

5.9. Assicurazione qualità dei risultati

- Il laboratorio deve avere procedure di controllo qualità per monitorare la validità delle prove e o delle tarature eseguite. I dati risultanti devono essere registrati in modo che le linee di tendenza siano rivelabili e, quando sia fattibile, devono essere applicate tecniche statistiche per riesaminare i risultati. [ISO/IEC 17025]

5.9 - DG-0007

- L'attività del laboratorio dovrebbe essere descritta nel manuale qualità od altro documento del laboratorio, in particolare relativamente a pianificazione, effettuazione delle prove, valutazione dei risultati, azioni correttive, documentazione e conservazione delle registrazioni.
- I laboratori devono comunicare al SINAL la loro partecipazione a confronti interlaboratorio, inviando i risultati forniti, i valori di riferimento, i criteri di valutazione dell'organismo organizzatore del circuito e le eventuali azioni correttive.

5.9. Assicurazione qualità dei risultati

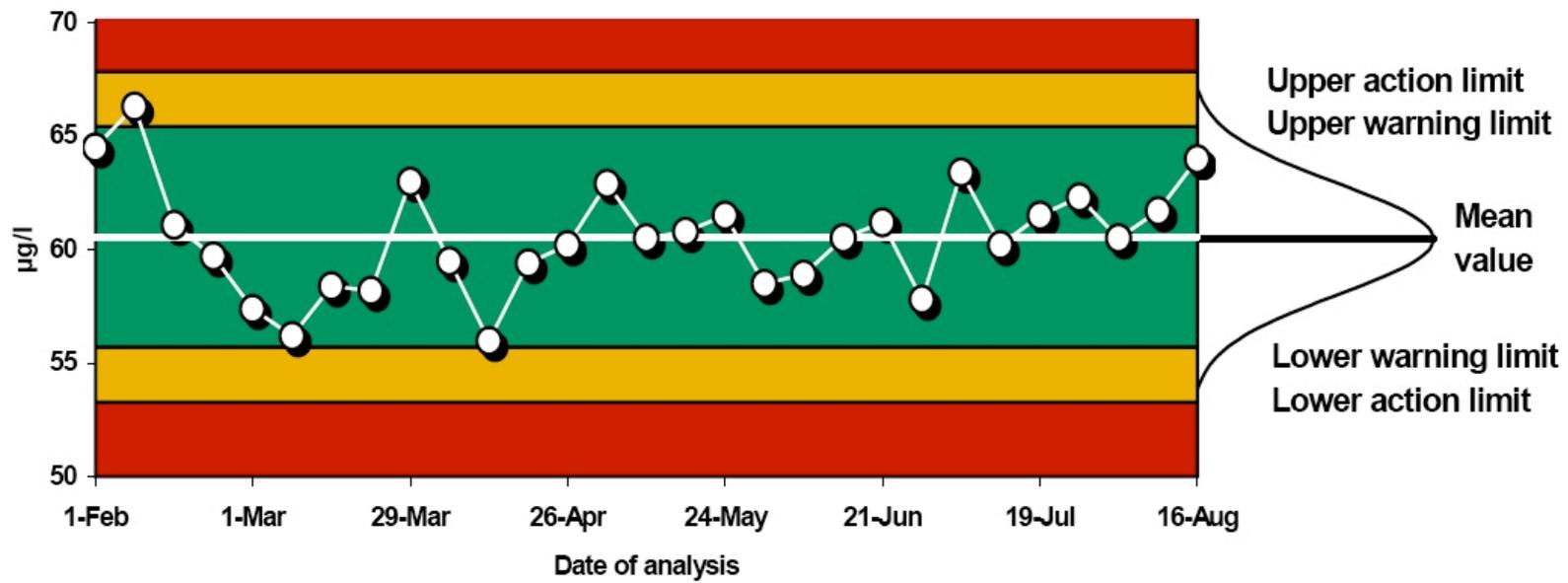
- **Pianificazione e riesame delle attività di verifica della validità dei risultati forniti.**
- Uso regolare di materiali di riferimento;
- Confronti interlaboratorio;
- Ripetizione di prove, prove in doppio;
- Correlazione di risultati di differenti proprietà di un campione.

registrazioni

- Uso delle carte di controllo.
 - Definizioni dei limiti di accettabilità.
 - Definizione delle azioni in caso di fuori controllo.
- Proficiency test: l'organizzazione dovrebbe essere conforme alla ISO Guide 43-1:1997 (tra poco ISO/IEC 17043), ed alla guida ILAC G13:2000.
 - Esistono organizzazioni accreditate con riferimento alla ILAC G13:2000.
 - www.eptis.bam.de banca dati proficiency tests

Carte di controllo

X-Chart: Zn



Raccomandazione 333/1999

- I laboratori debbono verificare la propria competenza partecipando ad appositi programmi, come il FAPAS, il CHEK e quelli organizzati dalla Commissione europea. Se la loro competenza risultasse inadeguata, essi dovranno risolvere questo problema prima di proseguire la ricerca analitica degli antiparassitari in causa.

REGOLAMENTO (CE) N. 213/2001 del 9 gennaio 2001
Metodi per le analisi e la valutazione qualitativa del latte e dei prodotti
lattiero-caseari GU L37 del 7/02/2001

Procedura per il controllo interno della qualità (CIQ)

Il laboratorio **deve** istituire un CIQ secondo la procedura descritta nel documento IUPAC «Harmonized Guidelines for Internal Quality Control in analytical laboratories» (1).

Il CQI viene realizzato mediante **l'inclusione di materiali di controllo nella sequenza analitica o mediante analisi in multiplo del campione in esame**. I materiali di controllo devono avere una composizione chimica simile a quella dei campioni ed essere adeguatamente stabili nel periodo di tempo di pertinenza. Deve essere dimostrato che essi possono venire suddivisi idoneamente in porzioni identiche per l'analisi e che presentano una concentrazione dell'analita appropriata per l'intervallo di pertinenza.

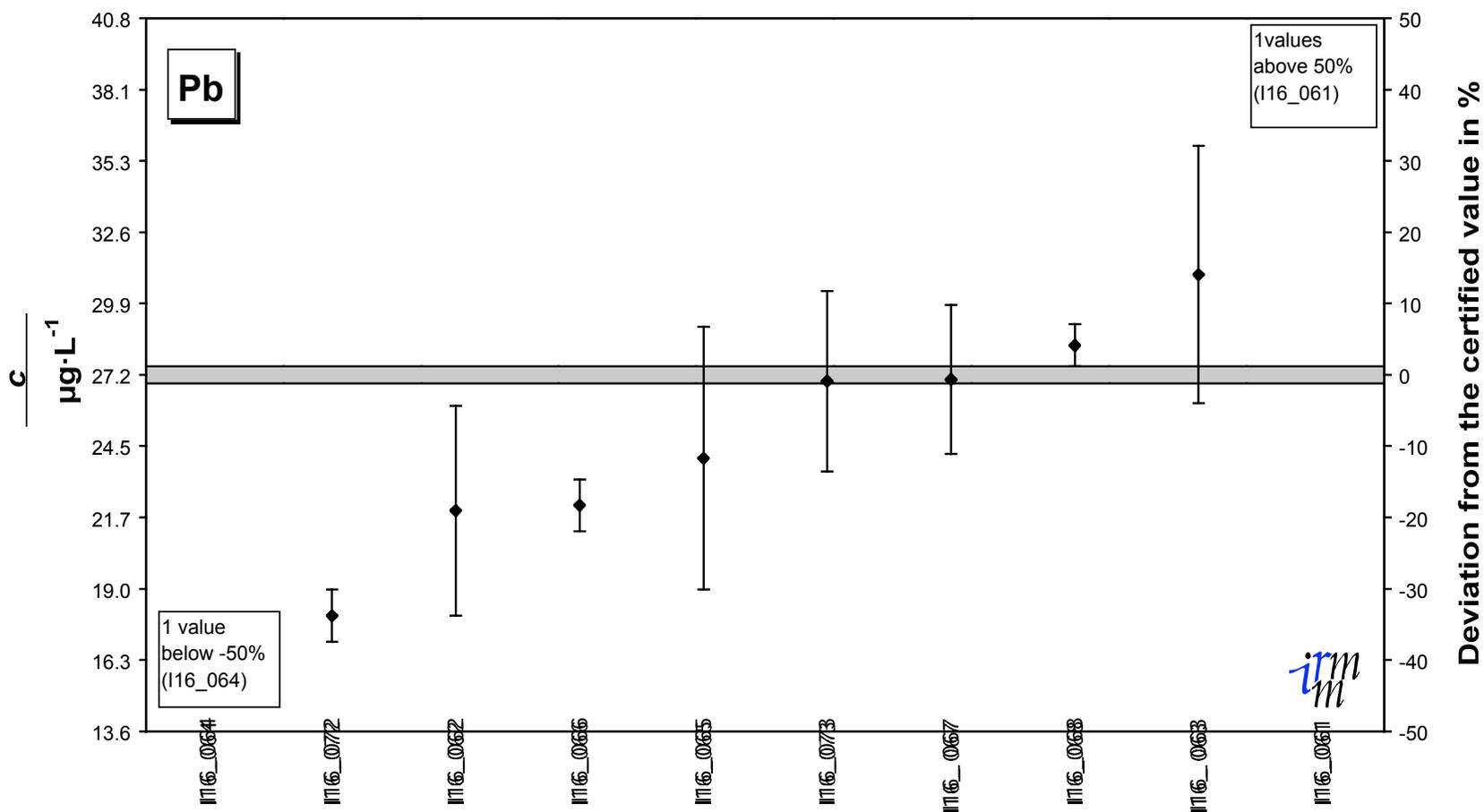
Un materiale di controllo deve venire inserito almeno una volta in ciascuna serie di analisi e il valore ottenuto deve venire riportato su un **diagramma di controllo** allo scopo di misurare gli errori a lungo termine. Inoltre, il laboratorio deve dimostrare periodicamente la conformità alle condizioni di ripetibilità all'interno della serie. **A tal fine si eseguono analisi in doppio di materiali di controllo e/o di test. I risultati di queste analisi devono venire confrontati con eventuali limiti di ripetibilità pubblicati e con dati esistenti relativi alla precisione interna del laboratorio. [Reg. 213/2001/CE]**

Valutazione dei risultati

- Scostamento rispetto al riferimento
- Scostamento percentuale
- Percentile o classificazione ordinata
- Z-score
- E_n
- Casi più complessi: z-score cumulativi, Youden plot ...

IMEP- 16: Pb in wine

Certified value : $27.18 \pm 0.33 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ [$U=k\cdot u_c$ ($k=2$)]



Results from Italian participants nominated by the European Accreditation

Valutazione dei risultati - Z-score

- Z-score:
$$Z = \frac{\text{risultato} - \text{riferimento}}{\text{scarto tipo}}$$
- Classico: si usano la media e lo scarto tipo
- Robusto: si usano mediana e interquartile normalizzato
- $-2 < z < +2$ accettabile
- $2 < |z| < 3$ questionabile: il laboratorio dovrebbe verificare il proprio operato.
- $|z| > 3$ non accettabile: sono necessarie verifiche ed azioni correttive.

Valutazione dei risultati - E_n

- $E_n = \frac{|\text{risultato} - \text{riferimento}|}{\sqrt{U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{rif}}^2}}$
- $E_n < 1$ soddisfacente
- $E_n > 1$ non soddisfacente
- criterio utilizzato dai metrologi (anche nei circuiti IMEP, organizzati dall'IRMM)

Valutazione dei risultati PT

- Verificare come è definito il riferimento:
 - Consensus value (media o mediana, dopo aver eliminato i risultati incongruenti);
 - Certificato di un materiale di riferimento;
 - Risultati di uno o più laboratori di riferimento.
- Verifica dei criteri di accettabilità:
 - Scarto tipo dei risultati dei laboratori (tutti o parte)
 - Percentile (es. interquartile normalizzato)
 - Definito altrimenti ...

Gestione dei risultati non accettabili

- Verifica delle cause
- Azioni correttive:
 - Tarature
 - Manutenzioni
 - Addestramento
 - Reclami, ecc.
 - **Influenza sui risultati forniti ai clienti ...**
- **Verifica dell'efficacia.**

ISO 13528:2005

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

È un complemento alla Guida ISO 43

- Fornisce una dettagliata descrizione degli orientamenti statistici che devono essere rispettati dagli organizzatori dei PT
- Fornisce raccomandazioni sull'uso pratico da parte dei partecipanti ai vari schemi di PT
- Fornisce raccomandazioni agli enti di accreditamento
- Può essere applicata per dimostrare che i risultati delle misure non sono affetti da scostamenti inaccettabili

ISO 13528:2005

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

Periodo di validità dei risultati di un PT

- Il periodo di validità di un risultato è limitato al momento (a quel ciclo) in cui quel risultato è stato ottenuto.
 - Un singolo risultato positivo non può essere utilizzato per affermare che il laboratorio ottiene dati validi in ogni altra occasione.
- Un laboratorio che opera in un SGQ ed acquisisce risultati soddisfacenti per più cicli sarà autorizzato ad utilizzare quei risultati quale evidenza della propria capacità ad ottenere risultati validi.
 - Gestione dei risultati di ritorno (rif. DG0007 rev.5 § 5.9.2)

ISO 13528:2005

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

Determinazione del valore assegnato (e della sua incertezza tipo):

- Dai dati di formulazione del materiale distribuito (materiale sintetico).
- Dai valori certificati del CRM distribuito.
- Da valori di riferimento:
 - Un certo numero di campioni del RM distribuito sono analizzati da un laboratorio in condizioni di ripetibilità stretta ed i risultati comparati con quelli ottenuti analizzando un CRM.
- Dai valori di riferimento ottenuti da laboratori esperti.
- Dai valori di consenso ottenuti dai partecipanti.

ISO 13528:2005

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

Determinazione del valore assegnato dai valori di consenso ottenuti dai partecipanti:

- Prevede l'utilizzo dell'analisi robusta dei dati (rif. ISO 5725-5) utilizzando un algoritmo robusto per calcolare:
 - Una media (robusta) x^*
 - Uno scarto tipo (robusto) s^*
 - Oppure in alternativa
 - La mediana
 - Mediana degli scostamenti in assoluto dei singoli dati dalla mediana (MAD)
- $s^* = 1,5 \text{ MAD}$

ISO 13528:2005

Fornisce definizione ed interpretazione di:

- Differenze percentuali

$$D_{\%} = 100(x - X) / X$$

x =valore del laboratorio
circuito

X =valore del

- “Action signal” se

$$D_{\%} < -300\hat{\sigma} / X$$

$$D_{\%} > +300\hat{\sigma} / X$$

- “Warning signal” se

$$D_{\%} < -200\hat{\sigma} / X$$

$$D_{\%} > +200\hat{\sigma} / X$$

- Un solo “Action signal” o due successivi “Warning signal” devono essere interpretati come l’evidenza di una anomalia che richiede di essere indagata.

ISO 13528:2005

Fornisce definizione ed interpretazione di:

- z-score

$$z = (x - \bar{X}) / \hat{\sigma}$$

- “Action signal” per z-score < -3 oppure $> +3$
- “Warning signal” per z-score < -2 oppure $> +2$
- Un solo “Action signal” o due successivi “Warning signal” devono essere interpretati come l’evidenza di una anomalia che richiede di essere indagata.

ISO 13528:2005

Fornisce definizione ed interpretazione di:

- En numbers

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{ref}}^2}}$$

- z'-score

$$z' = (x - X) / \sqrt{\hat{\sigma}^2 + u_X^2}$$

- Zeta-score

$$\zeta = (x - X) / \sqrt{u_x^2 + u_X^2}$$

- Ez-score

$$E_{z-} = \frac{x - (X - U_X)}{U_X}$$

$$E_{z+} = \frac{x - (X + U_X)}{U_X}$$

ISO 13528:2005

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

Suggerisce metodo grafici per visualizzare le prestazioni di serie di partecipazioni a PT

- Carte di controllo (Shewart) degli z-score
- Carte di controllo (Cusum) degli z-score
- Grafici degli scostamenti standardizzati del laboratorio contro le medie dei laboratori partecipanti
- Grafici per punti
-

Precisione all'interno di una serie

Quando esiste un materiale di controllo

- Per minimo 12 analisi in doppio (numero prove= p) tutte eseguite in condizioni di ripetibilità stretta:
 - Test di Cochran dei risultati per eliminare le coppie sospette od erratiche
- Per ciascuna prova in doppio si calcola:
 - La differenza dei due risultati
 - La sommatoria del quadrato delle differenze (B)

Una stima dello scarto tipo nell'ambito di una serie sarà:

$$s_r = \sqrt{\frac{B}{2p}}$$

CEN/TS 15675:2007 - Emissioni da sorgente stazionaria

Ove esistano PT devono essere utilizzati.

In alternativa, possono essere utilizzati:

- Analisi di miscele di gas di riferimento
- Uso di strumenti di riferimento per i parametri fisici
- Pesate di filtri e materiale particolato.

Internal quality control

http://www.nordicinnovation.net/nordtestfiler/tec569_ed_2.pdf

