

ACCREDIA L'ente italiano di accreditamento

UNI CEI EN ISO/IEC 17043: 2010: requisiti tecnici e metodi statistici

Roma , 9 giugno 2010

Documento sviluppato da:

UNICHIM – P.le R. Morandi 2, 20121 Milano – Dott. Carlo Corno (c.corno@unichim.it)

Cap. 4 : Requisiti tecnici

- 4.1 Generalità
- 4.2 Personale
- 4.3 Apparecchiature, luogo di lavoro e condizioni ambientali
- 4.4 Progettazione delle prove valutative interlaboratorio
- 4.5 Scelta del metodo o del procedimento
- 4.6 Funzionamento delle prove valutative interlaboratorio
- 4.7 Analisi dei dati e valutazione dei risultati di prove valutative interlaboratorio
- 4.8 Rapporti di prova
- 4.9 Comunicazione con i partecipanti
- 4.10 Riservatezza

4.1 Generalità

Gli organizzatori di PT devono avere la **competenza** necessaria per **condurre** un confronto interlaboratorio e avere accesso a competenze per le varie fasi del PT. Gli organizzatori o i loro sottocontraenti devono avere competenza **nelle misurazioni** delle proprietà di interesse.

La ISO/IEC 17025 o la **ISO 15189** possono essere usate per dimostrare la competenza dell'organizzatore o del laboratorio subappaltato per eseguire prove o misurazioni.

La **Guida 34** può essere utilizzata per dimostrare la **competenza del produttore di materiali di riferimento** che fornisce i materiali di prova (test item).

4.2 Personale

L'organizzatore deve avere personale direttivo e tecnico con la necessaria **autorità e competenza**.

Deve essere definito il minimo livello di **qualificazione ed esperienza**.

Deve essere utilizzato personale **dipendente o sotto contratto**. Nel caso di esperti facenti parte di un gruppo direttivo o di consulenza si può considerare che l'esistenza di un accordo formale soddisfi questo requisito.

Devono essere mantenute le registrazioni delle autorizzazioni

Devono essere formulati **programmi e obiettivi per la formazione** del personale.

segue

4.2 Personale

L'organizzatore deve **autorizzare personale specifico per:**

- a) Selezionare il materiale di prova
- b) Progettare il piano del PT
- c) Effettuare particolari tipi di campionamento
- d) Gestire specifiche attrezzature
- e) Effettuare misurazioni per determinare stabilità, omogeneità, valore assegnato e incertezza del materiale di prova
- f) Preparare e distribuire il materiale di prova
- g) Gestire il sistema di trattamento dati
- h) Effettuare l'analisi statistica
- i) Valutare le prestazioni dei partecipanti
- j) Fornire opinioni e interpretazioni
- k) Autorizzare l'emissione dei rapporti di prova

4.3 Apparecchiature, luogo di lavoro e condizioni ambientali

L'organizzatore deve assicurare che siano **adeguate le strutture**, le attrezzature per preparare, manipolare, tarare, eseguire prove, per conservare e spedire i materiali di prova, per elaborare dati, per inviare comunicazioni e per recuperare materiali e registrazioni. Particolare attenzione deve essere posta per le **operazioni che si svolgono al di fuori della normale sede di lavoro.**

Deve essere controllato l'**accesso** ai luoghi di lavoro.

Devono essere individuate le condizioni che possono influenzare le varie fasi del PT.

Devono essere validati i metodi e mantenute le prestazioni delle apparecchiature usate per le prove di omogeneità e di stabilità.

4.4 Progettazione delle prove valutative interlaboratorio

4.4.1 Pianificazione

4.4.2 Preparazione del materiale di prova

4.4.3 Omogeneità e stabilità

4.4.4 Progetto di elaborazione statistica

4.4.5 Valori assegnati

4.4.1 Pianificazione

L'organizzatore deve identificare e pianificare i processi che influiscono sulla qualità del PT.

L'organizzatore **non può subappaltare la pianificazione del PT.**

L'organizzatore deve poter accedere alle necessarie competenze tecniche nel campo delle prove, tarature, campionamento, verifica e elaborazione statistica. Ciò può essere acquisito, se necessario, costituendo un **Gruppo di esperti** (quale che sia la denominazione).

Prima dell'inizio della prova l'organizzatore deve documentare il piano di funzionamento del PT **specificando gli obiettivi, il programma** e fornire una serie di informazioni di seguito riportate.

Informazioni ai laboratori interessati al PT

- a) Nome e indirizzo dell'organizzatore
- b) Nome e indirizzo del **coordinatore della prova** e di altro personale coinvolto nella gestione del PT
- c) Attività subappaltate; nome e indirizzo del subappaltato
- d) Criteri di partecipazione
- e) Numero e tipologia dei presunti partecipanti
- f) Selezione dei misurandi e delle caratteristiche di interesse
- g) Intervallo dei valori attesi
- h) Possibili principali sorgenti di errore
- i) Requisiti di produzione, controllo qualità, conservazione e distribuzione del materiale di prova
- j) Precauzione per prevenire collusione o falsificazione dei risultati

segue

Informazioni ai laboratori interessati al PT

- k) **Tempistica** della varie fasi del PT
- l) **Frequenza** (per PT ripetuti) e date per invio risultati ecc.
- m) Informazioni sui **metodi** e sulle procedure di prova
- n) Procedure usate per i test di omogeneità, stabilità ecc.
- o) Preparazione del **formato di inserimento dati** dei lab.
- p) Dettagliata descrizione dell'**analisi statistica usata**
- q) Origine, tracciabilità e incertezza dei valori assegnati
- r) **Criteri di valutazione** delle prestazioni
- s) **Presentazione dei risultati**, dei rapporti di prova ecc.
- t) Descrizione dell'ambito entro il quale risultati e conclusioni saranno resi pubblici
- u) Azioni da intraprendere in caso di perdita o danni ai materiali di prova

ISO/IEC 17043: 2010: requisiti tecnici e metodi statistici

Si devono utilizzare competenze tecniche per affrontare problemi riguardanti:

- a) Requisiti della pianificazione
- b) Identificazione e risoluzione di problemi** connessi con il mantenimento dell'omogeneità e stabilità del materiale
- c) Preparazione di **dettagliate istruzioni** per i partecipanti
- d) Commenti** su difficoltà tecniche incontrate in precedenti PT
- e) Fornitura di **consigli** nella valutazione delle prestazioni
- f) Commenti sui risultati e le prestazioni dei **partecipanti singoli, per gruppi o nel loro insieme**
- g) Fornitura di consigli ai partecipanti, entro i limiti della riservatezza
- h) Risposta alle informazioni di ritorno dai partecipanti
- i) Programmazione di **riunioni tecniche** con i partecipanti

4.4.2 Preparazione del materiale di prova

L'organizzatore deve :

- Stabilire procedure per assicurare che il materiale di prova sia preparato secondo il piano prestabilito.
- Stabilire procedure per assicurare l'acquisizione, raccolta, preparazione, manipolazione, disponibilità ecc. del materiale di prova.
- Assicurarci che il materiale di prova sia il più possibile simile ai materiali oggetto della normale attività del laboratorio.
- Fornire le **opportune istruzioni** se i laboratori devono **eseguire operazioni di preparazione** o manipolazione del materiale di prova.

4.4.3 Omogeneità e stabilità

Devono essere stabiliti criteri di omogeneità e stabilità (considerazioni sulla omogeneità e stabilità si trovano nelle guide **ISO 34 e ISO 35** e nella norma **ISO 13528**).

Le procedure per la verifica dell'omogeneità e della stabilità devono essere documentate e condotte ove possibile in accordo ad un definito schema statistico.

L'omogeneità deve essere normalmente stabilita **dopo** la preparazione delle aliquote da spedire ai partecipanti.

Il materiale di prova deve essere sufficientemente stabile per assicurare che non intervengano cambiamenti durante la conduzione della prova.

4.4.4 Progetto di elaborazione statistica

Deve essere sviluppato un progetto di **elaborazione statistica** che consenta di raggiungere gli obiettivi del PT, sulla base della natura dei dati (prova quantitativa o qualitativa), delle incertezze e del numero di risultati.

Il progetto comprende i processi di pianificazione, **raccolta, analisi e compilazione** del rapporto di prova.

L'organizzatore **deve documentare** il piano statistico e i **metodi usati per identificare il valore assegnato** e per valutare i risultati dei partecipanti e deve giustificare le scelte.

In mancanza delle necessarie informazioni si può ricorrere ad un confronto interlaboratorio preliminare.

segue

4.4.4 Progetto di elaborazione statistica

Particolare attenzione deve essere rivolta a:

- a) accuratezza e **incertezza di misura** richiesta o attesa per ogni misurando
- b) Numero minimo di partecipanti** necessario per raggiungere gli scopi del trattamento statistico
- c) Importanza del numero di **cifre significative**
- d) Numero di materiali di prova e **numero di ripetizioni**
- e) Procedure per **stabilire lo scarto tipo** per la valutazione o altri criteri valutativi
- f) Procedure per identificare **dati anomali**
- g) Procedure di valutazione dei valori esclusi dal calcolo
- h) Eventuale frequenza dei cicli dei PT

4.4.5 Valori assegnati

L'organizzatore deve documentare le procedure per determinare i **valori assegnati** per i misurandi. Queste procedure devono tener conto della **riferibilità metrologica** e dell'incertezza di misura (la riferibilità metrologica non sempre è possibile ma **è richiesta per i PT nell'area delle tarature**).

Quando come **valore assegnato** si usa il valore di **consenso da tutti i laboratori** (vedi All.B) l'organizzatore deve documentare le ragioni di questa scelta e deve stimare l'incertezza del valore.

L'organizzatore deve avere una politica riguardante la divulgazione dei valori assegnati in quanto i laboratori non devono trarre vantaggi da una anticipata comunicazione.

4.5 Scelta del metodo o del procedimento

In generale i partecipanti possono utilizzare **metodi di prova di loro scelta**.

In alcuni casi l'organizzatore può richiedere che sia usato **un metodo specifico**.

Se i partecipanti possono usare il metodo di loro scelta l'organizzatore deve:

- a) avere una politica e seguire procedure per il **confronto** fra risultati ottenuti con differenti metodi.
- b) prestare attenzione a **metodi diversi** che possono essere **tecnicamente equivalenti** e prendere le opportune misure per valutare i risultati congiuntamente.

4.6 Funzionamento delle prove valutative interlaboratorio

Istruzioni ai partecipanti

L'organizzatore deve fornire **sufficienti informazioni** ai partecipanti **prima** dell'invio del materiale di prova. In particolare deve segnalare eventuali modalità di trattamento del materiale, dettagli dei fattori che possono influenzare i risultati della prova, modalità di conduzione della prova.

Devono essere fornite **dettagliate istruzioni sul modo di registrare e riportare i risultati.**

Devono essere indicate **la data ultima di invio** dei risultati, le modalità di contatto per informazioni e eventuali istruzioni per la restituzione dei materiali di prova.

4.6 Funzionamento delle prove valutative interlaboratorio

Manipolazione, conservazione, confezionamento e distribuzione del materiale di prova

I materiali di prova devono essere adeguatamente **identificati**, separati e **protetti da contaminazioni** dal momento della preparazione a quello della distribuzione

Deve essere **controllato il confezionamento**, devono essere identificate le **condizioni di trasporto** e deve essere assicurata **un'adeguata etichettatura e imballaggio**.

L'organizzatore deve disporre di una procedura **per avere conferma della consegna del materiale di prova** (eventuale richiesta ai partecipanti di conferma del ricevimento del materiale).

4.7 ANALISI DEI DATI E VALUTAZIONE DEI RISULTATI

Analisi dei dati e registrazioni

I sistemi di analisi e i software devono essere **validati**.

Devono essere previsti sistemi di registrazione e **conservazione** dei risultati inviati dai partecipanti.

L'analisi dei dati deve generare valutazioni statistiche **complessive** e di **prestazioni singole**.

L'influenza di dati anomali deve essere minimizzata mediante l'uso di **analisi robuste o idonei test di anomalia**.

Devono esistere criteri e procedure documentate per trattare **dati inadeguati**, conseguenti a grossolani errori.

L'organizzatore deve documentare criteri e procedure per **identificare materiali** di prova risultati, a posteriori, **inadeguati**.

4.7 ANALISI DEI DATI E VALUTAZIONE DEI RISULTATI

Valutazione delle prestazioni

La valutazione delle prestazioni non può essere subappaltata

L'organizzatore deve utilizzare metodi di valutazione riconosciuti, che devono essere documentati

In alcuni casi l'organizzatore può fornire commenti su:
prestazione complessiva rispetto alle attese, **confronto con cicli precedenti**, differenze fra i metodi, possibili cause di errore (dati anomali), consigli ai partecipanti ai fini del miglioramento della prestazione, situazioni che possono avere **reso impossibile la valutazione** della prestazione, altri commenti, raccomandazioni, conclusioni.

4.8 Rapporti di prova

Il rapporto di prova deve essere chiaro e comprensibile e includere i risultati forniti da tutti i partecipanti con l'indicazione delle prestazioni individuali.

L'autorizzazione del rapporto finale non può essere subappaltata.

Il rapporto di prova deve essere inviato ai partecipanti **rispettando le date previste**. Nel caso di cicli di prova possono essere inviati rapporti di prova preliminari.

Quando è necessario emettere **un nuovo rapporto** o rettificare un rapporto precedente, il nuovo rapporto deve avere : una identificazione univoca, un **riferimento al rapporto che sostituisce o annulla** e una dichiarazione riguardante le ragioni della nuova emissione.

segue

4.8 Rapporti di prova

Il rapporto di prova deve riportare:

- **Nome, indirizzo** ecc. dell'organizzatore, del coordinatore, della persona che autorizza il rapporto, del subappaltato.
- **Data di emissione** del rapporto, **numero di pagine**, numero del rapporto e chiara identificazione del PT.
- **Descrizione del materiale di prova** compresi i dettagli di preparazione e delle prove di omogeneità e di stabilità
- **I risultati dei partecipanti.**
- I dati statistici (**valore assegnato, scarto tipo applicato**) e procedure per stabilire questi dati (eventualmente suddivisi per metodi di prova).
- Commenti sulle prestazioni dei partecipanti, consigli sulla interpretazione dell'analisi statistica, raccomandazioni basate sull'esito della prova.

4.9 Comunicazione con i partecipanti

L'organizzatore deve fornire dettagliate informazioni sullo schema del PT.

In particolare devono essere chiari i dettagli relativi a scopo del PT, costi di partecipazione, criteri di idoneità, riservatezza.

I partecipanti devono essere **tempestivamente informati di eventuali cambiamenti** nel corso del PT.

Devono esistere, ed essere comunicate ai partecipanti, procedure di appello verso la valutazione delle prestazioni.

Le principali comunicazioni scritte inviate ai partecipanti devono essere conservate.

4.10 Riservatezza

L'identità dei partecipanti deve essere **riservata** e nota solo a persone coinvolte nella gestione del PT, **a meno che il partecipante rinunci alla riservatezza** (vari motivi possono indurre alla rinuncia alla riservatezza, compresi obblighi verso autorità).

Tutte le informazioni fornite al partecipante devono essere ritenute riservate.

Quando una **parte interessata** richiede che i risultati siano forniti direttamente dall'organizzatore i partecipanti devono essere messi a conoscenza prima della partecipazione.

Se, **eccezionalmente**, un'**autorità** richiede che i risultati del PT siano forniti direttamente dall'organizzatore, i partecipanti devono essere **informati** di ciò per iscritto.

Metodi statistici – ISO 17043 (All.B) e ISO 13528

Valore assegnato

Esistono varie procedure per stabilire il **valore assegnato**. La scelta fra i metodi è responsabilità del **coordinatore della prova** dopo consultazione con il **gruppo di esperti**. Nella ISO 13528 e nell'All.B della ISO 17043 sono riportati i seguenti cinque metodi:

- a) Valori noti, derivati dalla formulazione del materiale
- b) Valori di riferimento certificati
- c) Valori di riferimento, determinati da analisi
- d) Valori di consenso da laboratori partecipanti esperti
- e) Valori di consenso dai partecipanti

Metodi statistici – ISO 17043 (All.B) e ISO 13528

Scarto tipo del PT

Esistono varie procedure per stabilire lo scarto tipo per il PT.

La scelta fra i metodi è responsabilità del **coordinatore della prova** dopo consultazione con il **gruppo di esperti**.

Nella ISO 13528 e nell'All. B della ISO 17043 sono riportati i seguenti cinque metodi:

- a) Valori prescritti (ad es. derivati da un requisito di legge)
- b) Per percezione (livello di prestazione fissato dal coordinatore)
- c) Da un modello generale (es. Horwitz)
- d) Dai risultati di un esperimento di precisione (unico metodo di prova)
- e) Valori di consenso dai partecipanti

Metodi statistici – ISO 17043 (All.B) e ISO 13528

Definizioni

Scostamento: $D = x_i - X$ (dove x_i è il valore ottenuto dal laboratorio e X è il valore assegnato)

Scarto tipo: $\sigma = \sqrt{\sum(X-x_i)^2/(n-1)}$

z-score: D / σ

Valutazione della prestazione

- Se $|z| < 2.0$ il risultato è soddisfacente e non genera alcun segnale
- Se $2.0 < |z| < 3.0$ il risultato è discutibile e genera un segnale di warning (W)
- Se $|z| > 3.0$ il risultato è insoddisfacente e genera un segnale di action (A)

Metodi statistici – ISO 17043 (All.B) e ISO 13528

Definizioni

Esistono altre definizioni di parametri di valutazione delle prestazioni. Nell'All. B della norma sono riportati:

$$\zeta = (\mathbf{x}_i - \mathbf{X}) / \sqrt{u_{lab}^2 + u_{av}^2}$$

dove u_{lab} è l'incertezza tipo composta del risultato del partecipante

u_{av} è l'incertezza tipo del valore assegnato

$$E_n = (\mathbf{x}_i - \mathbf{X}) / \sqrt{U_{lab}^2 + U_{ref}^2}$$

dove U_{lab} è l'incertezza estesa del risultato del partecipante

U_{av} è l'incertezza estesa del valore assegnato determinato in un laboratorio di riferimento

In genere il valore critico per E_n è =1,0

Metodi statistici – ISO 13528

Determinazione del valore **di consenso** e dello **scarto tipo** dai dati di una prova interlaboratorio

Premessa (UNI ISO 5725-1:2004 - § 5.1.2.1)

I procedimenti sono stati messi a punto assumendo che la distribuzione delle componenti dello scostamento sistematico sia approssimativamente **normale** ma, in pratica, è sufficiente che la distribuzione risulti **unimodale**.

Determinazione del valore **di consenso** e dello **scarto tipo** dai dati di un PT

METODO 1 (UNI ISO 5725-2:2004)

Individuazione dei valori **anomali per varianza** con il test di Cochran.

Individuazione dei valori **anomali per media** con il test di Grubbs a 1 e 2 valori.

Il processo, in entrambi i casi, è **iterativo**.

Dopo l'individuazione del primo (dei primi due) valore/i anomalo/i, questo/i si elimina/no e si ripete il calcolo con i valori residui.

Il **valore assegnato** e lo **scarto tipo** si ricavano dai dati residui.

Determinazione del valore **di consenso** e dello **scarto tipo** dai dati di una prova valutativa interlaboratorio

METODO 2 – ANALISI ROBUSTA (ISO 13528:2005)

Algoritmo A

Calcolo di x^* = mediana dei valori x_i
 s^* = 1,483 × mediana degli scostamenti
 d = 1,5 s^*

Se $x_i < x^* - d$ $x_i \rightarrow x^* - d$
 $x_i > x^* + d$ $x_i \rightarrow x^* + d$
negli altri casi x_i

ISO/IEC 17043: 2010: requisiti tecnici e metodi statistici

Determinazione del valore **di consenso** e dello **scarto tipo** dai dati di una prova valutativa interlaboratorio

Si ottiene un **nuovo insieme di dati** (temporaneo) sul quale si esegue:

Calcolo della media
e dello scarto tipo

$$x^* = \sum x_i^*/p$$
$$s^* = 1,134 \sqrt{S(x_i^* - x^*)^2 / (p-1)}$$

I valori robusti finali di x^* e di s^* sono ricavati da un **processo iterativo**, aggiornando di volta in volta i dati fino a convergenza (in genere uguaglianza dei valori alla terza cifra significativa).

Prestazioni per risultati qualitativi e semi-quantitativi

Per risultati qualitativi o semi-quantitativi, se sono usati metodi statistici questi devono essere adeguati alla tipologia del risultato.

Per dati qualitativi la tecnica adeguata consiste nel confrontare il risultato del partecipante con il valore assegnato. Se sono identici la prestazione è accettabile. Se non sono identici è necessario un approfondimento. In alcuni casi l'organizzatore può rivedere i risultati e stabilire che il materiale di prova era inadeguato per una valutazione o che il valore assegnato non era corretto.