

Miten pätevyyskokeet auttavat laboratoriotamme?

Johdanto

Pätevyyskokeet soveltuvat rutiinimittaustulosten määrälliseen, laadulliseen ja tulkinnalliseen arviointiin, joista tässä esitteessä keskitytään määrällisten (kvantitatiivisten) testausten pätevyyskokeisiin. Pätevyyskokeisiin osallistuminen on olennainen osa laboratorioden laadunvarmistusta ja hyödyttää laboratorioita monin tavoin. Pätevyyskokeen järjestäjä arvioi kokeeseen osallistuvien laboratorioden suorituskykyä pätevyyskoesuunnitelmassa ennalta määrättyjen kriteerien mukaan.

Pätevyyden arviointi

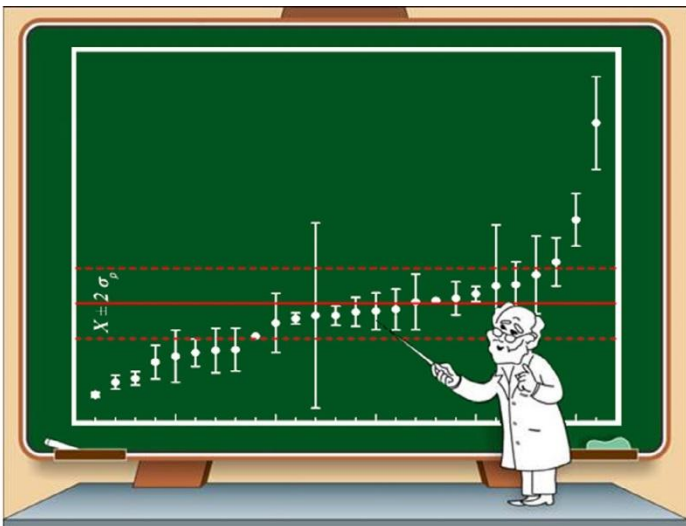
Useimmissa pätevyyskokeissa osallistujien tuloksia vertaillaan ja tulkitaan käyttäen tilastollisia menettelyjä¹. Tarkoituksena on verrata tuloksia pätevyyskoejärjestäjän asettamaan tavoitearvoon tai muulla perusteella hyväksytyyn vertailuarvoon. Vertailuarvoa (X) ja kokonaishajonnan tavoitearvoa (σ_p) käytetään osallistuvien laboratorioden tulosten (x) tarkastelussa,

esimerkkinä z-arvo: $z = (x - X) / \sigma_p$

Laboratoriokohtaisia z-arvoja arvioidaan seuraavin kriteerein:

- $|z\text{-arvo}| \leq 2.0$, tulos on hyväksyttävä;
- $2.0 < |z\text{-arvo}| < 3.0$, tulos on kyseenalainen ("hälytyssignaali");
- $|z\text{-arvo}| \geq 3.0$ tulos ei ole hyväksyttävä ("toimintasignaali").

Tämä perustuu periaatteelle, että normaalisti jakautuneet analyysitulokset ovat 95 % todennäköisyydellä kahden standardikeskihajonnan sisällä ja 99,7 % todennäköisyydellä kolmen standardikeskihajonnan sisällä.

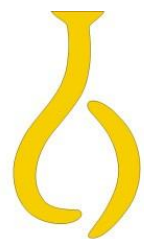


Pätevyyskokeen järjestäjä määrittää kokonaishajonnan tavoitearvon (σ_p) esimerkiksi määrätystä tai havaitusta analyttisestä suorituskyvystä tai pätevyyskokeen tulosten jakaumasta. Pätevyyskokeen järjestäjän asettama σ_p -arvo saattaa olla jollekin pätevyyskokeeseen osallistujalle epäsopeva. Mikäli on perusteltua, osallistuja voi tällöin laskea z-arvonsa käyttäen vaihtoehtoista, heidän tarkoituksiinsa soveltuvaa σ_p -arvoa.

Korjaavat toimenpiteet

Ei-hyväksyttävät tulokset pätevyyskokeissa ("toimintasignaali") saattavat merkitä ongelmaa tehdyissä analyyseissä. Laboratorion tulee tutkia, mistä ei-hyväksyttävä tulos johtuu (esimerkiksi tulosten puhtaaksikirjoitus- tai laskentavirheet, oikeellisuus ja toistotarkkuus) ja, mikäli tarpeellista, suorittaa asiaankuuluvat korjaavat toimenpiteet. Pätevyyskokeisiin osallistumisen hyödyt laboratorioille jäävät hyvin suppeiksi, mikäli ei-hyväksyttävien tulosten antamiin toimintasignaaleihin ei reagoida.

¹ Muita tulosten arviointitapoja, ks. ISO 13528



Eurachem

A FOCUS FOR
ANALYTICAL CHEMISTRY
IN EUROPE

Pitkän aikavälin tulosten arviointi

Sisäisen laadunvarmistuksen lisäksi säännöllinen osallistuminen pätevyyskokeisiin antaa laboratorioille mahdollisuuden seurata pitkän aikavälin suoriutumistaan ja näin tunnistaa mahdolliset muutokset jo ennen kuin ongelmia ilmenee. Tulokset toisiaan seuraavista pätevyyskokeista voidaan kirjata laadunvalvontakorttiin.

Menetelmävertailu

Tietyissä pätevyyskokeissa osallistujien tulee raportoida yksityiskohtaisesti käyttämänsä menetelmä. Tällöin pätevyyskoeraportti mahdollistaa, että osallistujat voivat verrata käyttämäänsä menetelmää muihin pätevyyskokeessa käytettyihin menetelmiin.

Pätevyyskoetulosten käyttö poikkeamien havaitsemiseen

Menetelmän poikkeama (bias) tulisi määrittää käyttäen varmennettua vertailumateriaalia tai vertaamalla menetelmää vertailumenetelmään. Kaikille näytematriiseille, analyteille ja pitoisuuksille ei kuitenkaan ole saatavilla varmennettua vertailumateriaalia tai vertailumenetelmää – tai varmennettu vertailumateriaali ei täysin vastaa todellista näytettä. Mikäli pätevyyskokeessa on määritetty luotettava arvio ”todellisesta arvosta”, pätevyyskokeeseen osallistuminen mahdollistaa poikkeaman tarkastelun ottaen huomioon näytematriisin ja pitoisuuden vaihtelut. Useampiin pätevyyskokeisiin osallistuminen antaa tietoa myös poikkeamien vaihtelusta, mitä voidaan käyttää apuna menetelmän mittausepävarmuutta määrittäessä.



Mittausepävarmuuden arviointi pätevyyskoetulosten avulla

Pätevyyskokeen tuloksista laskettua ζ (zeta)-arvoa voidaan käyttää osallistuvan laboratorion mittausepävarmuusarvion todenmukaisuuden arviointiin. zeta-arvo lasketaan seuraavasti:

$$\zeta = \frac{(x - X)}{\sqrt{u_x^2 + u_X^2}}$$

missä x on laboratorion tulos, X on vertailuarvo ja vastaavasti niiden standardiepävarmuudet ovat u_x ja u_X .

Arviointikriteerit hyväksyttävälle, kyseenalaisille ja ei-hyväksyttävälle tuloksille ovat samat kuin z-arvoilla. Laboratorion raportoima tuloksen mittausepävarmuus on laboratorion antama arvio tarkkuudesta, jonka laboratorio ilmoittaa saavuttavansa. Jos ζ -arvot ovat hyväksyttävän alueen ulkopuolella, laboratorio ei ole pystynyt saavuttamaan omia vaatimuksiaan. Toisin sanoen, tällöin heidän mittausepävarmuutensa on aliarvioitu.

Lisäksi laboratorion mittautuloksen standardimittausepävarmuuden voidaan olettaa olevan pienempi kuin pätevyyskokeessa saatu uusittavuus. Mikäli mittausepävarmuus on huomattavasti alhaisempi, epävarmuuden arviointi tulee tehdä uudelleen.

Pätevyyden osoittaminen

Laboratorioiden asiakkaat, akkreditointielimet ja säädösten laatijat pitävät menestyksellistä osallistumista pätevyyskokeeseen ($|z\text{-arvo}| \leq 2.0$) usein osoituksena pätevydestä. Pätevyyskoe voi olla laboratorioille myös arvokas koulutuksellinen apuväline, osoittaen esimerkiksi henkilökunnan koulutuksen tarpeen tai jo annetun koulutuksen onnistumisen.

Lisätietoa

EURACHEM (2011): Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes by Laboratories

Pätevyyskokeista ja niiden järjestäjistä saa tietoa kansallisilta akkreditointielimiltä, EPTIS tietokannasta sekä kansainvälisiltä organisaatioilta kuten Eurachem, Eurolab ja EQALM.