



**Istituto Superiore di Sanità
Organismo di Riconoscimento dei Laboratori**

Gestione del risultato e della sua incertezza: confronto con limiti

P. Stacchini, A. Menditto

Convegno
**L'ACCREDITAMENTO DEI LABORATORI
PER LA SICUREZZA ALIMENTARE**
la edizione 2005 -25-26 ottobre 2005, Aula Magna ISS

Viale Regina Elena, 299, 00161 Roma

organizzato da

SINAL

ISS ORL

SIT



RAPPORTO DI PROVA E INCERTEZZA

**Nei seguenti casi è necessario
riportare l'incertezza**

- **Quando le istruzioni del cliente lo richiedono**
- **Quando l'incertezza influisce sulla validità o sull'applicazione dei risultati di prova:** *quando, anche in assenza di limite di legge, il risultato dissociato dall'incertezza di misura condiziona un iter decisionale*
- **Quando l'incertezza ha influenza sulla conformità con un limite specificato:** *quando il risultato di prova con l'incertezza di misura associata include il limite*



RISULTATO E LIMITI

In merito ai casi in cui il risultato di prova e la relativa incertezza di misura devono essere confrontati con un limite specificato non è possibile applicare un criterio generale. L'esame deve essere fatto caso per caso



RISULTATO E LIMITE

L'interpretazione del dato analitico associato all'incertezza in relazione a un limite di legge dovrebbe essere il risultato di un accordo fra laboratori e cliente

***Controllo ufficiale:
accordo fra autorità competente e laboratori
Disposizioni***



RISULTATO E LIMITE

Casi in cui sono stati definiti i criteri per la dichiarazione di conformità:

Decisione 657/2002/CE sui residui e contaminanti nella produzione di origine animale

Decisione 657/2002/CE DEFINIZIONI

Errore alfa: probabilità che il campione sottoposto ad analisi sia conforme, sebbene sia stata ottenuta una misura non conforme («decisione di falsa non conformità »).

Errore beta: probabilità che il campione sottoposto ad analisi sia effettivamente non conforme, sebbene sia stata ottenuta una misura conforme («decisione di falsa conformità »).

Decisione 657/2002/CE DEFINIZIONI

Il limite di decisione (CC α) è il limite al quale e oltre il quale è possibile concludere con una probabilità di errore pari ad α che un campione è non conforme.

Capacità di rilevazione (CC β) rappresenta il contenuto più piccolo della sostanza che è possibile rilevare, identificare e/o quantificare in un campione con una probabilità di errore di β . Se per una sostanza non è stato stabilito un limite consentito, la capacità di rilevazione è il livello di concentrazione più basso al quale un metodo è in grado di rilevare campioni effettivamente contaminati con una certezza statistica di $1 - \beta$.

Per le sostanze per le quali è stato stabilito un limite consentito, ciò significa che la capacità di rilevazione è la concentrazione alla quale il metodo è in grado di rilevare le concentrazioni limite consentite con una certezza statistica di $1 - \beta$.

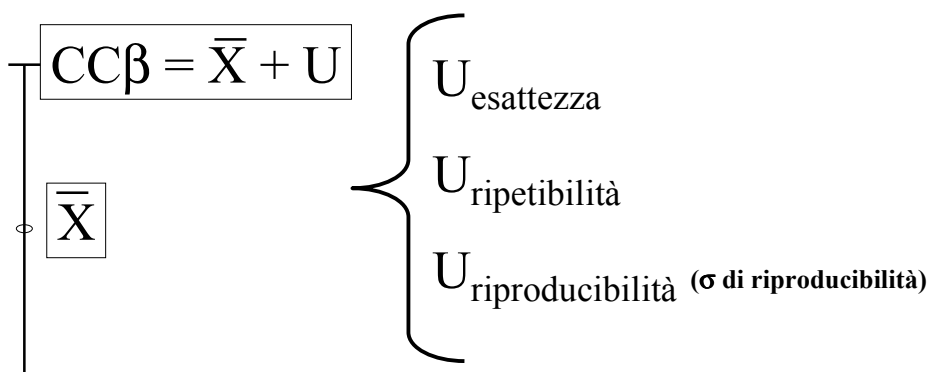


Decisione 2002/657

Ricerca dei residui negli animali e loro prodotti

CC β : Capacità di rivelazione

Rappresenta il contenuto più piccolo della sostanza che è possibile identificare e quantificare in un campione con una probabilità di errore β o di falsa conformità ($\leq 5\%$)





RISULTATO E LIMITI

Alcune indicazioni

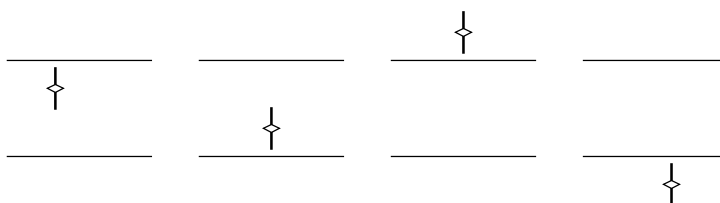
**ILAC-G8:1996 Guidelines on assessment
and reporting of compliance with
specification**

**Raccomandazioni - Rapporto SANCO 2005
Commissione permanente sulla catena
alimentare e salute animale
Relazione tra risultati analitici e incertezza di
misura
Agenti contaminanti negli alimenti e sostanze
indesiderabili nei mangimi**

ILAC-G8:1996 - DICHIARAZIONE DI CONFORMITA' REQUISITI RICHIESTI DA LEGGE: RISULTATO E INCERTEZZA

Quando l'analisi è eseguita rispetto a una determinata specifica, ed il cliente o la specifica richiedono una valutazione della conformità, il rapporto di prova deve includere una dichiarazione che indichi se i risultati dell'analisi sono conformi alle specifiche. Ci sono un numero di possibili casi in cui l'incertezza ha un peso sulla dichiarazione di conformità.

Il caso più semplice: la specifica o legge stabilisce che il risultato della prova e l'incertezza ad un dato livello di fiducia, non deve cadere fuori o dentro un definito limite di legge. In questi casi, il giudizio di (non) conformità è inequivocabile.



**ILAC-G8:1996 - DICHIARAZIONE DI CONFORMITA'
REQUISITI RICHIESTI DA LEGGE:
RISULTATO SENZA FAR RIFERIMENTO ALL'INCERTEZZA**

Più spesso, la specifica o la legge richiede una dichiarazione di conformità nel certificato o nel rapporto di prova, ma non fa alcun riferimento a come trattare l'effetto dell'incertezza di misura sulla valutazione della conformità.

In tali casi potrebbe essere appropriato dare un giudizio di conformità basato sul risultato della prova non tenendo conto dell'incertezza (accordo tra il cliente ed il laboratorio o un codice di pratica o di specifica)

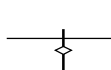
Il laboratorio si assume la responsabilità del rischio che il prodotto potrebbe non corrispondere ai requisiti dopo essere stato testato con un dato metodo di analisi.

In questo caso vi è l'implicita assunzione che l'incertezza con un metodo di analisi concordato sia accettabile e che possa essere valutata quando necessario.

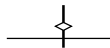
ASSEGNAZIONE DI CONFORMITÀ RISPETTO AD UN LIMITE

Se il singolo risultato, senza la possibilità di testare più volte il campione, cade tanto vicino al limite, in modo tale che l'estremo superiore (o inferiore) dell'intervallo di incertezza estesa ad esso associata supera il limite, non è possibile stabilire la conformità o la non conformità al livello di fiducia dichiarato (95%).

Il risultato del test e l'incertezza estesa dovrebbero essere riportati unitamente alla dichiarazione che indichi che non è tuttavia possibile stabilire né la conformità né la non conformità basata su un livello di fiducia del 95%.



1



2

ILAC-G8:1996 Guidelines on assessment and reporting of compliance with specification

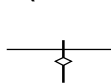
ASSEGNAZIONE DI CONFORMITÀ RISPETTO AD UN LIMITE

Tuttavia, dove sia accettabile un livello di fiducia (LF) inferiore al 95%, potrebbe essere possibile una dichiarazione di conformità/non conformità.

Se la legge richiede in ogni caso una decisione concernente il rifiuto o l'approvazione:

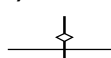
➤ il caso 1 può essere dichiarato conforme con il limite (con un LF inferiore al 95%).

➤ nel caso 2 si può stabilire una non conformità con il limite (con un LF inferiore al 95%).



conforme

1



Non conforme

2

E' consigliabile in tali casi, se si possono testare due o più campioni, ripetere l'analisi

Attenzione!!! Occorre una procedura per la gestione dei risultati Fuori Specifica

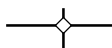
ILAC-G8:1996 Guidelines on assessment and reporting of compliance with specification

ASSEGNAZIONE DI CONFORMITÀ RISPETTO AD UN LIMITE**Risultato esattamente sul limite**

Non è possibile stabilire conformità o non conformità ad un determinato livello di fiducia.

POSSIBILE DICHIARAZIONE

Il risultato del test è uguale al limite di specifica; non è tuttavia possibile stabilire né conformità né non conformità al limite di fiducia stabilito.



ILAC-G8:1996 Guidelines on assessment and reporting of compliance with specification

ASSEGNAZIONE DI CONFORMITA' CON SPECIFICA

Risultato esattamente sul limite di legge

Se la normativa richiede una dichiarazione di conformità o non conformità, senza tener conto del livello di fiducia, il tipo di dichiarazione dipenderà dalla definizione del limite nella legge o nella specifica:

- se il limite di legge è definito come $< o >$ e il risultato della prova è uguale al limite, si può dichiarare la non-conformità
- se il limite di legge è definito come $\leq o \geq$ e il risultato della prova è uguale al limite, si può dichiarare la conformità.

ILAC-G8:1996 Guidelines on assessment and reporting of compliance with specification



Raccomandazioni

In presenza di un valore massimo stabilito per legge

Il risultato ottenuto sottraendo l'incertezza di misura è usato per stabilire la conformità ad un limite



Solo se il valore così ottenuto è maggiore del limite si può essere certi, al di là di ogni ragionevole dubbio, che la concentrazione dell'analita è maggiore di quella prescritta dalla disposizione

Nel controllo ufficiale si raccomanda un intervallo di fiducia del 95% (ISO 5725/1994 o IUPAC)

Regolamento (CE) 882/2004 e Rapporto SANCO 2005



RISULTATO E LIMITE

Non è possibile applicare un criterio generale

Elementi da considerare:

- **Pericolo**
- **Rischio**
- **Matrice**
- **Popolazione esposta**
- **Campionamento**

**DIRETTIVA 2004/16/CE DELLA
COMMISSIONE**

del 12 febbraio 2004

Recepita con il Decreto del 4 Marzo 2005
pubblicata su G.U. n 118 del 23 maggio 2005

La Direttiva fissa le modalità di prelievo dei campioni e i metodi di analisi per il controllo ufficiale del tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola

Regole generali:

I metodi d'analisi usati per il controllo dei prodotti alimentari devono soddisfare le norme di cui alle voci 1 e 2 dell'allegato alla direttiva 85/591/CEE del Consiglio del 20 dicembre 1985, concernente l'istituzione di modalità di prelievo dei campioni e di metodi d'analisi comunitari per il controllo dei prodotti destinati all'alimentazione umana

Regole specifiche:

Se a livello comunitario non è prescritto alcun metodo specifico per rilevare il tenore di stagno nei prodotti alimentari in scatola, i laboratori possono scegliere qualsiasi metodo convalidato che soddisfi i criteri di prestazione della tabella 2. L'ideale sarebbe che la convalida comprenda un materiale di riferimento certificato

Tabella 2

Criteri di rilevamento per metodi di analisi dello stagno

Parametro	Valore/commento
Applicabilità	Prodotti alimentari precisati nel regolamento (CE) n°242/2004
Limite di determinazione	Non più di 5 mg/Kg
Limite di quantificazione	Non più di 10 mg/Kg
Precisione	Valori di HORRAT _r o di HORRAT _R inferiori a 1,5 nella prova collettiva di convalida
Recupero	80% - 105% (come indicato nella prova collettiva)
Specificità	Esente da interferenze dovute a matrice o spettrali

Criteria di rilevamento - Approccio alla funzione d'incertezza

Tuttavia, per valutare l'idoneità del metodo di analisi che il laboratorio deve usare si può anche ricorrere a un approccio d'incertezza. Il laboratorio può usare un metodo che fornirà i risultati nell'ambito di un'incertezza massima standard. Si può calcolare tale incertezza massima standard con la seguente formula:

In cui:
$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1 \times C)^2}$$

U_f è l'incertezza massima standard

LOD è il limite di determinazione del metodo

C è la concentrazione che presenta un interesse

Se un metodo di analisi da risultati d'incertezza inferiori all'incertezza massima standard, esso sarà altrettanto utilizzabile di un altro che soddisfa le caratteristiche di rilevamento della tabella 2

Calcolo del tasso di recupero e registrazione dei risultati (1)

Il risultato delle analisi va registrato con o senza correzione a titolo di recupero. Vanno indicate le modalità di registrazione e il livello di tasso di recupero. Il risultato dell'analisi corretto a titolo del tasso di recupero serve al controllo della rispondenza (cfr. allegato I, punto 5).

Calcolo del tasso di recupero e registrazione dei risultati (2)

L'analista terrà del debito conto le "Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement" (nota 3) sviluppate nell'ambito di IUPAC/ISO/AOAC, assai utili quando si fissano i fattori di recupero .

Calcolo del tasso di recupero e registrazione dei risultati (3)

Il risultato va riportato come $X \pm U$

In cui X è il risultato dell'analisi e U è l'incertezza delle misure

Rispondenza alle specifiche del lotto o sottolotto (1)

Il laboratorio di controllo analizzerà il campione da laboratorio per controlli normativi in almeno due analisi indipendenti e calcolerà la media dei risultati.

Rispondenza alle specifiche del lotto o sottolotto (2)

Il lotto viene accettato se la media non supera il tenore massimo rispettivo [ai sensi del regolamento (CE) n°466/2001] tenendo conto dell'incertezza delle misure e delle correzioni a titolo di recupero.

**Rispondenza alle specifiche del lotto o
sottolotto (3)**

Il lotto non rispetta il tenore massimo [ai sensi del regolamento (CE) n°466/2001] se la media supera il tenore massimo al di là di ogni ragionevole dubbio tenendo conto dell'incertezza delle misure e la correzione a titolo di recupero