

L'espressione e l'interpretazione del dato associato all'incertezza di misura nel controllo della produzione alimentare

Le disposizioni in materia di sicurezza
alimentare applicate ai laboratori accreditati



Roma

15-16 novembre 2011



Dott. Stefano De Martin
Responsabile Struttura "Promozione e Controllo Qualità"

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI



RAPPORTO DI PROVA

- la norma di riferimento ne disciplina in maniera dettagliata la sua struttura ed il suo contenuto;
- Il laboratorio dovrebbe disciplinare tutte le fasi (redazione, verifica, approvazione emissione ed archiviazione) in una procedura gestionale

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI



RAPPORTO DI PROVA

.... I risultati di ogni prova, taratura, o serie di prove o di tarature effettuate dal laboratorio, devono essere registrati in modo accurato, chiaro, non ambiguo ed oggettivo e in conformità alle istruzioni particolari date nei metodi di prova e di taratura ...

I risultati devono essere generalmente registrati in un rapporto di prova o in un certificato di taratura, devono comprendere tutte le informazioni richieste dal cliente necessarie alla interpretazione dei risultati di prova o di taratura e tutte le informazioni richieste dal metodo utilizzato.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (redazione R.d.P/1)



RAPPORTO DI PROVA

- Il titolo;
- Il nome e l'indirizzo del laboratorio ed il luogo dove le prove e/o le tarature sono state eseguite, se differente dall'indirizzo del laboratorio;
- Una identificazione univoca del R.d.P. o del certificato di taratura (come numero di serie) e una identificazione su ogni pagina al fine di garantire che la pagina riconosciuta come parte del rapporto di prova o del certificato di taratura, ed una chiara identificazione della fine del R.d.P. o del certificato di taratura
- Il nome e l'indirizzo del cliente;
- L'identificazione del metodo utilizzato;
- Una descrizione, unitamente alla relativa condizione, e l'identificazione non ambigua dello/degli oggetto/i sottoposto/i a prova o taratura;
- La data di ricevimento dello/degli oggetto/i sottoposto/i a prova o taratura quando questa è critica per la validità e l'applicazione dei risultati, e la/e data/e di esecuzione della prova o della taratura;
- Il riferimento a piani e procedura di campionamento utilizzati dal laboratorio o da altri organismi quando questi influiscono sulla validità o sull'applicazione dei risultati;
- I risultati di prova o di taratura, con le unità di misura, quando appropriato;
- Il/i nome/i, la/e funzione/i e la/e firma/e o identificazione equivalente della/e persona/e che autorizza/autorizzano l'emissione del R.d.P. o del certificato di taratura;
- Quando pertinente, una dichiarazione attestante che i risultati si riferiscono solo agli oggetti sottoposti a prova o a taratura.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI *(redazione R.d.P/2)*



RAPPORTO DI PROVA

- *scostamenti, aggiunte o esclusioni rispetto al metodo di prova e informazioni su specifiche condizioni di prova, come le condizioni ambientali;*
- *Quando pertinente una dichiarazione circa la conformità/non conformità ai requisiti e/o alle specifiche*
- *Quando appropriato e necessario, pareri ed interpretazioni (vedi punto 5.10.5)*
- *Informazioni aggiuntive che possono essere richieste da metodi specifici, da clienti o da gruppo di clienti*

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI

(verifica, approvazione ed emissione
R.d.P)



Devono essere definite in un documento di sistema le responsabilità per:

- Verifica del documento di prova
- Approvazione del documento
- Emissione del documento

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (pareri ed interpretazioni R.d.P)



RAPPORTO
DI PROVA

Qualora siano incluse delle opinioni e delle interpretazioni, il laboratorio deve documentare la base su cui tali opinioni ed interpretazioni sono state formulate. I pareri e le interpretazioni devono essere chiaramente evidenziate come tali, nel R.d.P.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (incertezza di misura)



Quando applicabile, una dichiarazione circa l'incertezza di misura stimata; informazioni circa l'incertezza di misura sono necessarie nel R.d.P. quando ciò influisce sulla validità o sull'applicazione dei risultati di prova, quando le istruzioni del cliente lo richiedono, o quando l'incertezza ha influenza sulla conformità ed un limite specificato.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (modifiche ai R.d.P)



**RAPPORTO
DI PROVA**

Modifiche importanti ai rapporti di prova ed ai certificati di taratura dopo l'emissione, devono essere eseguite soltanto attraverso l'emissione di un ulteriore documento, o trasferimento dati, che comprenda la dichiarazione: "supplemento al rapporto di prova o al certificato di taratura", numero di serie ... (o altre indicazioni), o mediante frase equivalente.

Tali modifiche devono soddisfare tutti i requisiti della presente norma internazionale. Qualora sia necessario emettere un nuovo R.d.P. o certificato di taratura, questo deve essere identificato in modo univoco e deve contenere i riferimenti a quello originale che sostituisce.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (casi particolari)



RAPPORTO DI PROVA

- Talvolta richieste dal cliente (dichiarazioni di conformità ad un normativa di settore particolare o commerciabilità, disciplinari, ecc.)
- Richieste dalla normativa nazionale o internazionale (regolamenti comunitari, leggi italiane, ecc.)

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (richiesta da normative)

Regolamenti che riportano particolari prescrizioni sulla
presentazione dei risultati

- Reg. CE 401/2006 (tossine vegetali);
- Reg. CE 333/2007 (Pb, Cd, Hg, Sn inorg. 3-MCPD
Benzo(a)pirene;
- Reg. CE 1882/2006 (nitrati)
- Reg. CE 1883/2006 (diossine e PCB)
- Reg. CE 836/2011 (metalli diossine e PCB)

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (richiesta da normative)

Reg. CE 401/2006

4.4. Stima dell'incertezza della misura, calcolo del tasso di recupero ed espressione dei risultati [1]

Il risultato analitico viene riportato in forma corretta o meno per il recupero. Devono essere indicati il modo in cui è stato espresso il risultato analitico e il livello di recupero. Il risultato analitico corretto per il recupero è utilizzato per verificare la conformità.

Il risultato analitico deve essere riportato come $x \pm U$, dove x è il risultato analitico e U l'incertezza di misura estesa.

U è l'incertezza di misura estesa, calcolata utilizzando un fattore di copertura 2 corrispondente ad un livello di fiducia del 95 % circa.

Per gli alimenti di origine animale è possibile tenere conto dell'incertezza di misura anche stabilendo il limite di decisione (CC α) conformemente della [decisione 2002/657/CE](#) della Commissione [2] (punto 3.1.2.5 dell'allegato - caso di sostanze per le quali è stabilito un limite consentito).

.....

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (richiesta da normative)

Reg. CE 333/2007

C.1. NORME DI QUALITÀ APPLICABILI AI LABORATORI

I laboratori devono essere conformi al disposto dell'articolo 12 del regolamento (CE) n. 882/2004.

I laboratori devono partecipare a programmi di verifica della competenza conformi all'International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories (1) elaborato sotto l'egida dell'IUPAC/ISO/AOAC.

I laboratori devono poter dimostrare l'applicazione di procedure di controllo interno della qualità. Esempi di tali procedure sono citati nel documento ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories (2).

Se possibile, va effettuata una stima dell'accuratezza e precisione dell'analisi includendo nella stessa adeguati materiali di riferimento certificati.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (richiesta da normative)

Reg. CE 333/2007

D.1. PRESENTAZIONE

D.1.1. Espressione dei risultati

I risultati devono essere espressi nelle stesse unità e con lo stesso numero di cifre significative previsti per i tenori massimi di cui al [regolamento \(CE\) n. 1881/2006](#).

D.1.2. Calcoli del recupero

Se il metodo analitico prevede una fase di estrazione, occorre correggere il risultato analitico per il fattore di recupero. In questo caso deve essere segnalato il tasso di recupero.

Se il metodo analitico non prevede una fase di estrazione (ad esempio nel caso dei metalli), il risultato può essere presentato non corretto per il recupero purché si dimostri, preferibilmente mediante adeguati materiali di riferimento certificati, il raggiungimento della concentrazione certificata tenendo conto dell'incertezza di misura (ovvero accuratezza di misura elevata). Va indicato il fatto che il risultato è presentato non corretto per il recupero.

D.1.3. Incertezza di misura

Il risultato analitico va presentato nella forma « $x \pm U$ », dove x è il risultato dell'analisi e U l'incertezza di misura estesa, calcolata in base a un fattore di copertura 2, che determina un livello di confidenza del 95 % circa ($U = 2u$).

.....

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (richiesta da procedure tecniche)

RT-08 rev. 1 Accredia

Nel caso di laboratori che effettuano determinazioni di residui/tracce, quando la procedura analitica prevede concentrazione/purificazione degli analiti, deve essere anche indicato il recupero e se questo sia stato utilizzato nei calcoli (si rammenta che alcune disposizioni cogenti richiedono la correzione per il recupero dei risultati e pertanto si raccomanda di applicare le prescrizioni stabilite da disposizioni cogenti in vigore)

..... Qualora ai fini della determinazione quantitativa si utilizzi uno standard interno, l'indicazione del recupero può essere omessa.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (esempi)

ANALITA	MATRICE	INDICAZIONE DEL RECUPERO	INDICAZIONE DELL'INCERTEZZA sempre
Aflatossine (tossine)	arachidi	SI Reg. 401/2006	SI Reg. 401/2006
Metalli (Cd, Pb, Hg, Sn)	alimenti	SI/No Reg. 333/2007 Si Rt-08	SI Reg. 333/2007
Fitosanitari	alimenti	SI Rt-08	No
Nitrati	Alcuni alimenti	SI Reg. 1882/2006	SI Reg. 1882/2006
Erbicidi, fitosanitari	acque	SI Rt-08	No
Diossine PCB	Alcuni alimenti	SI Reg. 1883/2006	SI Reg. 1883/2006

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (interpretazione dei risultati)

Dal reg. 333/2007

Accettazione di una partita/sottopartita

La partita o la sottopartita è accettata se il risultato dell'analisi sul campione di laboratorio non supera il relativo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 1881/2006, tenuto conto dell'incertezza di misura estesa e della correzione del risultato per il recupero qualora il metodo analitico utilizzato abbia comportato una fase di estrazione.

D.2.2. Rifiuto di una partita/sottopartita

La partita o la sottopartita è rifiutata se il risultato dell'analisi sul campione di laboratorio supera oltre ogni ragionevole dubbio il relativo tenore massimo stabilito dal regolamento (CE) n. 1881/2006, tenuto conto dell'incertezza di misura estesa e della correzione del risultato per il recupero nel caso in cui il metodo analitico utilizzato abbia comportato una fase di estrazione.

PRESENTAZIONE DEI RISULTATI (interpretazione dei risultati) II

- **ISO 10576-1:2003 – Statistical methods – Guidelines for the evaluation of conformity with specified requirements – part 1 :general principles;**
- **ILAC-G8:03/2009 – Guidelines on the reporting of Compliance with Specification Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and provisions of EU food and feed legislation, with particular reference to community legislation concerning – 2004;**
- **Manuali e linee guida ISPRA 52/2009: L'analisi di conformità con i valori di legge: il ruolo dell'incertezza associata a risultati di misura**

DISTRIBUZIONE NORMALE

FUNZIONE D'ERRORE

