

Incertezza e regole decisionali



E'
ABBASTANZA
LARGA?

Decisioni - UNI - ISO

UNI CEI ENV 13005
+ SUPPLEMENTI...
UNI ENV ISO 14253-2

UNI ISO 14253-1
ISO 10576-1

UNI ISO 14253-3

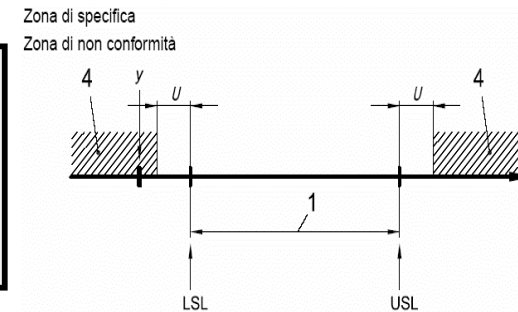
**VALUTAZIONE DELLA
INCERTEZZA DI MISURA
(BILANCIO DELL'INCERTEZZA)**

**CONFRONTO CON I
LIMITI DI SPECIFICA
(REGOLE DECISIONALI)**

**PROCESSO
DECISIONALE
(EVENTUALE GESTIONE
DELLE CONTROVERSIE)**

momento tecnico

$$U = k \cdot u$$



momento economico

Decisioni - ASME

UNI CEI ENV 13005
+ SUPPLEMENTI...

ASME B89.7.3.1

ASME B89.7.4.1

ASME B89.7.3.3

VALUTAZIONE DELLA
INCERTEZZA DI MISURA
(BILANCIO DELL'INCERTEZZA)

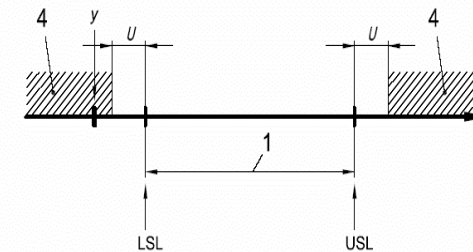
CONFRONTO CON I
LIMITI DI SPECIFICA
(REGOLE DECISIONALI)

PROCESSO
DECISIONALE
(EVENTUALE GESTIONE
DELLE CONTROVERSIE)

momento tecnico

$$U = k \cdot u$$

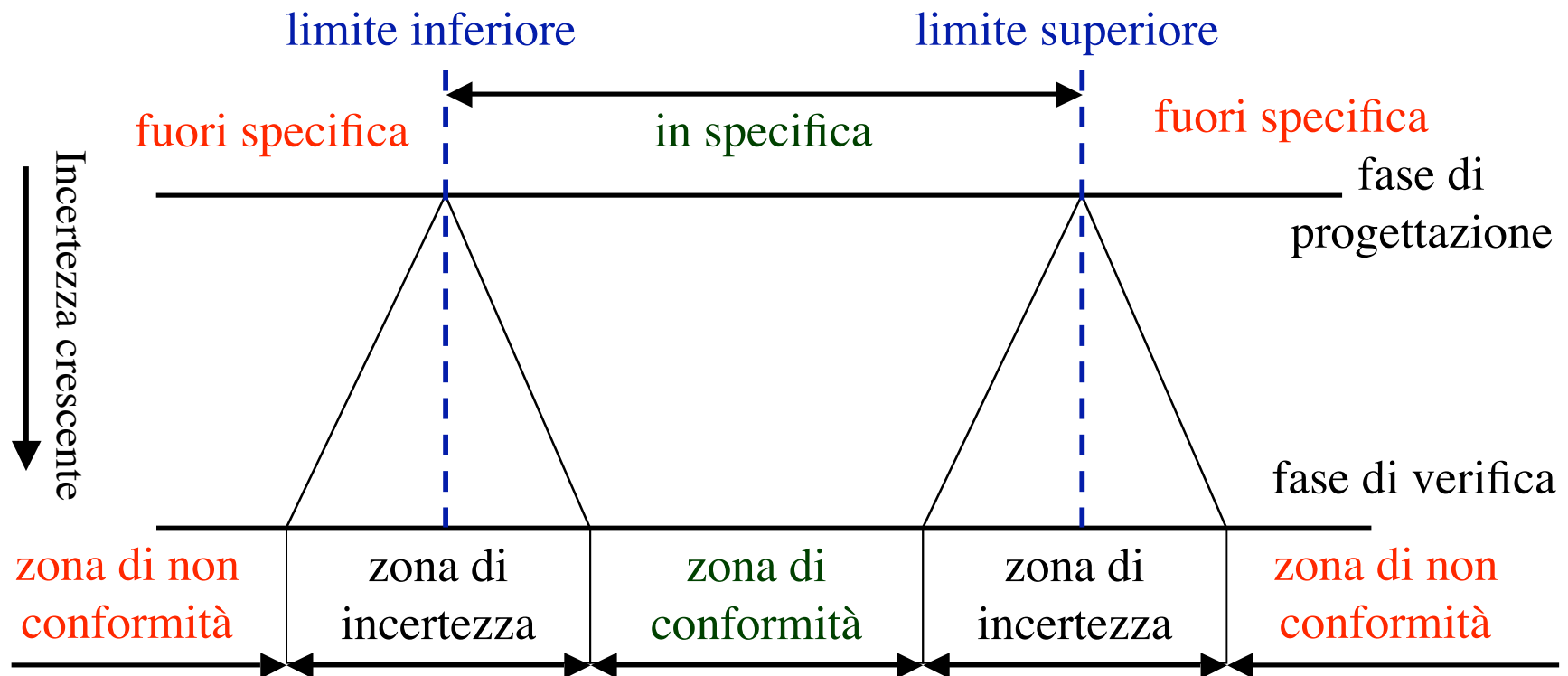
Zona di specifica
Zona di non conformità



momento economico

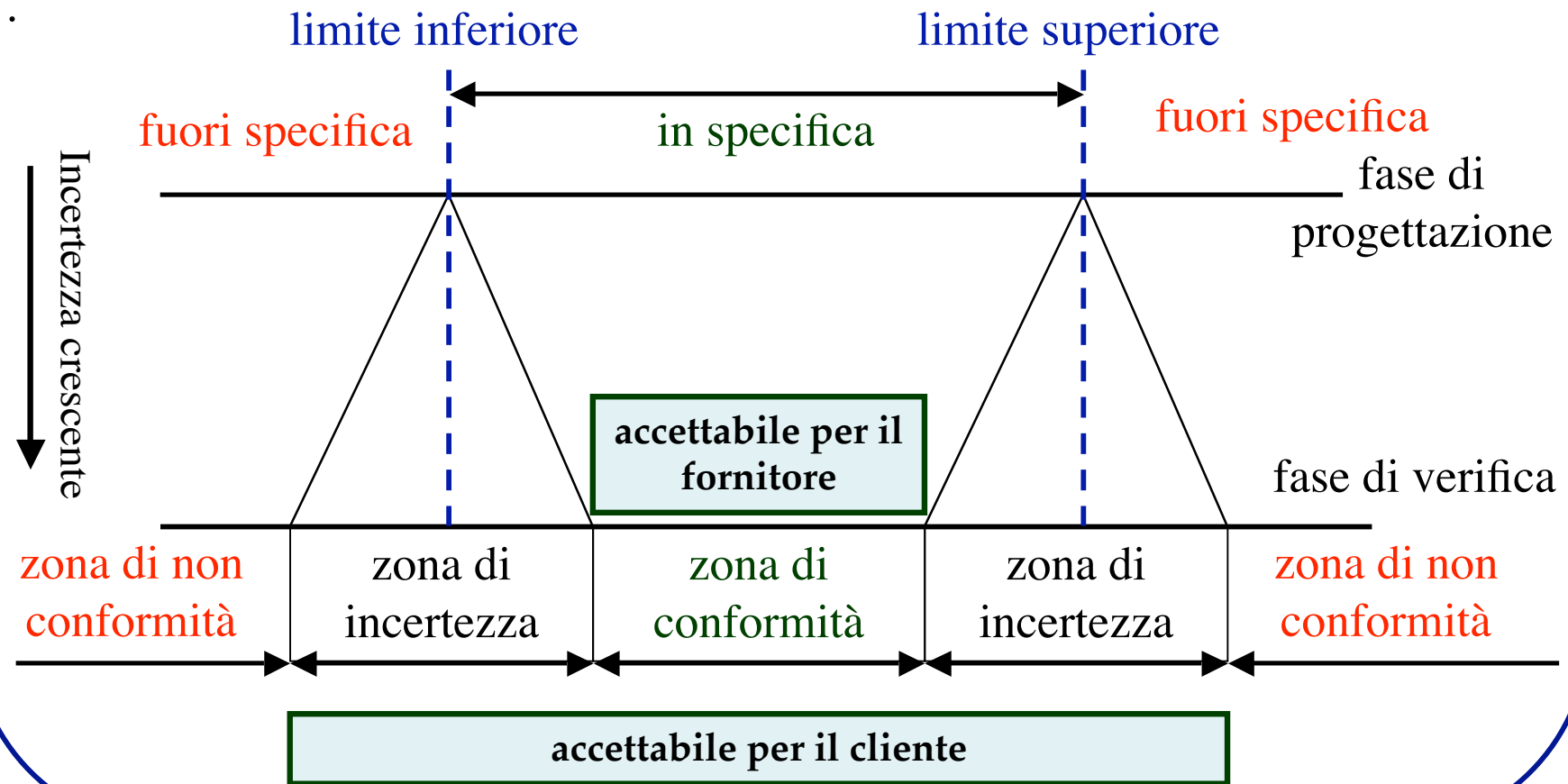
Decisioni

ISO 14253-1, Geometrical Product Specifications (GPS) - Inspection by measurement of workpieces and measuring equipments - Part 1: Decision rules for proving conformance or non-conformance with specifications.



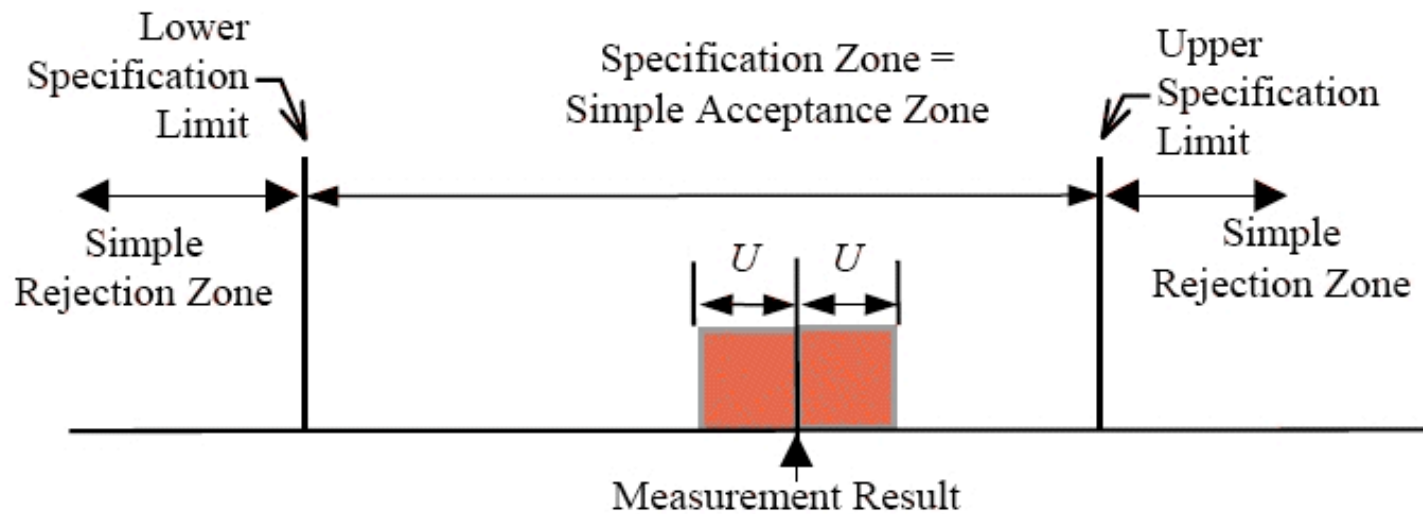
Decisioni

Principio ISO: L'incertezza di misura interviene sempre a sfavore di quella parte che si assume l'onere di provare la conformità o la non conformità, e provvede pertanto a eseguire la misurazione



Decisioni (Dr. Phillips - NIST)

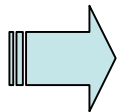
Regola 4:1 (MIL-STD 45662A) l'intervallo ($\pm U$) dell'incertezza estesa ($k=2$) deve essere minore di 1/4 dell'intervallo di specifica. Quindi U deve essere minore di 1/8 dell'intervallo di specifica



Regole decisionali: ASME B89.7.3.1

PRINCIPIO ASME

la determinazione dell'incertezza di misura è un'attività di carattere tecnico, l'adozione di una determinata regola decisionale è una decisione di tipo economico



l'incertezza di misura non definisce di per sé, se non per precisa e documentata scelta, le zone di accettazione o rifiuto rispetto all'intervallo di specifica.

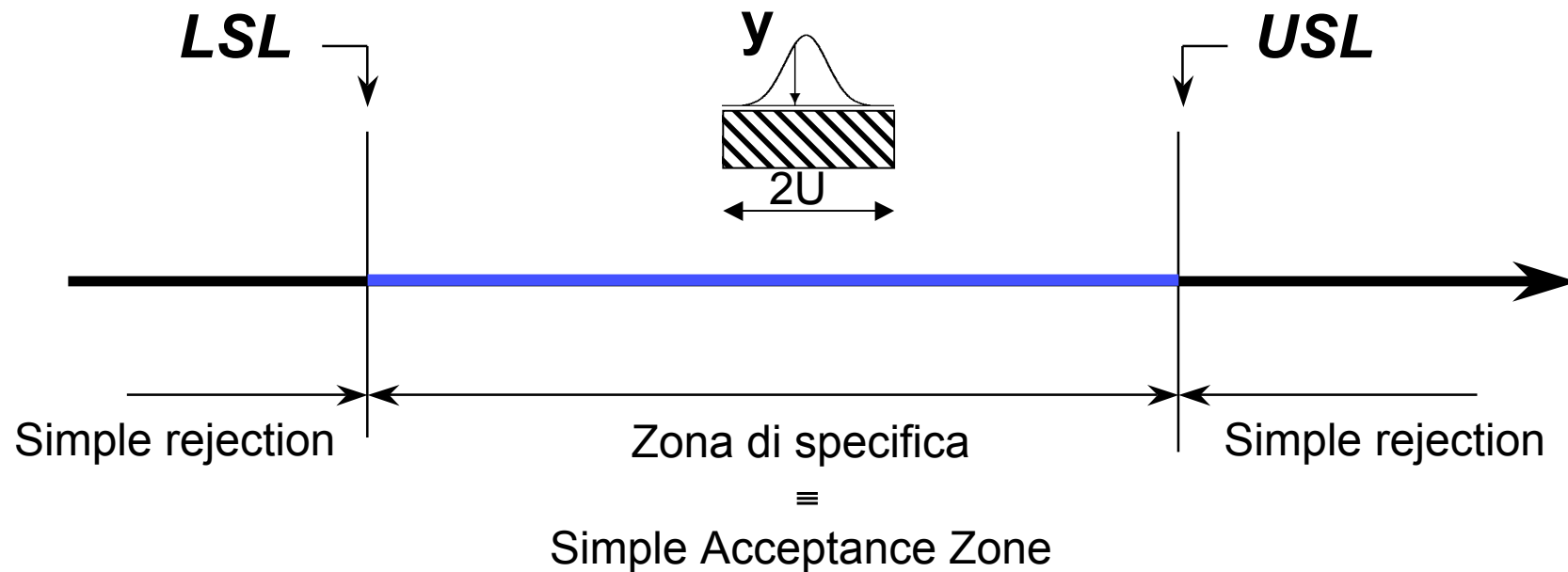
introduzione dei concetti di:

- ✓ **banda di guardia**
(*guard band*)
- ✓ **accettazione/rifiuto stretto/rilassato/semplce**
(*stringent/relaxed acceptance/rejection*)
- ✓ **zona di transizione**
(*transition zone*)

$$g = h \cdot U$$

Regole decisionali: ASME B89.7.3.1

(A) Accettazione e rifiuto semplici con regola N:1



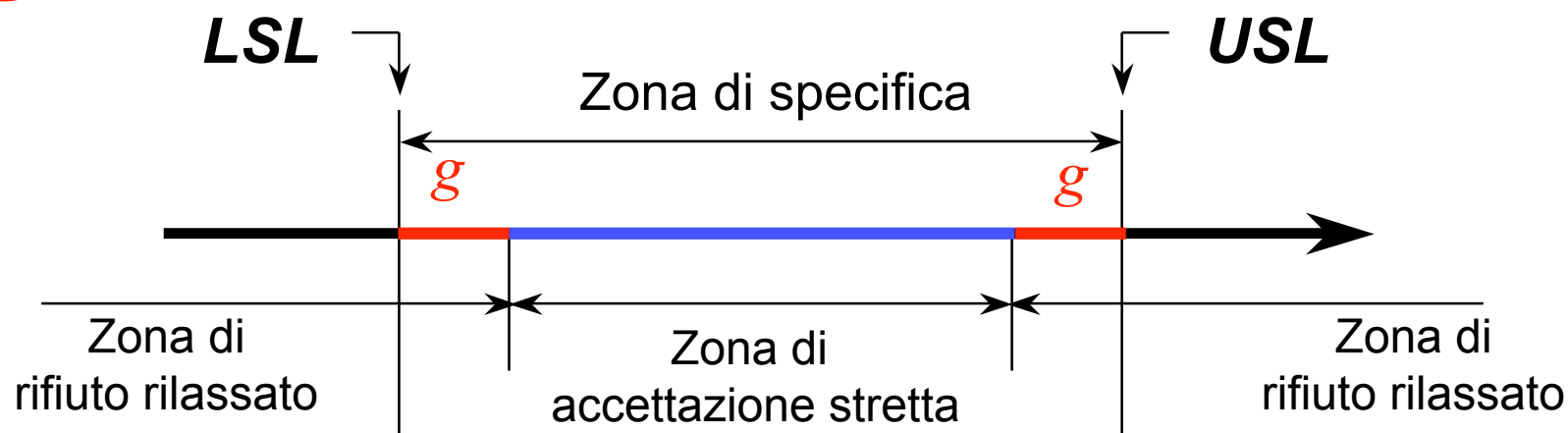
$$\frac{|USL - LSL|}{U} = N$$

$$N = 10 \rightarrow 4$$

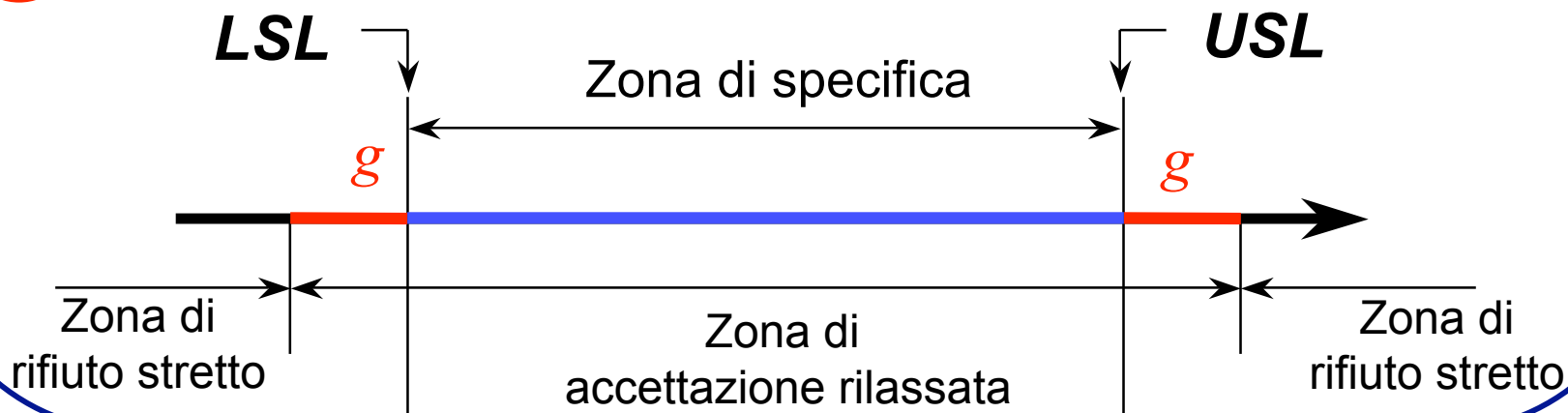
(MIL-STD 45662A)

Regole decisionali: ASME B89.7.3.1

(B) Accettazione stretta e rifiuto rilassato con banda di guardia Z%

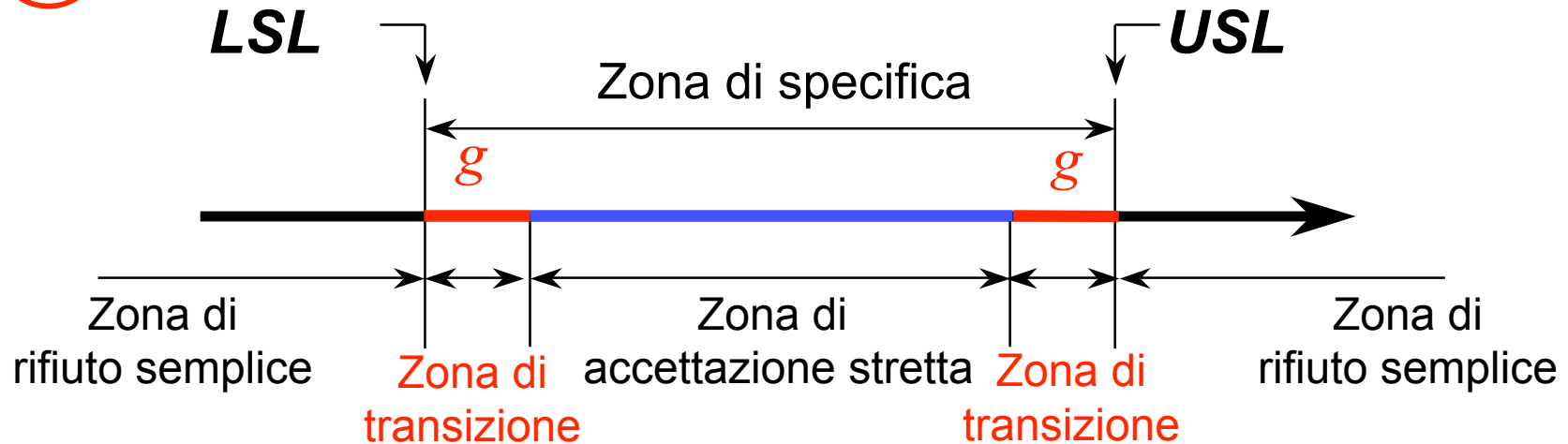


(C) Accettazione rilassata e rifiuto stretto con banda di guardia Z%

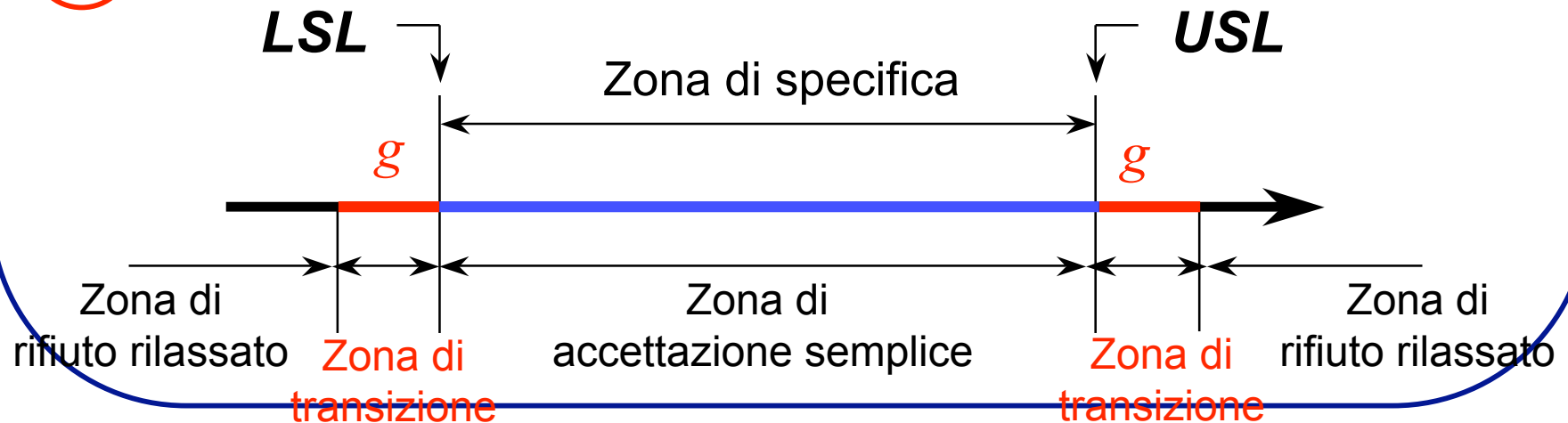


Regole decisionali: ASME B89.7.3.1

D Accettazione stretta e rifiuto semplice con zona di transizione



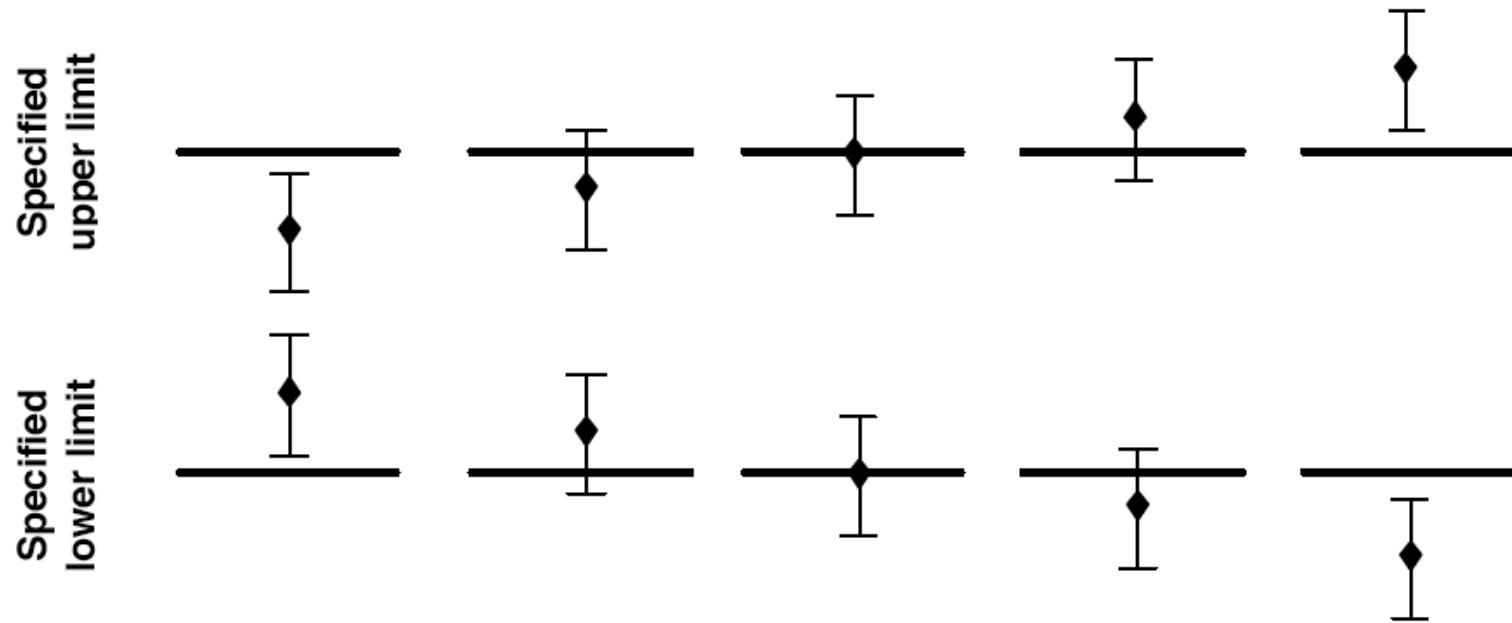
E Accettazione semplice e rifiuto rilassato con zona di transizione



NON PASSA



METHOD OF STATING TEST RESULTS AND COMPLIANCE WITH SPECIFICATION - APLAC TC 004



Implementation of the concept of Measurement Uncertainty in European Standards

Il CEN ha definito una politica relativa all'utilizzo dell'incertezza di misura, rammentando che è essenziale che il personale preposto alla definizione di specifiche, tolleranze e valori limite conosca il concetto di incertezza al fine di stabilire specifiche chiare ed interpretare in modo appropriato i risultati provenienti da laboratori differenti. Nel periodo di transizione i risultati dovrebbero essere interpretati senza tener conto della loro incertezza, fino a che non verranno revisionate le relative norme.

Codex Alimentarius Commission

Report of the 27^o sessione of codex committee on methods of analysis and sampling: Budapest 15-19 may 2006

Proposed draft guidelines for settling disputes over analytical (test) results.

Scopo: fornire una guida alle autorità governative per risolvere le dispute che possono sorgere quando i risultati analitici eseguiti su una sostanza alimentare non siano in accordo tra quelli ottenuti alla partenza e quelli ottenuti all'arrivo.

Nota: se i governi accettassero gli accordi internazionali (es. ILAC MRA) non sarebbe necessario duplicare le analisi e non ci sarebbero dispute.

Proposed draft guidelines for settling disputes over analytical (test) results.

- Definizione di una differenza massima accettabile Δ_{\max}
 - Definire il contenuto medio del campione $T = \frac{Y_1 + Y_2}{2}$
 - Definire la differenza percentuale $\Delta\% = \left(\frac{Y_1 - Y_2}{T}\right)100$
 - La condizione di accettabilità è che la differenza sia inferiore al limite di riproducibilità ove dichiarato dal metodo di prova ed ottenuto secondo ISO 5725:

$$|Y_1 - Y_2| \leq 2,83s_R$$

E se non sono disponibili dati statistici di validazione dei metodi di analisi?

Proposed draft guidelines ...

Se non sono disponibili dati statistici di validazione dei metodi di analisi utilizzare Horwitz (anche modificato da Thompson) secondo la tabella:

Name	Range (dimensionless)	Equation of s_R	Equation for Δ_{\max} (%)	Figure
Horwitz [1]	10^{-1} to $1.2 \cdot 10^{-7}$	$s_R = 0.02 \times T^{0.8495}$	$\Delta_{\max} \leq \frac{5.66 \times T^{0.8495}}{T}$	1
Thompson [2]	$> 1.38 \cdot 10^{-1}$	$s_R = 0.01 \times T^{0.5}$	$\Delta_{\max} \leq \frac{2.83 \times T^{0.5}}{T}$	2
	$1.38 \cdot 10^{-1}$ to $1.2 \cdot 10^{-7}$	$s_R = 0.02 \times T^{0.8495}$	$\Delta_{\max} \leq \frac{5.66 \times T^{0.8495}}{T}$	
	$< 1.2 \cdot 10^{-7}$	$s_R = 0.22 \square T$	62.26%	

References

- [1] Horwitz W. (1980) Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents, *J of the AOAC* 63:6, 1344-1354
- [2] Thompson M. (2000) Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing, *Analyst* 125, 385-386

Settore cogente



A livello Europeo... c'è confusione doc. SANCO/0064/2003-rev.4

- Correzione per il recupero: in alcuni paesi viene richiesta, in altri no. Es. un campione contenente $5 \mu\text{g/kg}$ di micotossine (limite $4 \mu\text{g/kg}$) può essere dichiarato
 - conforme ($3 \mu\text{g/kg}$, non corretto)
 - non conforme ($5 \mu\text{g/kg}$, effettuata correzione).
- Utilizzo dell'incertezza:
 - si confronta $X - U$ con il limite
 - si confronta X con il limite (**principio di precauzione**, se si tratta di contaminanti tossici o patogeni)
 - per lo stesso X in un paese il limite risulta superato, in un altro no.

doc. SANCO/0064/2003-rev.4

- Ipotizzando una specifica di 4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ per l'analita in oggetto, ed una incertezza dell'ordine del $\pm 44\%$ del risultato, l'analista determinerà, per concentrazioni nominali di 2, 3, 6 e 10 mg/kg , i seguenti risultati con incertezza assegnata:
 - I. $10.0 \pm 4.4 \mu\text{g}/\text{kg}$ - fuori limite per tutti
 - II. $6.0 \pm 2.6 \mu\text{g}/\text{kg}$ - **in alcuni paesi fuori limite**
 - III. $3.0 \pm 1.3 \mu\text{g}/\text{kg}$ - attenzione a futuri campioni
 - IV. $2.0 \pm 0.9 \mu\text{g}/\text{kg}$ - conforme per tutti.

Decisioni (cogente)

- D.M. 10 febbraio 2000: Metodiche per il controllo del tenore in benzene ed idrocarburi aromatici totali nelle benzine. Indica i metodi da usare (UNICHIM 1135, EN 12177, ASTM D 1319).
- Se il risultato ottenuto X è:

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

Questa è una stima dell'incertezza

- A_1 è il limite di legge
- R è la riproducibilità del metodo ad un livello di confidenza del 95 %

.... allora il campione eccede il limite

Regolamento CE 213/2001

- Se un risultato supera un limite, si ripete la prova in condizioni di ripetibilità.
- Si determina la differenza tra la media dei risultati ed il limite.
- Se tale differenza è maggiore della differenza critica, il campione non soddisfa i requisiti.

$$\text{CrD}_{95}(\bar{y} - m_0) = \frac{0,84}{\sqrt{2}} \sqrt{R^2 - r^2 \frac{n-1}{n}}$$

Direttiva 2003/78/EC (patulina)

- Se un risultato differisce dal limite **più o meno** del 20 %, si ripete la prova in condizioni di ripetibilità e si calcola la media.
- Se la media, corretta per il recupero, supera il limite massimo, **tenendo conto dell'incertezza di misura**, il campione è non conforme.

Direttiva 2005/4/CE che modifica la Direttiva 2001/22/CE

Il laboratorio di controllo deve sottoporre il campione ad almeno due analisi **indipendenti** e calcolare la media dei risultati.

La partita è ritenuta conforme se la media non supera il rispettivo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 466/2001, tenendo conto dell'incertezza di misurazione estesa e della correzione per il recupero.

La partita viene respinta se la media supera il rispettivo tenore massimo **oltre ogni limite ragionevole di dubbio**, tenendo conto dell'incertezza di misurazione estesa e della correzione per il recupero.

Vedi anche Decreto 18 aprile 2006, GU n. 147 del 27/06/2006 (la formula riportata è sbagliata).

Commenti al documento SANCO 10232:2006

- L'incertezza di misura è un indicatore quantitativo della fiducia nel dato analitico e descrive l'intervallo intorno al risultato sperimentale in cui ci si aspetta sia il “valore vero” con una certa probabilità (livello di fiducia).
- Gli intervalli di incertezza devono tener conto di tutte le fonti di errore. Ovvio che (vedi l'equazione di Horwitz) a basse concentrazioni le incertezze siano elevate - vale per tutti! L'importante è che sia chiaro, soprattutto nel settore cogente, come gestire il confronto con i limiti.

Direttiva 2005/4/CE che modifica la Direttiva 2001/22/CE

Per valutare l'adeguatezza del metodo è tuttavia possibile ricorrere ad un'impostazione basata sull'incertezza.

L'incertezza tipo massima può essere calcolata dalla seguente formula:

$$U_f = \sqrt{(LOD)^2 + (\alpha C)^2}$$

U_f è la massima incertezza tipo

LOD è il limite di rivelazione

C è la concentrazione di interesse

α dipende dal valore di C :

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51 - 500	0,18
501 - 1000	0,15
1001 - 10000	0,12
≥ 10000	0,1

Direttiva 2005/4/CE che modifica la Direttiva 2001/22/CE

Se un metodo di analisi fornisce risultati di incertezza inferiori all'incertezza tipo massima esso sarà valido quanto un altro metodo che soddisfi le caratteristiche precedentemente riportate.

Il risultato analitico viene registrato in forma corretta o meno per il recupero. Devono essere indicati il modo di registrazione e il livello di recupero.

L'analista deve tener conto della “Relazione della Commissione europea sul rapporto tra i risultati d'analisi, la misurazione dell'incertezza, i fattori di recupero e le disposizioni della legislazione UE sui prodotti alimentari”, 2004 (1).

Il risultato dell'analisi viene registrato secondo la formula $x \pm U$, in cui x è il risultato dell'analisi e U è l'incertezza estesa di misurazione.

(1)http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/sampling_en.htm)

Nota: la formula fornisce l'incertezza massima, il laboratorio deve stimare la propria incertezza!

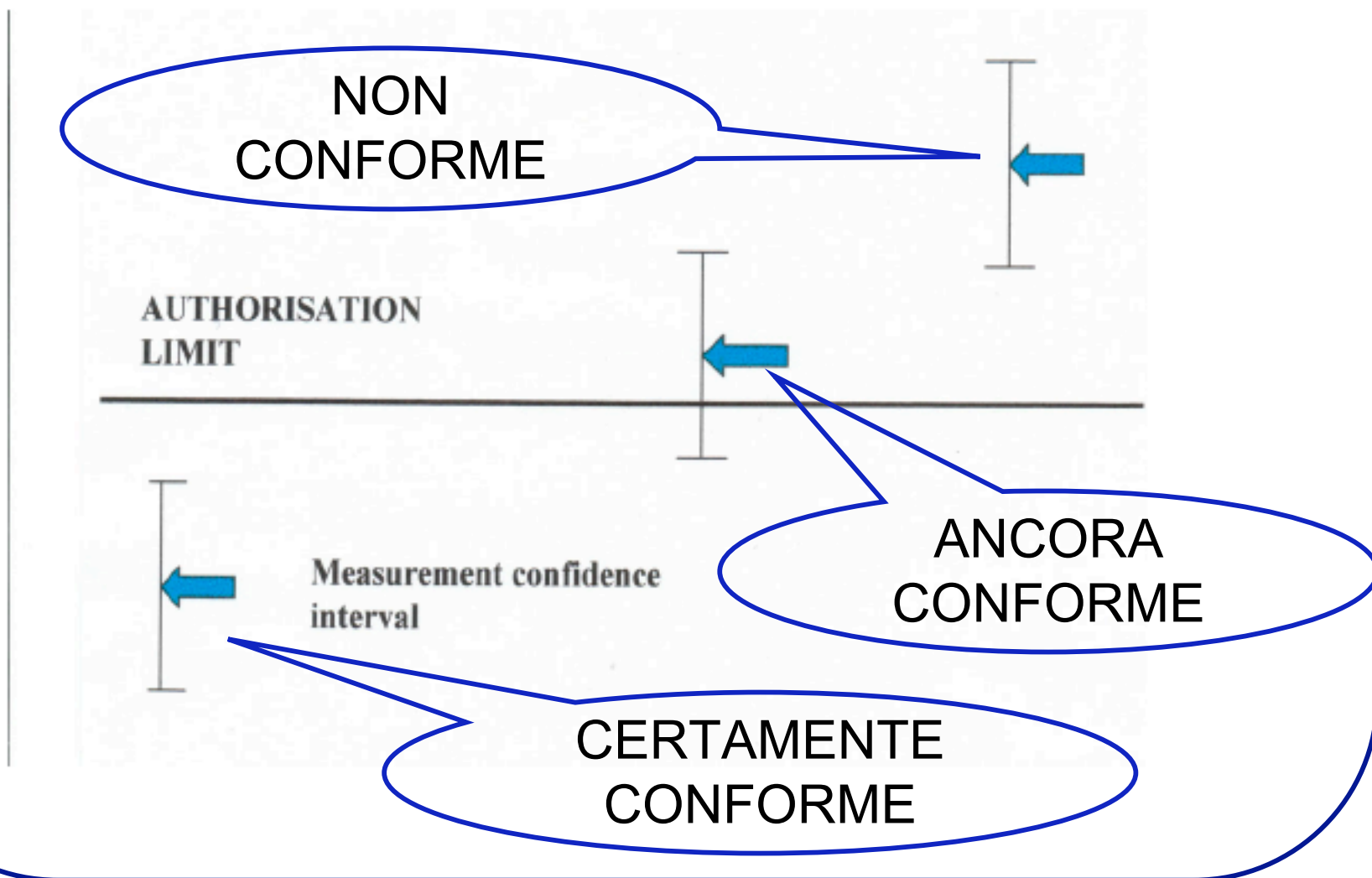
Le Direttive ambientali

- Le Direttive Europee di seconda generazione (incenerimento dei rifiuti, solventi, ecc.) non solo impongono i limiti per i singoli inquinanti, ma specificano anche l'incertezza che deve essere ottenuta dai laboratori.
- L'incertezza deve essere sottratta dal risultato:
 - Se il risultato è inferiore al limite ed il limite è fuori dall'intervallo di fiducia c'è piena conformità.
 - Anche se il risultato supera il limite, ma è ancora all'interno dell'intervallo di fiducia, il processo è ancora conforme.
 - La non conformità viene rilevata solo se il risultato supera il limite oltre mezzo intervallo di fiducia.

Le Direttive ambientali

- Ovvero, si concede il “**beneficio del dubbio**”.
- Ma attenzione! Le Direttive impongono anche il **limite massimo di incertezza**, che da un lato salvaguarda l’ambiente, dall’altro impone al laboratorio di lavorare correttamente al fine di rientrare nei limiti richiesti, e quindi otteniamo risultati comparabili tra i vari laboratori.

Le Direttive ambientali



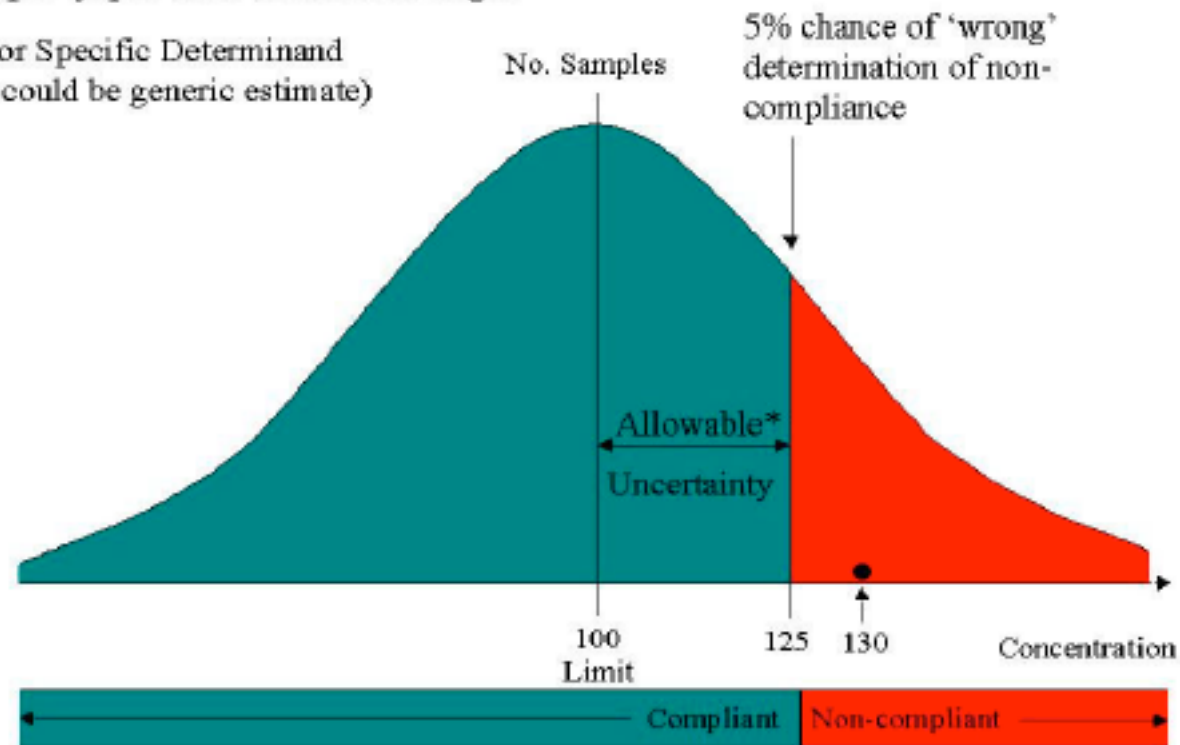
Le Direttive ambientali

DETERMINATION OF RELEASE COMPLIANCE (3)

Ceiling Limit & Allowable Uncertainty (25%)

Example of spot value shown at 130mg/m³

* For Specific Determinand
(or could be generic estimate)



E' considerato fuori limite il campione con livello di fiducia 95%

DETERMINATION OF RELEASE COMPLIANCE (4)

Ceiling Limit & Allowable Uncertainty + Compliance Zones

Example of spot value shown at 130mg/m³

Preferred Option:
Transparent & Current Practice
(but perceived leniency?)

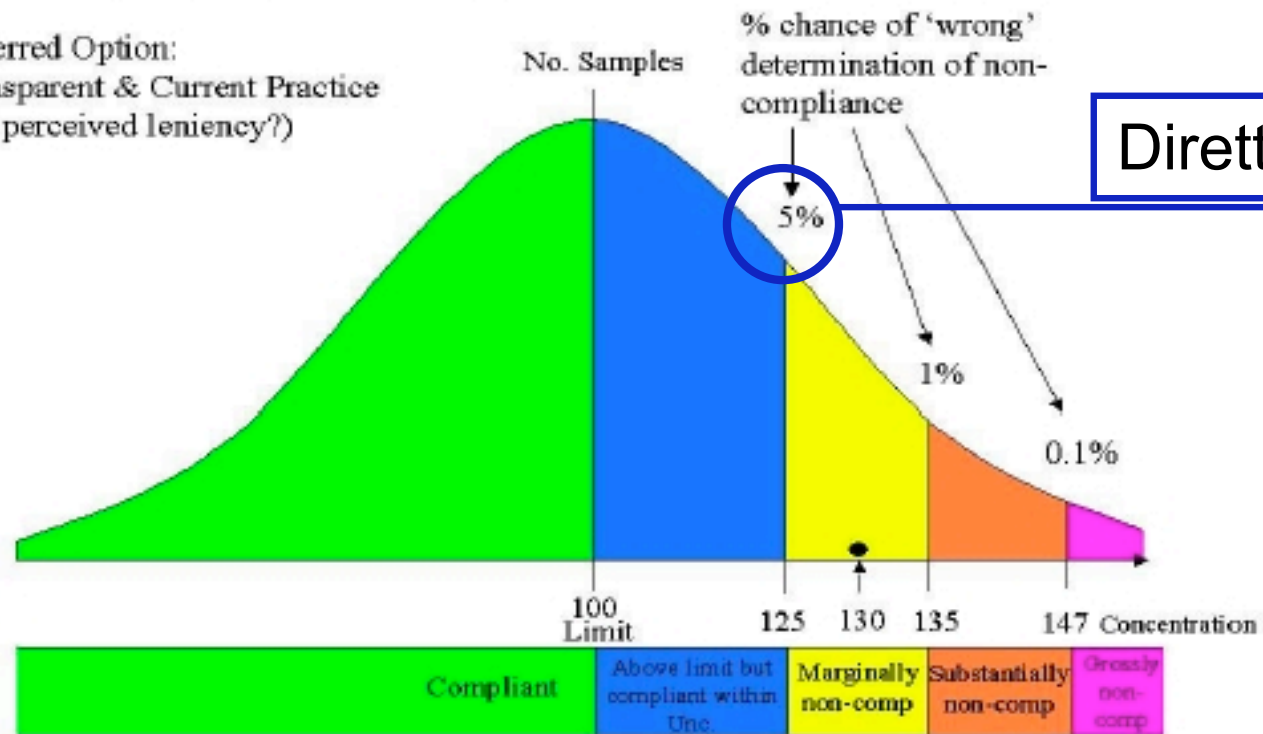


Fig. 4 Severity of non-compliance with regulatory limit

The importance of the Uncertainty of measurement for the “Personal Protective Equipment” sector - CEN Conference on “Uncertainty of Measurement” - 2002-06-10, Brussels

Relativamente alla sicurezza, con riferimento alla direttiva 89/686, si stima che siano stati emessi circa 100000 certificati da organismi notificati nell’intera Unione Europea; dal punto di vista normativo esistono oltre 300 norme armonizzate di prodotto e di prova, che contengono centinaia di metodi di prova che sono correlati con il problema dell’incertezza di misura.

E’ stato quindi proposto l’approccio più severo: un risultato rientra nei limiti se e solo se il suo intero intervallo di incertezza ($2U$) rientra nei limiti. Quando il risultato è ancora nei limiti, ma l’intervallo di incertezza supera i limiti, la decisione è negativa

The importance of the Uncertainty of measurement for the “Personal Protective Equipment” sector - CEN Conference on “Uncertainty of Measurement” - 2002-06-10, Brussels

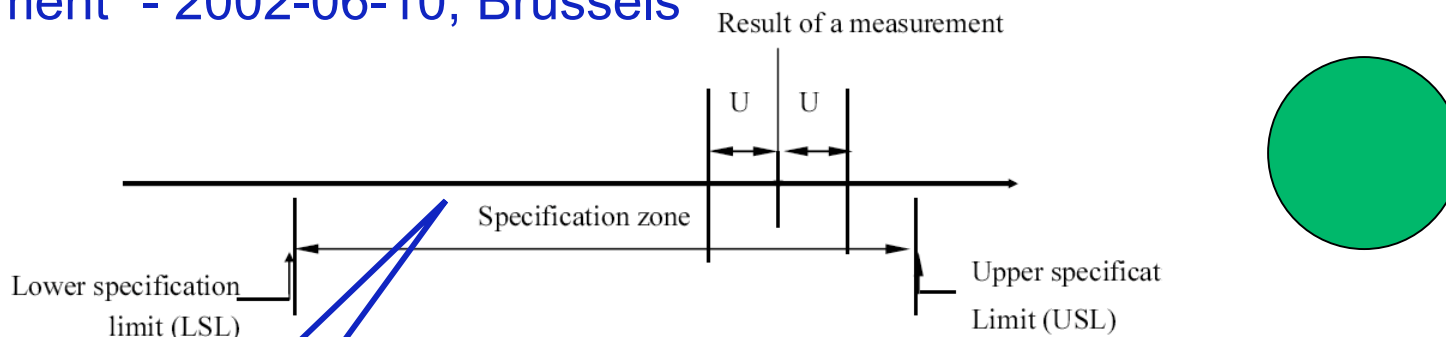


Figure C.1 — Result pass

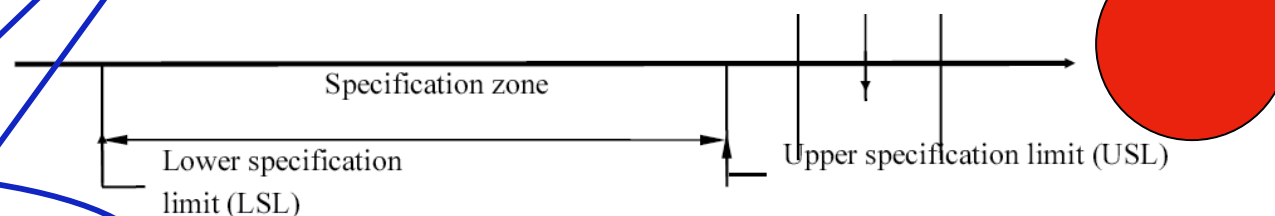


Figure C.2 — Result fail

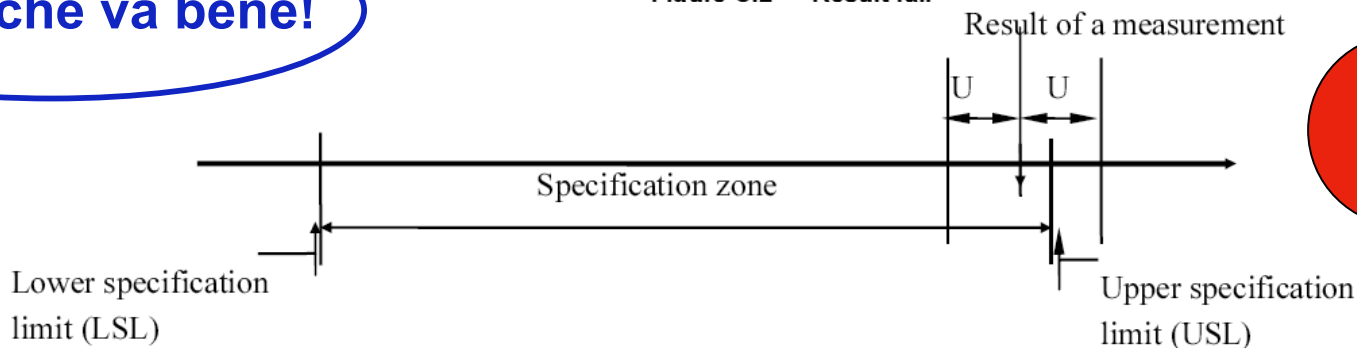


Figure C.3 — Result fail

L'unico che va bene!

Se Mirò salta dal davanzale, probabilmente ha stimato l'energia dell'impatto e deciso di avere oltre il 95 % (o forse 99 %) di fiducia di cadere senza farsi (troppo) male.

Mica scemi, i gatti!

Anche per i DPI la normativa segue il principio di precauzione: si richiede il 95 % di fiducia di non causare traumi od altri danni...



Incertezza: ulteriori commenti

- Approccio GUM: molto impegnativo.
- Approccio classico: si deve verificare se le condizioni ed i materiali (anche la qualificazione del personale) corrispondono a quelli dell'esercizio interlaboratorio.
- E' fondamentale l'identificazione di tutti i contributi - per esempio quello del campionamento è spesso importante, e difficile (ed oneroso) da quantificare.
- Una sovrastima dell'incertezza può essere deleteria, per esempio se deve essere utilizzata nel confronto con specifiche.
- Una sottostima può portare a non compatibilità delle misure effettuate da differenti laboratori (vedi UNI 4546)

5.4.7 Controllo dei dati

- il software dell'elaboratore elettronico sviluppato dall'utilizzatore deve essere documentato con sufficiente dettaglio e convenientemente validato. Questo requisito si applica anche allo sviluppo su fogli elettronici (es. formule nelle celle di Excel o macro Visual Basic). Vedi articolo su NATA news (www.nata.asn.au)
- devono essere preparate ed applicate delle procedure per proteggere i dati; tali procedure devono comprendere gli aspetti di integrità e di riservatezza dei dati di ingresso o della raccolta dati, della conservazione, della trasmissione e del trattamento degli stessi;