

Laboritevahelised võrdlusmõõtmised

29.10.2014

1

Laboritevahelised võrdlusmõõtmised

Laboritevahelised võrdlusmõõtmised

Erinevate laborite poolt samade või lähedaste testobjektidega eelnevalt kindlaks määratud tingimustel läbiviidud mõõtmised, mille tulemused töödeldakse statistiliselt

29.10.2014

2

Võrdlusmõõtmiste võimalikud eesmärgid

- **Laborite kompetentsuse hindamiseks** (pädevuskatsed, *proficiency testing*)
 - Meie jaoks olulisim
- **Referentsmaterjalidele referentsväärtuste omistamiseks**
- **Analüüsi- või mõõtemetoodika valideerimiseks või standardiseerimiseks**
- **Jälgitavuse edasiandmiseks**

29.10.2014

3

Pädevuskatsed

29.10.2014

4

Pädevuskatsed

Pädevuskatsed (*proficiency testing*)

Laboritevahelised võrdlusmõõtmised labori kompetentsuse hindamise eesmärgil

Erinevus CRM analüüsist: **Sõltumatus!**

Olulisimad standarddokumendid pädevuskatsete kohta:

EN ISO/IEC 17043:2010. Conformity assessment – General requirements for proficiency testing. ISO/IEC 2010.

ISO 13528:2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, ISO, 2005

29.10.2014

5

Pädevuskatsed

- Pädevuskatsed on levinuimad laboritevahelised võrdlusmõõtmised
- Tavalised laborid osalevadki eeskätt just nendes
 - Ja harva muudes
- Siin kursuses pöörame nendele ka kõige rohkem tähelepanu
- Teisi võrdlusmõõtmisi käsitleme eeskätt võrreldes pädevuskatsetega

29.10.2014

6

Pädevuskatsete skeemid

- Labori osalemine võrdlusmõõtmistel peab olema regulaarne
- Regulaarselt korraldatavaid samateemalisi pädevuskatseid nimetatakse **pädevuskatsete skeemideks** (*proficiency testing schemes, PTS*)
- Individuaalseid võrdlusmõõtmisi pädevuskatsete skeemi raames nimetatakse **tsükliteks** (raundideks, *round*)

29.10.2014

7

Pädevuskatsete skeemid

- Pädevuskatsete korraldamine skeemina on kasulik mitmes mõttes:
 - Kuna labor peab oma kompetentsust hindama pidevalt, siis on regulaarselt toimuvatel pädevuskatsetel osalemine labori jaoks hea lahendus
 - Lisaks tekib selliste skeemide korraldajatel pikaajaline kogemus ja ulatuslik statistiline materjal, mille kasulikkusest tuleb juttu allpool

29.10.2014

8

Pädevuskatsete korraldus

1. Ettevalmistav etapp

- a) Korraldaja valimine.** Pädevuskatsete korraldamine on küllaltki kõrget kompetentsi ja organisatoorset suutlikkust nõudev tegevus.
- b) Eesmärgi defineerimine.**
- c) Maatriksi ja analüüdi määramine.** Võrdlusmõõtmine võib olla näiteks raskmetallide määramine mullas, pestitsiidijääkide määramine toiduainetes jne.
- d) Analüüsitava materjali ettevalmistamine**

29.10.2014

9

Pädevuskatsete korraldus

- e) Analüüsitava materjalist homogeense ja ajas stabiilsete proovide valmistamine**
- f) Proovidevahelise varieeruvuse ja stabiilsuse määramine.**
- g) Proovidele referentsväärtuste omistamine**
See võib toimuda kolmel erineval moel:
 - On arvatud kindlatel, täpselt mõõdetud tingimustel
 - ettevalmistavas etapis baseerudes sõltumatute laborite poolt tehtud mõõtmistel
 - võrdlusmõõtmise lõpus, andmeanalüüsi etapis, baseerudes osalejate tulemustele.
- h) Osalejate valimine/kutsumine.** Mõnel juhul võivad osaleda kõik soovivad laborid, mõnel juhul on osalejate ring piiratud.

29.10.2014

10

Pädevuskatsete korraldus

2. Läbiviimise etapp

- a) Proovide levitamine osalejatele**
 - Tavalisem juhtum on, et proovid saadetakse postiga
 - Kui analüüsiseadmed on portatiivsed ja/või tegemist on koha peal tehtava analüüsiga, siis võib võrdlusmõõtmist korraldada ka nii, et see toimub samas kohas ja osalejad kogunevad mõõtmise toimumise ajaks
- b) Proovide analüüsimine osalejate poolt**
 - selleks antakse enamasti aega mõned nädalad kuni mõned kuud
- c) Laborite tulemuste edastamine organiseerijatele**

29.10.2014

11

Pädevuskatsete korraldus

3. Andmete analüüsimise ja tulemuste vormistamise etapp

- a) Andmeanalüüs.** Sageli saadakse osalejate andmete analüüsi käigus ka võrdlusmõõtmise referentsväärtus.
 - b) Koondtulemuste vormistamine ja osalejatele edastamine.**
- ### 4. Korrigeerivate meetmete rakendamine osalejate poolt võimalike ebatäpsuste elimineerimiseks

29.10.2014

12

PT dokumentatsiooni näidised

- Erinevate PT tsüklite tulemusi saab alla laadida aadressilt:
 - <http://www.ut.ee/katsekoda/ILC/>
- Näidis-dokumentatsioon EstOil-5 pädevuskatsetest:
 - <http://tera.chem.ut.ee/~ivo/metro/ILC/EstOil/>

29.10.2014

13

Pädevuskatsete korraldus

- Sissetöötatud ja regulaarselt toimuvate pädevuskatsete skeemide korral ei viida muidugi iga kord kõiki neid etappe läbi:
 - nii näiteks ei valita iga kord uuesti korraldajat
 - ei defineerita uuesti eesmärki jne
- Alljärgnevalt vaatleme pädevuskatse korraldamise mõningaid etappe lähemalt.

29.10.2014

14

Korraldaja

- Nõuded korraldajale:
 - Kompetents
 - Soovitavalt pikaajaline kogemus
 - Administratiivne suutlikkus
 - Soovitavalt laboratoorsed võimalused proovide valmistamiseks, homogeensuse ja stabiilsuse analüüsiks

29.10.2014

15

Proovide valmistamine

- Analüüsitava materjali ja proovide ettevalmistamine on pädevuskatse läbiviimise **kriitiline etapp**
- Erinevad laborid peavad saama proovid, mis ideaalis peaksid olema **identsed** nii maatriksi kui ka analüüdi (või analüütide) sisalduse poolest
- Selle jaoks on oluline, et analüüsitav materjal saaks võimalikult **homogeenne**
- Selle saavutamiseks **valmistatakse kogu materjal alati ühekorraga** (ühe partiina) ja **jagatakse seejärel proovideks**

29.10.2014

16

Proovide valmistamine

- Reaalsuses esineb alati mõningane proovidevaheline analüüdi sisalduse varieeruvus,
kuid see varieeruvus peab olema oluliselt madalam, kui on osalejate poolt saadavate tulemuste oodatav määratus

29.10.2014

17

Analüüsitava materjali saamine

- Kaks põhilist võimalust:
- **“Formuleerimine”** (komponentidest valmistamine)
 - analüüsitav materjal segatakse kokku komponentide täpselt mõõdetud kogustest ja jagatakse proovideks
- **“Realse” materjali kasutamine**
 - võetakse reaalne materjal (muld, liha, ...), homogeniseeritakse ja jagatakse proovideks

29.10.2014

18

Proovidevahelise varieeruvuse ja proovide ebastabiilsuse määramine

- Varieeruvust tuleb alati määrata
- Ebastabiilsust siis, kui on alust kahtlustada, et on ebastabiilne
- Nende määramiste jaoks tehakse suure hulga proovidega analüüsid ja saadavaid tulemusi töödeldakse statistiliste meetoditega
- Vastavad andmed lähevad sisse ka referentsväärtuste määramatuse hinnangutesse vastavalt komponentidena u_{var} ja u_{stab}

29.10.2014

19

Võrdlusmõtmise proovide referentsväärtus(ed)

- Keemilise võrdlusmõtmise korral leitakse proovis oleva analüüdi **referentsväärtuseks** (*reference value*) analüüdi tegeliku sisalduse parim kättesaadav hinnang, seega:
 - Referentsväärtus on “tõelise väärtuse” parim võimalik hinnang
- Mitme analüüdi korral proovis on referentsväärtusi mitu

29.10.2014

20

Referentsväärtuste tüübid

Referentsväärtused

Sõltumatud e. Tugiväärtused

- Leitud sõltumatul moel
- Kõrge usaldusväärsusega
- Määramatuse hinnangu ja jälgitavusega
- Enamasti kulukad saada

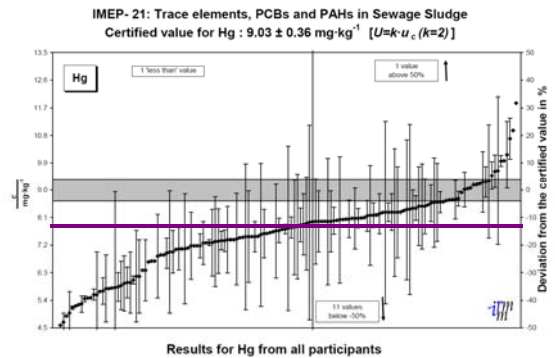
Konsensusväärtused

- Leitud osalejate andmetest
- Sageli madala usaldusväärsusega
- Enamasti ei ole ei määramatust ega jälgitavust
- Odavad

29.10.2014

21

Tugiväärtus vs referentsväärtus



29.10.2014

22

Referentsväärtuste saamine

Referentsväärtused

Tugiväärtused

Formuleerimine

Ekspert-laborid

Konsensusväärtused

Osalejate tulemused

29.10.2014

23

Referentsväärtuse leidmine Formuleerimise korral

- Enamasti kasutatakse kaalumisanalüüse
- See võimaldab saada väga usaldusväärsed referentsväärtusi küllaltki lihtsalt ja odavalt
- Need on sageli tugiväärtuse kvaliteediga
- Kuna materjali valmistatakse küllalt palju, siis homogeniseerimine on kriitiline
- Tehislikult proovide valmistamine on piiratud maatriksi homogeniseerimise võimalikkusega (lahused, sulamid jt), seega: rakendusala piiratud

29.10.2014

24

Referentsväärtuse määramatus formuleerimise korral

Määramatus leitakse järgmiselt:

$$U_{\text{ref}} = k \cdot \sqrt{u_{\text{formul}}^2 + u_{\text{var}}^2 + u_{\text{stab}}^2}$$

- u_{formul} on formuleerimisest tulenev määramatuse komponent
- u_{var} on proovidevahelisest varieeruvusest tulenev määramatuse komponent
- u_{stab} on proovi võimalikust ebastabiilsusest tingitud määramatuse komponent
- k on kattetegur

29.10.2014

25

Referentsväärtuse leidmine ekspertlaborite poolt

- Referentsväärtuse määravad osalejatest sõltumatult kõrgetasemelised ekspertlaborid
- Saab saada väga usaldusväärseid referentsväärtusi (tugiväärtusi)
- On rakendatav igasuguste proovide korral
- Puudused:
 - Ajaliselt aeganõudev
 - Rahaliselt kulukas
 - nõuab piisava arvu ekspertlaborite olemasolu

29.10.2014

26

Referentsväärtuse määramatus ekspertlaborite korral

Määramatus leitakse järgmiselt:

$$U_{\text{ref}} = k \cdot \sqrt{u_{\text{anal}}^2 + u_{\text{var}}^2 + u_{\text{stab}}^2}$$

- u_{anal} on analüüsist tulenev määramatuse komponent
- u_{var} on proovidevahelisest varieeruvusest tulenev määramatuse komponent
- u_{stab} on proovi võimalikust ebastabiilsusest tingitud määramatuse komponent
- k on kattetegur

29.10.2014

27

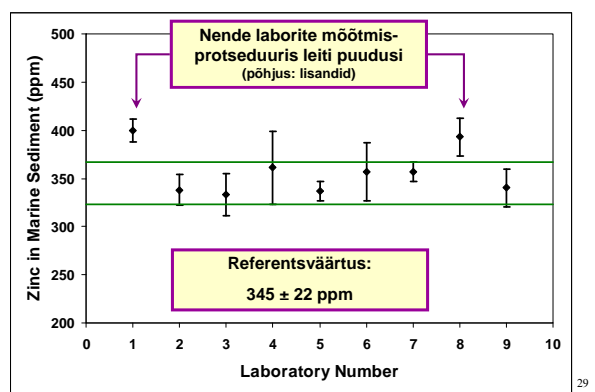
Referentsväärtuse määramatus ekspertlaborite korral

- Määramatuse komponendi u_{anal} leidmine on mõnevõrra komplitseeritud, sest:
 - Enamasti osaleb mitu erinevat laborit
 - Laborite tulemused alati erinevad mõnevõrra
 - Kasutatakse erinevaid meetodeid, mis annavad erinevate määramatustega tulemused
- Sellistel mõõtmistel statistiliste kriteeriumite järgi laboreid välja ei jäeta
 - alati püütakse leida hälbimise põhjus

29.10.2014

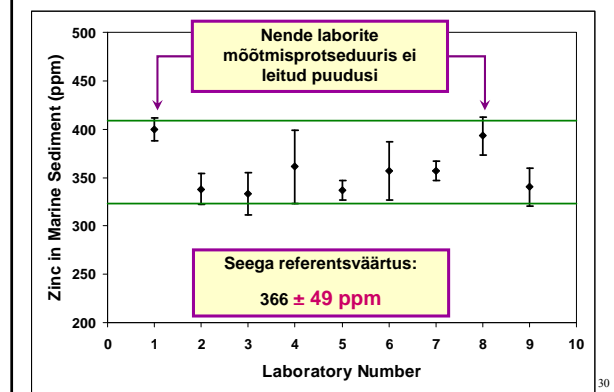
28

Juhtum 1



29

Juhtum 2



30

Konsensusväärtuse leidmine osalejate tulemustest

- Kõige enam kasutatav ja odavaim võimalik referentsväärtuse leidmine
- Osalejate tulemustest tugiväärtuse tasemega referentsväärtusi üldiselt saada võimalik ei ole
- Vaatame allpool, alajaotuses, mis tegeleb andmetöötlusega

29.10.2014

31

Osalema kutsumine

- Tavalisimal juhul on pädevuskatsed avatud kõigile soovijatele
 - kuigi enamasti on tasuline (ja sageli külaltki kallis)
- Mõnikord on osalejate ring piiratud
 - näiteks vaid korraldava organisatsiooni liikmetele

29.10.2014

32

Osalema kutsumine

- Osalema kutsumisel antakse potentsiaalsetele osalejatele võimalikult põhjalik info pädevuskatse kohta
 - Kes on korraldaja
 - Pädevuskatse eesmärk ja tüüp
 - Informatsioon proovide kohta
 - Umbmäärane koostis, säilitamine, proovi avamine ja ettevalmistamine
 - Eriti tähtis on täpselt määratleda, millisel määral avalikustatakse osalejate tulemused
 - Võrdlusmõõtmise orienteeruv ajakava
 - Registreerumise tähtaeg, proovide saabumise orienteeruv aeg, tulemuste esitamise tähtaeg, lõpparuande esitamise tähtaeg

29.10.2014

33

Proovide käsitlemine

- See on sageli **kriitiliselt oluline**
- Proovidega ümber käimisel peavad osalejad võimalikult täpselt täitma korraldaja ettekirjutusi
- Kui proov on oma olemuselt ebastabiilne, siis on võrdlusmõõtmisel määratud ka nn **referentspäev**
 - päev, millal tuleb analüüs teha
 - Selline lähenemine baseerub eeldusel, et proovid “vananevad” kõigi osalejate juures või transpordi ajal umbes sama kiirusega

29.10.2014

34

Analüüside läbiviimine

- Enamasti on nõutud, et osalejad kasutaksid pädevuskatse proovide analüüsimisel samu meetodikaid, **mida nad kasutavad oma igapäevase töö juures**
 - Ainult sel juhul annab pädevuskatse võimaluse hinnata labori igapäevast suutlikkust
 - Ideaalne on, kui analüüsi teostaja ei tea, et tegemist on pädevuskatse proovidega
- Mõnel juhul võib korraldaja anda ette soovitusliku (vahel ka kohustusliku) proovi ettevalmistamise protseduuri

29.10.2014

35

Andmete analüüsimise etapp

- Andmeanalüüsi eesmärk on eeskätt hinnata osalejate kompetentsust kõne all olnud analüüsi või mõõtmise teostamiseks
- Kolm olulisimat kompetentsuse hindamise moodust on järgmised:
 - Kasutada kriteeriumina **E_n arvu** (E_n number) või **zeta-arvu** (zeta-score)
 - Kasutada kriteeriumina **z-arvu** (z-score)
 - Võrdlus **seadusandlike dokumentide või standardite nõuetega**

ISO 13528:2005. Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons, ISO, 2005

29.10.2014

36

E_n arv

- Kasutatakse juhul kui võrdlusmõttmisel on olemas tugiväärtus
- Osaleva labori tulemuse E_n arv leitakse:

$$E_n = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{\sqrt{U_{\text{lab}}^2 + U_{\text{ref}}^2}}$$

- kus X_{lab} on labori tulemus
- X_{ref} on tugiväärtus
- U_{lab} on labori tulemuse laiendmääramatus
- U_{ref} on tugiväärtuse laiendmääramatus

29.10.2014

37

E_n arvu interpreteerimine

- Labori tulemuse headuse hindamine toimub järgmiselt:

E_n väärtus	Tulemus	Vajalikud laboripoolsed meetmed
$ E_n \leq 1$	Rahuldav	-
$ E_n > 1$	Mitterahuldav	Korrigeerivad meetmed

29.10.2014

38

zeta arv

- Kas kaks tulemust langevad kokku?

$$zeta = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{\sqrt{u_{c,\text{lab}}^2 + u_{c,\text{ref}}^2}}$$

- X_{lab} on labori tulemus
- X_{ref} on referentsväärtus
- $u_{c,\text{lab}}$ on labori tulemuse liitstandardmääramatus
- $u_{c,\text{ref}}$ on referentsväärtuse liitstandardmääramatus

29.10.2014

39

zeta arvude interpreteerimine

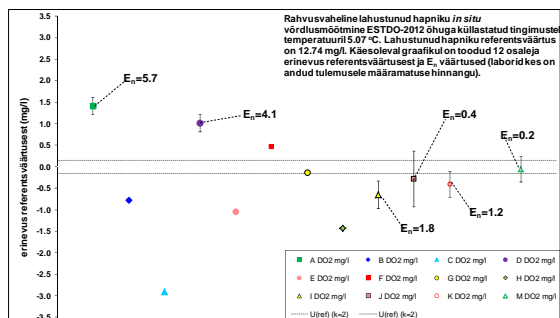
- Labori tulemuste headuse hindamine:

zeta väärtus	Tulemus	Vajalikud laboripoolsed meetmed
$ zeta \leq 2$	Rahuldav	-
$2 < zeta < 3$	Küsitav	Ennetavad meetmed
$ zeta \geq 3$	Mitterahuldav	Korrigeerivad meetmed

29.10.2014

40

E_n arvu näide



29.10.2014

41

E_n arvu ja zeta arvu eelised ja puudused

- Eelised
 - Võimaldab arvesse võtta nii tugiväärtuse kui ka osalejate tulemuste määramatusi
 - Seega on metrooloogiliselt korrektne
- Puudused
 - Eeldab tugiväärtuse olemasolu
 - Ei näita vahetult osalejate laborite vastavust välistele (nt seadusandluse v standardite) nõuetele
 - Määramatuse kattetegur ei ole spetsifitseeritud

29.10.2014

42

Võrdlus seadusandlike dokumentide või standardite nõuetega

- Kuna suur osa analüüse tehakse just selleks, et hinnata analüüsiobjekti vastavust seadusandluse või standardi nõuetele, siis on selline tulemuste hindamine väga loomulik
- Eeldused:
 - Eeldab see seda, et on olemas vastavat analüüsi sisaldav **seadusandlus või standard** ja et seal on sees ka **nõuded analüüsitulemuste kvaliteedile**
 - Võrdluspõhine peab olema läbi viidud selliselt, et saadavad tulemused oleksid seadusandluse või standardi nõuetega võrreldavad
 - Enamasti on vajalik tugiväärtuse olemasolu

29.10.2014

43

z-arv

- Kui võrdluspõhine tugiväärtus puudub ja selle asemel kasutatakse osalejate tulemustest saadud konsensusväärtust, siis on z-arv levinuim kriteerium
- Labori tulemuse z-arv leitakse:

$$z = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{cons}}}{S_{\text{target}}}$$

- X_{lab} on labori tulemus
- X_{cons} on **konsensusväärtus**
- S_{target} on **sihtstandardhälve**
 - Sihtstandardhälve iseloomustab standardhälbe tasemel vastava mõõtmise osalejate tulemuste **oodatavat** hajuvust

29.10.2014

44

z-arvude interpreteerimine

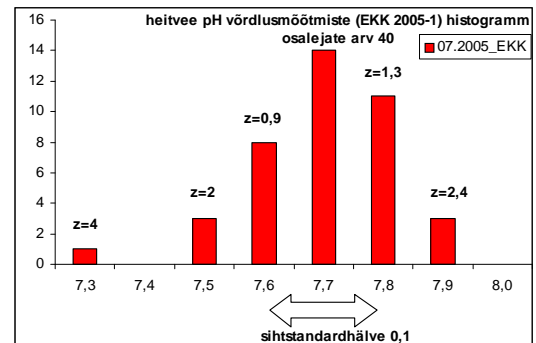
- Labori tulemuste headuse hindamine:

z väärtus	Tulemus	Vajalikud laboripoolsed meetmed
$ z \leq 2$	Rahuldav	-
$2 < z < 3$	Küsitav	Ennetavad meetmed
$ z \geq 3$	Mitterahuldav	Korrigeerivad meetmed

29.10.2014

45

z-arv näide



29.10.2014

46

z-arvu eelised ja puudused

- Eelised
 - On **alati kasutatav**, ei eelda tugiväärtuse olemasolu
 - Rangelt tegelikult võttes eeldab Normaalkaotust ja laborite sarnaseid määramatusi
 - **Odavam**
- Puudused
 - Ei võimalda arvesse võtta **osalejate tulemuste määramatusi**
 - Töötab halvasti, kui **osalejaid on vähe**
 - Suur osa osalejaid võivad eksida samas suunas
 - Ei näita vahetult osalejate laborite vastavust välistele (nt seadusandluse v standardite) nõuetele

29.10.2014

47

Konsensusväärtuse ja sihtstandardhälbe leidmine

- z-arvude kasutamisel on vaja leida **konsensusväärtus** ja **sihtstandardhälve**
- Kui võrdluspõhine tugiväärtus puudub, siis hinnatakse konsensusväärtust osalejate andmetest
- Sel juhul toimub see alles andmete analüüsimise etapis, mitte enne, nagu tugiväärtusega pädevuskatsete puhul
- Sihtstandardhälve võib olla leitud kas eraldi või osalejate andmetest

29.10.2014

48

Konsensusväärtuse leidmine

- Konsensusväärtus hinnatakse iga võrdlusmõõtmise raundi korral uuesti
- Enamasti kasutatakse konsensusväärtusena osalejate tulemuste aritmeetilist keskmist, mis on saadud peale tugevalt hälbivate tulemuste võimalikku eemaldamist
- Alternatiiv on mediaani kasutamine

29.10.2014

49

Hälbivate tulemuste elimineerimine

- Tugevalt hälbivate tulemuste esinemise väljaselgitamine ja nende eemaldamine on väga oluline
 - Näiteks ei ole pädevuskatsetes haruldased arvutusvead tulemustes, mis võivad viia tulemuse hälbimisele mitmeid kümneid kordi (näiteks kui on unustatud tulemuse arvutamisel arvesse võtta prooviga tehtud lahjendamine)
 - Samuti pole haruldased eksimused ühikutega, mis traditsiooniliselt viivad tuhandekordse (!) veani
- Sellise tulemuse sissejätmine andmetesse viib keskmise täielikult paigast ja muudab kogu võrdlusmõõtmise farsiks

29.10.2014

50

Hälbivate tulemuste elimineerimine

- Tugevalt hälbivate tulemuste eemaldamine pole triviaalne
 - Pädevuskatsete korral on enamasti võimalik seda teha vaid statistilistest kaalutlustest lähtudes, sest läheks liiga kulukaks ja aeganõudvaks selgitada sisuliselt välja laborite hälbimise põhjused
 - Hälbijate väljajätmine peab olema tehtud lähtudes korrektsetest statistilistest testidest, mitte sisetundest
- Mitu lähenemist:
 - Grubbs'i test
 - "Algoritm A"
- Mediaani kasutamisel pole vaja hälbijaid elimineerida

29.10.2014

51

Sihtstandardhälbe leidmine

- Lisaks konsensusväärtusele on vaja leida analüüsi iseloomustav sihtstandardhälve
- Kui konsensusväärtus leitakse iga raundi jaoks eraldi, siis sihtstandardhälve võidakse leida iga kord uuesti, aga võidakse seda ka mitte teha
- Sihtstandardhälbe leidmiseks on olemas mitu moodust
 - järgmised slaidid
 - levinuimad on praegusel ajal 1 ja 2

29.10.2014

52

Moodus	Eelised	Puudused
1. Leida igal raundil uus sihtstandardhälve vahetult osalejate andmetest	1. Lihtne kasutada; 2. Kasutatav mistahes mõõtmise korral	1. Annab hea hinnangu sihtstandardhälbele vaid siis, kui vastaval raundil on palju osalejaid; 2. Muudab sama skeemi erinevate võrdlusmõõtmiste tulemused laborite üldise suutlikkuse osas mittevõrreldavateks
2. Kasutada korraldaja kogemustest tulenevat sihtstandardhälvet kõikide sama skeemi võrdlusmõõtmiste jaoks	1. Annab võimaluse võrrelda sama skeemi erinevaid võrdlusmõõtmisi; 2. Kasutamise edukus ei ole sõltuv konkreetse raundi osalejate arvust	1. Nõuab korraldajalt pikaajalist kogemust ja ei ole kasutatav uute võrdlusmõõtmiste korral; 2. Eeldab, et erinevate raundide proovid on oma raskusastme poolest sarnased.

29.10.2014

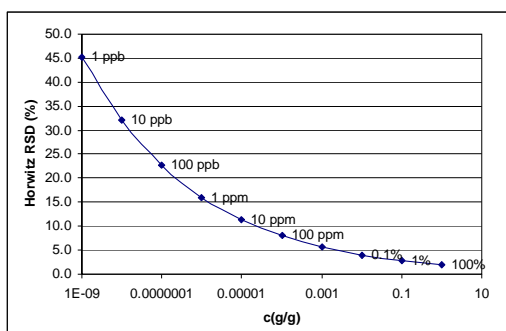
53

3. Kasutada seadusandlusest või standarditest tulenevat infot sihtstandardhälbe leidmiseks	1. Annab võimaluse võrrelda sama skeemi erinevaid võrdlusmõõtmisi; 2. Annab võimaluse hinnata laborite töö kvaliteedi vastavust seadusandluse või standardi nõuetele	1. Seadusandlus: ei ole sageli rakendatav, sest kas puudub vastav seadusandlus või ei ole selles toodud nõudeid; 2. Standard: Kõik osalevad laborid ei pruugi teha analüüsi sama standardi järgi
4. Kasutada Horwitz'i võrrandit (s_{target} on suhteline (%), C on analüüdi sisaldus proovis massi suhtes) $s_{\text{target}} = 2^{(1-0.5 \log C)}$	Täiesti universaalne, kasutab ainult analüüdi sisalduse andmeid	1. Ei võta üldse arvesse erinevate analüüside spetsiifikat ning on seetõttu kasutatav vaid esimese hinnanguna; 2. Kipub andma liiga suure sihtstandardhälbe.

29.10.2014

54

Horwitz'i kõver



29.10.2014

55

Tulemuste vormistamine

- Korrekse võrdlusmõõtmise juurde käib korralik tulemuste aruanne
- See saadetakse kõigile osalejatele
- Oluline on pidada kinni konfidentsiaalsusesätetest, mis määrati võrdlusmõõtmise väljakuulutamisel

29.10.2014

56

Kuidas leida sobiv pädevuskatsete skeem Proficiency Testing Scheme - PTS

- Sobiva võrdlusmõõtmise leidmine ei pruugi olla lihtne
- Parim informatsiooni allikas ehk võrdlusmõõtmiste andmebaas on EPTIS (European Proficiency Testing Information System)
- See on kättesaadav aadressil:
<http://www.eptis.bam.de/>
- Seda andmebaas haldab BAM (Bundesanstalt für Materialforschung und Prüfung)

29.10.2014

57

Teised võrdlusmõõtmiste tüübid

On veel kaks olulist põhjust korraldada võrdlusmõõtmisi:

1. Võrdlusmõõtmised sertifitseeritud materjalide referentsväärtuse leidmiseks
2. Võrdlusmõõtmised analüüsimetoodikate standardiseerimiseks ja valideerimiseks

29.10.2014

58

Võrdlusmõõtmised Referentsmaterjalidele referentsväärtuste omistamisel

- Referentsmaterjalidele referentsväärtuste omistamise jaoks on võrdlusmõõtmised üheks parimaks võimaluseks
- Selline võrdlusmõõtmine on väga sarnane olukorrale, kus pädevuskatse jaoks määratakse referentsväärtus kõrgetasemeliste laborite grupi poolt

29.10.2014

59

Võrdlusmõõtmised Referentsmaterjalidele referentsväärtuste omistamisel

- Sellel eesmärgil tehtavaid võrdlusmõõtmisi eristavad pädevuskatsetest põhiliselt järgmised punktid:
 - **Fookuses on referentsväärtus**, mitte osalejate hindamine
 - Osalema kutsutakse vaid kõrgetasemelised laborid
 - Osalejaid püütakse võimalusel valida nii, et nad kasutaksid erineva toimimispõhimõttega meetodikaid
 - Näiteks kui referentsmaterjali puhul on analüütideks polütuumsed aromaatsed süsivesinikud, on hea, kui mõni osalev labor määrab neid GC-MS meetodil, mõni jälle fluorestsentsdetektoriga HPLC meetodil. Selline korraldus võimaldab vältida probleeme seoses meetodite omaste süstemaatiliste vigadega

29.10.2014

60

Erinevused pädevuskatsetest

- Peale võrdlusmõõtmist korraldatakse reeglina osalejate kohtumine, millel arutatakse detailselt läbi kõigi osalejate tulemused ja omistatakse referentsmaterjalile referentsväärtus
- Enamasti on tulemused avalikud, st referentsmaterjali sertifitseerimisaruandest on võimalik täpselt teada saada, milline labor millise tulemuse sai
- Hälbivaid tulemusi ei jäeta välja statistilistest kaalutlustest lähtudes vaid igale konkreetsele juhule lähenetakse eraldi püüdes selgitada hälbimise põhjust

29.10.2014

61

Analüüsi- või mõõtemetoodika standardiseerimine

- Selleks, et analüüsi- või mõõtemetoodika saaks olla standardmetoodika, ja et seda saaksid kasutada arvukad laborid, peab ta olema võimalikult mitmekülgsest läbi uuritud ja tema omadused testitud
- **Sisuliselt peab metoodika olema väga usaldusväärset valideeritud**
- Parim võimalus selliseks valideerimiseks on korraldada laboritevaheline võrdlusmõõtmine ning anda kõigile osalejatele analüüsida samad proovid **uurimise all oleva metoodikaga**

29.10.2014

62

Erinevused pädevuskatsetest

• Fookuses on metoodika toimimise hindamine ja metoodika parameetrite määramine

- Osalemine on kutsetega ja eelistatakse kõrgetasemelisi laboreid
 - Osalejate valik enamasti mitte nii restriktiivne kui referentsmaterjalidele referentsväärtuste omistamisel
- Osalejad peavad kasutama uurimise all olevat metoodikat ja selle metoodika protokollist väga täpselt kinni pidama
 - Võimalusel leitakse ka sõltumatu referentsväärtus (ekspertlaborite grupi poolt)

29.10.2014

63

Erinevused pädevuskatsetest

- Peale võrdlusmõõtmist korraldatakse reeglina osalejate kohtumine, millel arutatakse detailselt läbi kõigi osalejate tulemused
 - Fookuses on eeskätt **metoodika sobivus** selliste mõõtmisel olevate proovide analüüsimiseks ning osalejate tulemuste võrdlus ekspertlaborite grupiga
 - Seejuures võetakse tõsiselt arvesse osalejate tähelepanekuid ja soovitusi metoodika võimaliku modifitseerimise kohta
- Hälbivaid tulemusi ei jäeta välja statistilistest kaalutlustest lähtudes vaid igale konkreetsele juhule lähenetakse eraldi püüdes selgitada hälbimise põhjust

29.10.2014

64