

Guida al calcolo della ripetibilità di un metodo di prova ed alla sua verifica nel tempo

N. Bottazzini e L. Cavalli

UNICHIM (Milano)

Seminario SINAL, settembre 2007

Definizioni (UNI ISO 5725-1)

Precisione

grado di concordanza tra risultati di prova mutuamente indipendenti ottenuti nelle condizioni stabilite

Ripetibilità

Precisione in condizioni di ripetibilità

Condizioni di ripetibilità

Condizioni nelle quali risultati di prova indipendenti vengono ottenuti con lo stesso metodo su un identico materiale, nello stesso laboratorio, dallo stesso operatore, usando la stessa apparecchiatura e in intervalli di tempo breve.

Calcolo della ripetibilità

- **n**: numero di prove al livello d'interesse
- **Controllo della distribuzione “normale” dei risultati**
- **Eliminazione dei risultati anomali**
- **Stima (s_r) dello scarto tipo di ripetibilità (σ_r)**
- **Stima (s_r^2) della varianza (σ_r^2)**

Calcolo della ripetibilità

- Parametri della distribuzione “normale” di n prove con valore atteso μ e scarto tipo di ripetibilità σ_r

$$\textit{Stima di } \mu: \bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$$\textit{Stima di } \sigma_r: s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\textit{Stima di } \sigma_r^2: s_r^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

Calcolo della ripetibilità

- **Verifica della compatibilità di s_r con σ_r**
- **Confronto del rapporto s_r/σ_r secondo la Tabella 1**

Tabella 1: Limiti di fiducia minimi ($p = 0,025$) e massimi ($p = 0,975$) del rapporto, s_r/σ_r , in funzione dei gradi di libertà, $v = n-1$, dove n è il numero di prove

$v = n-1$	$p = 0,025$	$p = 0,975$
1	0,0316	2,241
2	0,160	1,921
3	0,268	1,765
4	0,348	1,669
5	0,408	1,602
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
11	0,589	1,412
15	0,646	1,354
20	0,692	1,307
25	0,724	1,275
30	0,748	1,251

Convalida di un metodo. Esempio numerico

10 risultati validi applicando una norma

- $n = 10$ $v = 9$
- $s_r = 0,105$ (sperimentale) $\sigma_r = 0,087$ (secondo norma)
- $s_r/\sigma_r = 1,207$
- Tabella 1 ($v = 9$) : $s_r/\sigma_r = 0,548-1,454$

Convalida: OK

Verifica della ripetibilità del metodo nel tempo

- **Prova in doppio. Occasionalmente più di due prove**
- **Confronto tra i dati di convalida e quelli della verifica**
- **Controllo dell'equivalenza della dispersione delle due serie di dati (di convalida e di verifica)**
- **Rapporto delle varianze vs. variabile di Fisher, $F_{p=1-\alpha}$**

Verifica della ripetibilità del metodo nel tempo

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} \leq F_{p=1-\alpha; \nu_a, \nu_r} \quad \text{con } s_a > s_r$$

s_a : scarto tipo dei risultati di verifica (ad es. prova in doppio)

s_r : scarto tipo dei risultati di convalida

$p = 1-\alpha$: livello di probabilità (di solito $\alpha = 0,05$)

ν_1 = grado di libertà di s_a (verifica, ad es. prova in doppio)

ν_2 = grado di libertà di s_r (convalida del metodo)

Tabella 2: Distribuzione della variabile di Fisher, $F_{p=1-\alpha}$, al livello di significatività $\alpha = 0,05$

Gradi di libertà per il numeratore

$\frac{v_2}{v_1}$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	161,4	199,5	215,7	224,6	230,2	234,0	236,8	238,9	240,5	241,9	243,9	245,9	248,0	249,1	250,1	251,1	252,2	253,3	254,3
2	18,51	19,00	19,16	19,25	19,30	19,33	19,35	19,37	19,38	19,40	19,41	19,43	19,45	19,45	19,46	19,47	19,48	19,49	19,50
3	10,13	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,74	8,70	8,66	8,64	8,62	8,59	8,57	8,55	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91	5,86	5,80	5,77	5,75	5,72	5,69	5,66	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,68	4,62	4,55	4,53	4,50	4,46	4,43	4,40	4,36
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00	3,94	3,87	3,84	3,81	3,77	3,74	3,70	3,67
7	5,59	4,74	4,36	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,57	3,51	3,44	3,41	3,38	3,34	3,30	3,27	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,28	3,22	3,15	3,12	3,08	3,04	3,01	2,97	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,07	3,01	2,94	2,90	2,86	2,83	2,79	2,75	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,91	2,85	2,77	2,74	2,70	2,66	2,62	2,58	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,79	2,72	2,65	2,61	2,57	2,53	2,49	2,45	2,40
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,69	2,62	2,54	2,51	2,47	2,43	2,38	2,34	2,30
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,60	2,53	2,46	2,42	2,38	2,34	2,30	2,25	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,53	2,46	2,39	2,35	2,31	2,27	2,22	2,18	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,48	2,40	2,33	2,29	2,25	2,20	2,16	2,11	2,07
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42	2,35	2,28	2,24	2,19	2,15	2,11	2,06	2,01
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,69	2,61	2,55	2,49	2,45	2,38	2,31	2,23	2,19	2,15	2,10	2,06	2,01	1,96
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34	2,27	2,19	2,15	2,11	2,06	2,02	1,97	1,92
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,31	2,23	2,16	2,11	2,07	2,03	1,98	1,93	1,88
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,28	2,20	2,12	2,08	2,04	1,99	1,95	1,90	1,84
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25	2,18	2,10	2,05	2,01	1,96	1,92	1,87	1,81
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,23	2,15	2,07	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,78
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,20	2,13	2,05	2,01	1,96	1,91	1,86	1,81	1,76
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,18	2,11	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,79	1,73
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,16	2,09	2,01	1,96	1,92	1,87	1,82	1,77	1,71
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15	2,07	1,99	1,95	1,90	1,85	1,80	1,75	1,69
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,20	2,13	2,06	1,97	1,93	1,88	1,84	1,79	1,73	1,67
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,55	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12	2,04	1,96	1,91	1,87	1,82	1,77	1,71	1,65
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10	2,03	1,94	1,90	1,85	1,81	1,75	1,70	1,64
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,09	2,01	1,93	1,89	1,84	1,79	1,74	1,68	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,00	1,92	1,84	1,79	1,74	1,69	1,64	1,58	1,51
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92	1,84	1,75	1,70	1,65	1,59	1,53	1,47	1,39
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,17	2,09	2,02	1,96	1,91	1,83	1,75	1,66	1,61	1,55	1,55	1,43	1,35	1,25
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75	1,67	1,57	1,52	1,46	1,39	1,32	1,22	1,00

Varianza dei risultati di una prova in doppio

$$s_a^2 = \frac{(x_1 - x_2)^2}{2}$$

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n=2} (x_i - \bar{x})^2}{n-1} = 2 \cdot \frac{(x_1 - x_2)^2}{4} = \frac{(x_1 - x_2)^2}{2}$$

$$n - 1 = 2 - 1 = 1$$

$$(x_1 - \bar{x})^2 = \left(x_1 - \frac{x_1 + x_2}{2} \right)^2 = \left(\frac{x_1 - x_2}{2} \right)^2 = \frac{(x_1 - x_2)^2}{4}$$

$$(x_2 - \bar{x})^2 = \left(x_2 - \frac{x_1 + x_2}{2} \right)^2 = \left(\frac{x_2 - x_1}{2} \right)^2 = \frac{(x_1 - x_2)^2}{4}$$

Verifica con prova in doppio

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} \leq F_{p=1-\alpha;v_a,v_r}$$

$$s_a^2 = \frac{(x_1 - x_2)^2}{2}$$

$$|x_1 - x_2| \leq s_r \cdot \sqrt{2 \cdot F_{p=1-\alpha;v_a=1,v_r=n-1}}$$

$$\sqrt{F_{p=1-\alpha;v_a=1,v_r=n-1}} = t_{p=1-\alpha;v=n-1}$$

$$|x_1 - x_2| \leq \sqrt{2} \cdot s_r \cdot t_{p=1-\alpha;v=n-1}$$

t_p è la variabile di Student secondo Tabella 3

Criterio di accettabilità per una prova in doppio: il secondo membro della disuguaglianza è il limite dell'intervallo di ripetibilità per una prova in doppio

Tabella 3: Valori della variabile di Student, t_p , con v gradi di libertà e per alcuni livelli di probabilità, p , per ciascun valore di v

v	p = 1- α		
	t (p = 0,90)	t (p = 0,95)	t (p = 0,99)
1	0,31	12,71	63,66
2	2,02	4,30	9,92
3	2,35	3,18	5,84
4	2,13	2,78	4,60
6	2,02	2,57	4,03
6	1,94	2,45	3,71
7	1,89	2'36	3,50
8	1,86	2,31	3,36
9	1,83	2,26	3,25
10	1,81	2,23	3,17
11	1,80	2,20	3,11
12	1,78	2,18	3,05
13	1,77	2,16	3,01
14	1,76	2,14	2,98
15	1,75	2,13	2,95
16	1,75	2,12	2,92
17	1,74	2,11	2,90
20	1,72	2,09	2,85
30	1,70	2,04	2,75
40	1,68	2,02	2,70
50	1,68	2,01	2,68
100	1,66	1,98	2,63
∞	1,64	1,96	2,58

Limite dell'intervallo di ripetibilità per una prova in doppio

$$|x_1 - x_2| \leq \sqrt{2} \cdot s_r \cdot t_{p=1-\alpha, v=n-1}$$

Se n è grande ($n > 10$) o se $s_r = \sigma_r$, si può sostituire t_p con k_p ed s_r con σ_r

$$|x_1 - x_2| \leq \sqrt{2} \cdot k_p \cdot \sigma_r$$

Esempio di verifica della ripetibilità

- Metodo validato con 12 prove: $n = 12$, $\nu = 11$, $s_r = 0,256$
- Prova in doppio: $x_1 = 14,57$, $x_2 = 15,52$
 $|x_1 - x_2| = 0,95$

A) Verifica con il limite dell'intervallo di ripetibilità

$$|x_1 - x_2| \leq \sqrt{2} \cdot s_r \cdot t_{p=1-\alpha, \nu=n-1}$$

- Confronto con il limite dell'intervallo di ripetibilità

$$\sqrt{2} \cdot s_r \cdot t_{p=0,95, \nu=11} = \sqrt{2} \cdot 0,256 \cdot 2,20 = 0,80$$

$$|x_1 - x_2| = 0,95 > 0,80$$

Verifica negativa

Esempio di verifica della ripetibilità

B) Verifica con la variabile di Fisher

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} \leq F_{p=1-\alpha; v_a, v_r}$$

- Confronto con la variabile di Fisher (Tabella 2)

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} = \frac{(0,95)^2}{(0,256)^2} = 6,88 \qquad F_{p=0,95, v_a=1, v_r=11} = 4,84$$

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} = 6,88 > 4,84$$

Verifica negativa

Esempio di verifica della ripetibilità

C) Esecuzione di una terza prova

- Risultato = 14,98
- Verifica usando tre risultati: 14,57, 15,52, 14,98

$$s_a^2 = 0,2270$$

- Verifica con la variabile di Fisher

$$\frac{s_a^2}{s_r^2} = \frac{0,2270}{(0,256)^2} = 3,46 < F_{p=0,95;v_a,v_r=11} = 3,98$$

Verifica positiva

Prove nel settore meccanico e tessile

Stima cumulata della varianza

- **Se σ_r è noto**: usarlo per eseguire la verifica del limite di ripetibilità secondo la modalità descritta nella seguente diapositiva
- **Se σ_r non è noto**: stimarne il valore con una serie di misure indipendenti suddivise in N sottogruppi, ciascuno costituito da n_i misure eseguite in condizioni di ripetibilità. La formula da impiegare è la seguente:

$$S_r^2 = \frac{\sum v_i \cdot s_i^2}{\sum v_i}$$

dove $v_i = n_i - 1$

Prove nel settore meccanico e tessile

Verifica del limite di ripetibilità nel tempo

Prova in doppio

- Metodo di prova che richiede una singola osservazione
utilizzare lo scarto tipo delle singole osservazioni per calcolare il limite di ripetibilità da confrontare con la differenza assoluta tra le due singole osservazioni della prova in doppio

- Metodo di prova che richiede l'esecuzione di n osservazioni e l'espressione del risultato come media
utilizzare lo scarto tipo riguardante la popolazione delle medie, ciascuna calcolata da un gruppo di n osservazioni con la formula:

$$\bar{s}_r = \frac{s_r}{\sqrt{n}}$$

per ottenere il limite di ripetibilità da confrontare con la differenza assoluta tra le medie di due popolazioni di n osservazioni ciascuna condotte in doppio

Prove nel settore meccanico e tessile

Osservazioni

- La disomogeneità del campione o dei provini è inclusa nelle condizioni di ripetibilità
- Il criterio di buon funzionamento delle apparecchiature (noto anche come “ripetibilità della macchina”) non è utilizzabile ai fini del calcolo del limite di ripetibilità
- La verifica del limite di ripetibilità può applicarsi indirettamente a caratteristiche “passa/non passa” considerando i limiti di ripetibilità delle grandezze d’ingresso (come sollecitazione, altezza di caduta, ecc..)
- A riscontro della verifica del limite di ripetibilità occorre indicare:
a) i due valori della prova in doppio; b) il giudizio relativo del laboratorio; c) il valore del limite di ripetibilità

Prove nel settore elettrico

Prove con caratteristiche espresse in termini di variabili

- **Misura di una grandezza elettrica su un oggetto stabile:**
 - eseguire la prova in doppio sullo stesso oggetto, scollegando i cablaggi e ripristinando nuovamente il circuito di prova
 - per le prove EMC quantitative, il limite di ripetibilità deve essere controllato solo per le misure di emissione condotta ed irradiata ad alta e bassa frequenza. La differenza dei valori che presentano il massimo scostamento deve rientrare nel limite di ripetibilità dichiarato

- **Misura di una grandezza elettrica su un oggetto non stabile**
 - verificare solo il limite di ripetibilità delle grandezze di stimolo nonché del sistema utilizzato per la misura

Prove nel settore elettrico

Prove con caratteristiche espresse per attributi

- **Prove del tipo “passa/non passa” (ad es. rigidità dielettrica, potere d’interruzione di apparecchiature di manovra e controllo, prove EMC d’immunità):**
 - **determinare e verificare il limite di ripetibilità delle sole grandezze di stimolo**