

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

---

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

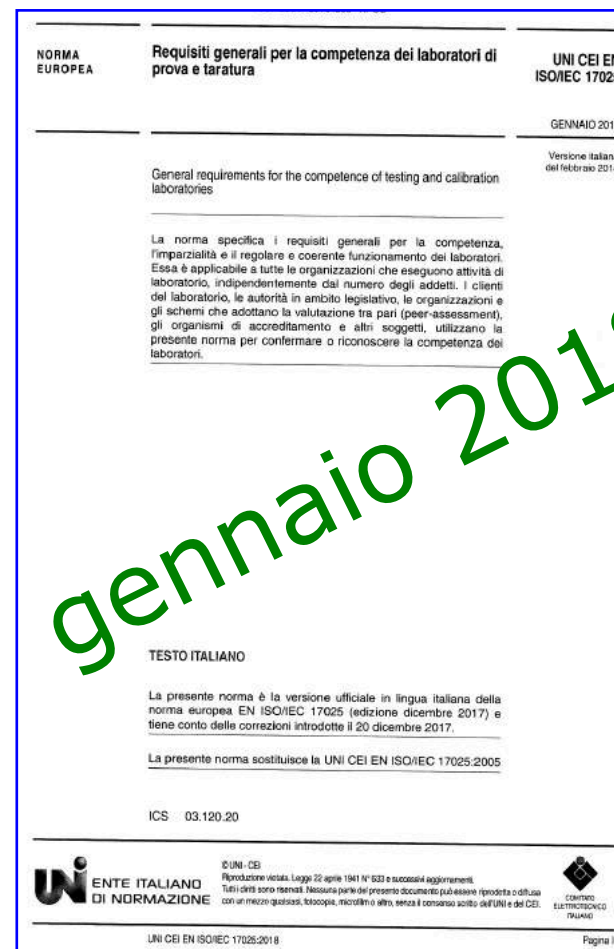
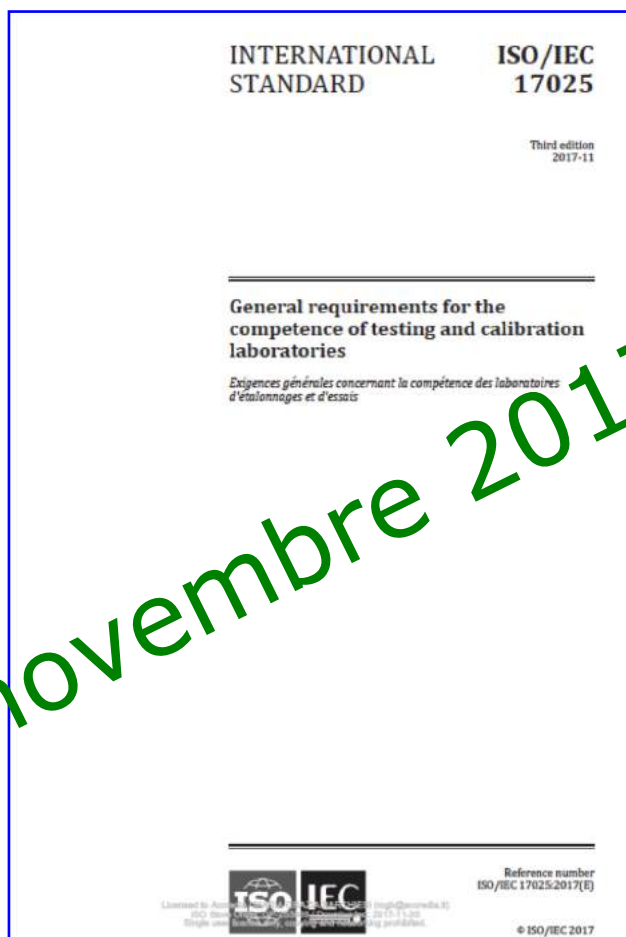
---

**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*

---

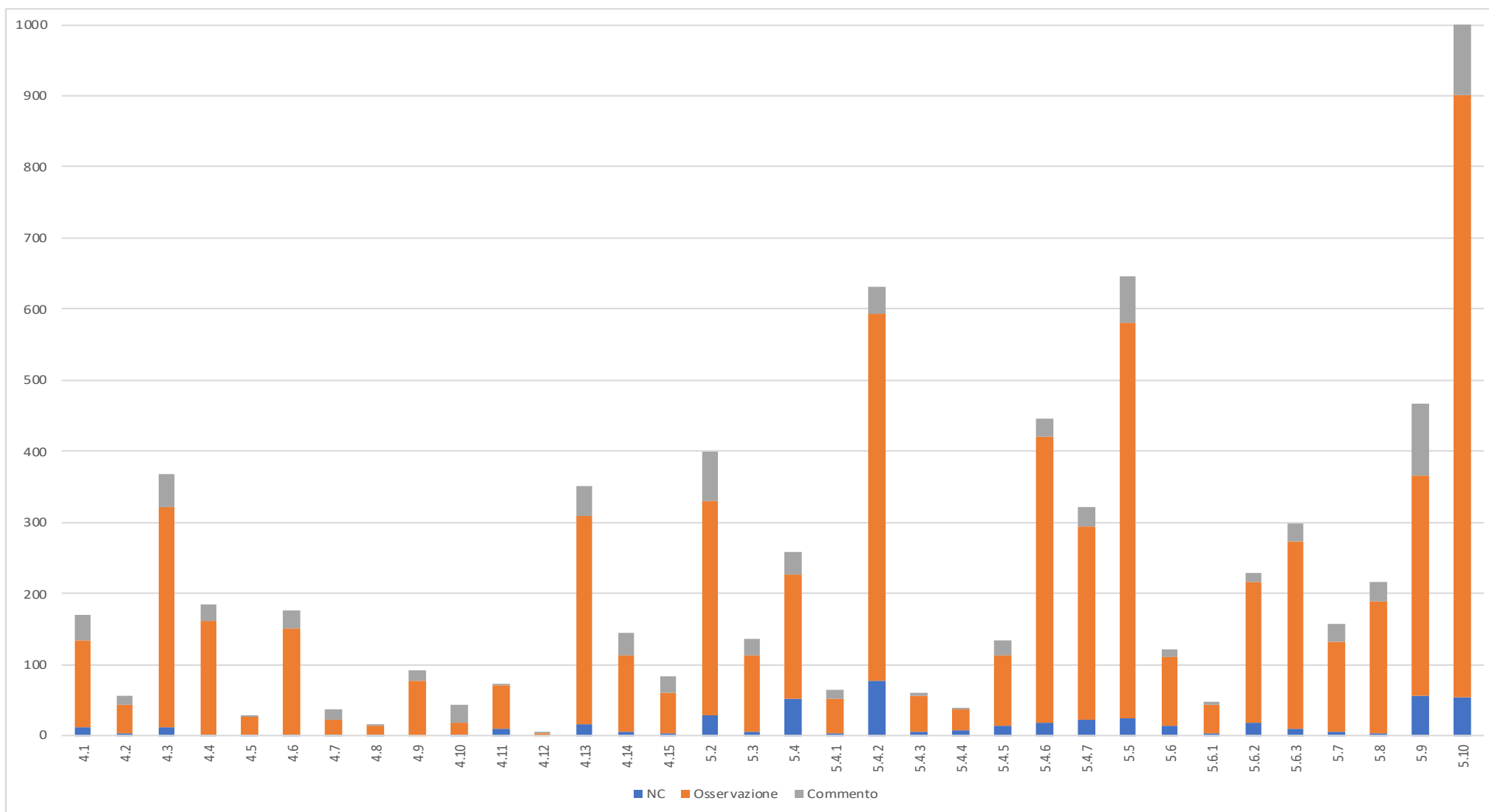
Confronto tra il totale dei rilievi (*NC + Oss + Comm*) emessi in tutte le visite svolte dal 1/1/2019 al 30/09/2019, raggruppati per punto di norma

**2005** -> 491 visite

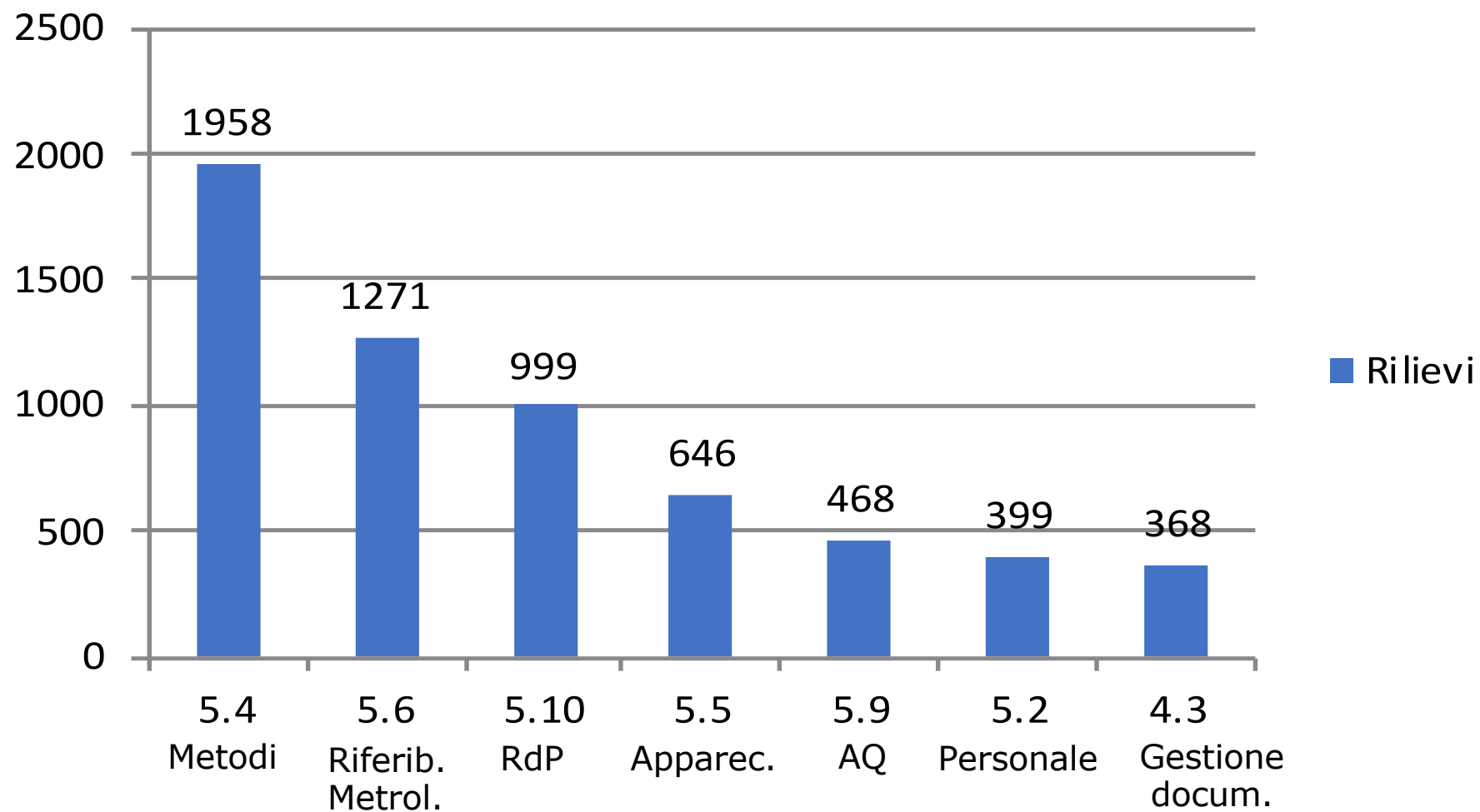
**2018** -> 386 visite

*rinnovo, sorveglianza,  
estensione, suppletiva*

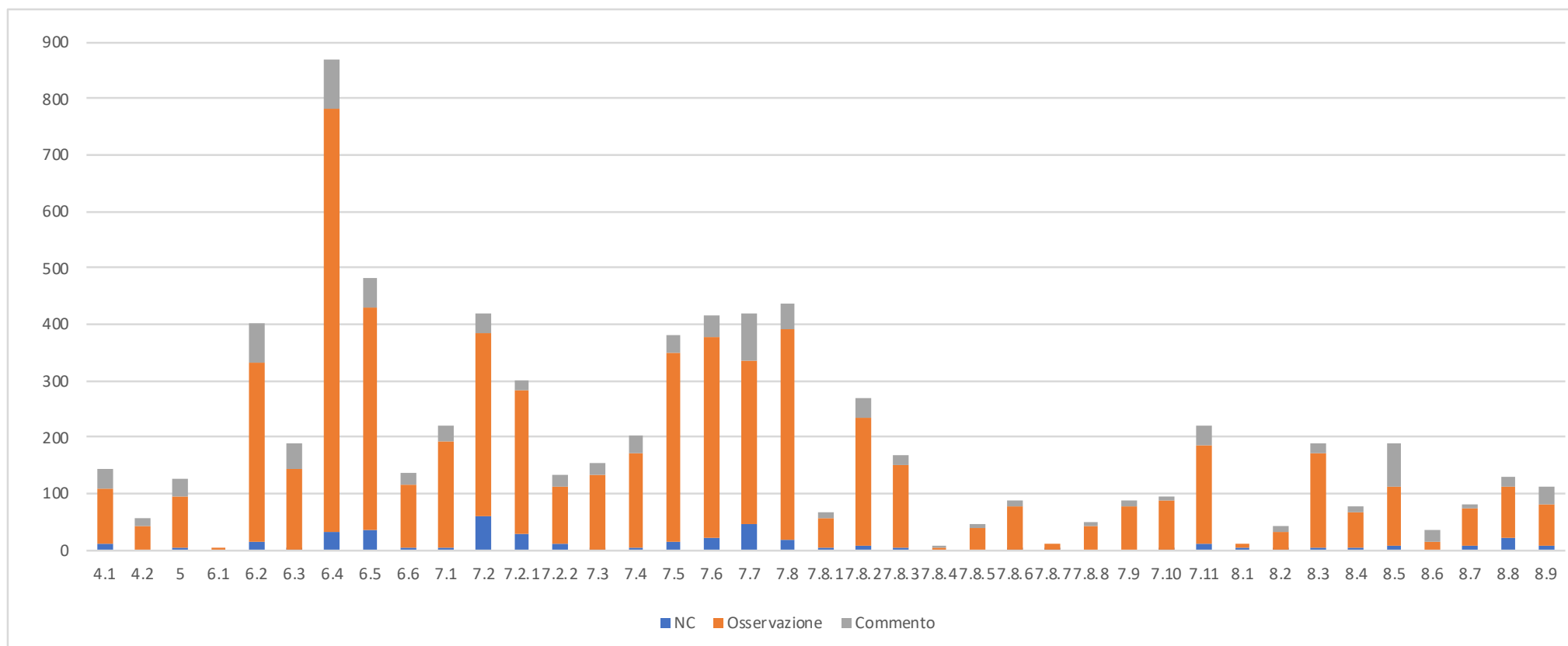
## UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005: rilievi (1/1/19 - 30/9/19)



## Rilievi Vs. Requisiti

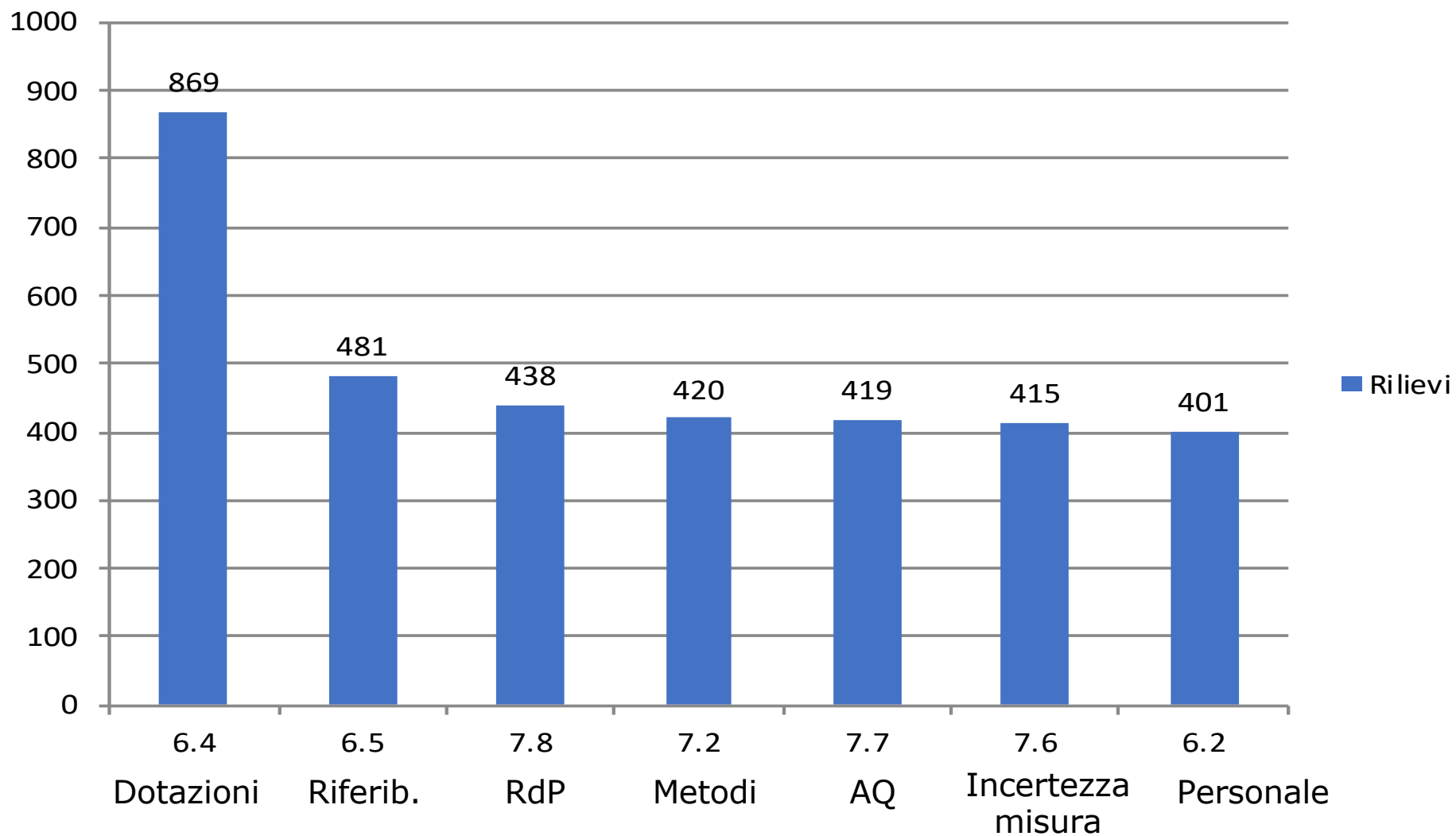


## UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018: rilievi (1/1/19 - 30/9/19)





## Rilievi Vs. Requisiti



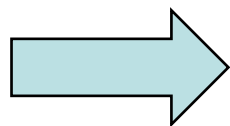
## Confronto rilievi (1/1/19 - 30/9/19)

| <b>UNI CEI EN ISO/IEC<br/>17025:2005</b>                             | <b>%<br/>rilievi</b> | <b>UNI CEI EN ISO/IEC<br/>17025:2018</b>         | <b>%<br/>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.

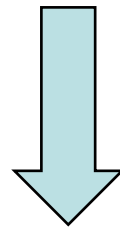


Per visite di transizione svolte in date successive al 1 giugno 2020 ACCREDIA non è in condizioni di assicurare la transizione entro il 30/11/20.

---

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

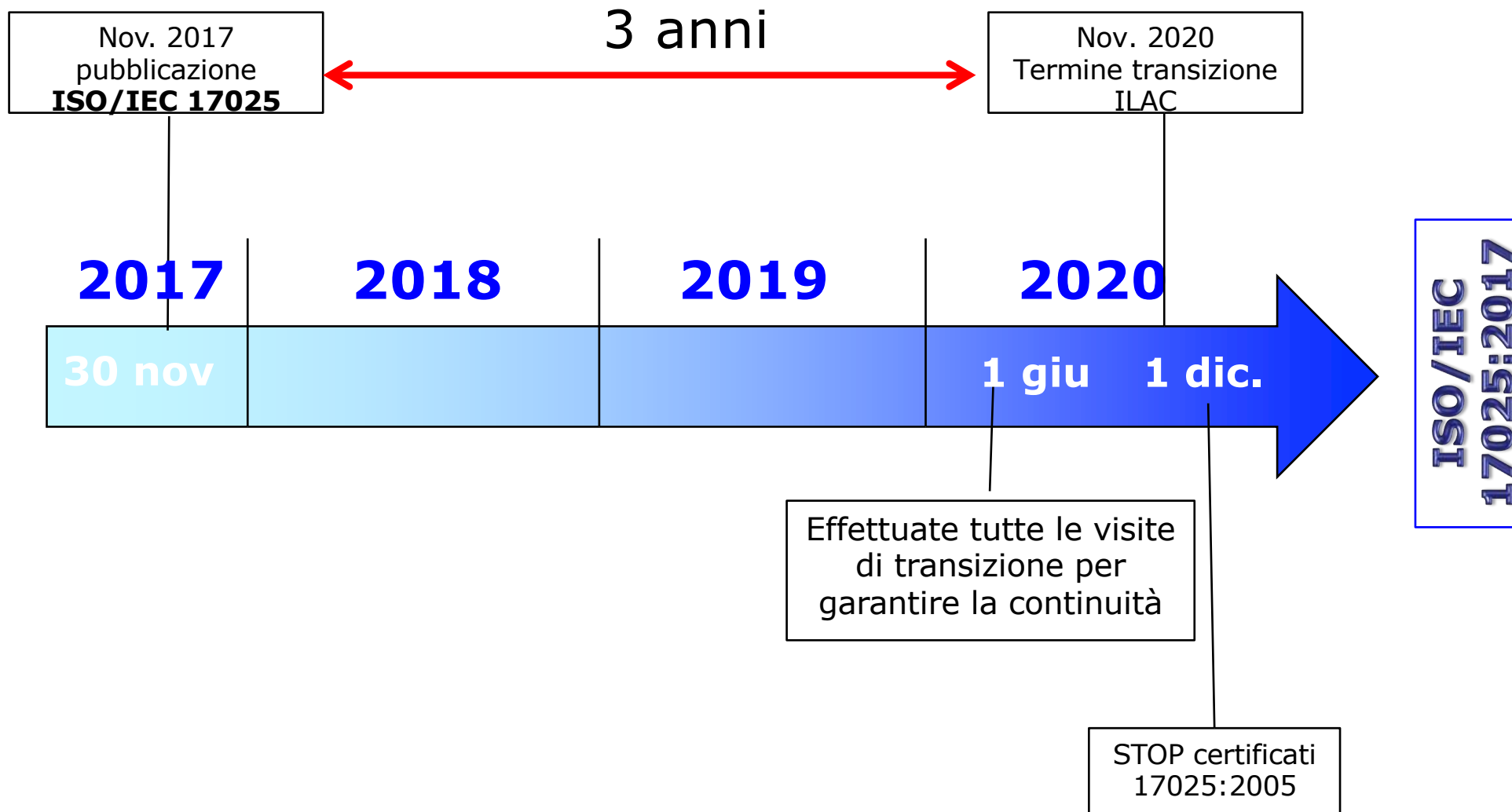
*«Il laboratorio può garantire una adeguata conformità alla edizione 2005 della norma UNI CEI EN ISO/IEC. Per quanto riguarda l'edizione 2018 si ritiene che il sistema non abbia recepito i requisiti della nuova edizione della norma.»*



**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

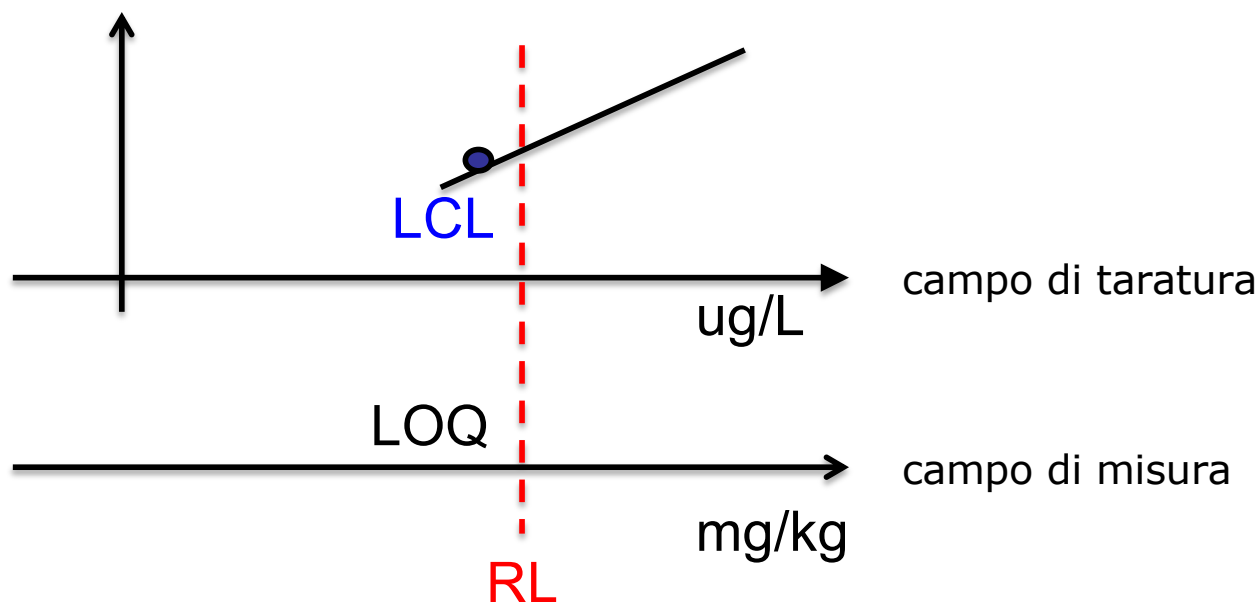
A3 This document is complementary and integral to the requirements in ISO/IEC 17025. It should thus be consulted during audits and accreditations of official pesticide residue laboratories according to ISO/IEC 17025.

---

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<br>quadrupole,<br>ion trap, TOF                                | full scan, limited m/z range, SIM   | 3 ions   | S/N $\geq 3^{d)}$<br><br>Analyte peaks from both product ions in the extracted ion chromatograms must fully overlap.   |
|                             | MS/MS<br>triple quadrupole,<br>ion trap, Q-trap,<br>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:<br>(Q-)TOF<br>(Q-)Orbitrap<br>FT-ICR-MS<br>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 $\geq 3^{d)}$<br><br>Analyte peaks from precursor and/or product ion(s) in the extracted ion chromatograms must fully overlap.<br><br>Ion ratio: see D12 |

Table 5. Validation parameters and criteria

| 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 e parametri della validazione



## 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>

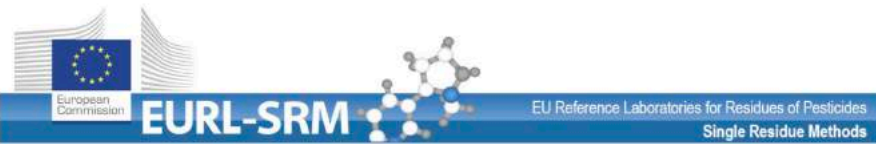
#### *Vegetable and fruits, cereals and food of animal origin*

| Commodity groups      | Typical commodity categories within the group | Typical representative commodities within the category |
|-----------------------|---|--|
| 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**



European Commission  
**EURL-SRM**  
EU Reference Laboratories for Residues of Pesticides  
Single Residue Methods

**Quick Method for the Analysis of Numerous Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin via LC-MS/MS Involving Simultaneous Extraction with Methanol (QuPPE-Method)**  
*I. Food of Plant Origin (QuPPE-PO-Method)*

---

**Version 10** (09.01.2019, Document History, see page **73**)

**Authors:** M. Anastasiades; D. I. Kolberg; E. Eichhorn; A. Benkenstein; A.-K. Wachtler; S. Zechmann; D. Mack; C. Wildgrube; A. Barth; I. Sigalov; S. Görlich; D. Dörk; G. Cerchia

**EU Reference Laboratory for pesticides requiring Single Residue Methods (EURL-SRM)**  
Address: CVUA Stuttgart, Schaflandstr. 3/2, DE-70736 Fellbach, Germany  
Web: [www.eurl-pesticides.eu](http://www.eurl-pesticides.eu),  
E-Mail: [EURL@cvuas.bwl.de](mailto:EURL@cvuas.bwl.de)

## 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<br>ACIDO FOSFONICO   | 126,7        | mg/kg                  | 0,1                       |                             | CVUA EU-RL-SRM GuPpe Vers 8.1<br>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<br>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. 2016/1003) | CVUA EU-RL-SRM GuPpe Vers 8.1<br>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)