



NUTZUNG DER DATEN AUS RINGVERSUCHEN DURCH LABORATORIEN

Bedeutung von Ringversuchen

Ringversuche werden aus unterschiedlichen Gründen durchgeführt [1], z.B.

- zur Validierung von Prüfverfahren,
- zur Zertifizierung von Referenzmaterialien,
- zur Bewertung der Leistungsfähigkeit von Laboren (Eignungsprüfungen)
- oder allgemeiner zur Feststellung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse verschiedener Labore.

Unabhängig von den spezifischen Zielen eines Ringversuchs, können die Ergebnisse von einem teilnehmenden Labor benutzt werden, um

- die Leistungsfähigkeit seiner Prüfverfahren und / oder seines Personals zu prüfen,
- seine Kompetenz gegenüber Kunden und Akkreditierungsstellen nachzuweisen,
- nützliche Informationen für die Ermittlung seiner Messunsicherheit zu erhalten.

Bewertung der Ringversuchsdaten

In Eignungsprüfungen nehmen Veranstalter (Anbieter) derartiger Prüfungen häufig eine quantitative Bewertung der erzielten Scores (Bewertungszahlen) eines Laboratoriums vor. Es gibt eine Reihe verschiedener Scores, von denen zwei besonders häufig verwendet werden [2]:

z-Score:

$$z_i = \frac{x - X}{\sigma^{\wedge}}$$

E_n -Zahl (auch E_n -Wert genannt; hauptsächlich in Gebrauch bei Kalibrierungen):

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_{ref}^2 + U_{lab}^2}}$$

(wobei x : Ergebnis des Labors, X : zugewiesener Wert, σ^{\wedge} : Standardabweichung für die Eignungsbewertung, U_{ref} : dem zugewiesenen Wert beigeordnete erweiterte Messunsicherheit, U_{lab} : dem Laborergebnis beigeordnete erweiterte Messunsicherheit bedeutet).

Die Zähler beider Scores zeigen die Differenz zwischen dem Labormesswert und dem zugewiesenen Wert, der in der Regel entweder von einem oder mehreren Referenzlaboratorien (übliche Vorgehensweise bei Kalibrierungen) oder als Konsenswert aller teilnehmenden Laboratorien ermittelt wurde. Die Standardabweichung σ^{\wedge} im Nenner der z-Score-Gleichung ist das Maß der tatsächlichen oder akzeptierten Streuung der Ergebnisse. Der Nenner des E_n -Wertes stellt die erweiterte kombinierte Unsicherheit dar, die der Differenz im Zähler beigeordnet ist. Bei beiden Scores wird also die tatsächliche Differenz zwischen dem Messwert des Labors und dem zugewiesenen Wert gegen eine Schätzung der (erwarteten oder akzeptierten) Streuung der Ergebnisse bewertet. Die beiden Scores unterscheiden sich darin, dass der z-Score die Messwerte der Labore gegen den gleichen numerischen Wert bewertet, während bei dem E_n -Wert die von jedem einzelnen Labor angegebene Messunsicherheit berücksichtigt wird.

Anbieter von Eignungsprüfungen verwenden häufig die folgende Klassifizierung für die von den teilnehmenden Laboratorien gelieferten Ergebnisse:

- ausreichendes Ergebnis: $|z| \leq 2,0$ oder entsprechend $|E_n| \leq 1,0$;
fragwürdiges Ergebnis: $2,0 < |z| < 3,0$;
unzureichendes Ergebnis: $|z| \geq 3,0$ oder entsprechend $|E_n| > 1,0^1$.

¹ Wenn die erweiterten Messunsicherheiten mit einem Erweiterungsfaktor von 2,0 berechnet werden, entspricht ein kritischer Wert von 1,0 für einen E_n -Wert dem kritischen Wert von 2,0 bei Verwendung von z-Scores [2].



Die Analyse der Ringversuchsdaten durch das Laboratorium

Um die Ergebnisse eines Ringversuchs für die im oberen Abschnitt genannten Zwecke zu verwenden, sollte das Labor nach der Teilnahme an einem Ringversuch seine Ergebnisse sorgfältig analysieren unter Einbeziehung bereits vorhandener Informationen, wie z.B.

- Messunsicherheitsangaben des verwendeten Prüfverfahrens in Normen, Literatur usw.,
- eigener Bewertungen dieser Messunsicherheit,
- Standardabweichung der Ergebnisse aller an diesem Ringversuch teilgenommenen Labore,
- einer für das Labor und seine Kunden akzeptablen Messunsicherheit.

Auch wenn der Veranstalter eines Ringversuchs die Ergebnisse als ausreichend oder unzureichend klassifiziert, sollte sich das Labor nicht einfach auf diese Bewertung verlassen. Wenn z.B. vom Veranstalter für den z-Score eine Standardabweichung σ^{\wedge} verwendet wird, die von dem Labor für sich als nicht für die eigenen Zwecke geeignet (ffp / fit-for-purpose) angesehen wird, könnte es einen modifizierten z-Score (sffp / specified fit-for-purpose) unter Verwendung eines σ^{\wedge}_{ffp} entsprechend den eigenen Erfordernissen oder denen seiner Kunden berechnen [3].

Im Falle eines unzureichenden Ergebnisses sollte das Labor eine eigene Ursachenanalyse durchführen und dann anhand der Ergebnisse der Analyse entsprechende Korrekturmaßnahmen ergreifen. Manchmal kann der Veranstalter des Ringversuchs hier entsprechende Ratschläge erteilen. Nachdem diese Korrekturmaßnahmen durchgeführt wurden, sollte das Labor deren Wirksamkeit nachweisen, z.B. durch die

- Verwendung eines geeigneten Referenzmaterials,
- Teilnahme an einem anderen Ringversuch.

Außerdem sind die Ergebnisse von Ringversuchen ein wichtiges Instrument, um die Ermittlung der Messunsicherheit der Prüfverfahren zu verifizieren [4, 5, 6]. Falls die Abschätzung der Messunsicherheit sich als zu hoch oder zu niedrig erweist, sollte das Labor sie entsprechend anpassen.

Schlussfolgerungen

Unabhängig von einer letztendlichen Klassifizierung der Ergebnisse des Ringversuchs durch den Veranstalter als ausreichend oder unzureichend, sollte jedes Labor seine Ergebnisse anhand seiner eigenen Kriterien sorgfältig analysieren. Wenn sich ein Ergebnis dann als unzureichend herausstellt, sollte das Labor geeignete Korrekturmaßnahmen ergreifen und sich davon überzeugen, dass diese Maßnahmen wirksam waren.

Zusätzlich sollten die Ergebnisse eines Ringversuchs dazu verwendet werden, die Abschätzung der Messunsicherheit der verwendeten Prüfverfahren zu verifizieren oder zu verbessern.

Literatur

- [1] DIN EN ISO/IEC 17043, Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen, 2010
- [2] ISO 13528, Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison, 2015
- [3] IUPAC, The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, Pure Appl. Chem., 78 (2006), 145 - 196
- [4] NORDTEST Technical Report 537, Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories, 2003, www.nordicinnovation.net/nordtest.cfm
- [5] EUROLAB Technical Report 1/2006, Guide to the Evaluation of Measurement Uncertainty for Quantitative Results, www.eurolab.org
- [6] EUROLAB Technical Report 1/2007, Measurement uncertainty revisited: Alternative approaches to uncertainty evaluation, to be published

Anmerkung in der deutschen Fassung: Bei der Bewertung an Hand des E_n -Werts wird vorausgesetzt, dass die Erweiterungsfaktoren den Wert 2 haben.