

NORME DI RIFERIMENTO SULLA QUALITÀ E CONFRONTABILITÀ DEI RISULTATI DEI METODI DI PROVA

UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005 - Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura

UNI CEI ENV 13005:2000: Guida all'espressione dell'incertezza di misura

UNI ISO 5725-1,2,3,4,5,6:2004: Accuratezza (esattezza e precisione) dei risultati dei metodi di misurazione

ISO 11929-1,2,3:2000: Determination of the detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements

SINAL DT-0002/6:2007: Guida al calcolo della ripetibilità di un metodo di prova ed alla sua verifica nel tempo

ISO GUIDE 33:1989: Uses of certified reference materials

GIORNATE DI STUDIO, SEMINARI, CONVEGNI AIRP SULLA QUALITÀ DELLE MISURE

LA QUALITÀ DELLA MISURA IN RADIOPROTEZIONE: *AIRP e Politecnico di Milano, prima giornata di studio, Milano, giugno 2005*

LA QUALITÀ DELLA MISURA IN RADIOPROTEZIONE: *AIRP e Politecnico di Milano, seconda giornata di studio, Milano, maggio 2006*

XXXIII CONGRESSO NAZIONALE DI RADIOPROTEZIONE: *AIRP, VII sessione: Tecniche di misura della radioattività ambientale; Torino, settembre 2006*

CONVEGNO NAZIONALE DI RADIOPROTEZIONE: *AIRP, Sicurezza e qualità in radioprotezione, Vasto Marina, ottobre 2007*

METODI RADIOCHIMICI PER LA CARATTERIZZAZIONE DI MATRICI LIQUIDE AMBIENTALI, II sessione: *Qualità delle misure, AIRP e Università di Urbino, Urbino, ottobre 2008*

CHE COS'ALTRO SI PUÒ DIRE?

SOGLIA DI DECISIONE, INCERTEZZA



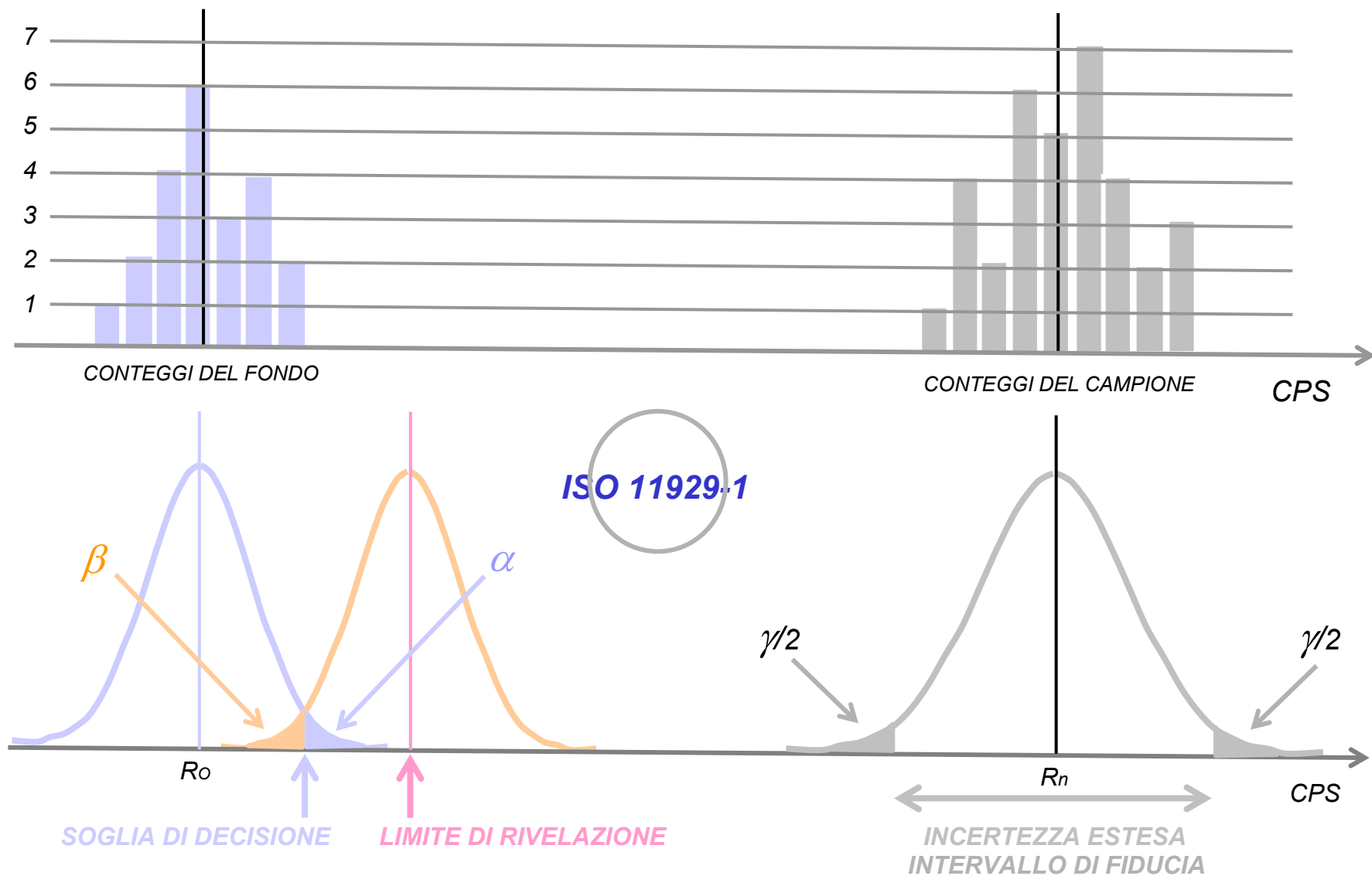
ACCURATEZZA: PRECISIONE, ESATTEZZA



RIPETIBILITÀ, RIPRODUCIBILITÀ



CONFRONTABILITÀ



ISO 10703:1997 : Determination of the activity concentration of radionuclides by high resolution gamma-ray spectrometry:

- The lower limit of decision of a single measurement is the net signal level above which an observed net rate may be recognized as to be detected at a given error probability (according to the error of first kind α).
- The lower limit of detection is the smallest contribution of the sample which may be recognized as to be detected at a given error probability (according to the error of second kind β).
- Observed values are to be compared with the lower limit of decision; given values of regulations etc. are to be compared with the lower limit of detection.

NF M 60-802-1:2000 : Mesure de la radioactivité dans l'environnement-Eau. Mesurage de l'activité des émetteurs Bêta par scintillation liquide.

- Seuil de décision: Limite à partir de laquelle, au risque α près, une grandeur observée est considérée comme vraie. Cette limite correspond au risque dit de première espèce, c'est-à-dire au risque α d'affirmer la présence de la grandeur vraie recherchée alors qu'elle n'est pas présente.
- Limite de détection: Valeur de la grandeur à mesurer qui a une probabilité donnée $(1-\beta)$ d'être détectée, c'est-à-dire de donner un résultat corrigé supérieur au seuil de décision. Le risque β correspond à affirmer l'absence de la grandeur vraie recherchée, alors qu'elle est présente.



**PRECISION +
TRUENESS =**

ACCURACY

**PRECISIONE +
ESATTEZZA =**

ACCURATEZZA

PRECISIONE:

**GRADO DI CONCORDANZA TRA I RISULTATI DI PROVA
INDIPENDENTI. DIPENDE SOLO DALLA DISTRIBUZIONE DEGLI
ERRORI CASUALI E NON È IN RELAZIONE CON IL VALORE DI
RIFERIMENTO ACCETTATO**

ESATTEZZA:

**GRADO DI CONCORDANZA TRA IL VALORE MEDIO OTTENUTO A
PARTIRE DA UN *GRANDE NUMERO DI RISULTATI DI PROVA* E IL
VALORE DI RIFERIMENTO ACCETTATO**

**QUANDO UN LABORATORIO ADOTTA UN METODO DI PROVA, SIA ESSO
NORMATO O SVILUPPATO INTERNAMENTE, DEVE GARANTIRE CHE ESSO
SIA ESEGUITO CON CARATTERISTICHE DI ACCURATEZZA ADEGUATE AGLI
SCOPI DICHIARATI**

**SOGLIA DI DECISIONE, LIMITE DI
RIVELAZIONE, INTERVALLO DI FIDUCIA
DEVONO ESSERE STIMATI ATTRAVERSO
FORMULE DOCUMENTATE**

**IL LIMITE DI RIVELAZIONE DEVE ESSERE
ADEGUATO AI REQUISITI DI LEGGI,
NORME, LINEE GUIDA O ESIGENZE DI
TERZI**

**ESPERIMENTO DI ACCURATEZZA (UNI
5725): SI DEVE DAR PROVA CHE I
RISULTATI SPERIMENTALI SONO
COERENTI CON LE STIME**

**IL DUPLICE ESPERIMENTO DI ACCURATEZZA (ESATTEZZA E
PRECISIONE) COSTITUISCE L'ASPETTO ESSENZIALE DEL
PROCESSO DI *VALIDAZIONE* (UNI 17025)**

ESPERIMENTO DI ACCURATEZZA:

VALUTARE LA PRECISIONE:

**VUOL DIRE VALUTARE LA RIPETIBILITÀ
O LA RIPRODUCIBILITÀ, CHE SONO
ESPRESSE COME SCARTO TIPO DEI
RISULTATI DI *PROVE RIPETUTE***

VALUTARE L'ESATTEZZA:

**VUOL DIRE CONFRONTARE LA MEDIA
DI UN *GRANDE NUMERO* DI RISULTATI
DI PROVA CON UN *VALORE DI
RIFERIMENTO ACCETTATO***

UNI ISO 5725-1

**RIPETIBILITÀ: SCARTO TIPO DEI RISULTATI DI PIÙ PROVE
INDIPENDENTI ESEGUITE NELLO STESSO LABORATORIO**

CON LO STESSO METODO

SULLO STESSO CAMPIONE MATERIALE

DALLO STESSO OPERATORE

CON LE STESSO APPARECCHIATURE

ENTRO INTERVALLI DI TEMPO BREVI

**È QUESTA CHE IN
GENERE CI
INTERESSA!**

RIPRODUCIBILITÀ INTERMEDIA: A METÀ STRADA

**RIPRODUCIBILITÀ: SCARTO TIPO DEI RISULTATI DI PIÙ PROVE
INDIPENDENTI ESEGUITE IN LABORATORI DIFFERENTI**

CON LO STESSO METODO

SULLO STESSO CAMPIONE MATERIALE

DA OPERATORI DIVERSI

CON APPARECCHIATURE DIVERSE

ESPERIMENTO DI RIPETIBILITÀ

UNI ISO 5725-2

1 - DEFINISCO LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITÀ: DUE CASI

IL METODO DI PROVA È
NORMATO ED INDICA LA
RIPETIBILITÀ (CASO RARO) :



SCARTO TIPO AD UN DATO
LIVELLO DI PROVA, DATO DAL
METODO DI PROVA

IL METODO DI PROVA NON È
NORMATO, O È NORMATO MA
NON INDICA LA RIPETIBILITÀ
(CASO FREQUENTE) :



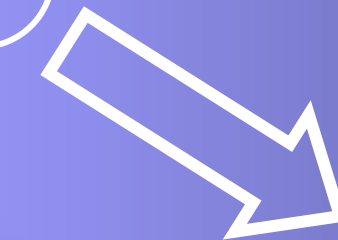
SCARTO TIPO AD UN DATO
LIVELLO DI PROVA, DEFINITO
COME OBIETTIVO

2 – STIMO LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITÀ

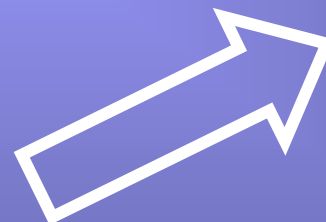
n PROVE RIPETUTE IN
CONDIZIONI DI RIPETIBILITÀ
A QUEL DATO LIVELLO DI
PROVA



STIMA DELLO SCARTO TIPO
A QUEL DATO LIVELLO DI
PROVA



σ_r



S_r

3 - VERIFICO LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITÀ

Per esempio: Test del chi quadrato

Fornisce un limite minimo ed un limite massimo per un intervallo di probabilità prestabilito

$$S_r/\sigma_r = \sqrt{\chi^2/(n-1)}$$

POSSIBILI ESITI DELLA VERIFICA:

IL TEST DÀ UN VALORE CONTENUTO NEI LIMITI: si assume S_r come scarto tipo di ripetibilità caratteristico del laboratorio per qual livello di prova

IL TEST DÀ UN VALORE CHE SUPERA IL LIMITE MASSIMO: o il metodo non risponde alla norma perché l'esecuzione non è corretta, oppure si è prefissato un obiettivo troppo ambizioso

IL TEST DÀ UN VALORE INFERIORE AL LIMITE MINIMO: o si è in grado di giustificare una ripetibilità migliore di quella data dalla norma, oppure si è prefissato un obiettivo troppo riduttivo

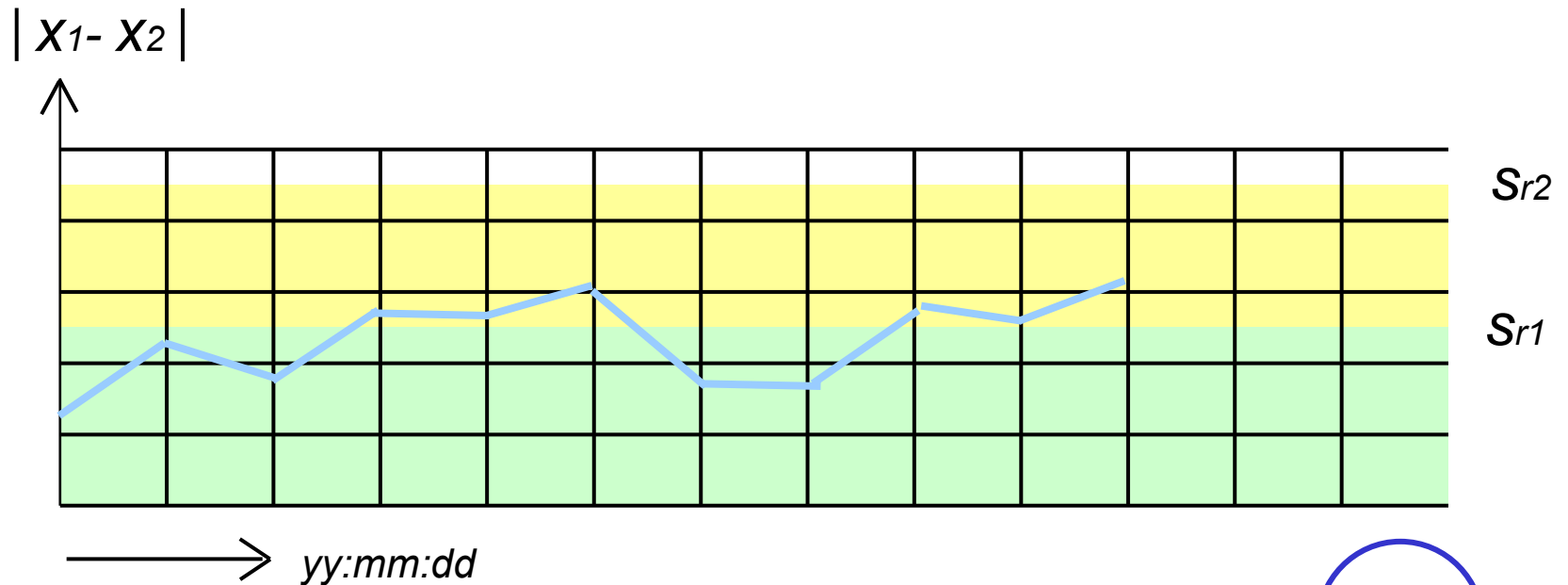
SINAL DT-0002/6

4 - CONTROLLO LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITÀ

ESECUZIONE PERIODICA DI UNA PROVA IN DOPPIO

Frequenza prestabilita

Per esempio: test di Fisher: $|X_1 - X_2| < S_r \cdot \sqrt{2 F_{p=0,95, v1=1, v2=n-1}}$



ESPERIMENTO DI RIPRODUCIBILITÀ

*RIGUARDA I METODI DI PROVA NON NORMATI ESEGUITI
DA PIÙ LABORATORI ED I METODI DI PROVA INTERNI*

*È ESSENZIALE PER GIUDICARE LA ADEGUATEZZA DI UN
METODO E PER LA SUCCESSIVA NORMAZIONE*

*È IL RISULTATO DI UN PROGETTO INTERLABORATORIO,
IN GENERE AFFIDATO AD UN SOLO LABORATORIO*



1 – STIMA DELLE VARIANZE INTRALABORATORIO

$$S_{wi}^2$$



2 – STIMA DELLA VARIANZA DI RIPETIBILITÀ

$$S_r^2 = \sum S_{wi}^2 / n$$



3 – STIMA DELLA VARIANZA INTERLABORATORIO

$$S_L^2$$



4 – STIMA DELLA VARIANZA DI RIPRODUCIBILITÀ

$$S_R^2 = S_L^2 + S_r^2$$

ESPERIMENTO DI ESATTEZZA

DISPONGO DI CAMPIONI O DI
MATERIALE CON VALORI DI
RIFERIMENTO ACCETTATI



PREPARO CAMPIONI CON
CONCENTRAZIONI CHE COPRONO GLI
INTERVALLI DI INTERESSE



ESEGUO PROVE RIPETUTE SU
TUTTI I CAMPIONI



CONFRONTO LA MEDIA DEI
RISULTATI CON I VALORI DI
RIFERIMENTO ACCETTATI



INTERVALLI DI INTERESSE:
ENERGIE E CONCENTRAZIONI

VALORE DI RIFERIMENTO ACCETTATO:

VALORE CERTIFICATO BASATO SULLE DETERMINAZIONI DI UNA ORGANIZZAZIONE EA

VALORE CERTIFICATO RIFERIBILE A CAMPIONI DI RIFERIMENTO NAZIONALI O INTERNAZIONALI

VALORE CALCOLATO, PURCHÉ IL CALCOLO SIA BASATO SU PRINCIPI SCIENTIFICI

VALORE MEDIO DEI RISULTATI DI PROVA DI UN ESPERIMENTO INTERLABORATORIO

ESPERIMENTO DI ESATTEZZA

POSSONO ESSERE IMPIEGATI I RISULTATI DELLE PROVE ESEGUITE PER VALUTARE LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITÀ, PURCHÈ LE PROVE SIANO STATE ESEGUITE SU VALORI DI RIFERIMENTO ACCETTATI

UNI ISO 5725-4

SE SI HA A DISPOSIZIONE UN MATERIALE DI RIFERIMENTO CERTIFICATO DA CUI TRARRE I VALORI DI RIFERIMENTO ACCETTATI:

- μ *un valore di riferimento accettato*
- n *numero di prove ripetute su μ*
- y_m *media degli n risultati di prova*
- σ_r *scarto tipo di ripetibilità del metodo*

Scostamento sistematico al livello μ :

$$\Delta = y_m - \mu$$

Componente casuale dell'incertezza:

$$S_{\Delta} = \sigma_r / \sqrt{n}$$

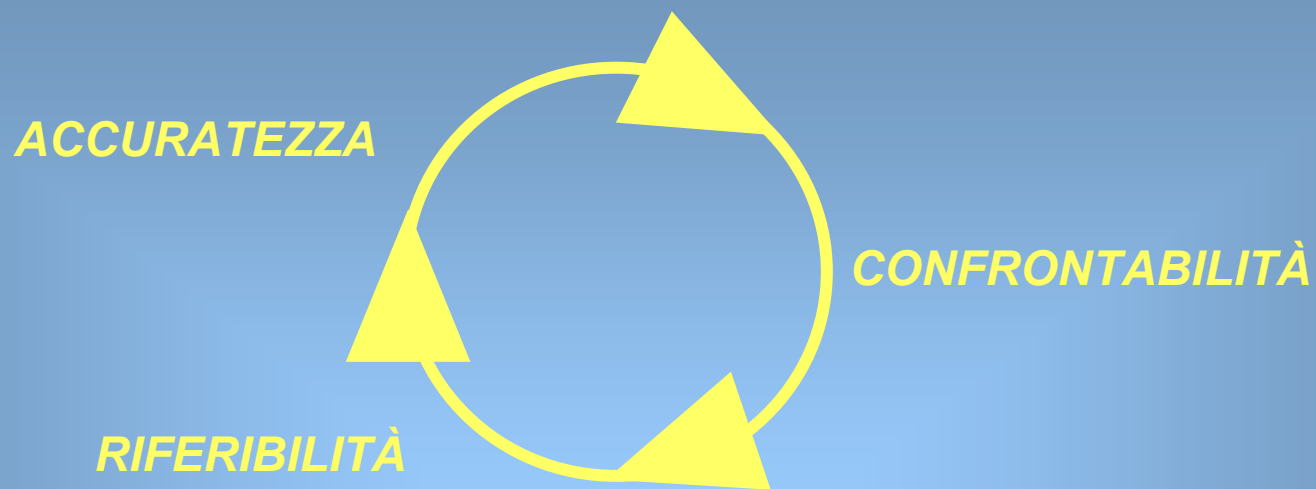
**SE NON SI HA A DISPOSIZIONE IL MATERIALE DI RIFERIMENTO CERTIFICATO:
È NECESSARIO PARTECIPARE AD UN ESPERIMENTO INTERLABORATORIO**

y_{mm} *si accetta come valore di riferimento un valore medio dei risultati di prova dell'esperimento*

$\Delta = 0$ *si assume tale valore privo di scostamento sistematico*

Scostamento sistematico del laboratorio:

$$y_m - y_{mm}$$



- EVIDENZE RICHIESTE AL METODO:**
- *Materiali di riferimento accettati*
 - *Analisi e verifica della soglia di decisione, del limite di rivelazione e dell'incertezza*
 - *Rapporti di validazione intralab ed interlab*
 - *Valutazione e controllo della ripetibilità e dell'esattezza*

- EVIDENZE RICHIESTE AL RAPPORTO:**
- *Metodo di prova*
 - *Soglia di decisione*
 - *Incetenza estesa se il risultato è misurabile*
 - *Modalità di campionamento*

UNI ISO 5725-2:2004, 7.4 – Calcolo delle varianze

L'esperimento comprende il calcolo, separatamente per ciascun livello, di:

S_r^2 varianza di ripetibilità e S_L^2

i è l'indice di laboratorio, j è l'indice di livello

p è il numero di laboratori partecipanti,

q è il numero di livelli trattati,

n è il numero di prove ripetute per ogni livello

y_{ijk} è il k -esimo risultato di prova a livello j del laboratorio i

I dati si organizzano in tabelle con q colonne e p righe; quindi: $q \times p$ celle ognuna delle quali contiene k risultati di prova.

Per ogni cella si fa la media \bar{y}_{ij} e si calcola la dispersione S_{ij} , da cui:

$$s_{rj}^2 = \sum_j (n_{ij}-1) s_{ij}^2 / \sum_j (n_{ij}-1)$$

$$s_{Lj}^2 = (s_{dj}^2 - s_{rj}^2) / \bar{n}_j$$

Dove S_{dj} e \bar{n}_j sono dati in 7.4.5.2.