

Congresso Nazionale dei Laboratori di prova  
accreditati e degli Ispettori qualificati ACCREDIA

---

## Transizione UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018: stato dell'arte

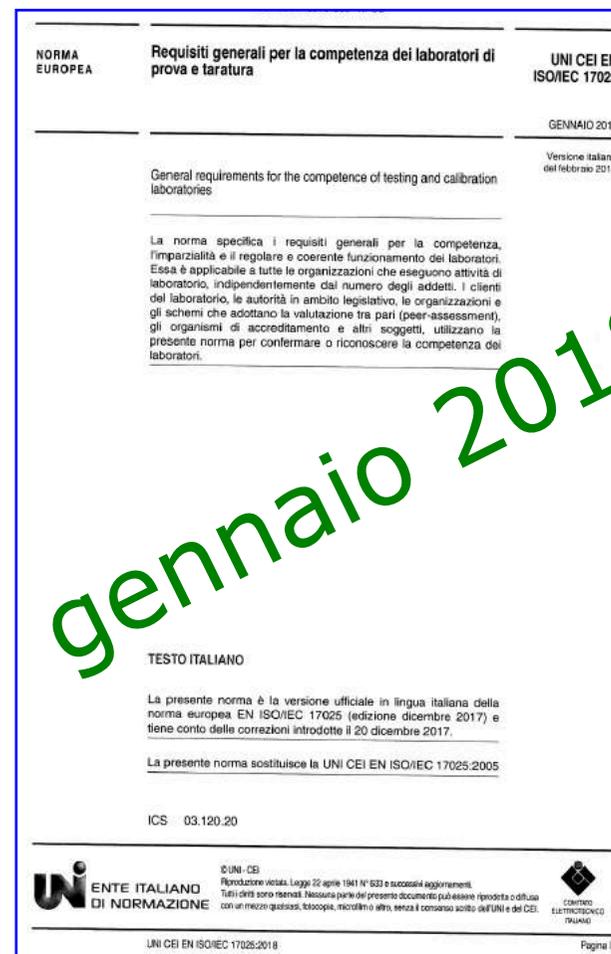
---

**Silvia Tramontin –Direttore Dip. Lab. prova**  
**Federico Pecoraro – Vice Direttore Dip. Lab. prova**

Verona/Roma  
14/15 – 24/25 ottobre 2019

## Transizione alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018

**ISO/IEC 17025:2017 = UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018**





Transizione alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018



**EA LC Workshop on ISO/IEC 17025:2017 Transition  
25th September, EA LC 38th Meeting, Warsaw**

**Obiettivo del WS:** evidenziare le difficoltà incontrate dagli enti di accreditamento nella transizione alla nuova ISO/IEC 17025. Durante il seminario sono stati trattati principalmente i seguenti argomenti:

- Dichiarazioni di conformità
- Approccio basato sul rischio
- Gestione delle informazioni (LIMS)
- Opzione B per il Sistema di gestione
- Campionamento
- Riferibilità metrologica dei risultati di misura
- Assicurazione della validità dei risultati
- Gamma delle attività di laboratorio



## Transizione: a che punto siamo?

Laboratori di prova transitati all'edizione 2018-> **256 (21%)**

Laboratori accreditati direttamente con l'edizione 2018 -> **15**

*Dati al 11 ottobre 2019*

---

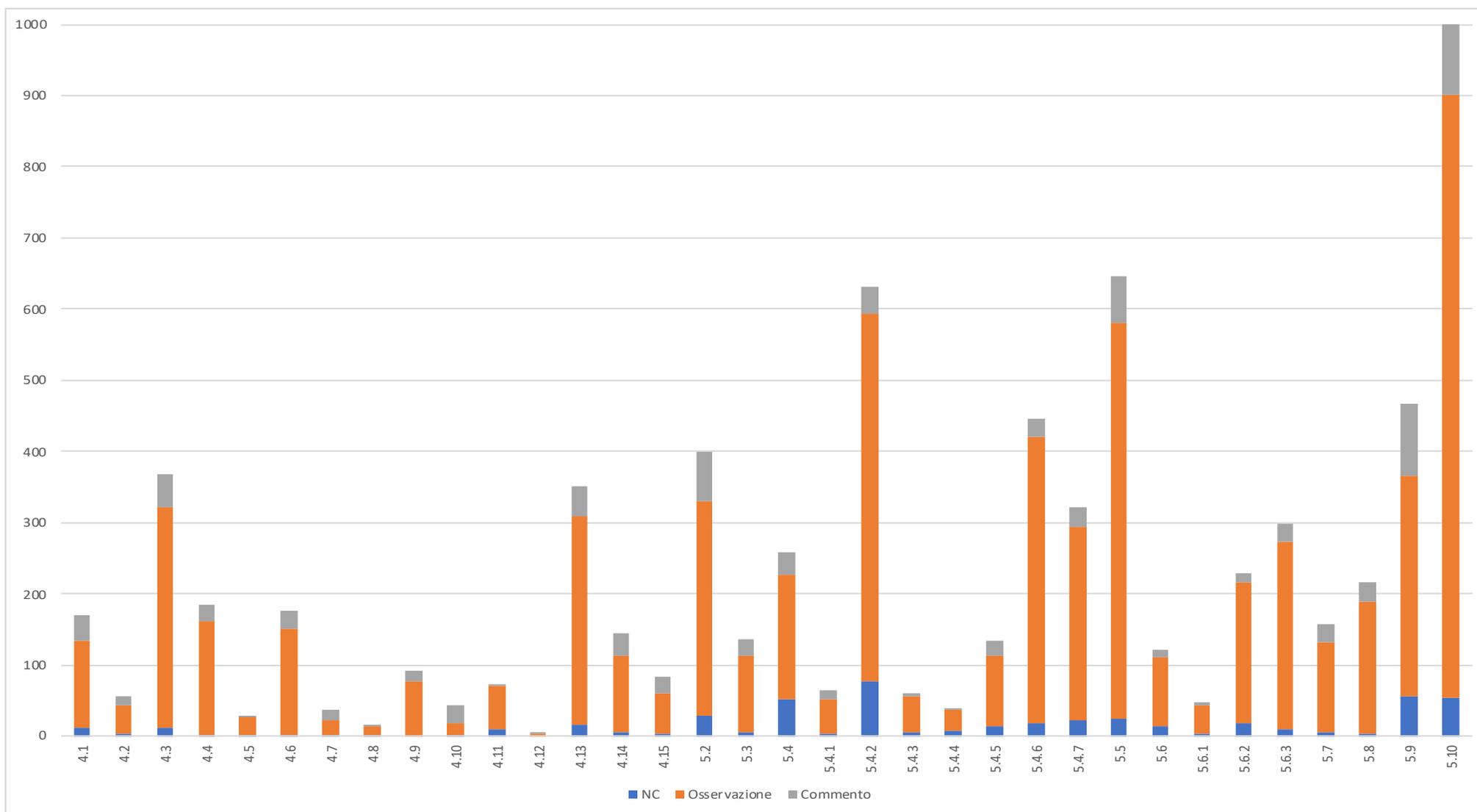
Confronto tra il totale dei rilievi (*NC + Oss + Comm*) emessi in tutte le visite svolte dal 1/1/2019 al 30/09/2019, raggruppati per punto di norma

**2005** -> 491 visite

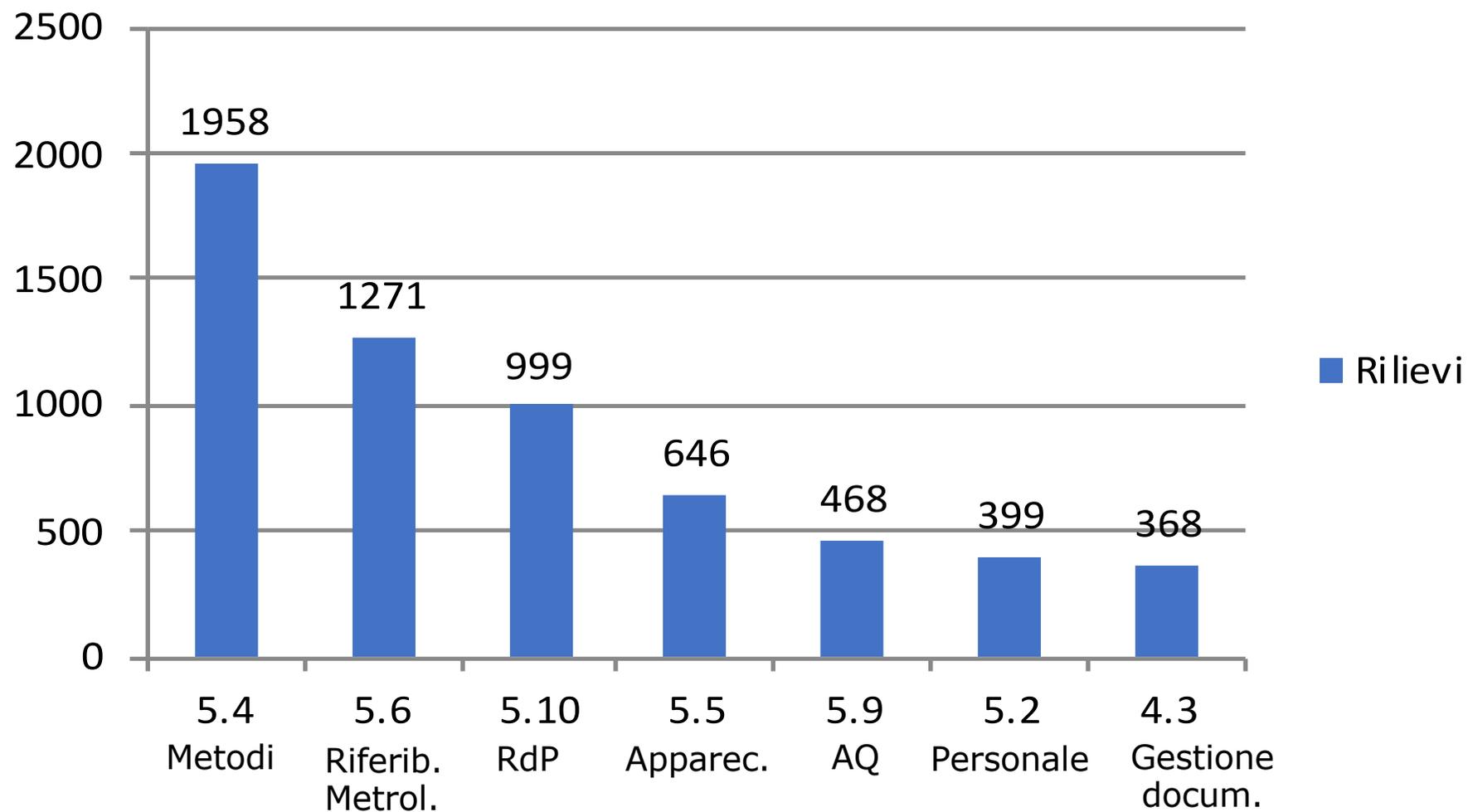
**2018** -> 386 visite

*rinnovo, sorveglianza,  
estensione, suppletiva*

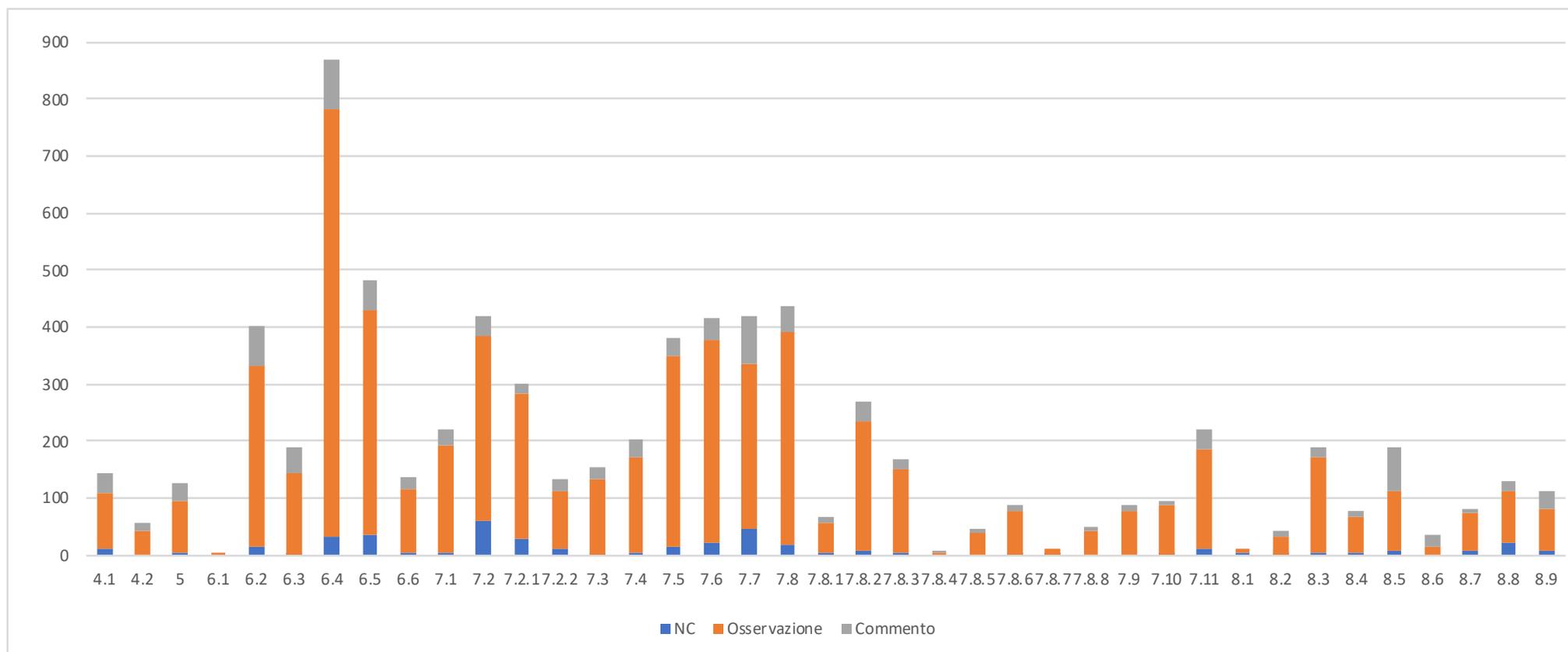
## UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005: rilievi (1/1/19 - 30/9/19)



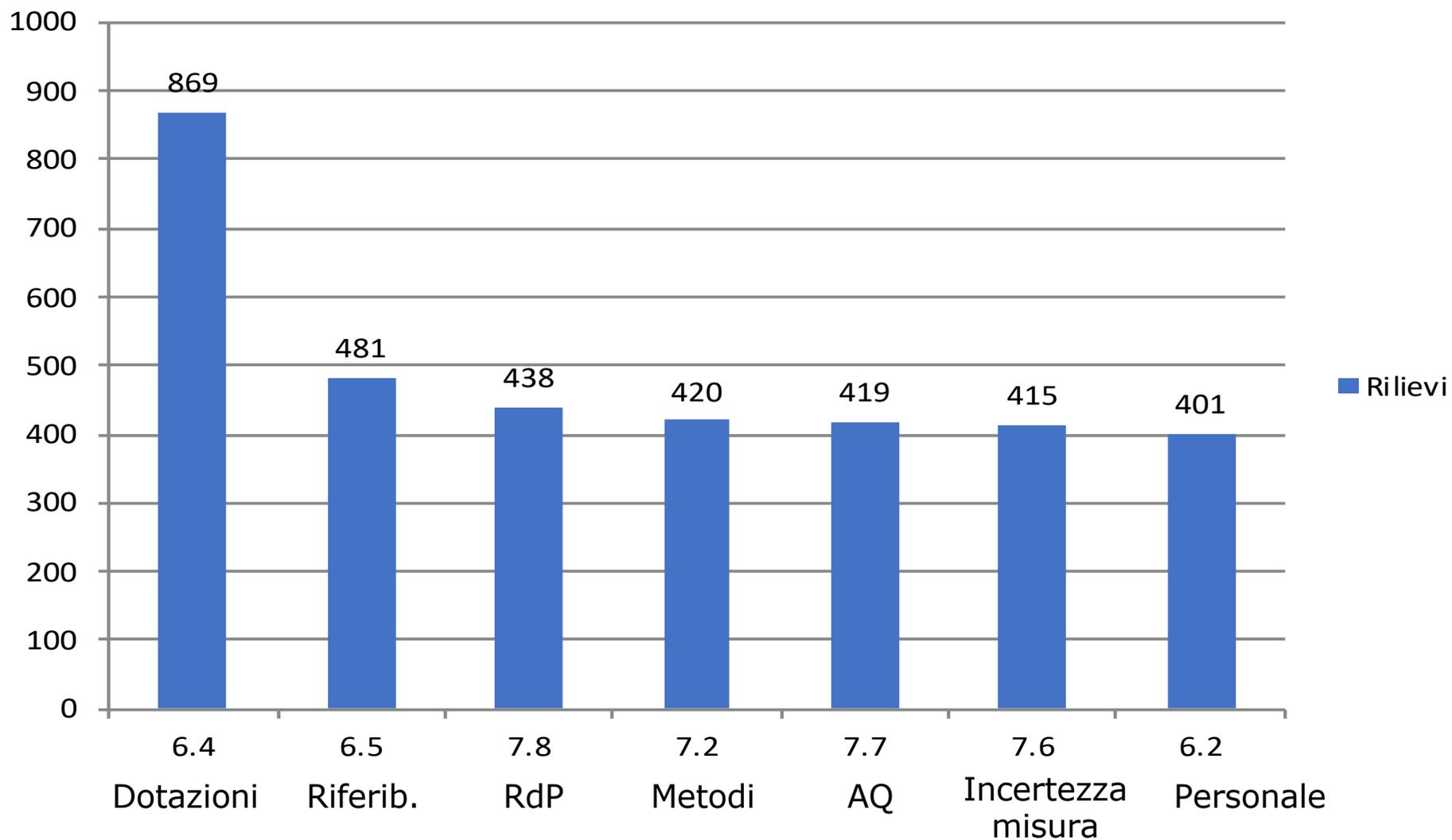
## Rilievi Vs. Requisiti



## UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018: rilievi (1/1/19 - 30/9/19)



## Rilievi Vs. Requisiti



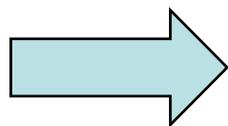
## Confronto rilievi (1/1/19 - 30/9/19)

<b>UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005</b>	<b>% rilievi</b>	<b>UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018</b>	<b>% rilievi</b>
5.4 Metodi di prova e di taratura e validazione dei metodi	24	6.4 Dotazioni	12
5.6 Riferibilità delle misure	16	6.5 Riferibilità metrologica	7
5.10 Presentazione dei risultati	12	7.8 Presentazione dei risultati	6
5.5 Apparecchiature	8	7.2 Selezione, verifica e validazione dei metodi	6
5.9 Assicurazione della qualità dei risultati di prova e di taratura	6	7.7 Assicurazione della validità dei risultati	6
5.2 Personale	5	7.6 <u>Valutazione dell'incertezza di misura</u>	6
4.3 <u>Tenuta sotto controllo della documentazione</u>	4	6.2 Personale	5

## Transizione: che tempi c'eravamo dati?

Con la **Circolare 12/2017/DL** (del 22/12/2017), suggerivamo di effettuare la visita di transizione entro il 1 giugno 2020, preferibilmente in concomitanza con la visita programmata.

Eventuali Non Conformità emesse a fronte della nuova norma dovranno essere chiuse con esito positivo prima della concessione dell'accREDITAMENTO secondo UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018.

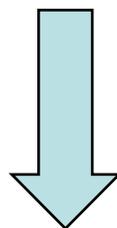


Per visite di transizione svolte in date successive al 1 giugno 2020 ACCREDIA non è in condizioni di assicurare la transizione entro il 30/11/20.

---

Sono state deliberate dal CSA visite suppletive a fronte della transizione alla nuova norma ritenuta non adeguata

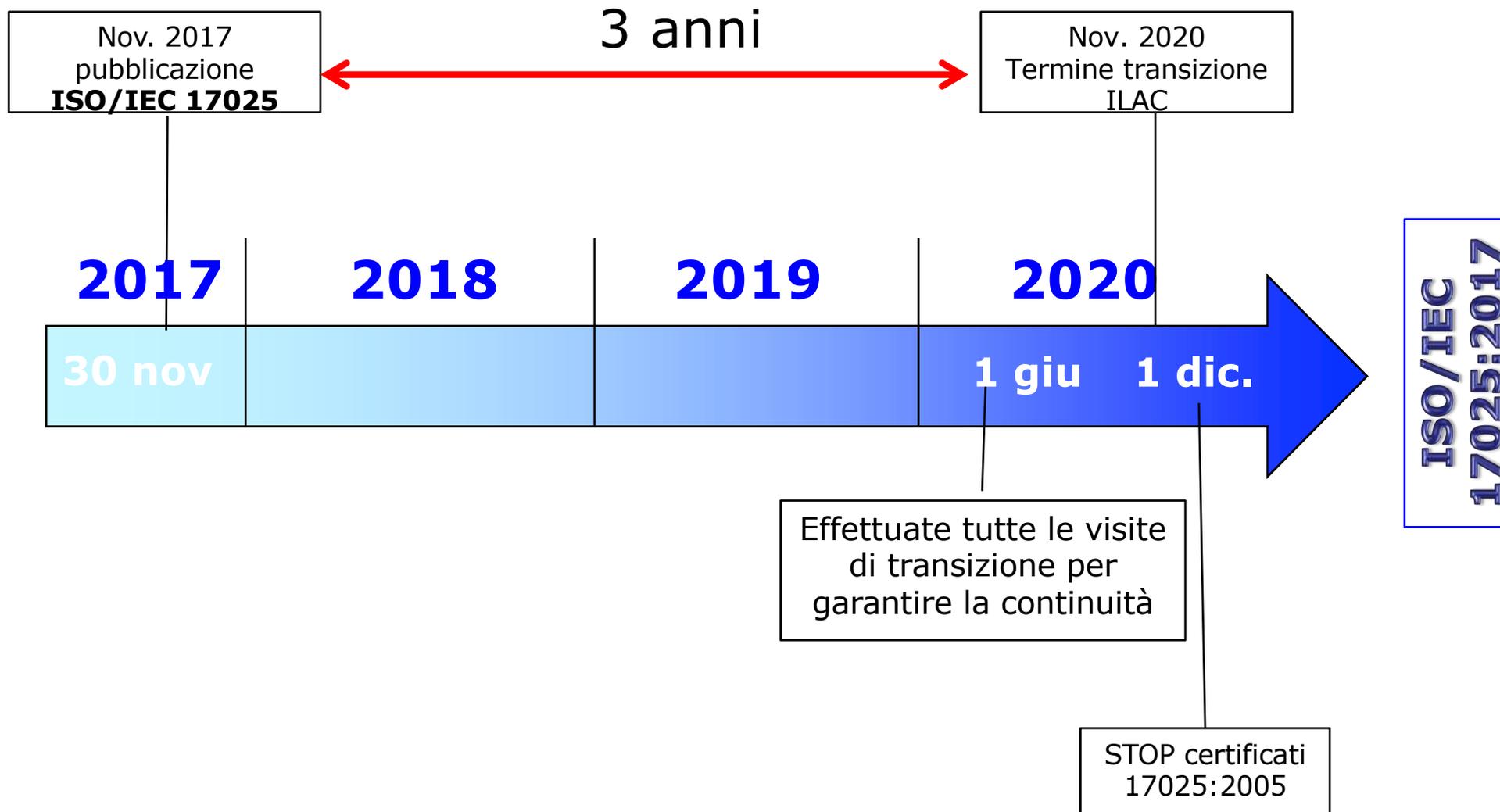
*«Il laboratorio può garantire una adeguata conformità alla edizione 2005 della norma UNI CEI EN ISO/IEC. Per quanto riguarda l'edizione 2018 si ritiene che il sistema non abbia recepito i requisiti della nuova edizione della norma.»*



**visita suppletiva/ad hoc per la transizione**

---

## Transizione alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018



Seguendo le indicazioni del **Comitato di Indirizzo e Garanzia**, ACCREDIA si appresta a porre in essere un Progetto teso ad assicurare maggior Efficacia ed Efficienza dei processi di accreditamento utilizzando le tecniche indicate nella norma ISO/IEC 17011:2017 *"Conformity assessment — Requirements for accreditation bodies accrediting conformity assessment bodies"*, applicabile alle attività degli Enti di Accreditamento

### **Verifiche Senza Preavviso (VSP)**

Le VSP consistono in una verifica non preventivamente concordata presso la sede del Laboratorio di Prova interessato e pertanto senza trasmissione in anticipo del piano di visita

Lo **scopo** delle verifiche senza preavviso (VSP) è quello di valutare il mantenimento della conformità ai requisiti per l'accREDITAMENTO in modo continuativo da parte dei Laboratori di Prova accreditati.

Il **Progetto** si svolgerà nell'arco di 12 mesi su un campione di circa 13 Laboratori di Prova così selezionati:

- 70/80% tra i Laboratori di Prova risultati in classe di rischio "ALTO", sia per le criticità evidenziate in visita, che per la loro complessità
- il restante 20/30% tra i LAB risultati in classe di rischio "MEDIO" e "BASSO"

Il rischio assegnato verrà comunicato al LAB con la notifica dell'accREDITAMENTO /sorveglianza (MD-08-06 o MD-08-07)

*I dettagli saranno indicati nella Circolare tecnica 1/2019*

---



# Analytical quality control and method validation procedures for pesticide residues and analysis in food and feed

Implemented by 01/01/2018

Si applica ai laboratori che effettuano il controllo ufficiale dei residui di pesticidi negli alimenti e mangimi.

### Obiettivi:

- » fornire un sistema armonizzato di assicurazione qualità e controllo qualità nell'UE
- » assicurare la comparabilità dei risultati
- » supportare la conformità alla (e l'implementazione della), ISO/IEC 17025

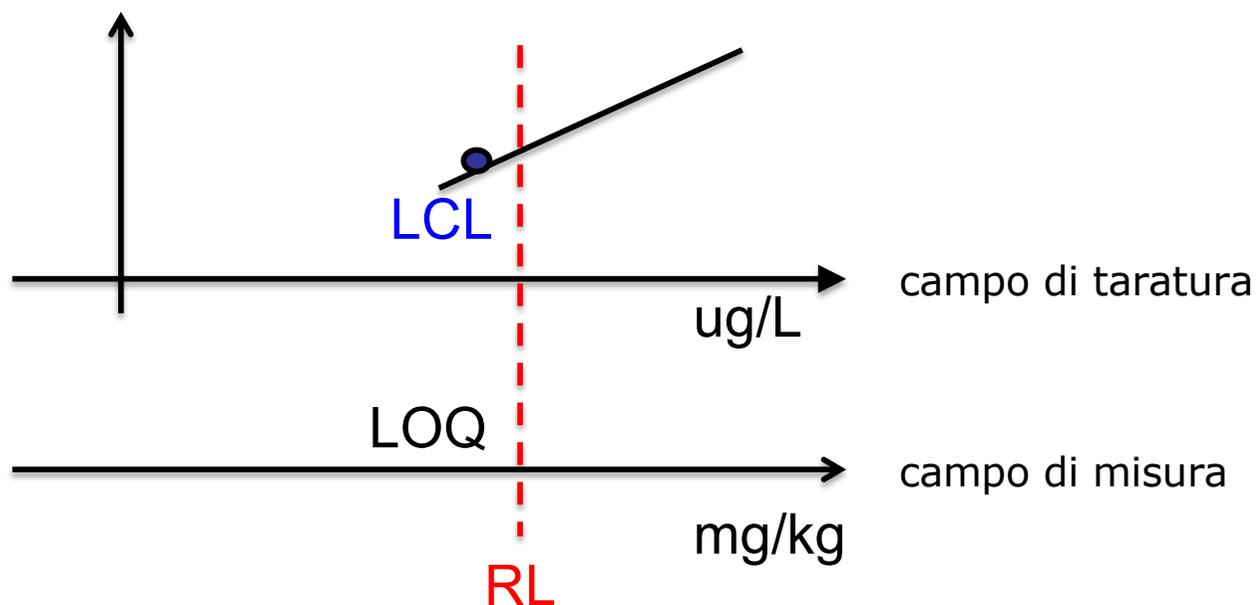
A3 This document is complementary and integral to the requirements in ISO/IEC 17025. It should thus be consulted during audits and accreditations of official pesticide residue laboratories according to ISO/IEC 17025.

---

1. Indicazioni su tutto il processo di laboratorio:
    - » campionamento, trasporto, tracciabilità, conservazione
    - » analisi (preparazione, estrazione, purificazione, concentrazione/ricostruzione e conservazione degli estratti, separazione cromatografica, identificazione, verifica in continuo dei recuperi)
    - » presentazione dei risultati e regola decisionale
  2. Materiali di riferimento
  3. Validazione
-

**LCL** deve essere uguale o inferiore al livello di taratura corrispondente al **RL** (reporting limit).

**RL** non deve essere inferiore al LOQ.



Taratura su 2 livelli (st. letto prima dei campioni e alla fine):  $\leq 30\%$

Taratura su più livelli: residuo  $\leq 20\%$

Taratura su 1 livello: campione  $\pm 30\%$

Analiti rappresentativi: almeno 15 + 25%

Taratura in matrice raccomandata per confermare i positivi  $\geq \text{MRL}$

Frequenza controllo recuperi (metodi quantitativi):

	Representative analytes	All other analytes
<b>Minimum frequency of recovery checks</b>	10% of representative analytes (at least 5) per detection system, in each batch of analyses	Within a rolling programme to include all other analytes at least every 12 months, but preferably every 6 months
	Within a rolling programme covering all representative analytes as well as representative commodities from different commodity groups, at least at the level corresponding to the reporting Limit	At least at the level corresponding to the reporting limit

Recuperi singoli: preferibilmente 60 – 140%

Frequenza controllo recuperi (metodi qualitativi):

	<b>Representative (indicator) analytes</b>	<b>All other analytes</b>
<b>Number of analytes</b>	At least 10 analytes per detection system covering all critical aspects of the method	All analytes from the validated qualitative scope
<b>Minimum frequency of recovery checks</b>	Every batch	At least every 12 months, preferably every 6 months
<b>Level</b>	SDL	SDL
<b>Criterion</b>	All (indicator) analytes detectable	All (validated) analytes detectable

## Criteri per la identificazione

» TR:  $\pm 0,1$ min (sia per GC che LC)

» Selettività

**Table 4.** Identification requirements for different MS techniques<sup>2</sup>

MS detector/Characteristics		Acquisition	Requirements for identification	
Resolution	Typical systems (examples)		minimum number of ions	other
Unit mass resolution	Single MS quadrupole, ion trap, TOF	full scan, limited m/z range, SIM	3 ions	S/N $\geq 3^d$  Analyte peaks from both product ions in the extracted ion chromatograms must fully overlap.
	MS/MS triple quadrupole, ion trap, Q-trap, Q-TOF, Q-Orbitrap	selected or multiple reaction monitoring (SRM, MRM), mass resolution for precursor-ion isolation equal to or better than unit mass resolution	2 product ions	Ion ratio from sample extracts should be within $\pm 30\%$ (relative) of average of calibration standards from same sequence
Accurate mass measurement	High resolution MS: (Q-)TOF (Q-)Orbitrap FT-ICR-MS sector MS	full scan, limited m/z range, SIM, fragmentation with or without precursor-ion selection, or combinations thereof	2 ions with mass accuracy $\leq 5$ ppm <sup>a, b, c</sup>	S/N $\geq 3^d$  Analyte peaks from precursor and/or product ion(s) in the extracted ion chromatograms must fully overlap.  Ion ratio: see D12

Table 5. Validation parameters and criteria

Criteria e parametri della validazione

- 
- 
- 
- 
- 
- 
- 
- 

Parameter	What/how	Criterion	Cross reference to AQC document
Sensitivity/linearity	Linearity check from five levels	Deviation of back-calculated concentration from true concentration $\leq \pm 20\%$	C14-C19
Matrix effect	Comparison of response from solvent standards and matrix-matched standards	*	C22-C24
LOQ	Lowest spike level meeting the method performance criteria for trueness and precision	$\leq$ MRL	G6
Specificity	Response in reagent blank and blank control samples	$\leq 30\%$ of RL	C42
Trueness (bias)	Average recovery for each spike level tested	70-120%	G3,G6
Precision (RSD <sub>r</sub> )	Repeatability RSD <sub>r</sub> for each spike level tested	$\leq 20\%$	G3, G6
Precision (RSD <sub>wr</sub> )	Within-laboratory reproducibility, derived from on-going method validation / verification	$\leq 20\%$	G3, G6
Robustness	Average recovery and RSD <sub>wr</sub> , derived from on-going method validation / verification	See above	G6, C40-C44
Ion ratio	Check compliance with identification requirements for MS techniques	Table 4	Section D
Retention time		$\pm 0.1$ min.	D2

## Criteria for the selection of products

M. quantitative: at least one product for each group.

M. qualitative: at least 20 samples for each group. At least 2 samples per product

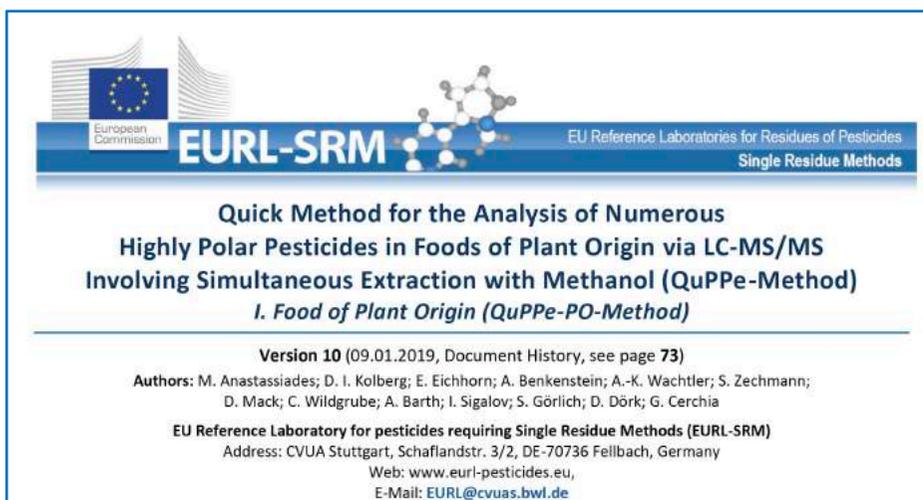
### Annex A Commodity groups and representative commodities <sup>9</sup>

#### *Vegetable and fruits, cereals and food of animal origin*

<b>Commodity groups</b>	<b>Typical commodity categories within the group</b>	<b>Typical representative commodities within the category</b>
1. High water content	Pome fruit	Apples, pears
	Stone fruit	Apricots, cherries, peaches,
	Other fruit	Bananas
	Alliums	Onions, leeks
	Fruiting vegetables/cucurbits	Tomatoes, peppers, cucumbers, melons
	Brassica vegetables	Cauliflowers, Brussels-sprouts, cabbages, broccoli

I laboratori designati per le analisi dei **prodotti biologici** prelevati dagli Organismi di controllo, sono inseriti nell'elenco gestito dal Ministero delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali

- Elenco MIPAAFT: **75 lab** designati
- Prova ac. Fosfonico accreditata: **14 lab**



## Esempio di modalità di predisposizione del rapporto di prova in relazione alla definizione di **fosetyl alluminio**

DESCRIZIONE	RISULTATO	UNITÀ DI MISURA (U.M.)	(L.Q.) LIMITE DI QUANTIF.	LIMITI DI LEGGE (U.M.)	METODO DI PROVA	INCERT. U (U.M.)	DATA INIZIO ANALISI	DATA FINE ANALISI	NOTE
FOSETYL ALLUMINIO ACIDO FOSFONICO	126,7	mg/kg	0,1		CVUA EU-RL-SRM GuPpe Vers 8.1 Method 1.3 2015	$\pm 19,6$ <sup>(U2)</sup>	11/07/2017	12/07/2017	
FOSETYL (Acido Etilfosfonico)	43,1	mg/kg	0,01		CVUA EU-RL-SRM GuPpe Vers 8.1 Method 1.3 2015	$\pm 7,8$ <sup>(U2)</sup>	11/07/2017	12/07/2017	
FOSETYL ALLUMINIO (somma di Fosetyl + Acido Fosfonico e dei loro sali espressa in Fosetyl)	<b>213,1</b>	mg/kg	0,1	75 (Reg. (UE) N. 2016/1008)	CVUA EU-RL-SRM GuPpe Vers 8.1 Method 1.3 2015	$\pm 30,4$ <sup>(U2)</sup>	11/07/2017	12/07/2017	

(U2) Incertezza calcolata secondo l'assioma di Horwitz con fattore di copertura K=2 ad un livello di probabilità p=95%.



[www.accredia.it](http://www.accredia.it)



[info@accredia.it](mailto:info@accredia.it)