

Indicate con una crocetta la frase corretta:

3. La procedura operativa standard di validazione:

- deve essere seguita rigorosamente durante il lavoro di routine
- deve essere seguita solo durante le prove di validazione del metodo
- può essere aggiustata giornalmente dall'operatore in funzione di problemi contingenti
- è inalterabile nel tempo

4. Nel caso di un metodo di analisi qualitativo, la validazione implica la valutazione dei seguenti parametri:

- accuratezza, selettività e limite di rivelabilità
- accuratezza, selettività e robustezza
- range, limite di rivelabilità e robustezza
- selettività, limite di rivelabilità e robustezza

5. Individuare il gruppo di materiali più utili nelle procedure di validazione:

- CRM, bianco
- bianco, campioni reali
- bianco, materiali fortificati
- campioni reali, materiali contenenti l'analita nativo

9. Il limite di rivelabilità può essere definito come:

- $l_{dr} = \frac{3 \cdot b}{\sigma_B}$
- $l_{dr} = \frac{3,3 \cdot b}{\sigma_B}$
- $l_{dr} = \frac{3,3 \cdot s_{y/x}}{b}$
- $l_{dr} = \frac{3 \cdot \text{rumore}}{\text{segnale}}$

12. Il l_{dr} ($= 3,3 \cdot \sigma_B / b$) ed il l_{dq} ($= 10 \cdot \sigma_B / b$) stimati nel corso delle procedure di validazione di un metodo analitico sono rispettivamente $8,4 \mu\text{g/L}$ e $25 \mu\text{g/L}$. Quattro repliche indipendenti dell'analisi di un campione danno il seguente risultato (media \pm incertezza espansa, $P = 95\%$) $C = 5,12 \pm 0,94 \mu\text{g/L}$. Il risultato potrebbe essere riportato come segue:

- assente
- minore del l_{dr}
- $C = (5,12 \pm 0,94)_k = 2 \mu\text{g/L}$
- presente

13. Si deve validare una nuova tecnica analitica per la determinazione del parathion in estratti di frutta. L'analisi di 12 campioni standard ha permesso di ottenere la relazione funzionale riportata in Tabella.

Retta di regressione $S \text{ (u.a.)} = b \cdot C \text{ (ng/g)} + a$	$b = 0,2542$ ($\sigma_b = 0,03773$ u.a. g/ng) $a = -0,1524$ u.a. ($\sigma_a = 0,01711$ u.a.)
Segnale medio del bianco ($n = 15$)	$\mu_B = 0,11$ u.a. ($\sigma_B = 0,08581$ u.a.)

Nella stessa Tabella sono riportati i risultati delle analisi indipendenti del bianco. Calcolare il limite di rivelabilità teoricamente più corretto ($\alpha = \beta = 0,05$):

- 1,11 ng/g
- 1,13 ng/g
- 1,17 ng/g
- 1,24 ng/g

14. La sensibilità analitica:

- esprime il rapporto tra le sensibilità dell'analita e quella di un interferente
- è la pendenza della retta di calibrazione
- è costante per sistemi omoschedastici
- varia con la concentrazione in sistemi omoschedastici

18. Un set di dati è definito eteroschedastico quando:

- la sensibilità analitica è costante
- la sensibilità analitica varia nel tempo
- la sensibilità non è costante
- la precisione varia con la concentrazione

20. Una calibrazione viene eseguita riportando in grafico i risultati medi ($n = 3$) dell'analisi del bianco e di cinque soluzioni standard. Il calcolo dell'intervallo di fiducia ($P = 99\%$) della pendenza e dell'intercetta richiede l'uso del seguente valore della t di Student:

- 2,78
- 4,60
- 2,57
- 3,71

26. Un analista esegue un'analisi duplicata dell'acido citrico in una bevanda gassata in condizioni di ripetibilità. Avendo constatato che la differenza tra i due risultati è minore del limite di ripetibilità riportato dalla SOP di validazione conclude che la precisione del metodo:

- è migliorata
- è peggiorata
- è quella attesa
- varia nel tempo

27. In un laboratorio, l'analisi di una serie di aliquote omogenee di uno stesso campione viene ripetuta con lo stesso metodo analitico in giorni diversi e da diversi analisti. I risultati possono essere usati per valutare:

- la ripetibilità
- la precisione intermedia
- la riproducibilità
- l'esattezza

28. Il limite di ripetibilità

- non dipende dal grado di addestramento dell'operatore
- non varia con la concentrazione di analita
- non cambia al variare della matrice
- può variare con la concentrazione di analita

30. La RSD calcolata per mezzo dell'equazione di Horwitz:

- può evidenziare una sottostima dell'incertezza di misurazione
- non cambia lavorando in condizioni di ripetibilità o di riproducibilità
- può essere usata per associare l'incertezza al risultato delle analisi eseguite
- cresce esponenzialmente all'aumento della concentrazione di analita

31. Il risultato di un'analisi:

- deve essere riportato con almeno tre o quattro cifre significative
- deve essere arrotondato alla seconda cifra significativa
- deve essere arrotondato alla seconda cifra significativa dell'incertezza di misurazione
- deve essere arrotondato alla seconda cifra significativa del valore medio

33. Il risultato calcolato dell'analisi di un campione è $C = 23,734014 \%$. Sapendo che l'incertezza combinata stimata allo stesso livello di concentrazione è $u = 0,97004413 \%$, indicare il formato più corretto del risultato:

- $C = (23,73 \pm 0,97)\%$
- $C = (23,7 \pm 1,9)\%$ ($k = 2$)
- $C = (23,734 \pm 1,940)\%$ ($k = 2$)
- $C = (23,7340 \pm 0,9700)\%$ ($k = 2$)

34. Il modello NMKL:

- richiede l'eliminazione o la compensazione di eventuali errori sistematici
- richiede la partecipazione a prove di confronto interlaboratori
- non può essere applicato se non si dispone di campioni stabili nel tempo
- fornisce stime dell'incertezza indipendenti dalla concentrazione di analita

36. I risultati dei test di robustezza sono usati:

- per quantificare la selettività del metodo
- per verificare la stabilità temporale del sistema analitico
- nel controllo statistico
- per specificare l'intervallo di accettabilità dei parametri operativi

38. Negli studi di robustezza, i livelli di fattore da esplorare dovrebbero essere scelti:

- casualmente
- considerando le più probabili fluttuazioni dei fattori nel lavoro di routine
- in base a convinzioni personali (esperienza)
- in funzione del disegno sperimentale utilizzato

44. Un sistema analitico mantenuto sotto controllo statistico:

- è esente da fluttuazioni casuali
- è soggetto a fluttuazioni solo casuali e costanti nel tempo
- può essere soggetto a fluttuazioni variabili nel tempo
- può essere soggetto a fluttuazioni sistematiche

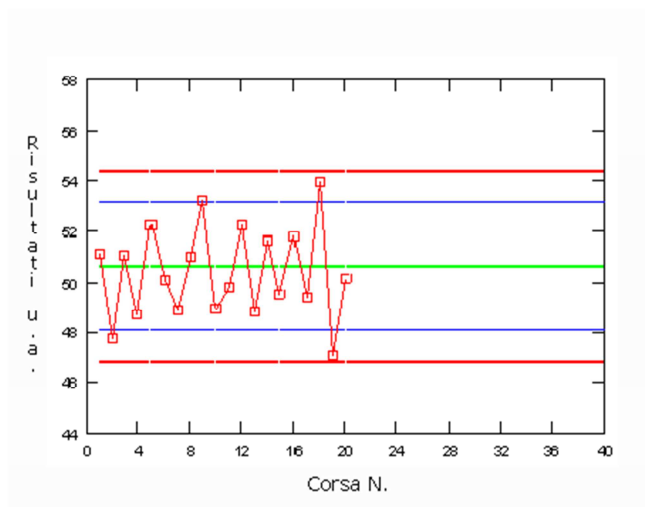
45. I campioni di controllo devono essere analizzati:

- giornalmente
- ogni volta che si osserva una qualche fluttuazione del sistema analitico
- all'interno di ogni corsa
- settimanalmente

47. Per interpretare la carta di controllo di Shewhart conviene adottare:

- sempre e soltanto la regola $13s$
- sempre e soltanto la regola $12s$ e quella $13s$
- tante più regole quanto minore è la stabilità reale del sistema analitico
- la regola $13s$ e quella $10\bar{X}_m$

48. Dalla carta di Shewhart riportata in figura si deduce che il sistema:



- è sotto controllo statistico
- non mostra variazioni di precisione
- è fuori controllo perché ha violato una regola di Westgard
- ha subito una deriva sistematica

49. Nel corso di una procedura di validazione sono analizzate 8 soluzioni standard al fine di valutare la relazione funzionale segnale/concentrazione ($P = 95\%$). I risultati sono i seguenti

Segnale (u.a.)	24,3	35,0	45,0	55,3	65,9	75,0	84,2
Concentrazione (mg/L)	0,0	5,0	9,8	15,5	25,0	31,3	40,0

Tra i risultati, l'analista riporta quanto segue:

- "...si deduce la linearità della relazione funzionale"
- "...non si evince una non-linearità della relazione funzionale"
- "...la relazione funzionale risulta non lineare"
- "...non esistono evidenze di eteroschedasticità "