



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Da Eurachem e Nordtest linee guida per la terminologia e il controllo di qualità interno

Michela Segà

Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica - INRiM

Marina Patriarca

Istituto Superiore di Sanità - ISS





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



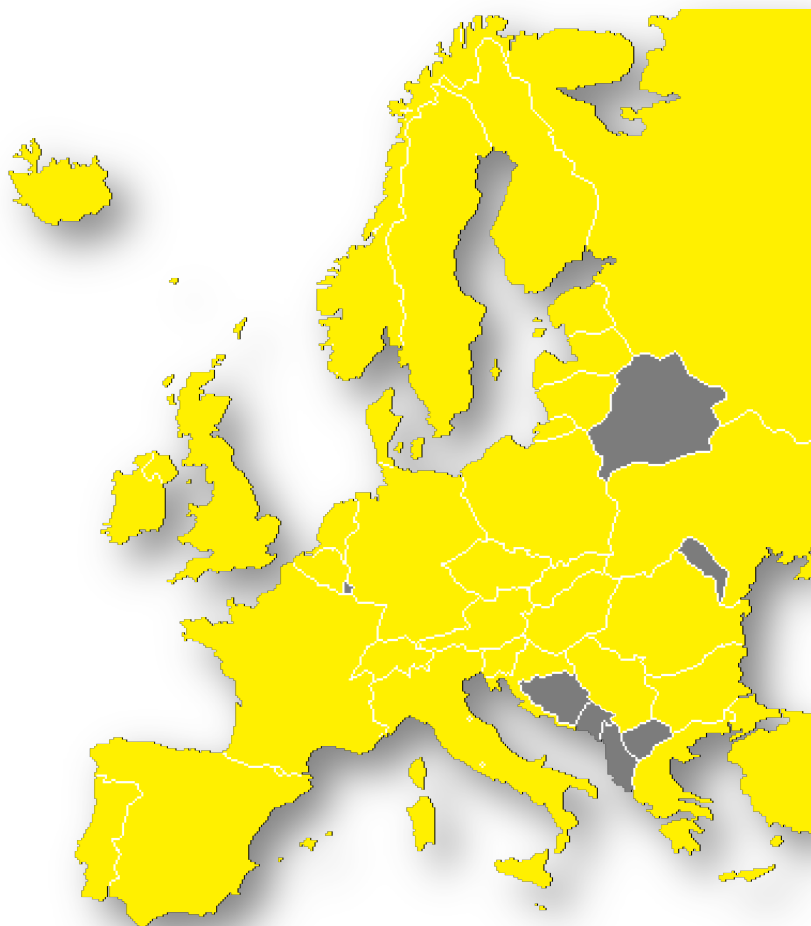
- una rete di organizzazioni in Europa che condividono l'obiettivo di:
 - realizzare un sistema per la riferibilità internazionale in chimica
 - promuovere la qualità e diffondere buone pratiche per le misurazioni analitiche.
- Un forum per:
 - la discussione di problematiche comuni o emergenti
 - lo sviluppo di un approccio informato e considerato alle questioni tecniche rilevanti nella definizione di politiche comuni, focalizzato sugli aspetti della qualità nelle misurazioni analitiche in Europa.

www.eurachem.org



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



- Organizzazioni di 34 paesi





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



- **Gruppi di lavoro**
 - Linee guida
 - Fogli informativi
 - Workshop

- **Attività nazionali**
 - esperti nei gruppi di lavoro
 - diffusione di linee guida e fogli informativi
 - workshop / corsi di formazione
 - reti nazionali di laboratori

Eurachem Guides

https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides

App Istituto Superiore di ... Portale applicazioni

Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Home > Publications > Eurachem Guides

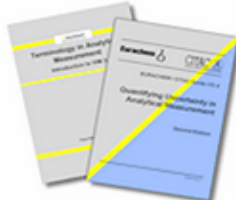
Search ...

Eurachem Guides

Eurachem has published a range of guides on quality and accreditation issues in analytical measurement.

Eurachem guides are developed by the various working groups, often in collaboration with other organisations. Eurachem Members are free to translate guides into their own language, so many guides are available in several languages.

All Guides are currently available free of charge from the Eurachem Website. Many are additionally available in hard copy, either from the Secretariat or from other publishers.



Quick Links

Frequently requested

- > Eurachem Guides
- > Eurachem Publications
- > Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd Edition (2012)
- > Terminology in Analytical Measurement: Introduction to VIM 3
- > Eurachem working groups

Recent updates

- > The Fitness for Purpose of Analytical Methods (2014)
- > Revised Eurachem Method Validation Guide released
- > Eurachem Guides
- > The Fitness for Purpose of Analytical Methods (1998)
- > PT leaflet now available in two further languages
- > How can PT help my laboratory?

Current Eurachem Guides

The current list of Eurachem Guides is as follows:

- > [Terminology in Analytical Measurement: Introduction to VIM 3 \(2011\)](#)
- > [Traceability in Chemical Measurement \(2003\)](#)
- > [The Selection and use of Reference Materials \(2002\)](#)
- > [Guide to Quality in Analytical Chemistry: An Aid to Accreditation \(2002\)](#)
- > [Accreditation for Microbiological Laboratories \(2013\)](#)
- > [Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing \(PT\) Schemes by Laboratories \(2011\)](#)
- > [Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd Edition \(2012\)](#)
- > [Measurement uncertainty arising from sampling \(2007\)](#)
- > [Use of uncertainty information in compliance assessment \(2007\)](#)
- > [The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics \(2014\) **NEW EDITION**](#)
- > [Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurements \(1998\)](#)
- > [Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis \(1998\) | translations available](#)

Superseded Guides

Some Eurachem Guides have been superseded by the current editions listed above. Available electronic copies are listed in the

User Name
Password
Remember Me

Forgot your password?
Forgot your username?

15:30
23/10/2014

Method Validation x

https://www.eurachem.org/index.php/publications/guides/mv

App Istituto Superiore di ... Portale applicazioni

Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

Home > Publications > Eurachem Guides > Method Validation


Search ...

The Fitness for Purpose of Analytical Methods (2014)

Full title

The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics: Second edition (2014)

Introduction



This guide was first issued in 1998, and has over the years been one of the most popular of the Eurachem guides. Since the release of the first edition, however, there have been many changes in terminology, working practices, reference documents and requirements. This second edition, produced by the Eurachem Method Validation Working Group, forms a thorough revision of the 1998 edition.

This second edition accommodates the main changes in international standards and practice. The new edition also includes notes on some aspects of validation that are specific to qualitative test methods.

Contents

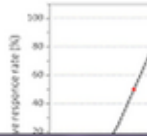
This second edition includes guidance on:

- > The concept of method validation;
- > The background and rationale for method validation;
- > How a method validation study should be performed and how much should be done (validation/verification);
- > A thorough explanation of the various validation parameters (performance characteristics);
- > Follow-up on the validation study (reporting, use of performance data in Internal Quality Control);
- > Documentation of analytical methods.

Appendices also describe the statistical basis of detection limits and analysis of variance for precision studies, and also on qualitative analysis.

In preparing this guidance, the Working Group has aimed at the right balance between giving a solid theoretical background for method validation studies and providing practical guidelines on how to plan, perform and evaluate such studies in the laboratories.

The approach is generic in the sense that the Guide does not focus on particular fields of




Quick Links

Frequently requested

- > Eurachem Guides
- > Eurachem Publications
- > Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 3rd Edition (2012)
- > Terminology in Analytical Measurement: Introduction to VIM 3
- > Eurachem working groups

Recent updates

- > The Fitness for Purpose of Analytical Methods (2014)



The Fitness for Purpose of Analytical Methods

A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics

Second Edition 2014

Home

About Eurachem

Working groups

Publications

- Eurachem Guides
- Information Leaflets
- Reading list
- Publication Archive

Task Views

Events

News

Contact Eurachem

Web links

User Name

Password

Remember Me

[Forgot your password?](#)
[Forgot your username?](#)

Important information to our customers concerning the quality of measurements

1 Do you use results of chemical analyses as a basis for your decisions and judgements?

2000



2 Nobody is



Eurachem



A FOCUS FOR ANALYTICAL CHEMISTRY IN EUROPE

CITAC



Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

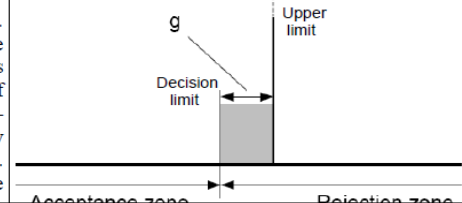
2009

Use of uncertainty information in compliance assessment

In this leaflet we present the Eurachem/CITAC guide on how to assess compliance with a specification or a regulation

Introduction

Results are used to assess compliance i.e. whether specifications or regulations are measured uncertainty of the test results taken into account. Assessment of for cases *I* and *IV* in Figure 1 is clear – measurement results including the uncertainty clearly below or above the limit value. and *III* the decision is not clear since the



Eurachem



A FOCUS FOR ANALYTICAL CHEMISTRY IN EUROPE

CITAC



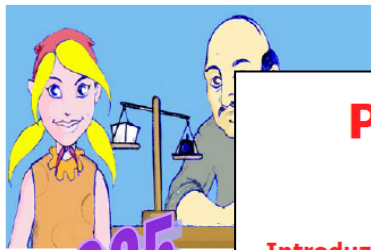
Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry

Metrological Traceability of Analytical Results

In order for results to be comparable we need traceability. In this leaflet we would like to point out to analytical laboratories what traceability and how a lab can demonstrate traceability of its results using an example of a mercury determination.

The references

Ideally the references should be values of international standards expressed in SI units.



Ab... ty in

2005

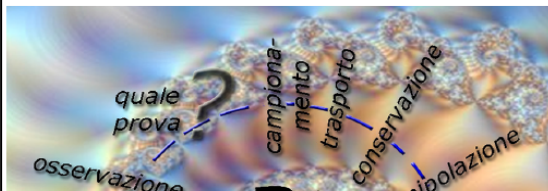
Proficiency Testing (Prove valutative) ed altri confronti interlaboratorio

Prove valutative per le fasi pre- e post-analitiche

Introduzione

Di solito le analisi chimiche di routine comprendono parecchie fasi, ad es. la scelta del campione, il campionamento, la preparazione del campione, la misurazione, il calcolo del risultato, la stima dell'incertezza di misura e l'emissione di un rapporto di prova per il cliente. Il risultato fornisce la base per decisioni ed azioni importanti. Le fasi che precedono e seguono la misurazione vengono spesso definite fasi "pre- e post-analitiche". Vi sono molte fonti di incertezza associate con queste fasi, alcune delle quali possono porre limiti oggettivi al grado di qualità complessiva del risultato.

I programmi di proficiency testing (PT) e di valutazione esterna della qualità (VEQ) rappresentano dei mezzi obiettivi per valutare la qualità delle analisi di routine. Tuttavia, quando, nelle fasi che precedono o seguono la misurazione, esistono procedure specifiche che si applicano ai campioni di prova, ma



laboratorio

...orio si intende... utazione di prove... e di due o più... abilitate. Confronti... ocoli operativi e... ngono organizzati... o un confronto... ertificazione, le... o utilizzate per... nento. Negli studi... llaborativi) s. l'esattezza e la... nfronti-chiave... e a livello mondiale... ella massima

2005





In che modo la partecipazione a prove valutative può essere utile al mio laboratorio?

Introduzione

La partecipazione a prove valutative (*Proficiency testing*, PT) può riguardare prove di tipo quantitativo, qualitativo o interpretativo, tuttavia in questo contesto vengono trattati solo i PT per prove quantitative. La partecipazione a PT è una parte essenziale dell'assicurazione della qualità nei laboratori di analisi ai quali fornisce molti vantaggi. Nei PT l'organizzatore valuta le prestazioni dei partecipanti in base a criteri definiti *a priori* nella fase di progettazione dello schema di PT.

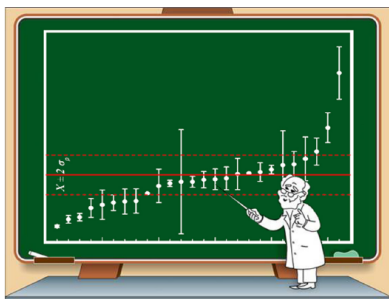
Valutazione della prestazione

La maggior parte degli schemi di PT prevede una forma di punteggio, come lo "z-score" o altri punteggi simili¹⁾, e criteri di valutazione corrispondenti. Vengono stabiliti il valore assegnato, X , e lo scarto tipo per la valutazione delle prestazioni; questi valori sono utilizzati per calcolare il punteggio ottenuto dal risultato del laboratorio, x , ad esempio lo z-score con la formula $z = (x - X) / \sigma_p$.

La valutazione degli z-score si basa sui criteri seguenti:

- $|z\text{-score}| \leq 2,0$ è ritenuto soddisfacente;
- $2,0 < |z\text{-score}| < 3,0$ suggerisce un possibile problema ("segnale di allarme");
- $|z\text{-score}| \geq 3,0$ è ritenuto non soddisfacente ("segnale di azione").

Questa valutazione si basa sull'assunto che i risultati analitici seguano una distribuzione statistica normale e quindi cadano entro l'intervallo pari a \pm due volte lo scarto tipo con una probabilità del 95,4% ed entro l'intervallo pari a \pm tre volte lo scarto tipo con una probabilità del 99,7%.



Gli organizzatori di PT hanno diverse opzioni per determinare il σ_p , quali la prestazione analitica prescritta/ritenuta desiderabile o la distribuzione dei dati osservata. Il σ_p utilizzato dall'organizzatore del PT potrebbe non essere appropriato per tutti i laboratori. Per giustificati motivi, i partecipanti potrebbero quindi calcolare il proprio z-score utilizzando un valore di σ_p alternativo, che sia idoneo per il loro scopo.

Azioni correttive

Punteggi non soddisfacenti ("segnali di azione") indicano possibili problemi nelle analisi eseguite. Il laboratorio deve effettuare delle verifiche (per esempio, di errori di trascrizione/di calcolo, dell'esattezza e della precisione) e, ove necessario, gestire il problema con appropriate azioni correttive. Se il laboratorio non mette in atto azioni correttive a fronte di un punteggio non soddisfacente, la sua partecipazione a PT fornirà benefici molto limitati.



¹⁾ Per altri tipi di punteggi si veda la norma ISO 13528

Valutazione dei risultati nel tempo

In aggiunta al controllo di qualità interno, la partecipazione continuativa a prove valutative consente ai laboratori di tenere sotto controllo le proprie prestazioni nel tempo e di identificare eventuali distribuzioni anomale dei risultati (andamenti) prima che questi diano luogo a problemi. I punteggi ottenuti in esercizi di PT successivi possono essere riportati in una carta di controllo.

Confronto tra metodi di prova

Qualora nello schema di PT sia richiesto ai partecipanti di indicare i dettagli del metodo di prova utilizzato, le informazioni contenute nel rapporto sul PT possono consentire ai partecipanti di confrontare le prestazioni del proprio metodo con quelle degli altri metodi usati.

Utilizzo dei dati dei PT per la stima dello scostamento

Lo scostamento di un metodo di prova dovrebbe essere determinato utilizzando materiali di riferimento certificati (MRC) o per confronto con un metodo di riferimento. Tuttavia, questi potrebbero non essere disponibili per tutte le matrici, gli analiti e i livelli di concentrazione necessari, oppure i MRC potrebbero non essere pienamente rappresentativi dei campioni di prova reali. La partecipazione ai PT fornisce l'opportunità di verificare lo scostamento tenendo conto degli effetti dovuti a variazioni della matrice e della concentrazione, a patto che il PT fornisca una stima affidabile del "valore vero". La partecipazione a parecchi esercizi di PT fornisce anche informazioni sulla variabilità dello scostamento dei risultati dal valore di riferimento e il laboratorio può usare questa informazione come uno dei contributi nella stima della propria incertezza di misura.

Utilizzo dei PT per verificare la stima dell'incertezza di misura

Lo ζ (zeta)-score può essere utile per verificare la plausibilità della stima dell'incertezza di misura da parte del laboratorio. Si calcola come segue:

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

dove x è il risultato del laboratorio, X è il valore assegnato e u_x e u_x sono le rispettive incertezze tipo.

I criteri per la valutazione dei risultati del laboratorio come soddisfacenti, discutibili o insoddisfacenti sono gli stessi utilizzati per gli z-score. L'incertezza riportata da un laboratorio per il proprio risultato di misura è

una stima dell'accuratezza che il laboratorio dichiara di poter raggiungere. Se gli ζ -score cadono al di fuori dell'intervallo di accettabilità, ciò dimostra che il laboratorio non è in grado di soddisfare i suoi stessi requisiti, in altri termini, l'incertezza di misura è sottostimata.

Inoltre, ci si deve aspettare che l'incertezza tipo del risultato fornito da un laboratorio sia minore della riproducibilità osservata nel PT, tuttavia, se l'incertezza di misura dichiarata dal laboratorio è molto minore della riproducibilità, è consigliabile che il laboratorio riesamini la propria stima dell'incertezza.

Dimostrazione della competenza

Risultati soddisfacenti nella partecipazione a PT ($|z\text{-score}| \leq 2,0$) sono generalmente considerati una dimostrazione della competenza del laboratorio nei confronti di clienti, enti di accreditamento e autorità di controllo. I PT possono anche fornire al laboratorio un valido supporto per la formazione, ad esempio fornendo evidenza del successo dell'addestramento del personale o della necessità di ulteriore formazione.

More information / Further reading

EURACHEM (2011): Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories
Gli enti di accreditamento nazionali, il consorzio "EPTIS" o altre organizzazioni internazionali quali Eurachem, Eurolab e EQALM possono fornire informazioni sui fornitori e sui PT disponibili.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Terminologia



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



E' un villaggio globale...



La comparabilità dei risultati di misura è fondamentale!



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Necessità di un linguaggio comune!



NORMA
EUROPEA

Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura

UNI CEI EN
ISO/IEC 17025

SETTEMBRE 2005

Versione bilingue
del marzo 2006

Corretta il
19 ottobre 2007

General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

La norma specifica i requisiti generali per la competenza dei laboratori ad effettuare prove e/o tarature, incluso il campionamento. Essa copre le prove e tarature eseguite utilizzando metodi normalizzati, metodi non-normalizzati e metodi sviluppati dai laboratori.

2

RIFERIMENTI NORMATIVI

I documenti richiamati di seguito sono indispensabili per l'applicazione del presente documento. Per quanto riguarda i riferimenti datati, si applica esclusivamente l'edizione citata. Per i riferimenti non datati vale l'ultima edizione del documento a cui si fa riferimento (compresi gli aggiornamenti).

ISO/IEC 17000 Conformity assessment - Vocabulary and general principles

VIM, International vocabulary of basic and general terms in metrology, issued by BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML

Nota Altre norme, guide e documenti pertinenti, relativi agli argomenti trattati nella presente norma internazionale, sono riportati nella bibliografia.



Perchè una guida al VIM?

- In molte norme il VIM è indicato tra i documenti normativi, ovvero i documenti che sono parte integrante della norma stessa
- Il VIM è un documento trasversale – applicabile a qualsiasi tipo di misurazione

Tuttavia....

- Spesso, in settori diversi, gli analisti utilizzano termini diversi per lo stesso concetto; ciò può creare confusione negli scambi interdisciplinari
- L'ambiguità nella terminologia è un problema anche per i traduttori e può diventare un ostacolo indiretto per il commercio



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



La Guida TAM

EURACHEM, attraverso il Gruppo di lavoro Education and Training, ha prodotto un nuovo documento che incoraggia ed aiuta gli analisti nell'uso dei termini del VIM.

La traduzione italiana della TAM, curata da INRiM, ISPRA e ISS sui siti web di ISS e INRiM

The image shows the cover of a report titled "Rapporti ISTISAN 13/41". At the top center is the logo of the Istituto Superiore di Sanità (ISS), which consists of a caduceus symbol surrounded by the text "ISTITUTO SUPERIORE DI SANITÀ". Below the logo, the title "Rapporti" is written in a large, bold, blue font, with "ISTISAN" in a smaller, blue font underneath. To the right of the title, the issue number "13/41" is printed. The cover features a collage of three images: a large image on the left showing a group of people in a meeting with a sign that says "Formazione e informazione"; a smaller image in the middle showing a laboratory setting; and a small image at the bottom right showing a close-up of laboratory equipment. Below the middle image, the text "Guida Eurachem Terminologia per le misurazioni analitiche - Introduzione al VIM 3" is printed. Below the bottom right image, the ISSN number "ISSN 1123-3117" is printed. At the bottom right, the text "Traduzione italiana a cura di M. Belli, M. Patriarca e M. Segà" is printed. A large, vertical watermark "www.iss.it" is visible on the right side of the cover.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Alcuni esempi.....



Proprietà...

Grandezza (VIM 1.1)

proprietà di un fenomeno, corpo, o sostanza, che può essere espressa quantitativamente mediante un numero e un riferimento (VIM 1.1)

“qualunque proprietà che abbia una dimensione (ampiezza) che possa essere valutata mediante la misurazione.” (TAM)

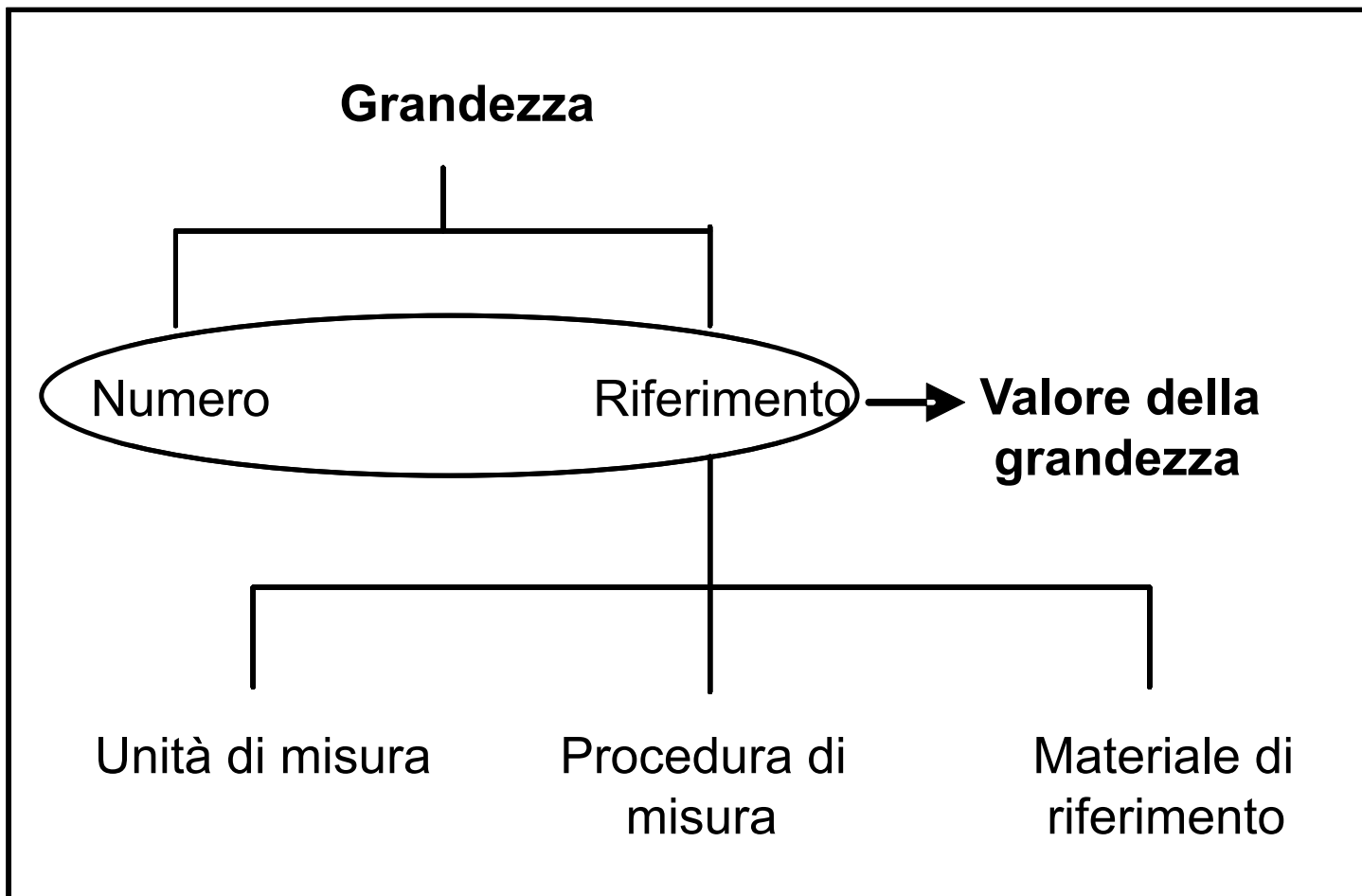
Proprietà classificatoria, proprietà qualitativa (VIM 1.3)

proprietà di un fenomeno, corpo o sostanza, alla quale non è possibile associare un'espressione quantitativa (VIM 1.30)

“il colore in un saggio chimico (ad es. un test di gravidanza) sequenze molecolari (ad es. di aminoacidi in un polipeptide, di nucleotidi in un frammento di DNA).” (TAM)



1.1 Grandezza





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Risultato di misura

insieme di **valori** attribuiti a un **misurando** congiuntamente a ogni altra informazione pertinente disponibile (VIM 2.9)

“Il **risultato di misura** è il prodotto di qualsiasi attività di **misurazione** ed è ciò che è riportato all’utente finale, sia esso un organismo di controllo, un ente di accreditamento o un cliente privato.

Un **risultato di misura** è generalmente espresso come un singolo **valore misurato della grandezza** e un’**incertezza di misura**. Ciò può essere interpretato come un “insieme di **valori della grandezza**”, che significa che ogni valore, nell’intervallo definito dall’**incertezza di misura**, è un valore possibile per il **misurando**.” (TAM)



Riferibilità metrologica

proprietà di un **risultato di misura** per cui esso è posto in relazione a un riferimento attraverso una documentata catena ininterrotta di **tarature**, ciascuna delle quali contribuisce all'**incertezza di misura** (VIM 2.41)

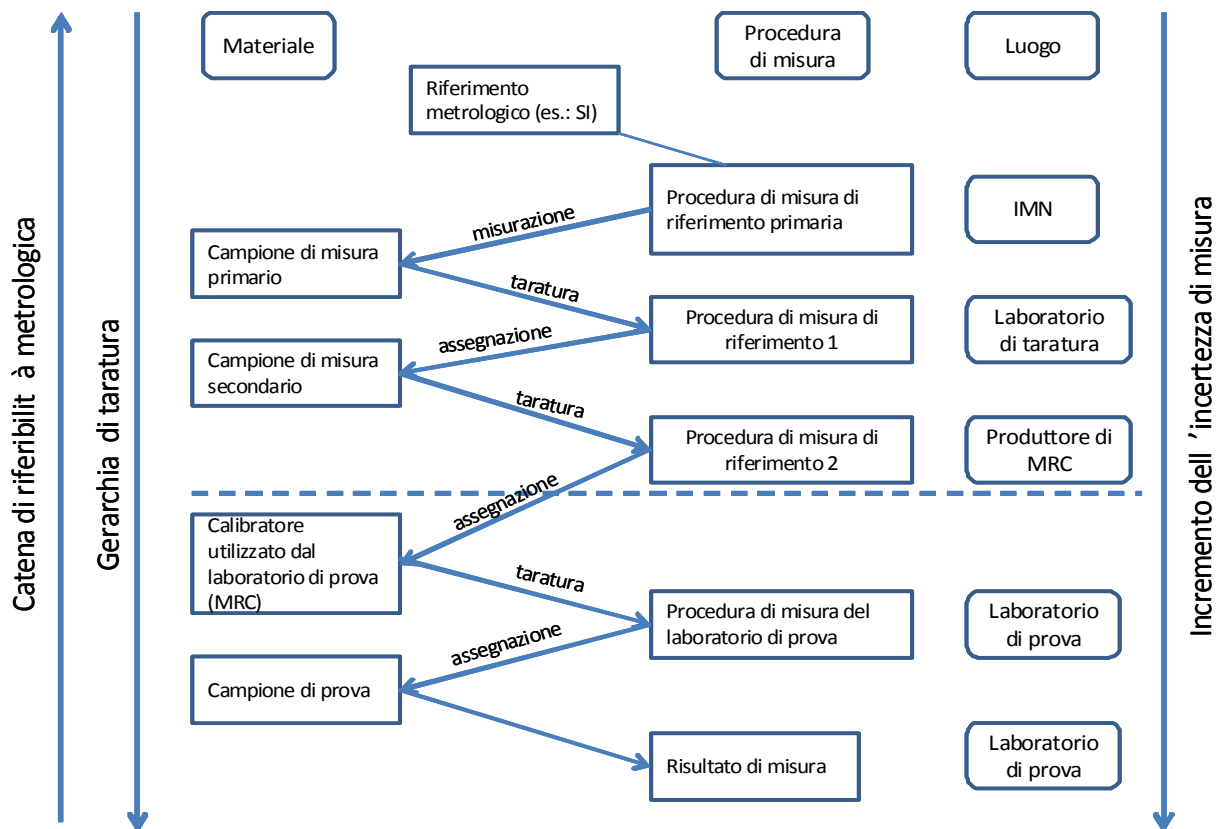
“In accordo al VIM 3 esistono tre tipologie di riferimento:

- Una **unità di misura**
- Una **procedura di misura**
- Un **campione di misura**.

La “catena ininterrotta di tarature” è una **catena di riferibilità** (VIM 2.42).”
(TAM)



Esempio di catena di riferibilità





Taratura (VIM 2.39)

Operazione eseguita in condizioni specificate, che in una prima fase stabilisce una relazione tra i valori di una grandezza, con le rispettive incertezze di misura, forniti da campioni di misura, e le corrispondenti indicazioni, comprensive delle incertezze di misura associate, e in una seconda fase usa queste informazioni per stabilire una relazione che consente di ottenere un risultato di misura a partire da un'indicazione

Nota nazionale - Il termine “calibrazione” non dovrebbe essere usato per designare la taratura.



Taratura (VIM 2.39)

NOTA 1 — L'esito di una **taratura** può essere espresso mediante una dichiarazione, una funzione di **taratura**, un **diagramma di taratura**, una **curva di taratura**, o una tabella di **taratura**. In alcuni casi può consistere in un semplice fattore additivo o moltiplicativo, utilizzabile per la **correzione**, accompagnato **dall'incertezza di misura** associata.

NOTA 2 — La **taratura** non dovrebbe essere confusa con la **regolazione di un sistema di misura**, che in alcuni settori è spesso chiamata erroneamente “**auto-taratura**”, e neppure con la **verifica** dello stato di **taratura**.

...



La taratura in chimica

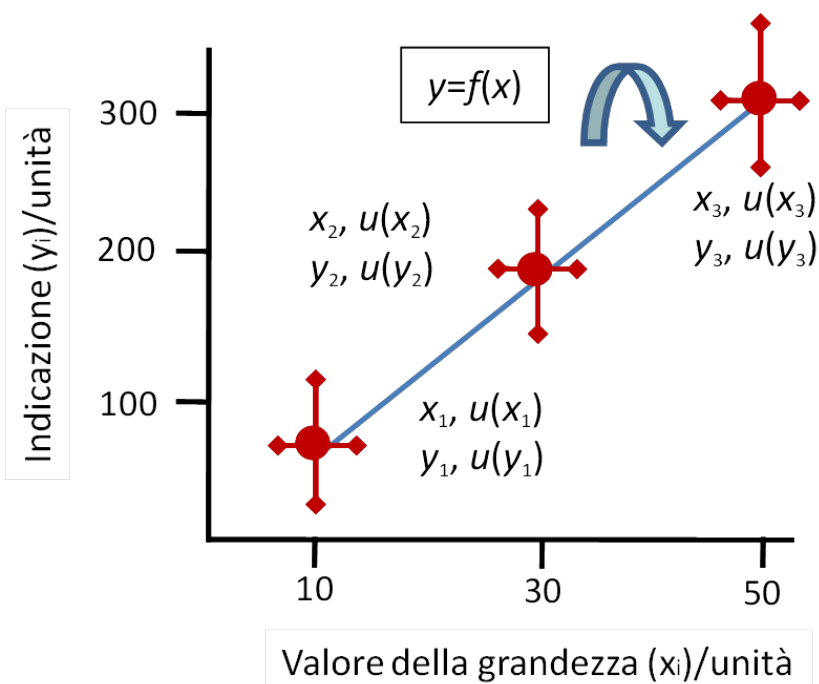
“Il concetto di **taratura** nell’analisi chimica è spesso associato alla taratura di uno **strumento di misura** o di un **sistema di misura**. Caratteristiche tipiche di queste apparecchiature sono:

- componenti cromatografiche e/o spettrometriche;
- necessità di **tarature** frequenti (giornaliere, settimanali, mensili);
- l’**indicazione**, ossia il segnale che deriva dallo strumento o sistema, corrisponde ad una **grandezza** diversa da quella che si intende misurare, cioè una carica o potenziale elettrico, piuttosto che la concentrazione in quantità di sostanza o la frazione in massa.” TAM

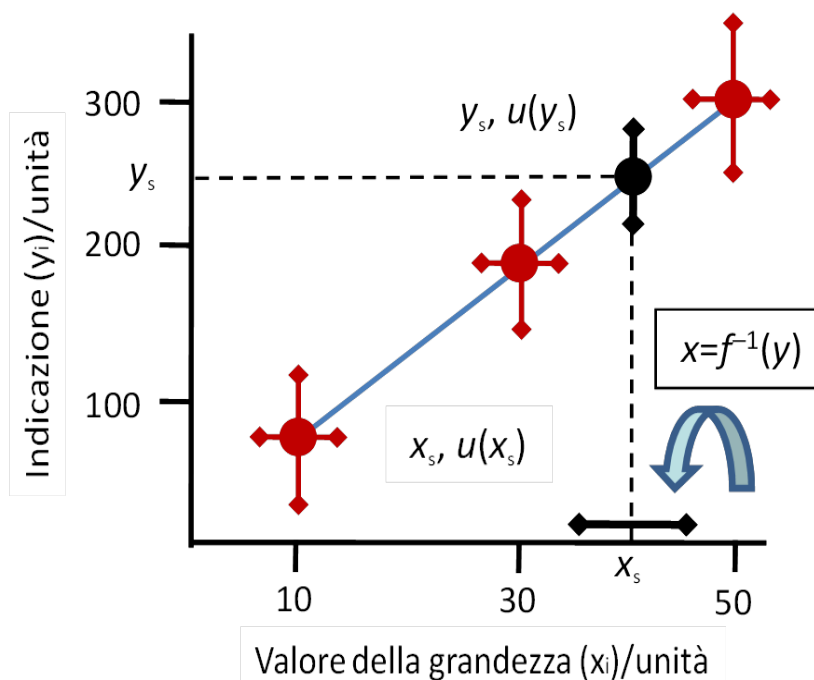


La taratura in pratica (TAM)

Prima fase



Seconda fase





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



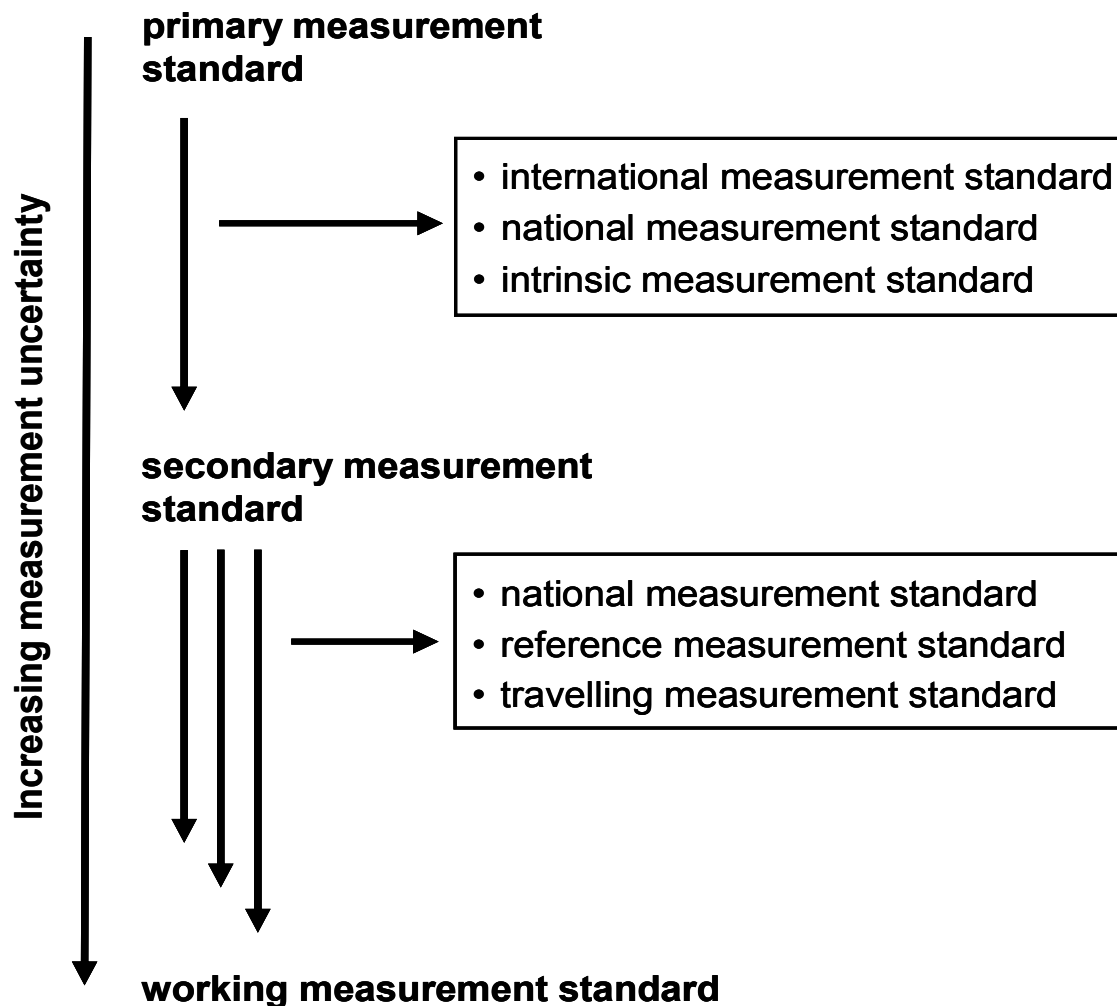
Campione di misura (VIM 5.1).

realizzazione della definizione di una grandezza, con un valore stabilito e con un'incertezza di misura associata, impiegata come riferimento.

Nota nazionale – In lingua italiana il termine “campione” ha più significati, e in particolare traduce anche il termine della lingua inglese “*sample*”. Per riferirsi al concetto di campione di misura tale termine dovrebbe dunque essere utilizzato sempre con una specificazione, come in “campione di massa”.



Gerarchia dei campioni di misura





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Campione di misura intrinseco

Campione di misura basato su una proprietà inerente e riproducibile di un fenomeno o di una sostanza

- Ha un valore assegnato per consenso / convenzione che non deve essere stabilito per confronto con un altro campione di misura
- L'incertezza di misura associata al valore di un campione intrinseco tiene conto dell'incertezza associata al valore di consenso e dell'incertezza associata con la sua realizzazione
- Di solito consiste di un sistema prodotto in accordo ad una procedura concordata e soggetta a verifica periodica
- Devono essere realizzati con adeguata cura e non sono automaticamente esenti da influenze interne o esterne



Realizzazione del punto a 0 °C (punto triplo dell'acqua)

Bagno riempito con:

- ghiaccio puro, finemente tritato, prodotto da acqua distillata
- acqua distillata fino a 10 - 20 mm sotto il livello del ghiaccio.

La miscela acqua/ghiaccio deve essere compattata per eliminare le bolle d'aria prima delle misurazioni e, di quando in quando, durante le misurazioni

Il termometro di cui si vuole rilevare la temperatura deve essere circondato da uno strato di miscela di spessore non inferiore a 30 mm.



Materiale di riferimento (RM)

materiale sufficientemente omogeneo e stabile rispetto a proprietà specificate, che si è stabilito essere idoneo per l'utilizzo previsto in una **misurazione** o nell'esame di **proprietà classificatorie** (VIM 5.13)

Materiale di riferimento certificato (CRM)

materiale di riferimento accompagnato da un documento rilasciato da un organismo di confacente autorità, nel quale sono riportati i valori di una o più proprietà specificate, con le corrispondenti incertezze, riferibilità e rintracciabilità, definite impiegando procedure valide. (VIM 5.14)



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Calibratore

campione di misura impiegato per la **taratura** (VIM 5.12)

“Gli analisti usano generalmente il termine **calibratore** o standard per riferirsi ai **campioni di misura** impiegati per la **taratura**. Molte **misurazioni** sono effettuate impiegando **strumenti e sistemi di misura** che necessitano di una taratura periodica.

Non tutti i materiali descritti dai fornitori e dai produttori come **campioni di misura** possono essere utilizzati per la **taratura**. L'utilizzatore deve porre attenzione nell'acquisto degli “*standard*”, in quanto il produttore potrebbe non interpretare correttamente i requisiti riportati nel VIM 3.” (TAM)



Calibratore: esempi

Alcuni esempi contenuti nella TAM:

- Materiali forniti dai produttori con lo scopo di essere utilizzati per la **taratura** o per la **verifica** di un **sistema di misura** commerciale
- **Materiali di riferimento** (VIM 5.13) e **materiali di riferimento certificati (MRC)** (VIM 5.14)
- Materiali prodotti da enti autorevoli allo scopo di essere utilizzati in un ambito circoscritto e specificato
- Materiali prodotti e caratterizzati dai laboratori al proprio interno, ad esempio in assenza di prodotti idonei sul mercato

I materiali utilizzati come **calibratori** dovrebbero disporre di una dichiarazione relativa all'**incertezza di misura** e alla **riferibilità metrologica**.



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Incertezza di misura

parametro non-negativo che caratterizza la dispersione dei **valori** che sono attribuiti a un **misurando**, sulla base delle informazioni utilizzate (VIM 2.26)

“Questa definizione esprime il fatto che i parametri utilizzati per descrivere la dispersione delle distribuzioni, a esempio gli scarti tipo, sono di solito positivi. L’affermazione, ‘sulla base delle informazioni utilizzate’, evidenzia la necessità di dichiarare cosa è incluso nella stima dell’**incertezza di misura**. Ciò non significa che si possa scegliere arbitrariamente cosa includere e cosa escludere. Ci sono molti approcci per valutare l’**incertezza di misura** e questi sono descritti in letteratura” (TAM)



Validazione

5.4.5.1 La validazione è la conferma attraverso esame e l'apporto di evidenza oggettiva che i requisiti particolari per l'utilizzazione prevista sono soddisfatti (ISO/IEC 17025)

Validazione: verifica, nella quale i requisiti specificati sono adeguati a un utilizzo previsto (VIM 2.45)

Verifica: messa a disposizione dell'evidenza oggettiva che un dato elemento soddisfa uno o più requisiti specificati (VIM 2.44)



La validazione nella TAM

- “La **validazione** è la **verifica** o il controllo che l’ ‘oggetto dato’, ad esempio una **procedura di misura** o uno **strumento di misura** sia adeguato allo scopo previsto. Ciò viene stabilito determinando se i ‘requisiti specificati’ – criteri di prestazione come l’**intervallo di misura**, la **selettività**, la **giustezza**, la **precisione** e l’**incertezza di misura** – sono soddisfatti.
- La **verifica** implica la progettazione di una serie di esperimenti per assegnare valori ai parametri di prestazione; questa è l’ ‘evidenza oggettiva’. I valori ottenuti devono soddisfare i requisiti stabiliti per i risultati analitici.”



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe

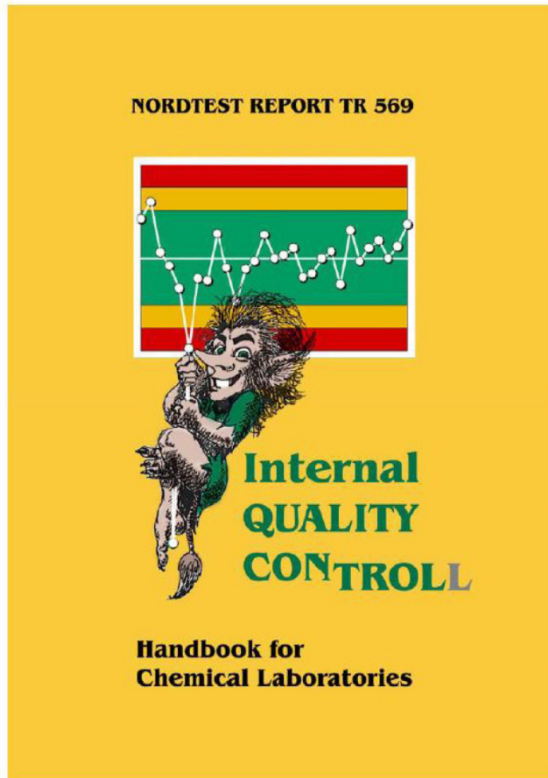


ConTrollo di qualità interno Linee guida da Nordtest

Nelle saghe dei paesi del Nord compaiono spesso i folletti (Troll). Sono considerati esseri dispettosi, i cui interventi imprevedibili causano guai!

Anche in laboratorio accadono alcuni fatti strani e inspiegabili, che causano valori di controllo «fuori controllo»!

NT TECHNICAL REPORT



TR 569
Edition 4

Approved
2011 - 11

NORDTEST
a Nordic Innovation Centre brand



Rapporti ISTISAN

12/29



ConTrollo della qualità interno:
manuale per i laboratori di analisi chimiche.
Quarta edizione (2011) del
Nordtest Report TR 569



ISSN 1123-3117

Traduzione italiana
A cura di M. Patriarca,
A. Menditto e P. Stacchini

www.iss.it



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Scopo del Trollbook

- fornire una guida pratica per il controllo interno della qualità per quanti sono impegnati di routine nell'esecuzione di analisi di laboratorio.



Indicazioni rispetto a

- Tipo di campioni per il CQI
- Tipo di carte di controllo per il CQI
- Frequenza dei controlli
- Limiti di controllo – di allarme e di azione
- Interpretazione dei risultati del controllo
- Analisi degli andamenti
- Impiego dei dati del CQI per la stima dell'incertezza di misura



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Quali “campioni di controllo”?

- Materiali preparati in laboratorio
- Soluzioni standard
- Campioni bianchi
- MRC in matrice
- Campioni di prova



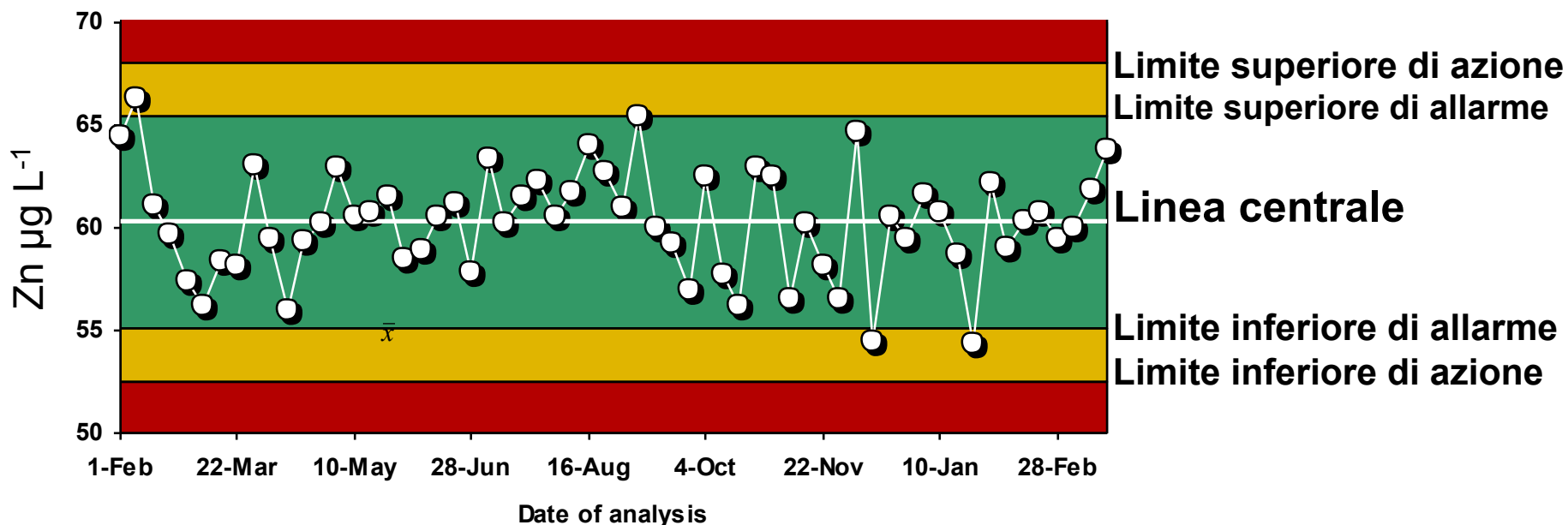
Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



La carta di controllo "X"

In una carta di controllo si inseriscono i valori di controllo ottenuti per un campione di controllo in funzione del tempo

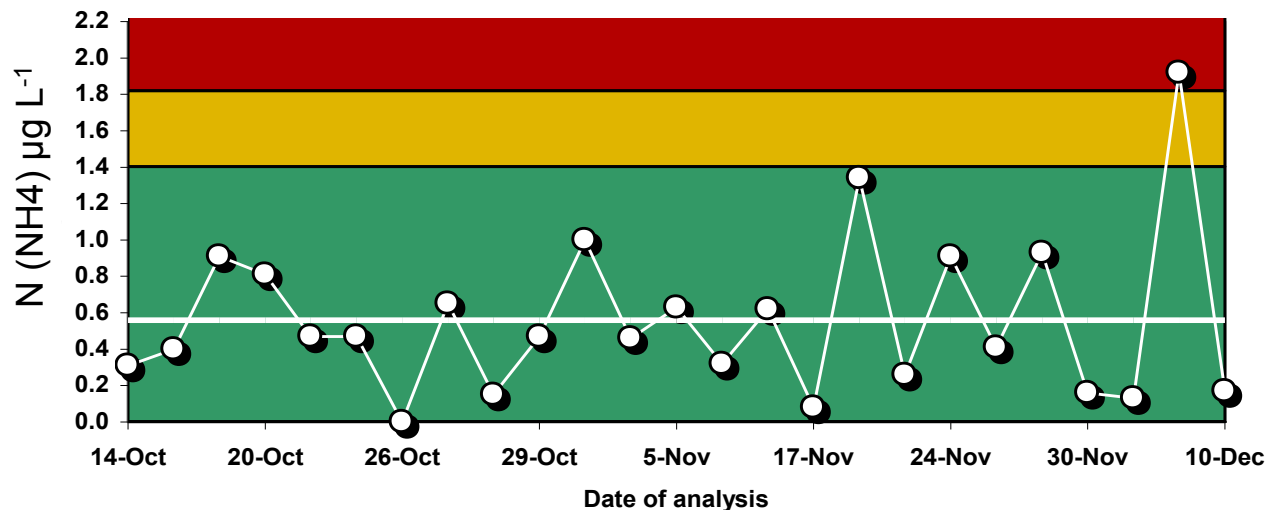


Il *valore di controllo* è o un valore misurato \bar{x} o un valore medio del campione di QC inserito in grafico in funzione del tempo



Carte dei range: R o r%

R-Chart: N_{NH4}



$$R = x_{\max} - x_{\min}$$

$$r\% = \frac{(x_{\max} - x_{\min})}{\bar{x}} \cdot 100$$

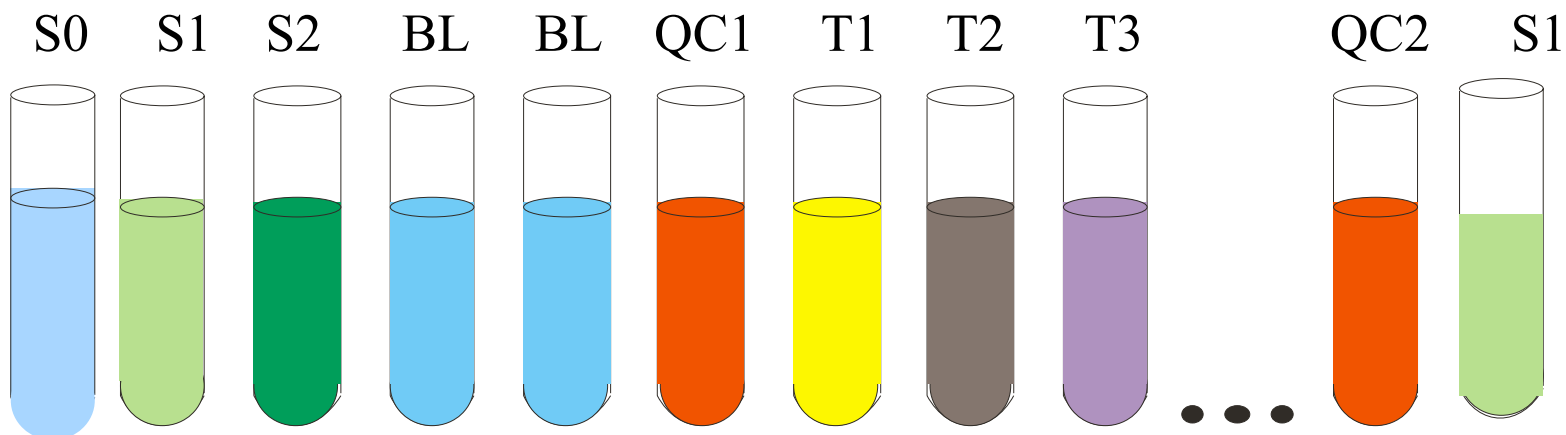


Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



In ogni seduta analitica



S0..S2 Soluzioni standard

BL Campioni bianchi

QC1.. Campioni del controllo qualità

T1...T3 Campioni di prova



Limiti di controllo

Stabiliti in base a:

1) prestazioni del metodo

per esempio lo scarto tipo dei risultati su campioni di QC

- indipendentemente dai requisiti circa la qualità analitica

Limiti di controllo statistici

2) requisiti analitici (uso previsto dei risultati)

- se è tecnicamente possibile tenendo conto dello scarto tipo ottenuto

Limiti di controllo assegnati



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Limiti di controllo statistici

- 1) Limiti PRELIMINARI:
basati su una valutazione iniziale dello scarto tipo s
per la precisione intermedia (20-30 risultati)
- 2) Limiti FISSATI:
basati sul riesame dello scarto tipo dei dati del CQI
(> 60 dati) ottenuti in un lungo periodo di tempo, per
esempio un anno



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Limiti di controllo assegnati

Stabiliti, in termini di scarto tipo assegnato a partire dal requisito per s_{RW} (la **R**iproducibilità intra laboratorio)

Esempio:

- Requisito per la $s_{RW} = 5\%$
- Limiti di allarme: $\pm 10\%$
- Limiti di azione: $\pm 15\%$



Le regole per la valutazione

- Esistono molte regole....
- La proposta di Nordtest:

Valore di controllo nell'area verde

(all'interno dei limiti di azione)

i risultati dei campioni di prova possono essere riportati

Valore di controllo nell'area rossa

(al di fuori dei limiti di azione)

i risultati dei campioni di prova NON possono essere riportati

Valore di controllo nell'area gialla

(all'interno dei limiti di azione)

si applicano regole specifiche



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Area gialla: le regole Nordtest

La procedura è **fuori** controllo se

- Il valore di controllo è tra il limite di allarme e di azione e almeno uno dei due precedenti valori di controllo è anche tra i limiti di allarme e di azione



Eurachem

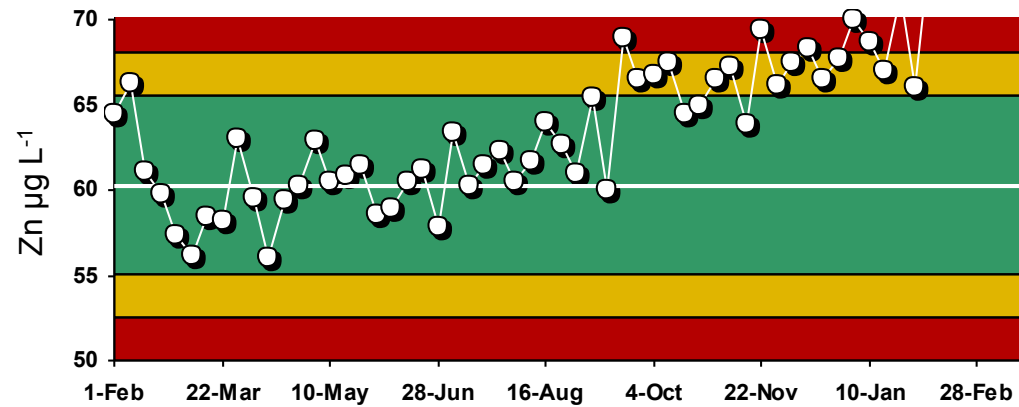
A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Altri vantaggi

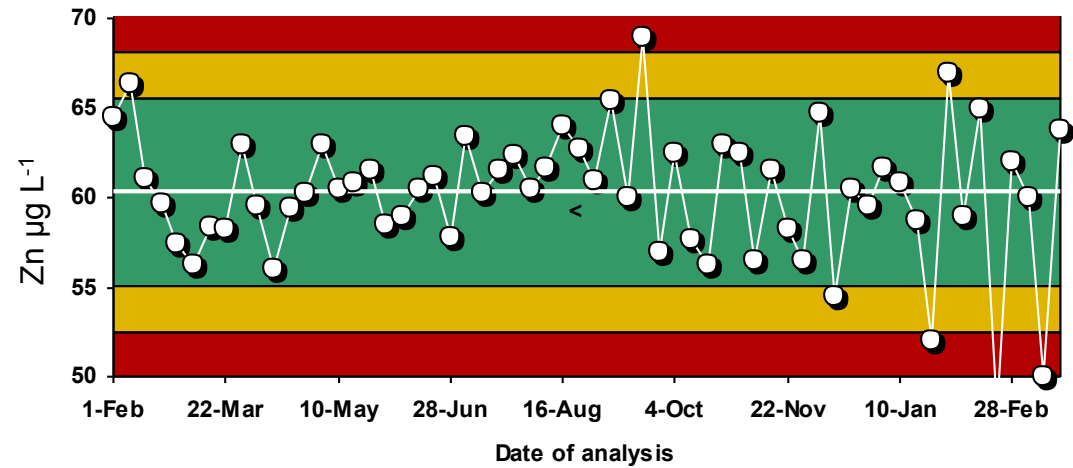
Sistematico

X-Chart: Zn



Casuale

X-Chart: Zn





Analisi degli andamenti

La procedura può essere considerata **come fuori dal controllo statistico**, anche se tutti i valori di controllo sono all'interno dei limiti di allarme, se:

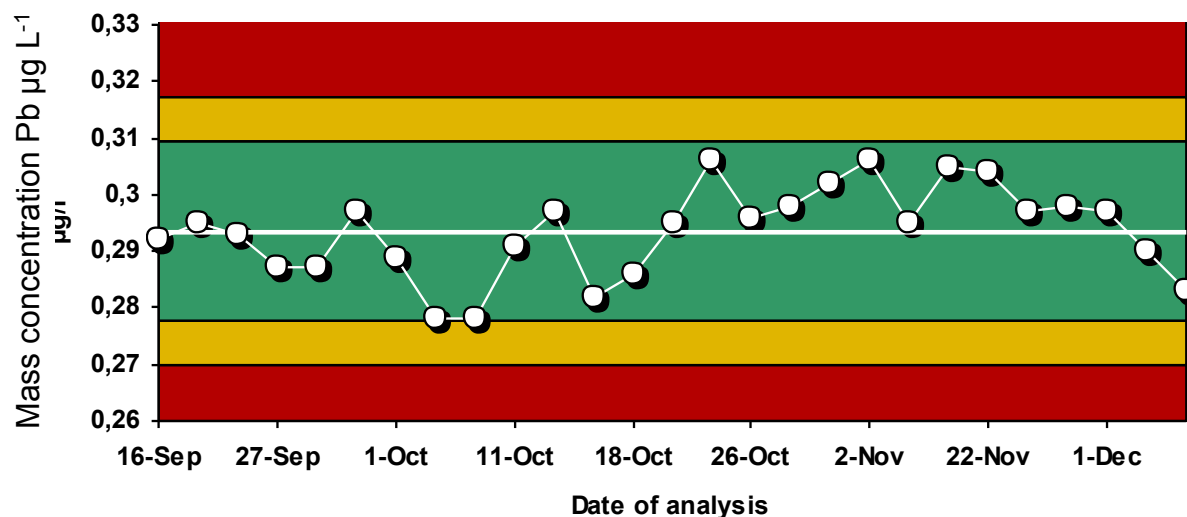
- **Sette** valori di controllo in ordine consecutivo hanno la stessa proprietà – valori crescenti o decrescenti
- **Dieci** valori di controllo consecutivi su 11 si trovano sullo stesso lato della linea centrale

si sta sviluppando un problema?



Esempio

X-Chart: Pb



Dodici risultati sono al di sopra della linea centrale.

Tutti e dodici i risultati sono all'interno dei limiti di allarme.

Procedura in controllo e i risultati possono essere riportati, ma...



Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



Utilizzo dei dati del CQI per la valutazione dell'incertezza di misura

Stime di tipo A per la stima dell'incertezza di misura

- Riproducibilità intra-laboratorio – dalle carte X
- Ripetibilità sui campioni di prova – dalle carte R



EURACHEM-Italia

(IT) Responsabile: EURACHEM-Italia

Cerca

Sei in: [ISS](#) > [EURACHEM-Italia](#) > [Eventi](#)

In questo
sito...

[Home](#)

[Attività](#)

[Gruppi di lavoro](#)

[Appuntamenti](#)

[Eventi](#)

[Linee guida](#)

[Fogli informativi](#)

[Altre risorse](#)

[In rilievo](#)

[Chi siamo](#)

Utilità

[Contattaci](#)

[Link](#)

Visualizzazione



Eventi

Eurachem Workshop : Presentazioni disponibili

- **Quality Assurance of Measurements from Field to Laboratory**
MIKES, Helsinki on 20-21 May in 2013.
Presentations and a summary of the workshop are now available on the workshop page.
- **Key Challenges in Internal Quality Control**
BAM, Berlin on 10-11 October 2012.
Presentations given at the workshop are now available on the workshop summary page.
- **Method validation, Traceability and Measurement uncertainty**
BAM, Berlin on 21-22 May 2012.
Presentations and a summary of the workshop are now available on the workshop information page.

Publicato il 20-09-2013 in [Eventi](#) , aggiornato al 28-10-2013





Eurachem

A Focus for Analytical Chemistry in Europe



EURACHEM-Italia

(IT) Responsabile: EURACHEM-Italia

Cerca

Sei in: [ISS](#) > EURACHEM-Italia

In questo sito...

- Home
- Attività
- Gruppi di lavoro
- Appuntamenti
- Eventi
- Linee guida
- Fogli informativi
- Altre risorse
- In rilievo
- Chi siamo



[Contattaci](#)



EURACHEM-Italia

Istituto Superiore di Sanità
Viale Regina Elena 299
00161 - Roma (I)
Telefono: 06 4990 2562
Fax: 06 4990 3686
EURACHEM.Italia@iss.it

Utilità

- [Contattaci](#)
- [Link](#)
- [Visualizzazione](#)

- [Testo piccolo](#)
- [TESTO GRANDE](#)
- [Versione stampabile](#)

Marina Patriarca, ISS, Dipartimento SPVSA
Tel. +39.06.49902562 - Fax +39.06.49903686
Email marina.patriarca@iss.it

Michela Segà, Istituto Nazionale per la Ricerca Metrologica (Torino)
Tel. +39.011.3919948 - Fax +39.011.3919937
Email m.sega@inrim.it