

GRUPPO METROLOGI rete IIZZSS

Roma 17 Dicembre 2015

ARMONIZZAZIONE DELLE PROCEDURE DI TARATURA

Marco Imberciadori

IZSPLVA

ARMONIZZAZIONE DELLE PROCEDURE DI TARATURA

5 PERCHÈ

1. MIGLIORARE LA QUALITA' DEL DATO ANALITICO
2. OTTIMIZZARE LE RISORSE
3. AVERE METODI VALIDATI
4. STANDARDIZZARE COMPETENZE
5. DIFFONDERE LA CULTURA METROLOGICA

LA VALIDAZIONE DI UN METODO DI TARATURA IN RIFERIMENTO ALLA NORMA ISO17025:2005

Marco Imberciadori

IZSPLVA

SCELTA DI UN METODO DI PROVA

ISO 17025 p-to5.4.2

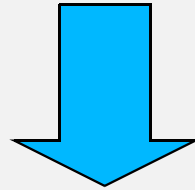
Il laboratorio deve utilizzare metodi di prova e/o taratura che soddisfino le **esigenze del cliente** e che siano **appropriati per le prove** da eseguire.

Come prima scelta devono essere utilizzati :

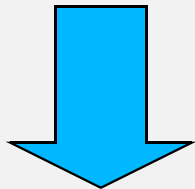
- metodi pubblicati nelle norme internazionali
 - Metodi ufficiali di legge , regionali o nazionali europei
- Metodi **sviluppati dal laboratorio** possono essere utilizzati se sono appropriati per l'uso previsto e se sono **validati**.

LA VALIDAZIONE INTESA COME OBBLIGO OPERATIVO

La norma ISO 17025:2005 pone tra i requisiti **obbligatori** per i laboratori accreditati l'uso di metodi validati.



Dichiarazione di idoneità del metodo per lo scopo previsto con sottoscritta dalla Funzione competente del laboratorio.



APPLICAZIONE

Con **riesame** periodico della validazione .⁵

DEFINIZIONE GENERALE

LA VALIDAZIONE DI UN DATO METODO E' UN **PROCESSO** ATTRAVERSO IL QUALE IL LABORATORIO DIMOSTRA CHE I RISULTATI OTTENUTI CON QUEL METODO SIANO **VALIDI**

DEFINIZIONE TECNICA I

ISO 9000: 2000

LA VALIDAZIONE DI UN METODO È LA CONFERMA, SOSTENUTA DA **EVIDENZE OGGETTIVE**, CHE I REQUISITI RELATIVI AD UNA SPECIFICA UTILIZZAZIONE PREVISTA SONO STATI SODDISFATTI.

DEFINIZIONE TECNICA II


(EURACHEM)

LA VALIDAZIONE DI UN METODO È IL **PROCESSO** ATTRAVERSO IL QUALE SI STABILISCONO LE **CARATTERISTICHE** E I **LIMITI** DEL METODO STESSO E SI IDENTIFICANO I FATTORI CHE POSSONO INFLUIRE SU TALI CARATTERISTICHE E IN QUALE MISURA

COSA VALIDARE

ISO 17025 p to 5.4.5.2

Il laboratorio deve validare:

- Metodi interni (progettati dal laboratorio)
- Metodi normati modificati 
- Metodi normati utilizzati al di fuori del campo di applicazione prefissato

METODO VALIDATO

Regola delle 3 R

RIPETIBILE

RIPRODUCIBILE

RIFERIBILE

SCOPO DELLA VALIDAZIONE

Regola CVR

CONOSCERE

VALUTARE

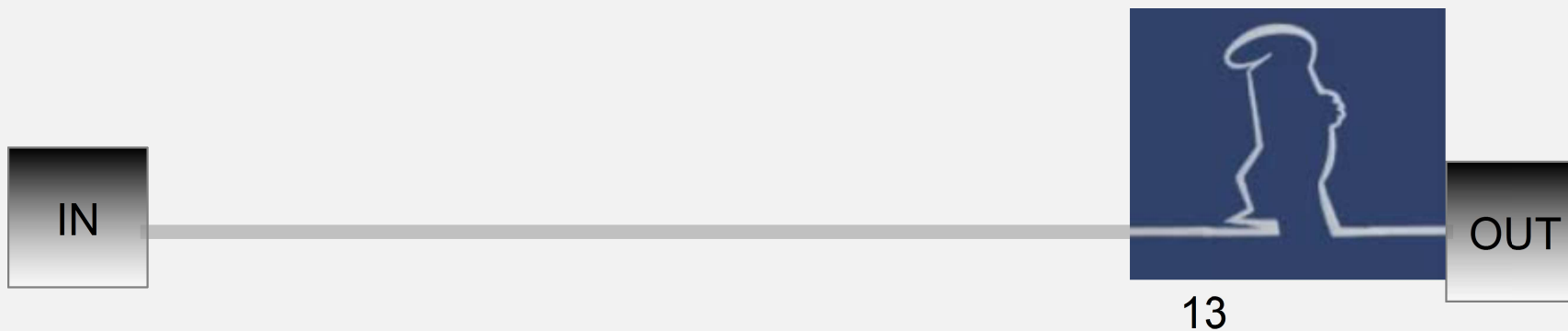
RIDURRE

LA VALIDAZIONE INTESA COME SOTTO-SISTEMA DELLA QUALITA

IL CONTESTO ORGANIZZATIVO

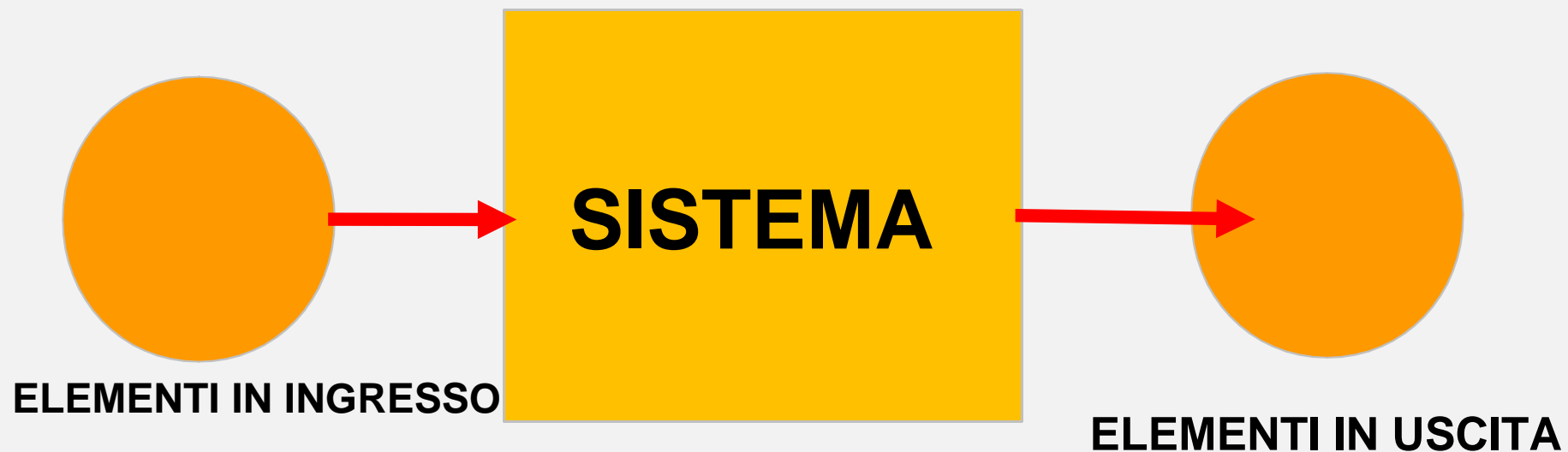
PRINCIPIO DELLA TRACIABILITA': POSSIBILITA DI
RIPERCORRERE LE FASI DELLA VALIDAZIONE IN
ENTRAMBI I SENSI DI "MARCIA":

DALL'INIZIO ALLA FINE E VICEVERSA

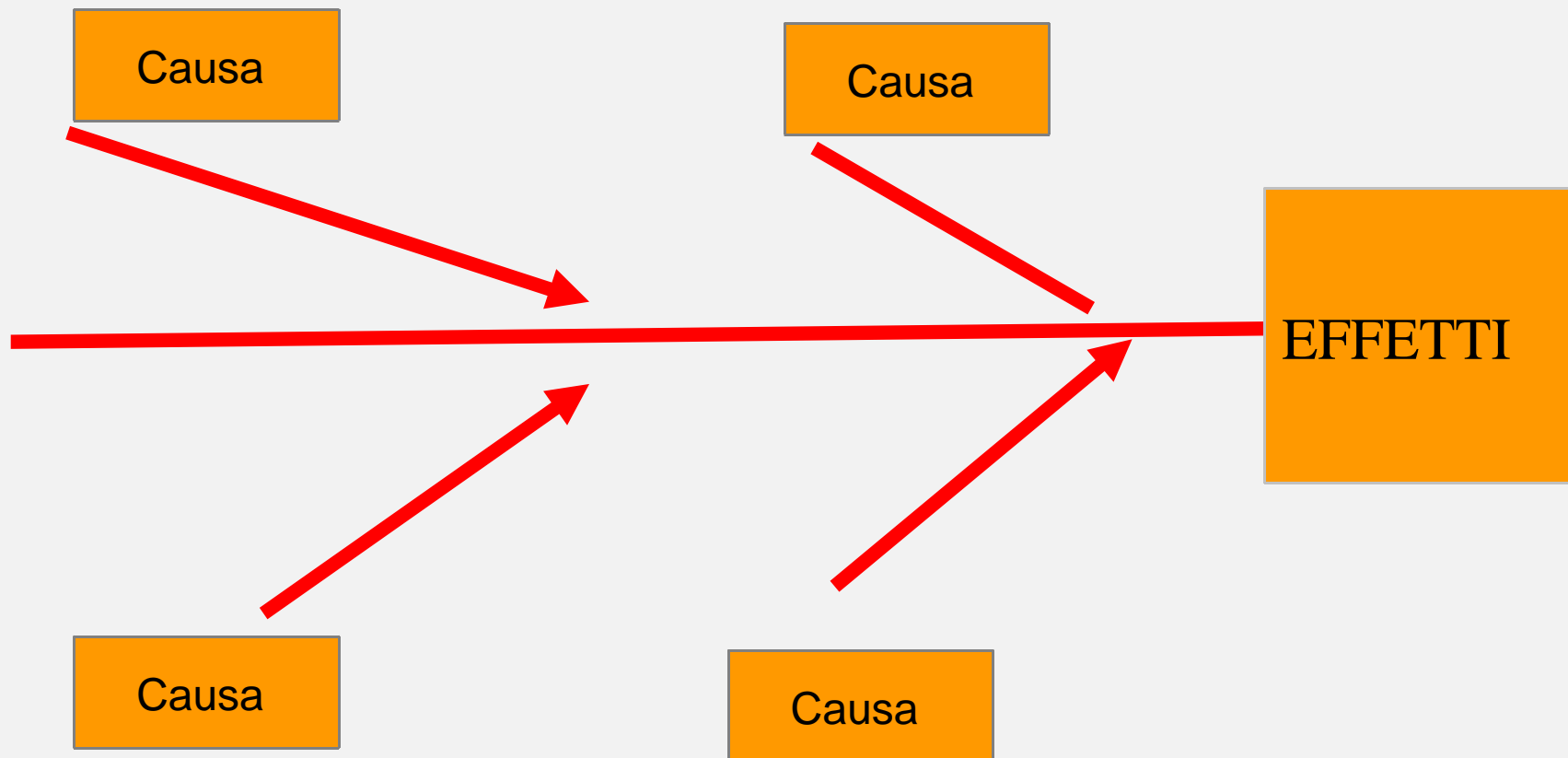


COME RAGIONARE

- **GESTIRE LA VALIDAZIONE COME UN PROCESSO**



COME RAGIONARE DIAGRAMMA CAUSA -EFFETTO



COME SI PROCEDE

ESIGENZA DI UN NUOVO METODO



STUDIO PILOTA/PRE-VALIDAZIONE



SPERIMENTAZIONE/ SVILUPPO VALIDAZIONE



VERIFICA DEGLI INDICI DI PERFORMANCE



APPROVAZIONE PROCEDURA DEL METODO VALIDATO
DOSSIER DI VALIDAZIONE

fattore

X



VALUTAZIONE DELLE PERFORMANCE DI UN METODO

SOSTANZIALMENTE TRE APPROCCI

1. Confronto con un metodo normato preso come riferimento
2. Prove ripetute su campioni a valore noto (materiali di riferimento)
3. Valutazione tra più laboratori –prove di confronto--

FASE OPERATIVA :PIANIFICAZIONE

1. PIANO DI VALIDAZIONE:

- **Stabilisce gli elementi in ingresso rilevanti**
- **Specifica tipo di metodo, tipo di risultato, indici di prestazione da verificare, matrice**
- **Definisce gli elementi in uscita dal processo.**

2. PROGRAMMA ATTIVITA':

- **Definisce modalità, tempi, apparecchiature richieste e personale impiegato nel processo.**

METODOLOGIA

ELEMENTI IN INGRESSO:

- **Requisiti richiesti da norme cogenti**
- **Requisiti richiesti dal cliente**
- **Specifiche strumentali**
- **Specifiche ambientale**

ELEMENTI IN USCITA:

- **POS del metodo di prova**
- **Documento di validazione**
- **Scheda di validazione con dichiarazione di idoneità**

INDICI : INCERTEZZA

•Parametro associato al risultato di una misurazione o prova, che caratterizza la dispersione dei dati ragionevolmente attribuibili al misurando (Norma UNI CEI EN V 13005:2000).

•Stima che caratterizza il campo di valori entro cui giace il valore vero del misurando (Norma ISO 3534-1 :4993).

c) Parametro associato al risultato di una misurazione, che caratterizza la dispersione dei valori ragionevolmente attribuibili al misurando.

(VIM - Vocabolario Internazionale dei termini fondamentali e generali in metrologia , 1993).

INDICI : ROBUSTEZZA

ISO 13843:2003

Insensibilità di un metodo analitico alle piccole variazioni nel procedimento definita anche come «abuso del metodo»

Considerazioni

- Valutare tutte le condizioni sperimentali che possono essere soggette nella pratica ad fluttuazioni (es. la T)
- Parametro fondamentale per valutare al meglio la fase pilota della validazione !
- Tale parametro è fondamentale nelle prove a distribuzione normale assume un significato relativo nelle prove a distribuzione poissoniana

INDICI : ACCURATTEZZA

- Grado di accordo tra il risultato di una misurazione e il corrispondente valore vero del misurando —VIM:III—
- Grado di accordo tra un procedimento analitico e il corrispondente valore di riferimento accettato

-UNI ISO 5725-1:2004--

PRINCIPALI INDICI DI PRESTAZIONE

SENSIBILITÀ

CAMPO DI APPLICAZIONE

LINEARITÀ

SPECIFICITÀ
(SELETTIVITÀ)

LIMITE DI DETERMINAZIONE O
QUANTIFICAZIONE

ACCURATEZZA

ESATTEZZA
(ACCURATTEZZA)

PRECISIONE
RIPETIBILITÀ
RIPRODUCIBILITÀ

CAMPO DI MISURA

LIMITE DI RIVELABILITÀ

ROBUSTEZZA

INCERTEZZA

MODALITA' OPERATIVE

IL UN CIRCUITO INTERLABORATORIO COME
STRUMENTO FONDAMENTALE
PER LA VALIDAZIONE

NORME DI RIFERIMENTO

ISO/IEC CD 17043:2008 Conformity
Assessment—General Requirements for
Proficiency Testing

ISO 13528:2005 Statistical Methods for
use in Proficiency Testing by
Interlaboratory Comparison

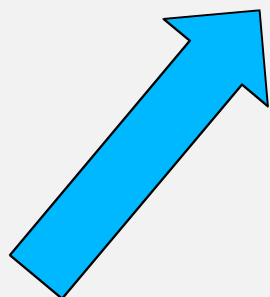
ORGANIZZAZIONE

- 1. FASE GESTIONALE**
- 2. FASE TECNICA**

ISO 17043_2010

DESCRIVE COME PROGETTARE E
GESTIRE UN CIRCUITO INTERLABORATORIO

VIENE USATO ANCHE PER CERTIFICARE
LA COMPETENZA !!!



ISO 17043_2010

LA NORMA SI COMPONE DI 2 PARTI

A-TECNICA

B-GESTIONALE

3 ALLEGATI

1-TIPI DI CIRCUITI

2-METODI STATISTICI DI VALUTAZIONE

3- SCELTA DEI CIRCUITI

17043:2010 SCOPI

1. Valutazione delle **prestazioni dei laboratori** e monitoraggio
2. Identificazione di problemi e **proposte** di azioni per il miglioramento;
3. Stima di efficacia e **comparabilità** di metodi di prova
4. Identificazione di differenze interlaboratorio
5. **Educazione dei laboratori** partecipanti basata sulle risultanze dei confronti
6. **Validazione** delle dichiarazioni di incertezza

17043: GENERALITA'

- Gli organizzatori di PT devono avere la competenza necessaria per condurre un confronto inetrlaboratorio e avere accesso a competenze per le varie fasi del PT.
- La ISO/IEC 17025 è **usata** per dimostrare la competenza dell'organizzatore o del laboratorio

17043 : PERSONALE

L'organizzatore deve avere **competenze** per :

1. Selezionare il materiale di prova
2. Progettare il piano del circuito
3. Effettuare particolari tipi di campionamento
4. Gestire specifiche attrezzature
5. Effettuare misurazioni per determinare stabilità, omogeneità del materiale di riferimento

31SEGUE 

17043 : PERSONALE

6. Stabilire il valore e incertezza al materiale di prova
7. Preparare e distribuire il materiale di prova
8. Effettuare l'analisi statistica
9. Fornire opinioni e interpretazioni
10. Autorizzare l'emissione dei rapporti di prova

17043 : PERSONALE

- Coordinatore
- Gruppo di esperti
- Specialisti
- collaboratori

17043: FUNZIONE DEL CIRCUITO

Sufficienti informazioni prima dell'invio del materiale di prova.

- modalità di trattamento del materiale
- dettagli dei fattori che possono influenzare i risultati della prova (es. la T)
- modalità di conduzione della prova.

Dettagliate istruzioni sul modo di registrare e riportare i risultati.

- data ultima di invio dei risultati,
- le modalità di contatto per informazioni e eventuali istruzioni per la restituzione dei materiali di prova

17043: PROGETTAZIONE

1. Pianificazione
2. Preparazione del materiale di prova
3. Progetto di elaborazione statistica
4. Valori assegnati
5. Conclusioni

17043: 4.4.1 PIANIFICAZIONE

- L'organizzatore deve identificare e pianificare i processi che influiscono sulla qualità del circuito.
- L'organizzatore deve poter accedere alle necessarie competenze tecniche anche costituendo un **Gruppo di Esperti**
- Prima dell'inizio della prova l'organizzatore deve documentare il piano di funzionamento del circuito specificando gli obiettivi, il programma e fornire una serie di informazioni a completamento delle prove

17043: PREPARAZIONE DEL MAT.PROVA

L'organizzatore deve gestire il mat.prova :

- **Assicurare che sia preparato secondo il piano (procedure) prestabilito.**
- **Stabilire procedure per la sua corretta gestione: manipolazione, conservazione, spedizione**
- **Assicurarsi che sia il più possibile **simile** ai materiali oggetto della normale attività del laboratorio.**

17043: ELABORAZIONE STATISTICA

- Deve essere sviluppato un progetto di elaborazione statistica che consenta di raggiungere gli obiettivi del circuito, **sulla base delle natura dei dati**
- Il progetto comprende i processi di pianificazione, raccolta, analisi e compilazione del **rapporto di prova**.
- L'organizzatore deve identificare il valore assegnato e per valutare i risultati dei partecipanti deve **giustificare** le scelte
- In mancanza delle necessarie informazioni si può ricorrere ad un **confronto interlaboratorio preliminare**.

17043: ELABORAZIONE STATISTICA

Particolare attenzione deve essere rivolta a:

- accuratezza e incertezza
- Numero minimo di partecipanti necessario per raggiungere gli scopi del trattamento statistico
- Importanza del numero di cifre significative
- Numero di materiali di prova e numero di ripetizioni
- Procedure per stabilire il criterio di valutazione (Z_s , E_n)
- Procedure per identificare dati anomali.

17043: ANALISI DEI RISULTATI

- I sistemi di analisi e i software devono essere **validati**.
- Devono essere previsti sistemi di registrazione e **conservazione** dei risultati inviati dai partecipanti.
- L'analisi dei dati deve generare valutazioni statistiche **complessive** e di **prestazioni singole**.
- L'organizzatore deve documentare criteri e procedure per **identificare materiali** di prova risultati, a posteriori, **inadeguati**.

17043:VALUTAZIONE DELLE PRESTAZIONI

- Il valore da assegnare al misurando
- Lo scarto tipo da assegnare al misurando
- L'incertezza di misura associata al misurando

17043:VALUTAZIONE DELLE PRESTAZIONI

- Prestazione complessiva rispetto alle attese
- Differenze fra i metodi, possibili cause di errore (dati anomali),
- Consigli ai partecipanti ai fini del miglioramento della prestazione, possibili fonti di errore

17043 : VALORE ASSEGNATO AL MISURANDO

ISO 13528 e nell'All.B della ISO 17043

- 1.Valori noti, derivati dalla formulazione del materiale
- 2.Valori di riferimento certificati
- 3.Valori di riferimento, determinati da analisi
4. Valori di consenso da laboratori partecipanti esperti
5. Valori di consenso dai partecipanti

17043 : VALORE ASSEGNATO AL MISURANDO

Valori di riferimento certificati

Esempio

Valore individuato da un laboratorio di riferimento accreditato 17025:2005 –centri LAT-

- L'organizzatore deve individuare i requisiti del laboratorio e il valore d'incertezza associata al valore da prendere in riferimento

ISO 13528: VALORE ASSEGNATO SCARTO TIPO DEL MISURANDO

algoritmo A dell'annex C «statistica robusta»

media robusta= X^* = mediana = **val.di consenso**

Scarto tipo robusto= $1,5 \cdot \text{mediana} \left| x_i - X^* \right|$

Si considera l'intervallo ($X^*-1,5 \cdot S$) e ($X^*+1,5 \cdot S$)

I valori fuori dall'intervallo vengono sostituiti dai valori stessi dell'intervallo

ISO 13528: LA STATISTICA ROBUSTA

LIMITE SUPERIORE ($X^* + 1,5 \cdot S$)



LIMITE INFERIORE ($X^* - 1,5 \cdot S$)



17043: DEFINIZIONI 1 PER LA VALUTAZIONE

ANNEX b

$$Z = \frac{\overline{X_{lab}} - \overline{X_{rif}}}{S_{rif}}$$

$$Z \leq 2$$

Dove:

X_{lab}=Volume (medio) dispensato dal laboratorio partecipante

X_{rif}= Volume di riferimento (**robusto**) a quel specifico valore (min-med-max)

S_{rif}= scarto tipo di riferimento (**robusto**)

17043: DEFINIZIONE 2 PER LA VALUTAZIONE

ANNEX b

$$E = \frac{\overline{X_{lab}} - \overline{X_R}}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{RIF}^2}}$$

$$E \leq 1$$

dove

X_{lab}=Volume (medio) dispensato dal laboratorio partecipante

X_{rif}= Volume di riferimento determinato in un laboratorio di riferimento

U_{lab} è l'incertezza estesa del risultato del partecipante

U_{RIF} è l'incertezza estesa del valore assegnato determinato in un laboratorio di riferimento

17043: DEFINIZIONE 3 PER LA VALUTAZIONE

ANNEX b

$$e = \frac{\overline{X_{lab}} - \overline{X_r}}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_r^2}}$$

$$e \leq 2$$

dove

$\overline{X_{lab}}$ = Volume (medio) dispensato dal laboratorio partecipante

$\overline{X_r}$ = Volume di riferimento (media **robusta** -ISO13438)

u_{lab} è l'incertezza composta del risultato del partecipante

u_r è l'incertezza composta riferimento (scarto tipo **robusto** ISO 13438)

17043: ASSUNTI DEL CIRCUITO

- I procedimenti sono stati messi a punto assumendo che la distribuzione delle componenti dello scostamento sistematico sia approssimativamente normale!
- E' sufficiente anche la distribuzione risulti unimodale ma occorre darne giustificazione