

Porównania międzylaboratoryjne w praktyce laboratoryjnej

Porównania międzylaboratoryjne – ILC

Organizacja, przeprowadzenie oraz ocena działania laboratoriów, z których każde ma za zadanie zanalizować próbkę tego samego, nieznanego materiału, a uzyskane wyniki opracowywane są zgodnie z wcześniej ustalonymi kryteriami

(Laboratoryjne) Badania Biegłości - PT

Ocena kompetencji laboratoriów drogą porównania międzylaboratoryjnego

[ISO/IEC Guide 43:1997]

Trochę historii...

Z Torunia (1528) do Lublina (1955)

Zabytkowe obiekty srebrne **znalezione w ratuszu**
Analiza wykonana w XVI wieku i w XX wieku w Lublinie

Data	Wyniki, %		Różnica
	przeliczone	z 1955	
22 / 08/ 1528	9,38	9,29	+ 0,09
28 /11/ 1528	37,70	37,33	+ 0,37
12 /08/ 1529	18,75	18,88	- 0,13
28 /07/ 1534	38,09	38,15	- 0,06

Dlaczego warto uczestniczyć w porównaniach międzylaboratoryjnych?

‘zaufanie jest dobre, dowody są lepsze’

Po uzyskaniu zgodnych wyników:

można wykazać kompetencje:

- ‘sobie’ (wewnątrz laboratorium)
- bezpośrednio klientowi
- stronie trzeciej (np. jednostka akredytacyjna)

przypomnienie

Po uzyskaniu wyników niezgodnych:

należy przeanalizować stosowaną procedurę pomiarową (*aspekt edukacyjny*)

UWAGA: lepiej uzyskać niezgodny wynik w ILC, niż podawać złe wyniki klientowi

Cele organizowania ILC

Porównania międzylaboratoryjne służą:

- wykazaniu **kompetencji** laboratoriów;
- ocenie stopnia **zgodności** między wynikami laboratoriów uczestniczących w porównaniach;
- porównaniu **parametrów analitycznych** różnych procedur;
- ustaleniu **wartości certyfikowanych** dla RM's;

Poza tym udział w ILC's

- wspomaga proces **walidacji**;
- wspomaga **doskonalenia umiejętności**;
- zapewnienia **spójność pomiarową** (po warunkiem, że...)

I - Strategia

- Ustalenie celów/potrzeb
- Wybór organizatora
- Wybór próbki/matrycy & analitu
- Wybór dostawcy materiału
- Przygotowanie materiału testowego
- Zbadanie jednorodności i trwałości
- Wyznaczenie wartości odniesienia
- Wybór uczestników (porównania otwarte / na zaproszenie)

Organizacja PT/ILC (2)

II – Wykonanie

Organizator → Przekazanie próbek testowych uczestnikom

Uczestnicy → Badania (oznaczanie) prowadzone przez uczestników

Uczestnicy → Przekazanie sprawozdań (wyników) organizatorowi

III – Ocena

Organizator → Opracowanie wyników

Organizator → Przekazanie sprawozdań uczestnikom

Uczestnicy → Wyciągnięcie wniosków → *działania korygujące*

wybór kryteriów

Kryteria oceny wyników są ustalane przez...

- **Organizatora PT/ILC**
- **Jednostkę Akredytacyjną**
- **Wymagania Prawne (np. Dyrektywy)**
- **Uczestniczące laboratoria**

Wartość odniesienia \pm niepewność

Obliczona na podstawie znanych wartości charakteryzujących sposób przygotowania próbki (substancja o znanym składzie; masa substancji; masa roztworu)

Wyznaczona podstawie wyników badań międzylaboratoryjnych

- *wszystkich uczestników*
- *wybranych laboratoriów*

(zawsze po odrzuceniu wartości odbiegających)

Wyznaczona na podstawie pomiarów referencyjnych (np. ID ICP-MS)

spójność pomiarowa

Analit = Pb

Rodzaj próbki = Wino

Metody = ET AAS; ICP OES; ICP MS

Uczestnicy: 130

Laboratoria doświadczone: Y/N

System Jakości : Y/N

Akredytowane: Y/N

*Znane
analit i matryca*

Uzyskany wynik:
[Pb] = (25,5 ± 1,6) µg/L (k=2)

Co dalej?

Kod laboratorium = X

Kraj = ???

Metoda pomiarowa: #####

Sposób przygotowania próbki
(roztwarzanie, ekstrakcja, ...)

Kalibracja (wewnętrzna, zewnętrzna, dod.
wzorca)

Korekcja wilgotności (jeśli konieczna)

Budżet niepewności? Y N

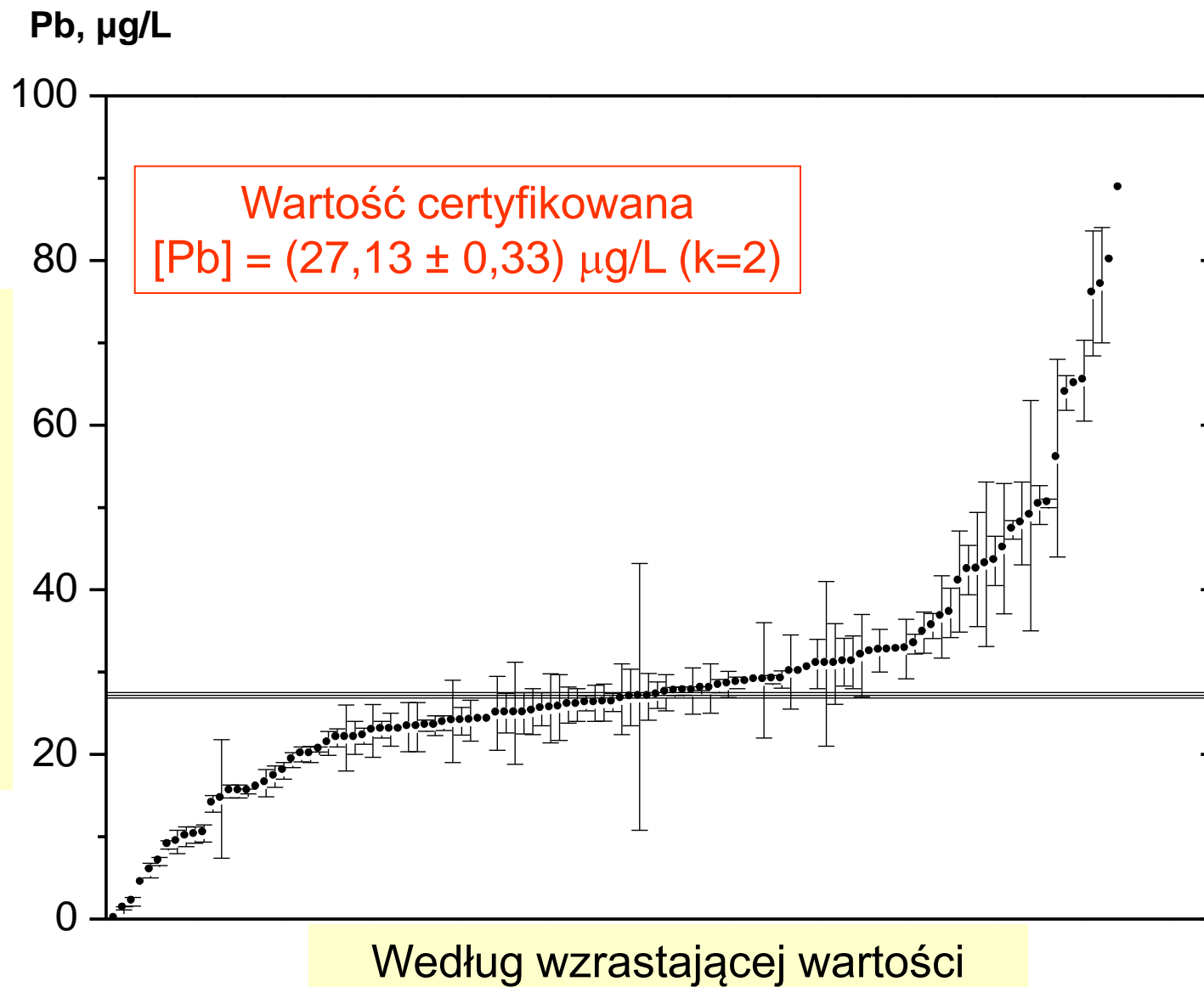
Doświadczenie? Y N

Opisana metoda? Y N

System Jakości? Y N

Akredytacja? Y N

Zestawienie wyników



ILC jako narzędzie oceny kompetencji

- Cel: ocena kompetencji laboratoriów w zakresie danego badania
- Oceniane parametry:
 - Dokładność uzyskanych wyników;
 - Przedział niepewności
- Wybór kryterium (wskaźnika) oceny

[przewodnik ISO 43 & ISO/DIS 13528]

ISO/DIS 13528:2007

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons

- **Metody statystyczne są narzędziem oceny wyników !**

Stosuj zdrowy rozsądek i własne doświadczenie techniczne !

- **Wybór metody statystycznej do:
opracowania wyników
oceny zgodności**

zależy od organizatora / rodzaju ILC

Ocena wyników laboratorium względem wartości odniesienia

Wyznaczamy różnicę pomiędzy wartościami:

$$\Delta = X_{\text{lab}} - X_{\text{odn}}$$

Gdzie:

X_{lab} – wartość uzyskana w laboratorium

X_{odn} – wartość odniesienia

Ocena wyników laboratorium względem wartości odniesienia

$$\Delta = X_{\text{lab}} - X_{\text{odn}}$$

Wyznaczoną różnicę odnosimy **względem**

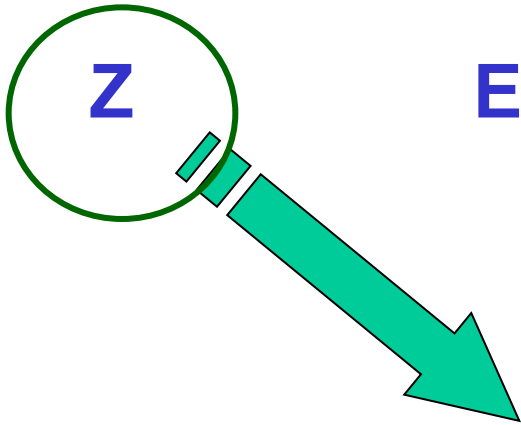
Wskaźniki **Z**:

względem rozrzutu wartości odniesienia;

Wskaźniki **En**:

względem rozrzutu wartości określonych przez organizatorów i przez uczestniczące laboratorium

Kryteria oceny



En

Z'

zeta

Ez

$$z = \frac{(x - X_{odn})}{\sigma_p}$$

$$|z| \leq 2 = (+)$$

$$2 < |z| < 3 = (?)$$

$$|z| \geq 3 = (-)$$

Kryteria oceny

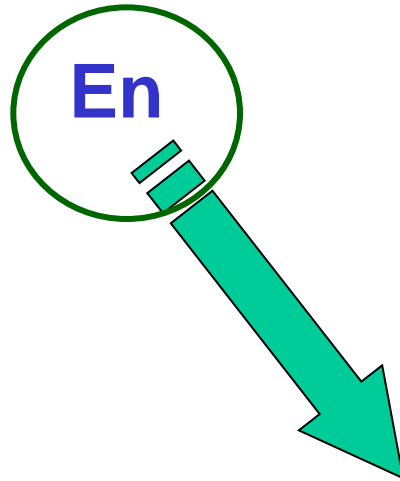
Z

En

Z'

zeta

Ez



$$E_n = \frac{x - X_{odn}}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}}$$

$$|E_n| \leq 1 = (+)$$

$$|E_n| \geq 1 = (-)$$

Kryteria oceny

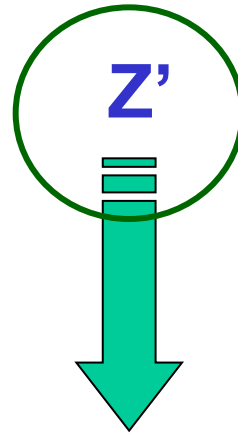
Z

En

Z'

zeta

Ez



$$z' = \frac{(x - X_{odn})}{\sqrt{(\sigma^2_p + u^2_x)}}$$

Kryteria oceny

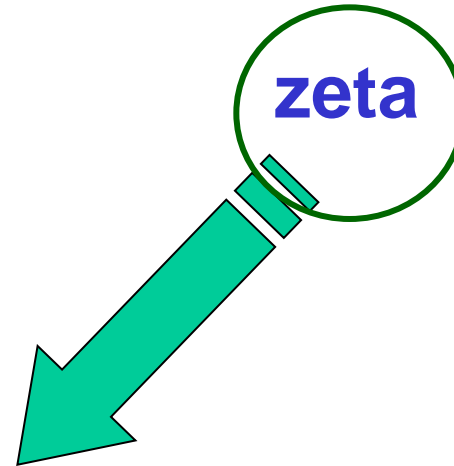
Z

En

Z'

zeta

Ez



$$zeta = \frac{x - X_{odn}}{\sqrt{u_x^2 + u_X^2}}$$

Kryteria oceny

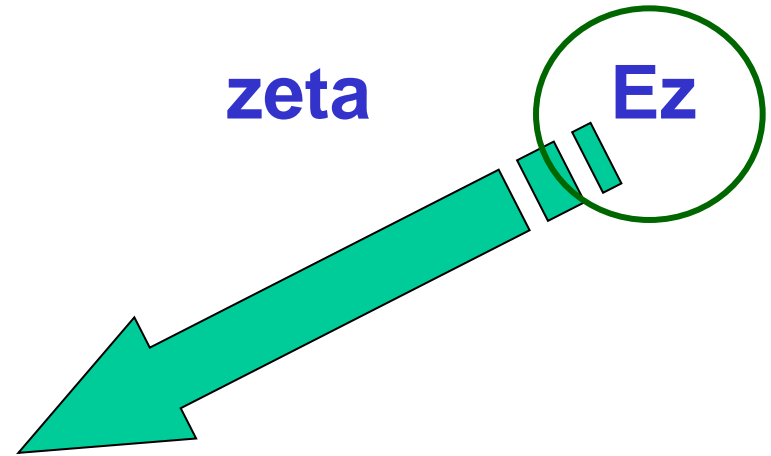
Z

En

Z'

zeta

Ez



$$Ez = \frac{x - (X_{odn} \pm Ux)}{Ux}$$

Kryteria oceny

Z

En

Z'

zeta

Ez

$$z = \frac{(x - X_{odn})}{\sigma_p}$$

$$z' = \frac{(x - X_{odn})}{\sqrt{(\sigma_p^2 + u_x^2)}}$$

$$Ez = \frac{x - (X_{odn} \pm Ux)}{Ux}$$

$$E_n = \frac{x - X_{odn}}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}}$$

$$zeta = \frac{x - X_{odn}}{\sqrt{u_x^2 + u_X^2}}$$

Kryteria ustalone w Dyrektywie XXX :

20% względem X_{odn} (odpowiada $\sigma = 0.1X_{ref}$ dla kryterium **z**)

$$E_n' = \frac{x_{lab} - X_{ref}}{\sqrt{u_{lab}^2 + (0.1X_{odn})^2}}$$

gdzie

$$|E_n'| \leq 2 = (+)$$

$$2 < |E_n'| < 3 = (?)$$

$$|E_n'| \geq 3 = (-)$$

$$z = \frac{x_{lab} - X_{odn}}{0.1X_{odn}}$$

$$|z| \leq 2 = (+)$$

$$2 < |z| < 3 = (?)$$

$$|z| \geq 3 = (-)$$

→ Ustalenie kryteriów akceptowalnej niepewności

$$u_{odn} \leq u_{lab} \leq 0.1X_{odn}$$

Działania korygujące

- 1) Wyniki niezgodne (**patrz kryterium zgodności!!**)
(system pomiarowy poza kontrolą, błąd w obliczeniach)
- 2) Model pomiarowy jest niewłaściwy: opis matematyczny procedury analitycznej nie uwzględnia wszystkich wpływów (*n.p. nie wzięto pod uwagę błędu systematycznego: roztwarzania? ekstrakcji ?*)
- 3) Za mały przedział niepewności (**patrz kryterium zgodności!!**)
- 4) Łącznie 2) i 3)

Wyniki niezgodne z wartością odniesienia →

(i) Znalezienie przyczyny; (ii) przeprowadzenie działań korygujących