

Validazione dei metodi nell'ambito di attività sperimentali



POLITECNICO
MILANO 1863

Area Affari Generali e Supporto Strategico
Servizio Qualità di Ateneo

SQuA/IOP 07.058 - Agg. 02
10/02/2020

Istruzione Operativa

Validazione dei metodi nell'ambito di attività sperimentali

SQuA/IOP 07.058

Aggiornamento 02

del 10/02/2020

Verifica e approvazione:
Staff SQuA

Davide Lucca

Responsabile Assicurazione
Qualità di Ateneo

Stefano Menegozzi

REVISIONI

Agg	Modifiche
2	Aggiornamento area di appartenenza SQuA

Sommario

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE	5
2. RIFERIMENTI.....	5
3. MODALITA' OPERATIVE	5

1. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

La presente istruzione operativa descrive le modalità per eseguire la validazione dei metodi utilizzati nell'ambito di attività di taratura, prova e ricerca. L'istruzione si applica a tutte le Strutture aderenti al Sistema Qualità Politecnico che effettuano le suddette attività.

2. RIFERIMENTI

La presente istruzione fa riferimento alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura, alla norma UNI CEI ENV 70093-3 Incertezza di misura parte 3 – Guida all'espressione dell'incertezza di misura, e al documento SQUA/LNG.02.012 Stima dell'incertezza di misura nell'ambito di attività sperimentali di prova e taratura.

I riferimenti indicati sono validi all'ultima edizione applicabile.

3. MODALITA' OPERATIVE

Una Struttura aderente al Sistema Qualità Politecnico deve adottare metodi appropriati per tutte le attività di taratura/prova/ricerca che essa svolge. Tali metodi devono comprendere:

- campionamento, manipolazione, trasporto, immagazzinamento e preparazione degli oggetti da sottoporre a prova/taratura
- modalità di esecuzione della taratura/prova/ricerca e uso delle apparecchiature
- stima dell'incertezza di misura
- utilizzo di tecniche statistiche per analisi dati.

I metodi devono essere documentati (normative, procedure, etc) e tale deve essere qualunque scostamento dagli stessi, oltre a dovere essere tecnicamente giustificato, ed autorizzato e accettato dal cliente.

I metodi vengono suddivisi nei seguenti tipi:

- a) metodi normati (emessi da Enti Normatori Nazionali o Internazionali e/o da Enti Statali o Ministeriali)
- b) metodi non normati (emessi da Organismi privati diversi dal Laboratorio stesso: es Associazioni di Costruttori o Produttori, Associazioni di Categoria)
- c) metodi sviluppati dalla Struttura (interni).

I metodi non normati e interni devono

- essere oggetto di chiari accordi con il cliente al fine di soddisfare pienamente gli scopi e le specifiche
- essere elaborati da personale competente e con risorse tecniche adeguate
- essere adeguatamente documentati ed oggetto di appropriata validazione preventivamente alla loro applicazione.

I metodi normati non necessitano di procedure operative e di validazione. E' conveniente che vengano predisposte istruzioni scritte relativamente alle parti non chiare o non trattate dalla norma.

Validare un metodo significa procurarsi una conferma oggettiva ed evidente che il metodo è idoneo a fornire risultati o misure affidabili. La validazione è necessaria per metodi non normati e interni e per le estensioni/modifiche ai metodi normati.

Le tecniche di validazione utilizzate sono:

- 1) taratura, utilizzando campioni o materiali di riferimento
- 2) confronto dei risultati ottenuti con altri metodi validati
- 3) confronto interlaboratorio.

In tutti i casi si tratta di eseguire un confronto in cui devono essere sempre tenuti in considerazione i fattori di influenza, tipicamente legati all'ambiente e alle persone, e la stima dell'incertezza di misura. Tale confronto deve avvenire sulla base di un criterio di accettabilità, rapportato alla complessità del metodo e/o ai limiti imposti da norme di legge, che permetta di stabilire che la validazione sia effettivamente positiva. In ciascuna delle suddette situazioni si ha sempre un riferimento per potere eseguire il confronto, nel caso di confronto interlaboratorio in cui non fosse a disposizione il valore di riferimento, il confronto può essere organizzato sulla base del valore medio dei risultati dei laboratori partecipanti il cui metodo sia già validato.

Un criterio di accettabilità è tipicamente il seguente:

$$\frac{|X_{rif} - \bar{X}|}{\sqrt{\frac{s^2}{n} + u_{rif}^2}} \leq t_{p,v} \quad (1)$$

dove

X_{rif} è il valore di riferimento e u_{rif} è l'incertezza tipo ad esso associata

\bar{X} è il valore medio delle n ripetizioni (almeno 3) eseguite dalla Struttura

$t_{p,\nu}$ è il valore della variabile di Student al livello di probabilità $p = 0,95$ (ovvero 95 %) e con gradi di libertà $\nu = n - 1$.

Eventuali contributi di incertezza legati ai fattori di influenza devono essere sommati in quadratura al denominatore della (1).

Nel caso in cui non vi siano ripetizioni si considera il valore unico ($\bar{X} \rightarrow X$) e l'incertezza tipo ad esso associata stimata con i relativi gradi di libertà ($s^2/n \rightarrow u_x$ e ν).

È anche possibile ai fini della validazione l'utilizzo di documentazione prodotta da terzi (pubblicazioni, tesi di laurea, etc) che abbia già sviluppato al suo interno una o più delle suddette tecniche di validazione.