



m.c.m. Ecosistemi s.r.l. con Socio Unico - Sede Legale e Amministrativa: Loc. Faggiola - 29027 Gariga di Podenzano (PC) - Tel. 0523.524042 - Fax 0523.524071
Laboratorio di analisi: Loc. Faggiola - 29027 Gariga di Podenzano (PC) - Tel. 0523.523015 - Fax 0523.524071
info@mcmecosistemi.com - www.mcmecosistemi.com - Codice Fiscale/Partita IVA 01227710330

CRQ: CAMPIONE CONTROLLO DI QUALITÀ

La qualità del dato analitico

Precisione: grado di concordanza fra risultati di prova indipendenti ottenuti in condizioni stabilite.

Ripetibilità: massima differenza accettabile con un livello di fiducia del 95 % tra due risultati di prova indipendenti ottenuti con lo stesso metodo, dallo stesso operatore, con la stessa apparecchiatura in condizioni operative costanti, su materiali identici e in intervalli di tempo brevi. Condizioni di ripetibilità ristretta.

Precisione intermedia: massima differenza accettabile con un livello di fiducia del 95 % tra due risultati di prova indipendenti ottenuti con lo stesso metodo, dallo stesso operatore, con la stessa apparecchiatura in condizioni operative costanti, su materiali identici e in intervalli di tempo lunghi.

Riproducibilità: massima differenza accettabile con un livello di fiducia del 95 % tra due risultati di prova indipendenti ottenuti con lo stesso metodo, da operatori diversi, usando apparecchiature diverse, su materiali identici e in intervalli di tempo diversi.

Livello di significatività osservato p: probabilità, per una ipotesi supposta vera (detta ipotesi nulla), di ottenere risultati ugualmente o meno compatibili, di quelli osservati durante il test, con la suddetta ipotesi



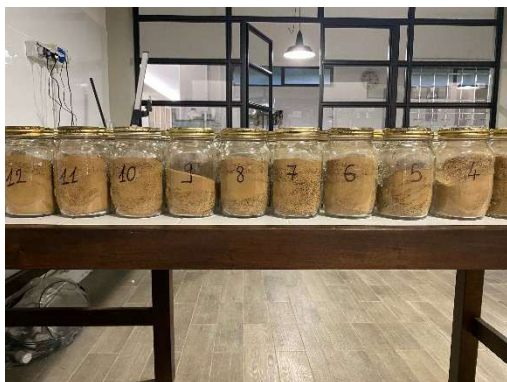
m.c.m. Ecosistemi s.r.l. con Socio Unico - Sede Legale e Amministrativa: Loc. Faggiola - 29027 Gariga di Podenzano (PC) - Tel. 0523.524042 - Fax 0523.524071
Laboratorio di analisi: Loc. Faggiola - 29027 Gariga di Podenzano (PC) - Tel. 0523.523015 - Fax 0523.524071
info@mcmecosistemi.com - www.mcmecosistemi.com - Codice Fiscale/Partita IVA 01227710330

Preparazione del CRQ del laboratorio

Raccolta e trattamento del suolo

Sono stati prelevati circa 58 kg di terreno in un mappale di FERTILIA.

Il terreno è stato steso su fogli di plastica per l'asciugatura all'aria. Sono stati rimossi i residui vegetali di grandi dimensioni. Dopo l'essiccazione, il campione è stato setacciato a 2 mm. Le zolle, che non passavano attraverso il setaccio, sono state frantumate con pestello e mortaio. Ghiaia, frammenti di roccia ecc. che non passavano attraverso il setaccio sono stati rimossi e scartati. Il materiale passato attraverso il setaccio è stato raccolto su un telo di plastica per l'omogeneizzazione. L'omogeneizzazione è stata manuale con l'aiuto di un contenitore per simulare un movimento rotatorio simile a quello di una betoniera. Successivamente, il campione è stato suddiviso in sottocampioni, attraverso quartatura, in totale sono stati ottenuti 66 sottocampioni di peso circa 0.88 kg. I sottocampioni sono conservati in contenitori di vetro numerati da 1 a 66 sia sul contenitore che sul coperchio.





Omogeneità

Dopo aver preparato il campione il passaggio successivo è il Controllo di Qualità per verificarne l'omogeneità ed avere conferma che tutti i sottocampioni dei contenitori siano identici. In pratica ciò è impossibile (tranne che per le soluzioni), e il requisito può essere ridotto alla condizione che i sottocampioni appartengano statisticamente alla stessa popolazione. Per raggiungere tale risultato è necessario eseguire un test di omogeneità per dimostrare che i sottocampioni in cui è stato suddiviso il campione globale rappresentino lo stesso campione. Per valutare l'omogeneità sono state determinate le concentrazioni di Nichel, Cromo e Zinco. In una fase iniziale, partendo da 2 contenitori, sono stati prelevati due campioni per contenitore che sono stati analizzati in singolo con due strumenti diversi per capire l'ordine di grandezza del risultato.

N.B.: prima di ogni prelievo per le determinazioni analitiche il contenuto dei contenitori viene sempre rovesciato in una vaschetta e omogeneizzato; i sottocampioni vengono prelevati mediante quartatura.

Verifica dell'omogeneità all'interno dello stesso contenitore e tra i contenitori

Per verificare l'omogeneità all'interno dello stesso contenitore e tra i contenitori da 10 contenitori sono state prelevate 5 aliquote (5 sottocampioni) che sono stati analizzati in doppio con lo stesso strumento e lo stesso operatore.

La verifica dell'omogeneità dei campioni è stata eseguita mediante F-test ad un livello di significatività del 5 %. I primi test sono stati eseguiti per verificare l'omogeneità dei singoli contenitori; sono stati quindi effettuati 30 test che hanno avuto esito positivo, confermando la tesi dell'omogeneità dei campioni, ad eccezione del F-test inerente alle concentrazioni di Nichel determinate per il campione n. 14, il quale peraltro ha dimostrato una minore omogeneità rispetto agli altri campioni analizzati anche per quanto riguarda Cromo e Zinco, con livelli di significatività osservati pari rispettivamente a 0,149 e 0,067.

Sono stati quindi effettuati ulteriori 3 F-test per verificare l'omogeneità tra i 10 contenitori, prendendo per ogni contenitore i 5 risultati medi rilevati per ogni aliquota. Questi 3 F-test hanno avuto esito estremamente positivo, con livelli di significatività per Cromo, Nichel e Zinco pari rispettivamente a 0.980, 0.781 e 0.352.

Costruzione della Carta di Controllo

Dopo aver valutato l'omogeneità del campione il CRQ è stato inserito nelle analisi agronomiche del laboratorio (parametri: Calcare totale e attivo, Carbonio e Azoto totale, Carbonio organico, Fosforo Olsen, Capacità di Scambio Cationico; Metalli Scambiabili, Metalli disponibili; Boro solubile); le prove sono state effettuate dapprima in doppio per costruire, con i dati ottenuti, le Carte di Controllo relative ad ogni parametro.



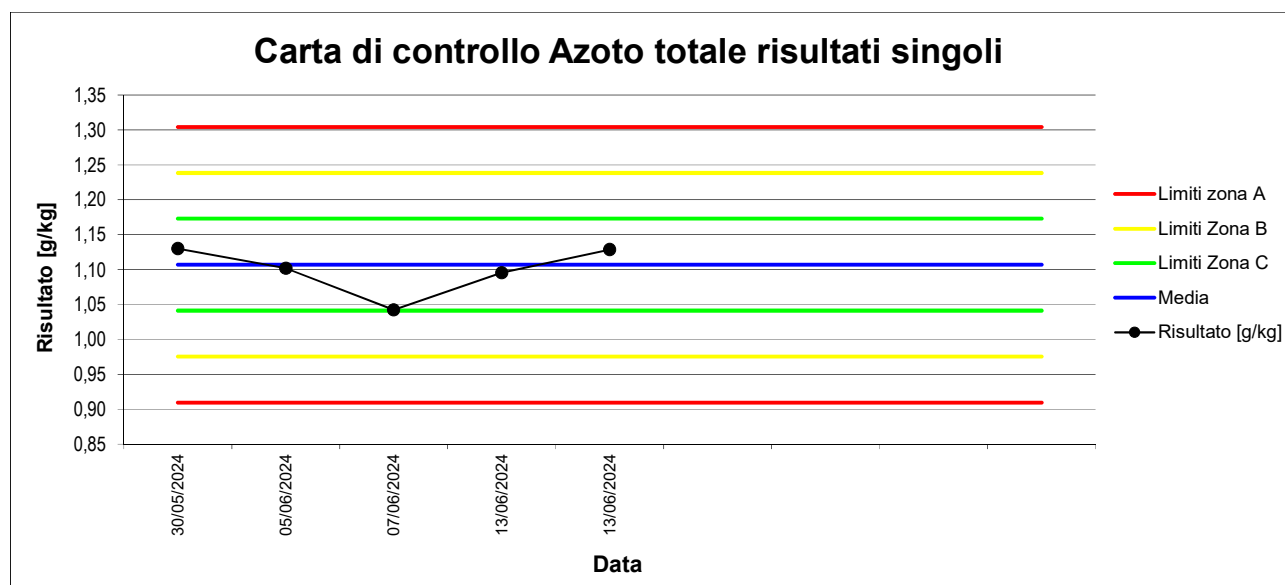
Entrando maggiormente nel dettaglio, una volta ottenuti almeno 26 dati analitici per ogni parametro, ovvero dopo effettuato almeno 13 prove in doppio, sono state create le Carte di Controllo basate sui risultati medi e sugli scarti tipo di ripetibilità ottenuti.

I risultati delle prove successive vengono inseriti sulle Carte di Controllo per effettuare l'analisi delle tendenze.

Il processo si definisce fuori controllo quando si riscontrano valori al di fuori dei limiti di controllo, ovvero i limiti della zona A. Occorre invece individuare e attuare idonee azioni preventive per tenere sotto controllo e regolare il processo analitico se, verificando l'andamento dei risultati delle prove di controllo nel tempo, si verifica una o più delle seguenti condizioni:

- 2 punti su 3 successivi, dalla stessa parte rispetto alla media, si trovano nella zona A o oltre;
- 4 punti su 5 successivi, dalla stessa parte rispetto alla media, si trovano nella zona B o oltre;
- 9 punti successivi si trovano dalla stessa parte rispetto alla media;
- 6 punti successivi continuamente crescenti o decrescenti;
- 14 punti successivi mostrano un andamento regolare di su e giù;
- 15 punti successivi nella zona C (sopra e sotto la media).

Viene di seguito riportata la Carta di Controllo relativa all'Azoto totale nella quale sono stati riportati i risultati delle prime prove effettuate in seguito alla costruzione della stessa, che si posizionano tutti ampiamente all'interno dei limiti di controllo.



Le Carte di Controllo possono inoltre essere periodicamente aggiornate integrando la base di dati iniziale con i risultati ottenuti successivamente.