		C	C	Identificatore univoco della curva di taratura strumentale associata al batch di campioni analizzati e relativi campioni QC presenti nella medesima sequenza. Il valore va riportato sui test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura che richieda la curva di taratura.
TEST	35	SeqNum		Number			C	C	Numero identificativo univoco della posizione del campione nella sequenza dell'apparecchiatura. Il valore va riportato per i soli test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura.
TEST	36	MDLRefID		Text	100		C	C	Identificatore univoco dello studio di MDL. Il valore va riportato per i test quantitativi in cui viene eseguito lo studio di MDL.
RESULT	37	ParamID	X	Text	12	R	R	R	Codice di identificazione dell'analita.


	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica		N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio		Pag. 30 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Table Ref.	Field Number	Field Name	Valid Value List	Data Type	Data Length	BASIC	STANDARD	TOP	DESCRIZIONE
RESULT	38	CAS		Text	20		O	O	Numero di CAS dell'analita.
RESULT	39	ParamType	X	Text	1	R	R	R	Tipo di analita.
RESULT	40	Analyte		Text	60	R	R	R	Nome dell'analita.
RESULT	41	Result		Text	10	R	R	R	Risultato analitico espresso nell'unità di misura richiesta. Va indicato lo stesso valore che viene riportato sul rapporto di prova. Nel caso di internal standard e surrogati va riportato il valore macchina.
RESULT	42	Uncertainty		Text	16		C	C	Valore dell'incertezza di misura del risultato. Il valore deve essere espresso nella stessa unità di misura del Result. Il valore va riportato nei risultati relativi a test quantitativi.
RESULT	43	Units		Text	10	R	R	R	Unità di misura degli analiti.
RESULT	44	Dilution		Number			R	R	Valore di fattore di diluizione utilizzata per l'analisi. Il valore è 1 in assenza di diluizione.
RESULT	45	MDL		Number			C	C	Method Detection Limit, o Limite di Rilevabilità del Metodo. Viene determinato a fronte di MDL Study. Espresso con unità di misura macchina. Il valore va riportato per i test quantitativi in cui viene eseguito lo studio di MDL.
RESULT	46	RL		Number			C	C	Reporting Limit, o Limite di Quantificazione. Primo punto della curva di taratura. Espresso con unità di misura macchina. Il valore va riportato sui test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura che richieda la curva di taratura.
RESULT	47	UpperCal		Number			C	C	Upper Calibration Limit: indica il punto più alto della curva di taratura nel caso di analisi strumentali. Il valore va riportato sui test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura che richieda la curva di taratura.
RESULT	48	MDLAdjusted		Number			C	C	MDL corretto per il fattore di scala del test (ScaleFactor). Il valore va riportato per i test quantitativi in cui viene eseguito lo studio di MDL.
RESULT	49	RLAdjusted		Number			C	C	RL corretto per il fattore di scala del test (ScaleFactor). Il valore va riportato sui test eseguiti con l'utilizzo di una apparecchiatura che richieda la curva di taratura.
RESULT	50	RawResult		Text	10		R	R	Risultato analitico grezzo non corretto per i fattori di scala.
RESULT	51	ScaleFactor		Number			C	C	Indica il fattore di scala nella conversione tra il risultato grezzo ed il risultato finale (tiene conto di eventuali diluizioni, concentrazioni, cambi di unità di misura, espressioni del risultato rispetto al secco o setacciato, ecc). Il valore va riportato sempre per i test quantitativi. Il valore è 1 in assenza di fattori di scala.
RESULT	52	RetentionTime		Number			C	C	Tempo di ritenzione cromatografico. Il valore va riportato solo nel caso di test con tecniche cromatografiche.
RESULT	53	ConcQual	X	Text	1		R	R	Qualificatore (flag) del valore di concentrazione. Non applicabile ai risultati dei Surrogati e degli Internal Standard e dove non è prevista curva di calibrazione con MDL, RL e UCL. In questi casi inserire "=".
RESULT	54	LabQualifier	X	Text	1		C	C	Qualificatori (flag) assegnati dal laboratorio ai risultati. Il valore va riportato nel caso il risultato sia qualificato con un flag, mentre è vuoto se il Concqual è = e se non ci sono eventi che generano flag.



TIPOLOGIA DOCUMENTO  
Specifica tecnica

N. DOC.


QAQCLAB

TITOLO  
Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio

Pag. 31 di 34

REV. 3  
del 26.05.2014

Table Ref.	Field Number	Field Name	Valid Value List	Data Type	Data Length	BASIC	STANDARD	TOP	DESCRIZIONE
RESULT	55	ReportedResult		Text	1		R	R	Identificatore del qualificatore di risultato da riportare sul rapporto di prova: Y se trattasi di valore riportato sul rapporto di prova; N se trattasi di valore non riportato sul rapporto di prova.
RESULT	56	QC_original_conc		Number			C	C	Concentrazione dell'analita sul campione originale. Richiesto per matrix spike e matrix spike duplicates. Per surrogati e LCS viene inserito il valore zero.
RESULT	57	QC_spike_added		Number			C	C	Concentrazione dell'analita aggiunto al campione originale. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati.
RESULT	58	QC_expected_conc		Number			C	C	Concentrazione attesa dell'analita sul campione spiked. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati. Nota: nel caso di QC che prevedono uno spike su matrice bianca (es LCS o CV) il valore è uguale al QC_spike_added.
RESULT	59	QC_spike_recovery		Number			C	C	Percentuale di recupero sullo spike. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati.
RESULT	60	QC_spike_lcl		Number			C	C	Limite minimo per spike recovery espresso in percentuale. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati.
RESULT	61	QC_spike_ucl		Number			C	C	Limite massimo per spike recovery espresso in percentuale. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati.
RESULT	62	QC_spike_status		Text	1		C	C	Indica il superamento dei limiti per lo spike recovery. Usa il carattere * per indicare il superamento altrimenti vuoto. Richiesto per qualsiasi spiked qc e per i surrogati.
RESULT	63	QC_dup_original_conc		Number			C	C	Concentrazione dell'analita sul campione originale. Valore richiesto per tutti i duplicati e per LCSD e MSD.
RESULT	64	QC_rpd		Number			C	C	Differenza relativa tra due duplicati espressa in percentuale. Richiesto per qualsiasi duplicato.
RESULT	65	QC_rpd_cl		Number			C	C	Limite massimo per la differenza relativa tra due duplicati espressa in percentuale. Richiesto per qualsiasi duplicato.
RESULT	66	QC_rpd_status		Text	1		C	C	Indica il superamento dei limiti per lo spike recovery. Usa il carattere * per indicare il superamento altrimenti vuoto. Richiesto per qualsiasi duplicato.
RESULT	67	QC_blank_status		Text	1		C	C	Indica il superamento dei limiti per i blank. Usa il carattere * per indicare il superamento altrimenti vuoto. Richiesto per qualsiasi bianco.
RESULT	68	Max_Ex_HT		Number			C	C	Holding Time di estrazione Richiesto per i metodi di prova che definiscono di un holding time di estrazione
RESULT	69	Max_An_HT		Number			C	C	Holding Time di analisi Il valore va riportato per i soli campioni della committente.
RESULT	70	Stabilized		Text			R	R	Identificatore del qualificatore di stabilizzazione: Y se trattasi di aliquota stabilizzata; N se trattasi di aliquota non stabilizzata.
RESULT	71	Comments		Text	255		O	O	Campo commenti a cura del laboratorio.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO <b>Specifica tecnica</b>	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO <b>Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio</b>	Pag. 32 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

Di seguito si riporta un esempio di utilizzo dei campi “NativeID” e “LRType” nel file EDD:

Azione	ENISampleID	ENIFieldID	LabSampleID	NativeID	QAQCType	LRType
Prima analisi	1	Pozzo1	A		N	
Diluizione del campione	1	Pozzo1	A		N	DL1
Prima analisi	2	Pozzo2	B		N	
Matrix Spike	2	Pozzo2 (o altra denominazione)	BB	B	MS	
Matrix Spike Duplicate	2	Pozzo2 (o altra denominazione)	BBB	B	SD	


## 23. REPORT DPR (DATA PACKAGE REPORT)

Il rapporto “Data Package” fornisce alla committente una evidenza oggettiva dell’applicazione dei requisiti di qualità dei dati (utilizzo di tutti i campioni di controllo previsti, verifica dei limiti di accettabilità, qualificazione dei risultati, rispetto degli holding time, gestione ed applicazione delle azioni correttive a seguito di QC falliti), e costituisce una specifica relazione tecnica conclusiva a supporto documentale di un SDG (sample delivery group).

Il Data Package Report deve essere un file in formato pdf, con pagine numerate, unico per ogni SDG (“sample delivery group” o accettazione omogenea di campioni), costituito da tutti i dati dei campioni in analisi e da tutti i dati dei campioni di controllo qualità associati ai campioni in analisi per ciascun batch analitico.

1. Informazioni generali sul progetto
2. *Case Narrative* del progetto, che deve contenere:
  - a. descrizione di eventuali problemi incontrati in fase analitica;
  - b. l’identificativo dei campioni ricevuti e non analizzati dal laboratorio, con descrizione dei problemi riscontrati;
  - c. l’identificativo dei campioni e delle analisi eseguite fuori dai tempi massimi (non rispetto degli holding time);
  - d. la lista dei risultati dei campioni QC che hanno dato esito negativo rispetto ai limiti di accettazione del laboratorio e la lista corrispondente dei campioni in analisi coinvolti nella medesima batch analitica, con il riepilogo dei flag attribuiti.
3. Risultati analitici sui singoli campioni in analisi.
4. Copia della catena di custodia e del verbale di campionamento.
5. Risultati relativi a tutti i campioni QC analizzati con indicazione dei rispettivi criteri di accettazione per ogni metodo di prova:
  - a. Il report deve riportare nei campioni QC dei singoli metodi di prova:
    - i. il recupero sugli spike
    - ii. il recupero sugli spike dei surrogati
    - iii. la precisione delle misure e i limiti di precisione e accuratezza
  - b. Il report deve riportare:
    - i. i risultati e i limiti per i Calibration Verification (CV)
    - ii. i risultati e i limiti per i Laboratory Method Blank (LB)
    - iii. i risultati e i limiti per i Laboratory Method Blank Spike (BS)
    - iv. i risultati e i limiti per i Laboratory Method Blank Spike Duplicate (BD)



	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 33 di 34	REV. 3 del 26.05.2014

v. i risultati e i limiti per i Matrix Spike/Spike Duplicate (M/MS/SD)

6. Informazioni sul rispetto degli Holding Time per ogni metodo.
7. Studio del MDL (Method Detection Limit) per ogni metodo.
8. Dati della curva di taratura per ogni metodo.

Il Data Package Report deve contenere, di minimo, per ciascuna SDG, i seguenti report:

Il documento “Guidance for Contract Deliverables - Appendix C: Quality Assurance Project Plan (QAPP)” (V.4.0.02 May 2006 e s.m.i.) della HQ Air Force Center for Environmental Excellence - Technical Services Quality Assurance Program, rappresenta un valido esempio di documento di riferimento su come gestire la qualificazione dei dati errati (flag) e come costruire il formato del Data Package Report (es. quanto riportato al paragrafo 8.3 “Quality Assurance Reports”).


## 24. VALID VALUE LIST (LISTE DI VALORI VALIDI)

Al fine di standardizzare i file EDD, eni ha definito le liste dei valori validi (VVL) per i seguenti campi del file EDD:

1. ProtocolType
2. QAQCName e QAQCType
3. RLType
4. Matrix
5. AnalysisMethod ExtractionMethod (non esaustiva)
6. CommonName
7. ParamType
8. ParamID (non esaustiva)
9. ConcQual
10. LabQualifier

Il file con le Valid Value può essere periodicamente aggiornato da eni.

I laboratori devono utilizzare nei file EDD i valori validi definiti nelle *Valid Value List*.

	TIPOLOGIA DOCUMENTO Specifica tecnica	N. DOC. QAQCLAB	
	TITOLO Assicurazione e controllo qualità dei dati analitici di laboratorio	Pag. 34 di 34	REV. 3 del 26.05.2014