



**Laboratorio di Analisi
Chimiche e Microbiologiche
Servizi Ambientali e Agroalimentari**
Sistemi di Gestione Certificati Cermet
Qualità: UNI EN ISO 9001:2015
Ambiente: UNI EN ISO 14001:2015

Oggetto: Risposta in merito alle osservazioni segnalate da ARPAV in merito alle analisi svolte da SP LAB.

Relativamente alle osservazioni riscontrate da ARPAV in merito alle analisi dei dati dei risultati analitici del monitoraggio svolto da SP LAB, e documentate sul “Piano di monitoraggio ambientale – componente suolo – Fase antem operam: documentazione inerente i risultati dei monitoraggi acquisita con prot. N° 015609 del 17/02/2020 – ARPA Veneto, febbraio 2020”, il Laboratorio SP LAB con la presente intende dare una risposta per ogni punto segnalato.

Prima di discutere sui punti contestati, SP LAB riporta di seguito una necessaria premessa in merito al suo modo di operare. SP LAB, non essendo a conoscenza delle metodologie utilizzate per la preparativa e per l’analisi delle terre svolta da ARPAV e se queste siano coincidenti con le procedure indicate da SP LAB, e non essendo a conoscenza tantomeno dei risultati da loro ottenuti, non può fare considerazioni di merito, ma si permette di rendere a conoscenza delle modalità di preparazione e di analisi e delle modalità di controllo qualità con le quali vengono garantiti i risultati analitici finali.

Il laboratorio accreditato SP LAB annualmente è impegnato nel tenere sotto controllo i processi interni di analisi mediante l’esecuzione di prove interlaboratorio: per la matrice suolo si fornisce delle prove interlaboratorio organizzate dall’ente UNICHIM (Associazione per l’unificazione nel Settore dell’Industria Chimica, ente federato all’UNI) e dall’ente SILPA (Associazione scientifica denominata “Società Italiana Laboratori Pedologici e Agrochimici” sede a Ravenna presso ARPA Emilia Romagna e da essa gestita) che si adopera ad organizzazione dei ring-test per le analisi del terreno attraverso un sistematico invio di campioni. Nel corso dell’ultimo biennio SP LAB ha partecipato positivamente a diversi ring test per la matrice suolo, tra le quali risultano alcune prove che ci vengono contestate. Il Laboratorio SP LAB, secondo le modalità descritte dalla procedura gestionale interna PG14 “Assicurazione qualità” prevede di base all’interno delle procedure di prova, l’esecuzione di una serie di controlli di qualità, che vanno a definire un piano di QA/QC (Quality Assurance/Quality Control) atto a valutare l’affidabilità e l’esattezza dei propri risultati dei metodi di prova adottati, per valutare tutto il processo analitico. L’obiettivo di un programma interno di QA/QC è la riduzione degli errori di misura, il soddisfacimento dei limiti stabiliti ed il raggiungimento di un’alta probabilità che i dati analitici ottenuti siano di qualità accettabile (relativamente anche a quanto preliminarmente richiesto nei QA/PP ove presenti definiti dai clienti).

Per le prove analitiche relative alle analisi delle terre, SP LAB prevede per ogni batch analitico 2 controlli di base, che sono:

- Il bianco del metodo (detto anche “Method Blank” - MB), è un campione di controllo costituito da una matrice pulita (acqua grado reagente per analisi eseguite su matrici acquose, sabbia di Ottawa per analisi eseguite su matrici solide o palline di vetro di 1mm di diametro per analisi di metalli su matrici solide) libera da analiti, il quale viene sottoposto a tutti i trattamenti previsti per la corretta esecuzione del metodo di prova a cui si riferisce. Il bianco del metodo è usato per documentare l’assenza di eventuali contaminazioni dovute al processo analitico (impurezze dei solventi, contaminazioni della vetreria). Per i batch analitici della serie dei campioni 1163-1171, 1236-1248, 2850-2861 non sono stati riscontrati fuori limite relativamente ai controlli del Method Blank.
- Materiale di riferimento a concentrazione nota, prevalentemente materiale catalogato da SP LAB derivante da ring test a cui si è partecipato, che sono utilizzati come campioni di controllo in ogni batch analitico per valutare il recupero e quindi l’accuratezza della prova analitica. Per i batch analitici della serie dei campioni 1163-1171, 1236-1248, 2850-2861 non sono stati riscontrati fuori limite relativamente ai controlli dei campioni con materiale di riferimento.

Tutti i dati relativi ai QC con materiale di riferimento a concentrazione nota processati ed eseguiti nei batch analitici sono monitorati nel tempo mediante carte di controllo che segnalano automaticamente la presenza di dati fuori controllo o che manifestano una tendenza ad andare fuori controllo. Per le prove che ci vengono contestate non sono stati riscontrati ad oggi stati di dati fuori controllo o che manifestano una tendenza ad andare fuori controllo.

Conclusa questa ovvia premessa, procediamo ora alla discussione dei punti segnalati da ARPAV e riportati di seguito.

Per la serie di campioni dal 1163-1171 e dal 1236-1248, ARPAV riporta le seguenti osservazioni:

1. I risultati della tessitura (argilla, limo, sabbia) risultano essere spesso poco confrontabili, infatti si nota, da parte del laboratorio SP LAB, una generale sottostima per i valori della sabbia e sovrastima per i valori di limo.
2. Per quanto riguarda i carbonati totali, come indicato precedentemente, si riscontra la difficoltà a correlare i dati in quanto la metodica utilizzata per la loro determinazione non risulta essere adeguata, esprimendo il valore con l’unità di misura mmol/kg mentre il metodo ufficiale prevede l’espressione come percentuale di CaCO_3 .
3. Si riscontra una scarsa confrontabilità per i dati riguardanti le basi (Calcio, Magnesio e Potassio) scambiabili, le quali risultano essere sempre sovrastimate da parte del laboratorio SP LAB. Questo comporta inoltre una differenza importante per quanto riguarda i valori della capacità di scambio cationico (CSC), anch’essa sovrastimata da parte di SP LAB.

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell’elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell’Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell’elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)



**Laboratorio di Analisi
Chimiche e Microbiologiche
Servizi Ambientali e Agroalimentari**
Sistemi di Gestione Certificati Cermet
Qualità: UNI EN ISO 9001:2015
Ambiente: UNI EN ISO 14001:2015

4. Per quanto riguarda il fosforo assimilabile questo risulta essere in tutti i campioni analizzati da SP LAB con valore inferiore a 1, evidentemente sottostimati rispetto ai dati di ARPAV.
5. Riguardo ai metalli sono risultati discordi principalmente i valori riguardanti il cromo totale ed il nichel, con una generale sovrastima di questi valori da parte del laboratorio SP LAB.

Per la serie di campioni dal 2850-2861, ARPAV riporta le seguenti osservazioni:

6. I risultati della tessitura (argilla, limo, sabbia) risultano essere spesso ben confrontabili, con una generale sovrastima, da parte del laboratorio della parte per quanto riguarda i valori di sabbia e argilla ed una sottostima dei valori di limo.
7. I valori delle basi di scambio risultano essere ben confrontabili, questo è riscontrabile anche dalla buona confrontabilità della capacità di scambio cationico (CSC).
8. Per quanto riguarda il fosforo assimilabile questo risulta sempre sovrastimato per il laboratorio SP LAB.
9. Si nota una scarsa confrontabilità per il parametro carbonio organico, generalmente sovrastimato dal laboratorio SP LAB. Questa differenza si rispecchia inoltre nella scarsa confrontabilità dei valori riguardanti il rapporto C/N, che risultano essere sempre sovrastimati nei campioni del laboratorio della parte.

Per il punto 1 e 6, relativo all'analisi della tessitura (determinazione della granulometria - frazione sabbia, limo, argilla), nella serie di campioni dal 1163-1171 e dal 1236-1248, il laboratorio ha determinato la tessitura dei campioni secondo il metodo DM 13/09/1999 Met. II.3, mentre nella serie di campioni dal 1236-1248, il laboratorio ha determinato la tessitura dei campioni secondo il metodo DM 13/09/1999 Met. II.5. La scelta di utilizzare il metodo DM 13/09/1999 Met. II.3, deriva dal fatto che sul PMA non è specificato il metodo di analisi da utilizzare per la granulometria, nonostante esistano diverse metodiche e tecniche per la determinazione della stessa che influenzano notevolmente sul risultato finale. Solo dopo aver eseguito le prove interconfronto con ARPAV e chiarito questo aspetto con la committenza, il laboratorio SP LAB si è adoperato a determinare la tessitura con il metodo DM 13/09/1999 Met. II.5.

Per il punto 2, relativo all'analisi dei carbonati totali, nella serie di campioni dal 1163-1171 e dal 1236-1248, il laboratorio ha determinato il parametro carbonati totali solubili secondo il metodo DM 13/09/1999 Met. IV.2, che prevede l'espressione del dato in (mmol/kg) e non secondo il metodo DM 13/09/1999 Metodo V.1. Questa incomprensione deriva dal fatto che sul PMA non è specificato il metodo di analisi da utilizzare per tale parametro e se era richiesta la determinazione dei carbonati totali come calcare totale o come carbonati totali solubili. Solo dopo aver chiarito questo aspetto con ARPAV, il laboratorio SP LAB si è adoperato a determinare il carbonato come calcare totale secondo il metodo DM 13/09/1999 Metodo V.1 ed esprimendo il dato su richiesta in termini percentuali (%). **Se si ritiene utile determinare il carbonato come calcare totale nella serie di campioni dal 1163-1171 e dal 1236-1248, il laboratorio si mette a disposizione per la determinazione della medesima secondo il metodo concordato DM 13/09/1999 Metodo V.1. "Determinazione del calcare totale" previo re-invio di una aliquota di campione di circa 50 grammi da parte della committenza al laboratorio SP LAB.**

Per il punto 3 e 7, relativo all'analisi delle basi scambiabili (Calcio, Magnesio, Potassio, Sodio) e della determinazione della capacità di scambio cationico (CSC), la metodica utilizzata dal laboratorio SP LAB è quella dei metodi ufficiali DM 13/09/1999 Met. XIII.5 per le basi di scambio e il DM 13/09/1999 Met. XIII.2 per la capacità di scambio cationico. Le analisi di tutti i batch analitici sono stati svolti dal medesimo Operatore, che ha utilizzato il medesimo protocollo analitico e la medesima attrezzatura.

I controlli relativi ai batch analitici dell'anno 2019-2020 per le basi di scambio, con i relativi recuperi sono riportati qui di seguito in tabella:

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)



**Laboratorio di Analisi
Chimiche e Microbiologiche
Servizi Ambientali e Agroalimentari**
Sistemi di Gestione Certificati Cermet
Qualità: UNI EN ISO 9001:2015
Ambiente: UNI EN ISO 14001:2015

| Valore K scambiabile | Valore vero K scamb. | Rec % | Valore Ca scambiabile | Valore vero Ca scamb. | Rec % | Valore Mg scambiabile | Valore vero Mg scamb. | Rec % | Materiale riferimento |
|----------------------|----------------------|-------|-----------------------|-----------------------|-------|-----------------------|-----------------------|-------|-----------------------|
| 398 | 329 | 121,0 | 4588 | 4479 | 102,4 | 254 | 279 | 91,0 | Silpa 2/19 |
| 245 | 194 | 126,3 | 3767 | 3244 | 116,1 | 177 | 178 | 99,4 | Silpa 3/19 |
| 391 | 329 | 118,8 | 4929 | 4479 | 110,0 | 292 | 279 | 104,7 | Silpa 2/19 |
| 391 | 373 | 104,8 | 3546 | 3358 | 105,6 | 652 | 600 | 108,7 | Silpa 5/19 |
| 458 | 373 | 122,8 | 3607 | 3358 | 107,4 | 644 | 600 | 107,3 | Silpa 5/19 |
| 547 | 521 | 105,0 | 2444 | 2738 | 89,3 | 182 | 195 | 93,3 | Silpa 6/19 |
| 265 | 203 | 130,5 | 2484 | 2447 | 101,5 | 158 | 151 | 104,6 | Silpa 8/19 |
| 457 | 387 | 118,1 | 2820 | 2826 | 99,8 | 154 | 165 | 93,3 | Silpa 7/19 |
| 493 | 387 | 127,4 | 3126 | 2826 | 110,6 | 169 | 165 | 102,4 | Silpa 7/19 |
| 285 | 203 | 140,4 | 2625 | 2447 | 107,3 | 159 | 165 | 96,4 | Silpa 8/19 |

I controlli relativi ai batch analitici dell'anno 2019-2020 per la CSC, con i relativi recuperi sono riportati qui di seguito in tabella:

| Valore CSC | Valore vero CSC | Rec % | Materiale riferimento |
|------------|-----------------|-------|-----------------------|
| 28,5 | 26,4 | 108,0 | Silpa 2/19 |
| 19,4 | 18,7 | 103,7 | Silpa 3/19 |
| 31 | 26,4 | 117,4 | Silpa 2/19 |
| 27,5 | 24,9 | 110,4 | Silpa 5/19 |
| 30 | 24,9 | 120,5 | Silpa 5/19 |
| 16,1 | 18,1 | 89,0 | Silpa 6/19 |
| 15,8 | 14,2 | 111,3 | Silpa 8/19 |
| 16 | 15,8 | 101,3 | Silpa 7/19 |
| 20,2 | 15,8 | 127,8 | Silpa 7/19 |
| 14,2 | 14,2 | 100,0 | Silpa 8/19 |

A conferma della validità dei dati, il laboratorio nel secondo semestre 2019 ha partecipato positivamente alle 2 prove SILPA denominate STD 7/2019 e STD 8/2019 secondo la medesima prova di analisi. Si riporta di seguito le risultanze della prova di SP LAB, evidenziate in giallo:

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)

| SILPA | | | | | | | | | | |
|---------------------|--------------------------------|---------|--------------------------------|---------|------------------------------|---------|-----------------------------|---------|---|---------|
| STD 7/2019 | | | | | | | | | | |
| 03/02/2020 | | | | | | | | | | |
| Parametri | Potassio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Magnesio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Calcio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Sodio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Capacità di scambio cationico (BaCl2 pH 8.1) | |
| Unità di misura | mg/kg | | mg/kg | | mg/kg | | mg/kg | | cmol/kg | |
| Valore di consenso | 387 | | 165 | | 2826 | | 27,7 | | 15,78 | |
| Scarto tipo robusto | 44 | z-score | 29 | z-score | 421 | z-score | 16,2 | z-score | 3,25 | z-score |
| 1 | | | | | | | 48 | 1,3 | 10,92 | -1,5 |
| 3 | 410 | 0,5 | 164 | 0,0 | 3050 | 0,5 | | | 16,5 | 0,2 |
| 7 | 422,5 | 0,8 | 169,4 | 0,2 | 1898,5 | -2,2 | | | 15,58 | -0,1 |
| 8 | | | | | | | | | 16,3 | 0,2 |
| 9 | 361 | -0,6 | 169 | 0,1 | 3322 | 1,2 | 19 | -0,5 | 15,5 | -0,1 |
| 10 | 377 | -0,2 | 177 | 0,4 | 3140 | 0,7 | 20 | -0,5 | 14,2 | -0,5 |
| 12 | 316 | -1,6 | 157 | -0,3 | 2907 | 0,2 | | | 13,8 | -0,6 |
| 13 | 264,1 | -2,8 | 126,6 | -1,3 | 2427 | -0,9 | 8,54 | -1,2 | 15,8 | 0,0 |
| 14 | 394 | 0,2 | 186 | 0,7 | 2920 | 0,2 | 66 | 2,4 | 17,4 | 0,5 |
| 15 | | | | | | | | | | |
| 16 | 381 | -0,1 | 170 | 0,2 | 2999 | 0,4 | 11,2 | -1,0 | 20,1 | 1,3 |
| 18 | 376 | -0,3 | 130 | -1,2 | 2300 | -1,2 | | | | |
| 20 | 410 | 0,5 | 176 | 0,4 | 2885 | 0,1 | 14,4 | -0,8 | 17,5 | 0,5 |
| 21 | | | | | | | | | | |

| SILPA | | | | | | | | | | |
|---------------------|--------------------------------|---------|--------------------------------|---------|------------------------------|---------|-----------------------------|---------|---|---------|
| STD 8/2019 | | | | | | | | | | |
| 03/02/2020 | | | | | | | | | | |
| Parametri | Potassio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Magnesio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Calcio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Sodio scamb.(BaCl2 pH 8.1) | | Capacità di scambio cationico (BaCl2 pH 8.1) | |
| Unità di misura | mg/kg | | mg/kg | | mg/kg | | mg/kg | | cmol/kg | |
| Valore di consenso | 203 | | 151 | | 2447 | | 22,1 | | 14,18 | |
| Scarto tipo robusto | 41 | z-score | 30 | z-score | 319 | z-score | 15,3 | z-score | 2,79 | z-score |
| 1 | | | | | | | | | 10,16 | -1,4 |
| 3 | 210 | 0,2 | 148 | -0,1 | 2590 | 0,4 | | | 13,3 | -0,3 |
| 7 | 216,9 | 0,4 | 161,25 | 0,3 | 1818,5 | -2,0 | | | 14,81 | 0,2 |
| 8 | | | | | | | | | 13,7 | -0,2 |
| 9 | 174 | -0,7 | 157 | 0,2 | 2708 | 0,8 | 18 | -0,3 | 12,8 | -0,5 |
| 10 | 188 | -0,4 | 167 | 0,5 | 2670 | 0,7 | 11 | -0,7 | 10,9 | -1,2 |
| 12 | 160 | -1,0 | 135 | -0,5 | 2627 | 0,6 | | | 12,2 | -0,7 |
| 13 | 140,9 | -1,5 | 116,4 | -1,2 | 2048 | -1,3 | 7,45 | -1,0 | 14,1 | 0,0 |
| 14 | 194 | -0,2 | 180 | 1,0 | 2480 | 0,1 | 62 | 2,6 | 14,62 | 0,2 |
| 15 | | | | | | | | | | |
| 16 | 187 | -0,4 | 148 | -0,1 | 2511 | 0,2 | 22,5 | 0,0 | 15 | 0,3 |
| 18 | 180 | -0,6 | 115 | -1,2 | 1670 | -2,4 | | | | |
| 20 | 218 | 0,4 | 175 | 0,8 | 2384 | -0,2 | | | 14,3 | 0,0 |

Per il punto 4 e 8, relativo all'analisi del fosforo assimilabile, la metodica utilizzata dal laboratorio SP LAB è quella dei metodi ufficiali DM 13/09/1999 Met. XV.3. Le analisi di tutti i batch analitici sono stati svolti dal medesimo Operatore, che ha utilizzato il medesimo protocollo analitico e la medesima attrezzatura.

I controlli relativi ai batch analitici dell'anno 2019-2020, con i relativi recuperi mostrano una buona variabilità rispetto al valore vero senza alcun stato di fuori norma relativo a particolari tendenze di sovrastima o sottostima, così come riportati qui di seguito in tabella:

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)

| Valore Fosforo Assimilabile (mg/kg) | Valore vero P assimilabile (mg/kg) | Recupero % | Materiale riferimento |
|-------------------------------------|------------------------------------|------------|-----------------------|
| 22,4 | 22,5 | 99,6 | SILPA1/19 |
| 22,2 | 22,5 | 98,7 | SILPA1/19 |
| 38,1 | 43,2 | 88,2 | SILPA2/19 |
| 24,4 | 22,5 | 108,4 | SILPA2/19 |
| 6,4 | 8,3 | 77,1 | SILPA3/19 |
| 70,9 | 83,1 | 85,3 | SILPA5/19 |
| 69,1 | 83,1 | 83,2 | SILPA5/19 |
| 26,6 | 29,9 | 89,0 | SILPA4/19 |
| 41 | 42,9 | 95,6 | SILPA6/19 |
| 8,2 | 8,3 | 98,8 | SILPA3/19 |
| 69,9 | 64,6 | 108,2 | SILPA8/19 |
| 40,9 | 42,9 | 95,3 | SILPA6/19 |
| 6,6 | 8,3 | 79,5 | SILPA3/19 |
| 72,2 | 64,6 | 111,8 | SILPA8/19 |

A conferma della validità dei dati, il laboratorio nel secondo semestre 2019 ha partecipato positivamente alle 2 prove SILPA denominate STD 7/2019 e STD 8/2019 secondo la medesima prova di analisi. Si riporta di seguito le risultanze della prova di SP LAB, evidenziate in giallo:

| S.I.L.P.A. | | | | S.I.L.P.A. | | | |
|---------------------|---------------------|---------|------|---------------------|---------------------|---------|------|
| SILPA | | | | SILPA | | | |
| STD 7/2019 | | | | STD 8/2019 | | | |
| 03/02/2020 | | | | 03/02/2020 | | | |
| Parametri | Fosforo ass.(Olsen) | | | Parametri | Fosforo ass.(Olsen) | | |
| Unità di misura | mg/kg | | | Unità di misura | mg/kg | | |
| Valore di consenso | 30,7 | | | Valore di consenso | 64,6 | | |
| Scarto tipo robusto | 5,7 | z-score | | Scarto tipo robusto | 15,0 | z-score | |
| 1 | | 33 | 0,4 | 1 | | 68 | 0,2 |
| 3 | | | | 3 | | | |
| 7 | | 30 | -0,1 | 7 | | 63 | -0,1 |
| 8 | | 30 | -0,1 | 8 | | 57 | -0,5 |
| 9 | | 27 | -0,6 | 9 | | 62 | -0,2 |
| 10 | | 29 | -0,3 | 10 | | 63 | -0,1 |
| 12 | | 33,43 | 0,5 | 12 | | 78,2 | 0,9 |
| 13 | | 35,07 | 0,8 | 13 | | 73,67 | 0,6 |
| 14 | | 34,99 | 0,8 | 14 | | 66,61 | 0,1 |
| 15 | | | | 15 | | | |
| 16 | | 31,3 | 0,1 | 16 | | 65,6 | 0,1 |
| 18 | | 34 | 0,6 | 18 | | 66 | 0,1 |
| 20 | | 27,9 | -0,5 | 20 | | 61,3 | -0,2 |
| 21 | | | | 21 | | | |
| 22 | | 30,3 | -0,1 | 22 | | 49 | -1,0 |

Per il punto 5, relativo alla determinazione del cromo totale e nichel, la metodica utilizzata dal laboratorio SP LAB è quella del metodo EPA 3051A + EPA 6010D. Le analisi di tutti i batch analitici sono stati svolti dal medesimo Operatore, che ha utilizzato il medesimo protocollo analitico e la medesima attrezzatura.

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)

I controlli relativi ai batch analitici del metodo EPA 3051A + EPA 6010D svolti nell'anno 2019-2020, con i relativi recuperi, mostrano una buona variabilità rispetto al valore vero senza alcun stato di fuori norma relativo a particolari tendenze di sovrastima o sottostima, così come riportati qui di seguito in tabella:

| Valore Cromo (mg/kg) | Valore vero Cromo (mg/kg) | Recupero % | Valore Nichel (mg/kg) | Valore vero Nichel (mg/kg) | Recupero % | Materiale Riferimento Prove UNICHIM |
|----------------------|---------------------------|------------|-----------------------|----------------------------|------------|-------------------------------------|
| 161 | 163 | 98,8 | 41,7 | 45,5 | 91,6 | META14 |
| 121,6 | 101,8 | 119,4 | 143,6 | 145 | 99,0 | META 15 |
| 100,6 | 101,8 | 98,8 | 130,5 | 145 | 90,0 | META 15 |
| 111,5 | 101,8 | 109,5 | 144,6 | 145 | 99,7 | META 15 |
| 120,7 | 101,8 | 118,6 | 144,7 | 145 | 99,8 | META 15 |
| 109,2 | 101,8 | 107,3 | 130,9 | 145 | 90,3 | META 15 |
| 113,5 | 101,8 | 111,5 | 139,8 | 145 | 96,4 | META 15 |
| 118,9 | 101,8 | 116,8 | 144,3 | 145 | 99,5 | META 15 |
| 180 | 167 | 107,8 | 46,5 | 46,4 | 100,2 | META16 |
| 163,6 | 167 | 98,0 | 42,6 | 46,4 | 91,8 | META16 |
| 162,4 | 167 | 97,2 | 42,6 | 46,4 | 91,8 | META16 |
| 171 | 167 | 102,4 | 43,5 | 46,4 | 93,8 | META16 |
| 176,4 | 167 | 105,6 | 43,7 | 46,4 | 94,2 | META16 |
| 175,2 | 167 | 104,9 | 46,7 | 46,4 | 100,6 | META16 |
| 161,3 | 167 | 96,6 | 43,4 | 46,4 | 93,5 | META16 |
| 157,9 | 167 | 94,6 | 41,8 | 46,4 | 90,1 | META16 |

A conferma della validità dei dati, il laboratorio nell'anno 2019 ha partecipato positivamente alle 2 prove UNICHIM META (relative alla determinazione di metalli in matrice suolo), denominate ENVIR-META/15 e ENVIR-META/16, secondo la medesima prova di analisi. Si riporta di seguito le risultanze riportate su carta di controllo interna, delle prove interlaboratorio relative a cromo totale e nichel:

| SP LAB | | | | | | | Carta di controllo Cromo (terreni) | | Mod. MDPG 09/07 Rev. 0 |
|--------------------|-------------|----------------------------------|----------------------|-------------------------|-------------------------|---------|---|--|---------------------------|
| Ente Organizzatore | Data report | Identificativo campione/circuito | Metodo di prova | Valore ottenuto (mg/Kg) | Concentrazione nominale | z-score | Esito | | |
| UNICHIM | 17/06/2019 | ENVIR-META/15 | EPA 3051 + EPA 6010D | 115,00 | 101,80 | 1,08 | soddisfacente | | |
| UNICHIM | 15/11/2019 | ENVIR-META/16 | EPA 3051 + EPA 6010D | 160,00 | 167,00 | -0,35 | soddisfacente | | |

| SP LAB | | | | | | | Carta di controllo Nichel (terreni) | | Mod. MDPG 09/07 Rev. 0 |
|--------------------|-------------|----------------------------------|----------------------|-------------------------|-------------------------|---------|--|--|---------------------------|
| Ente Organizzatore | Data report | Identificativo campione/circuito | Metodo di prova | Valore ottenuto (mg/Kg) | Concentrazione nominale | z-score | Esito | | |
| UNICHIM | 17/06/2019 | ENVIR-META/15 | EPA 3051 + EPA 6010D | 141,00 | 145,00 | -0,14 | soddisfacente | | |
| UNICHIM | 15/11/2019 | ENVIR-META/16 | EPA 3051 + EPA 6010D | 46,30 | 46,40 | -0,02 | soddisfacente | | |

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)



**Laboratorio di Analisi
Chimiche e Microbiologiche
Servizi Ambientali e Agroalimentari**
Sistemi di Gestione Certificati Cermet
Qualità: UNI EN ISO 9001:2015
Ambiente: UNI EN ISO 14001:2015

Per il punto 9, relativo alla determinazione del Carbonio organico, la metodica utilizzata dal laboratorio SP LAB è quella del metodo DM 13/09/1999 Met. VII.3. Le analisi di tutti i batch analitici sono stati svolti dal medesimo Operatore, che ha utilizzato il medesimo protocollo analitico e la medesima attrezzatura.

I controlli relativi ai batch analitici del metodo DM 13/09/1999 Met. VII.3 relativi al periodo 2019-2020, con i relativi recuperi, mostrano una buona variabilità rispetto al valore vero senza alcun stato di fuori norma relativo a particolari tendenze di sovrastima o sottostima, così come riportati qui di seguito in tabella:

| Valore C organico (g/kg) | Valore Vero (g/kg) | Recupero % | Materiale di riferimento |
|--------------------------|--------------------|------------|--------------------------|
| 11,70 | 11,19 | 104,6 | SILPA1/18 |
| 6,90 | 7,21 | 95,7 | SILPA2/18 |
| 11,40 | 11,19 | 101,9 | SILPA1/18 |
| 11,90 | 11,19 | 106,3 | SILPA1/18 |
| 11,20 | 11,19 | 100,1 | SILPA1/18 |
| 6,60 | 7,21 | 91,5 | SILPA2/18 |
| 12,20 | 12,20 | 100,0 | SILPA2/19 |
| 12,70 | 12,20 | 104,1 | SILPA2/19 |
| 12,10 | 12,20 | 99,2 | SILPA2/19 |
| 13,60 | 13,20 | 103,0 | SILPA1/19 |
| 12,40 | 12,20 | 101,6 | SILPA2/19 |
| 12,50 | 12,20 | 102,5 | SILPA2/19 |
| 8,6 | 8,68 | 99,1 | SILPA4/19 |
| 11,8 | 12,35 | 95,5 | SILPA6/19 |
| 11,8 | 12,35 | 95,5 | SILPA6/19 |
| 11,2 | 12,35 | 90,7 | SILPA7/19 |
| 19,1 | 21,9 | 87,2 | SILPA8/19 |
| 22,4 | 21,9 | 102,3 | SILPA8/19 |

A conferma della validità dei dati, il laboratorio negli ultimi anni ha partecipato positivamente a diverse prove SILPA su matrice suolo e a diverse prove UNICHIM su diversa matrice (compost/fertilizzante), sempre secondo la medesima tecnica di prova. Si riporta di seguito le risultanze della prove SILPA su terreni, riportate su carta di controllo interna:

SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)

| SP LAB | | Carta di controllo Carbonio Organico (terreni) | | | | | Mod. MDPG 09/07 Rev. 0 |
|--------------------|-------------|---|---|------------------------|-------------------------|---------|---------------------------|
| Ente Organizzatore | Data report | Identificativo campione/circuito | Metodo di prova | Valore ottenuto (g/Kg) | Concentrazione nominale | z-score | Esito |
| SILPA | 10/09/2018 | Silpa / STD-1 2018 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 11,10 | 11,18 | -0,1 | soddisfacente |
| SILPA | 10/09/2018 | Silpa / STD-2 2018 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 6,80 | 7,21 | -0,3 | soddisfacente |
| SILPA | 10/09/2018 | Silpa / STD-3 2018 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 9,00 | 9,18 | -0,2 | soddisfacente |
| SILPA | 05/11/2019 | Silpa / STD-4 2019 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 11,40 | 8,68 | 2,0 | soddisfacente |
| SILPA | 05/11/2019 | Silpa / STD-5 2019 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 28,00 | 27,37 | 0,2 | soddisfacente |
| SILPA | 05/11/2019 | Silpa / STD-6 2019 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 13,20 | 12,35 | 0,6 | soddisfacente |
| SILPA | 11/02/2020 | Silpa / STD-7 2019 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 12,90 | 12,35 | 0,4 | soddisfacente |
| SILPA | 11/02/2020 | Silpa / STD-8 2019 | DM 13/09/1999 SO n°185 GU n°248 21/10/1999 Met. VII.3 | 22,90 | 21,95 | 0,3 | soddisfacente |

In Conclusione, il laboratorio SP LAB è pienamente sicuro della validità delle risultanze analitiche sui campioni ricevuti in laboratorio e relativi al monitoraggio ambientale.

Questa conferma deriva dalla regolarità dei controlli di qualità svolti in ogni batch analitico e dall'esito positivo delle prove interlaboratorio svolte in questi anni.

Gli esiti delle prove positive delle prove SILPA svolte nel 2019 hanno permesso al laboratorio SP LAB, durante l'audit ACCREDIA svolto a giugno 2020, di estendere con successo le prove accreditate sulla matrice suolo/terre, ovvero le metodiche:

- Fosforo assimilabile - DM 13/09/1999 Met XV.3.
- Calcare totale, Carbonati totali - DM 13/09/1999 Met V.1.
- Calcio scambiabile, Magnesio scambiabile, Potassio scambiabile, Sodio scambiabile, Capacità di scambio cationico (CSC), Tasso di saturazione basico (TSB) - UNI EN ISO 11260:2018.

Il laboratorio SP LAB è pronto a qualsiasi ulteriore attività di interconfronto con ARPAV.

Ploaghe 25/09/2020

Il Direttore Tecnico Del Laboratorio



SP LAB s.a.s

Sede Legale e Amministrativa: Via Serras 16 - 07017 Ploaghe (SS)

P.IVA. / CF: 02361790906 - Telefono: 3495528675 - sito web: www.splab.it - e-mail: info.splab@splab.it

Inserito nell'elenco della Regione Autonoma della Sardegna n. 11-RAS n° determina 12604/564 dei Laboratori che effettuano analisi ai fini dell'Autocontrollo delle Industrie Alimentari e nell'elenco dei Laboratori competenti a prestare servizi necessari per la verifica di conformità dei fertilizzanti (n° prot. 0003017 del 12/02/2018 allegato al D.Lgs. 29 Aprile 2010 n°75 - Anno 2018)