

**CALCOLO DELL'INCERTEZZA DI
MISURA DI
METODI CHIMICI E MICROBIOLOGICI
INTRODUZIONE AL CORSO**

Milano 20-21 /29-30 novembre 2000

C. Divo - UNICHIM

**NEL RIPORTARE IL RISULTATO DELLA MISURAZIONE
DI UNA GRANDEZZA FISICA, E' OBBLIGATORIO
FORNIRE UNA INDICAZIONE QUANTITATIVA DELLA
QUALITA' DEL RISULTATO, COSICCHE' GLI UTENTI NE
POSSANO ACCERTARE L'ATTENDIBILITA'**

**SENZA TALE INDICAZIONE I RISULTATI DELLE
MISURAZIONI NON POSSONO ESSERE CONFRONTATI
NE' TRA DI LORO, NE' CON VALORI DI RIFERIMENTO
ASSEGNATI DA SPECIFICHE O DA NORME**

UNI CEI ENV 13005

QUALITA' DEL RISULTATO

=

GRADO DI INCERTEZZA

EN ISO / IEC 17025

§ 5.4.6 STIMA DELL'INCERTEZZA DI MISURA

5.4.6.2 I LABORATORI DI PROVA DEVONO AVERE E DEVONO APPLICARE PROCEDURE PER STIMARE L'INCERTEZZA DELLE MISURE.

IN CERTI CASI LA NATURA DEI METODI DI PROVA PUO' ESCLUDERE IL CALCOLO DELL'INCERTEZZA DI MISURA RIGOROSO E VALIDO DAL PUNTO DI VISTA METROLOGICO E STATISTICO.

IN QUESTI CASI IL LABORATORIO DEVE ALMENO:

- TENTARE DI IDENTIFICARE TUTTE LE COMPONENTI CHE HANNO INFLUENZA SULL'INCERTEZZA**
- FARE UNA STIMA RAGIONEVOLE**
- GARANTIRE CHE L'ESPRESSIONE DEL RISULTATO NON FORNISCA UNA IMPRESSIONE ERRATA DELL'INCERTEZZA**

EN ISO / IEC 17025

§ 5.4.6 STIMA DELL'INCERTEZZA DI MISURA

**5.4.6.3 QUANDO SI STIMA L'INCERTEZZA DI MISURA,
DOVRANNO ESSERE PRESE IN CONSIDERAZIONE,
UTILIZZANDO APPROPRIATI METODI DI ANALISI , TUTTE
LE COMPONENTI DELL'INCERTEZZA CHE SONO DI
RILIEVO IN UNA DATA SITUAZIONE**

NOTA 3)

Per ulteriori informazioni vedere ISO 5725 E ENV 13005

EN ISO / IEC 17025

§ 5.10.3 RAPPORTO DI PROVA

5.10.3.1 In aggiunta a quanto riportato in 5.10.2, i rapporti di prova, quando è necessario per l'interpretazione del risultato, devono includere:

- c) QUANDO APPLICABILE, UNA DICHIARAZIONE CIRCA L'INCERTEZZA DI MISURA STIMATA; INFORMAZIONI, NEL RAPPORTO DI PROVA, CIRCA L'INCERTEZZA DI MISURA SONO NECESSARIE QUANDO CIO' E' IMPORTANTE:**
- PER LA VALIDITA' O L'APPLICAZIONE DEI RISULTATI DI PROVA;**
 - QUANDO LE ISTRUZIONI DEL CLIENTE LO RICHIEDONO;**
 - QUANDO L'INCERTEZZA HA INFLUENZA SULLA CONFORMITA' AD UN LIMITE DI SPECIFICA.**

D.M. 10 febbraio 2000

**METODICHE PER IL CONTROLLO DEL TENORE IN
BENZENE ED IDROCARBURI AROMATICI TOTALI
NELLE BENZINE**

Allegato 2

**Criteria per l'interpretazione dei risultati ai fini della
verifica di conformità**

(IN ACCORDO CON UNI EN ISO 4259)

Se il risultato ottenuto X è tale che:

$$X > A_1 + 0,59 R$$

dove:

A1 è il contenuto massimo di legge:

R è la riproducibilità del metodo di prova ad un livello di confidenza del 95%;

..... la partita di benzina controllata è da considerarsi eccedente il limite di legge

ESPRESSIONE DELL'INCERTEZZA

- OMOGENEA PER TUTTI I LABORATORI**
- INDICATA COME INTERVALLO DI
CONFIDENZA DEL VALORE MISURATO**
- ESPRESSA CON LE STESSA UNITA' DEL
RISULTATO**

ESPRESSIONE DELL'INCERTEZZA

CASO A :

NORME E METODI UFFICIALI CHE CONTENGONO DATI DI PRECISIONE

L'INCERTEZZA E' ESPRESSA SULLA BASE DELLO SCARTO TIPO DI RIPRODUCIBILITA'

DOPO AVER VERIFICATO:

LA CAPACITA' DI ESEGUIRE LA PROVA CON UNA RIPETIBILITA' COMPATIBILE CON QUELLA INDICATA DALLA NORMA / METODO

ESPRESSIONE DEL RISULTATO

$$\left(y \pm K S_R \right) u.m.$$

y	Valore misurato
K	Fattore di copertura (= 2)
S_R	Scarto tipo di riproducibilità
$u.m.$	Unità di misura

VERIFICA DELLA CAPACITA' DI SODDISFARE LA RIPETIBILITA' INDICATA DALLA NORMA

- 1. Esecuzione di n repliche ;**
- 2. Calcolo dello scarto tipo s ;**
- 3. Confronto del rapporto tra lo scarto tipo s calcolato e quello indicato dalla norma σ ;**
- 4. Verifica che il quoziente cada entro i limiti A e B tabulati e correlati al n° n di repliche eseguite.**

$$A \leq \frac{s}{\sigma} \leq B$$

[Vedi Manuali UNICHIM N. 179]

LIMITI DELL'INTERVALLO DEL RAPPORTO $\frac{s}{\sigma}$

$\nu = n - 1$	A	B
1	0,031	2,241
2	0,160	1,921
3	0,268	1,765
4	0,348	1,669
5	0,408	1,662
6	0,454	1,551
7	0,491	1,512
8	0,522	1,480
9	0,548	1,454
10	0,570	1,431
15	0,646	1,354

(Livello di confidenza $p = 0,95$)

ESPRESSIONE DELL'INCERTEZZA

CASO B

- NORME e METODI UFFICIALI che non riportano dati di precisione;**
 - METODI INTERNI;**
- 1. RICORSO A DATI DI PRECISIONE RIPORTATI DA NORME O METODI BASATI SULLA STESSA TECNICA ANALITICA ED APPLICATI ALLA STESSA MATRICE.
VERIFICA DELLA CONGRUENZA TRA LA RIPETIBILITA' GARANTITA DA LABORATORIO E QUELLA INDICATA DAL METODO DI RIFERIMENTO.
ESPRESSIONE DELL'INCERTEZZA SULLA BASE DELLA RIPRODUCIBILITA' DEL METODO DI "RIFERIMENTO"**
 - 2. SPERIMENTAZIONE E CALCOLO SECONDO LA ISO 5725 e ENV 13005**

SEGNALAZIONI AGLI ISPETTORI

- GLI ASPETTI DA CONTROLLARE, PREVISTI PER I FUTURI PROGRAMMI DI VERIFICA, AUMENTANO
- IL CONTROLLO DELLA APPLICAZIONE DELLA NORMA, PER LA VALIDAZIONE DEI METODI INTERNI ED IL CALCOLO E LA CORRETTA ESPRESSIONE DELL'INCERTEZZA DI MISURA, SARANNO IMPEGNATIVI

PERCIO'

- E' IMPORTANTE FORMULARE CON ATTENZIONE I PROGRAMMI DI CAMPIONAMENTO PROVE, SENZA ECCEDERE NEL LORO NUMERO
- VERIFICARE CHE IL LABORATORIO DISPONGA DI DATI DI INCERTEZZA PER I METODI DI PROVA ACCREDITATI
- VALUTARE SE L'INCERTEZZA RIPORTATA SUI RAPPORTI DI PROVA RISPECCHIA QUANTO PREVISTO DALLA NORMA ENV 13005 E QUANTO CONTENUTO NEI DOCUMENTI SINAL PERTINENTI

VALUTAZIONE DELLA QUALITA' DEL RISULTATO DELLE PROVE CAMPIONATE

- FARE ESEGUIRE LE PROVE IN DOPPIO
- ESEGUIRE LA DIFFERENZA TRA I RISULTATI X_1 E X_2
- SE VIENE RISPETTATA LA CONDIZIONE:

$$|X_1 - X_2| \leq r = t \times \sqrt{2} \times s$$

Dove:

- r è il limite di ripetibilità
- t è il coefficiente di Student a livello di probabilità dichiarato e riferibile al numero di gradi di libertà della sperimentazione per il calcolo di s
- s è lo scarto tipo di ripetibilità dichiarato