

Verwendung von überschüssigen Ringversuchsproben

Einführung

Manchmal sind von Anbietern von Eignungsprüfungen nach Abschluss eines Ringversuchs Proben erhältlich. Zweck dieses Informationsblattes ist es, Laboratorien über Nutzen und Grenzen überschüssiger Ringversuchsproben zu beraten.

Mögliche Verwendung

Für überschüssige Ringversuchsproben gibt es zahlreiche potentielle Verwendungen:

- zur Bewertung neuer Messverfahren und Überprüfung ihrer korrekten Implementierung;
- zur Ausbildung von neuen Analytikern;
- zur Einschätzung der zu erwartenden Leistung in einem Ringversuch;
- zur Fehlersuche in Messverfahren und zur Neubewertung der analytischen Leistung nach fragwürdigen oder unzureichenden Ergebnissen in einem Ringversuch;
- als Qualitätskontrollprobe (QC) [1].



Allgemeine Betrachtungen

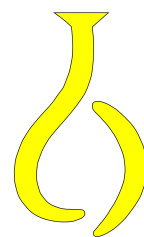
Die folgenden Faktoren sollten vor der Verwendung von überschüssigen Ringversuchsproben berücksichtigt werden:

- Prüfung, ob alle relevanten Begleitinformationen verfügbar sind und den Anforderungen der Endnutzer entsprechen, z. B. der zugewiesene Wert und seine Unsicherheit für die interessierende(n) Messgröße(n);
- Beurteilung der physikalischen Eignung und Sicherstellung, dass die Matrix geeignet ist. Einige Ringversuchsproben haben eine Zusammensetzung, die der von Routineproben nahekommt, während andere synthetisch oder aufgestockt sind. Dies kann die Eignung der Ringversuchsproben für die Beurteilung der verschiedenen Stufen des Messverfahrens beeinflussen;
- Prüfung ihrer Verfügbarkeit. Überschüssige Ringversuchsproben sind möglicherweise nur in geringer Anzahl verfügbar, was ihre Nützlichkeit für wiederholte Tests im Laufe der Zeit einschränkt, z. B. als QC-Proben;
- Bewertung der bereitgestellten Stabilitätsinformationen. Ringversuchsproben müssen während der Durchführung eines Ringversuchs stabil sein, aber es ist nicht erforderlich, dass sie nach Abschluss der Runde hinsichtlich ihrer Stabilität bewertet werden müssen. Der Ringversuchsanbieter kann möglicherweise zusätzliche Stabilitätsdaten oder Lagerungsanforderungen bereitstellen, andernfalls sind weitere Bewertungen durch den Endnutzer erforderlich.

Nützlichkeit begleitender Ringversuchsdaten

Am Ende eines Ringversuchs wird für jeden Parameter ein zugewiesener Wert bereitgestellt, und die Leistungen der Teilnehmer werden anhand eines vordefinierten Akzeptanzkriteriums beurteilt, z.B. anhand eines z-Scores [2]. Diese Information kann die Verwendung von überschüssigen Ringversuchsproben unterstützen, vorausgesetzt, die folgenden Punkte werden berücksichtigt:

- wenn es sich bei dem zugewiesenen Wert um einen Konsenswert handelt, müssen die Endbenutzer möglicherweise die Messverfahren bedenken, die zur Ableitung dieses Wertes verwendet wurden;



Eurachem

A FOCUS FOR
ANALYTICAL CHEMISTRY
IN EUROPE

- ob die metrologische Rückverfolgbarkeit der zugewiesenen Werte sie für die Beurteilung des Bias geeignet macht, z.B. wenn sie von einem bekannten Wert einer Aufstockung oder einer Messung mit einem Primärmessverfahren abgeleitet sind;
- ob die Leistungsbewertungskriterien des Ringversuchs-Anbieters mit den vom Endbenutzer geforderten Eignungskriterien übereinstimmen. Wenn ja, könnten sie zur Festlegung der Kontrollgrenzen in Regelkarten verwendet werden. Sonst müssen eigene Kriterien gesetzt werden [3].

Fallstudie - Verwendung von überschüssigen Ringversuchsproben bei der Implementierung eines Standardverfahrens

Ein Labor möchte das Normverfahren EN 15763 für die Bestimmung des Massenanteils von Cadmium in Lebensmitteln durch ICP-MS nach Mikrowellenaufschluss übernehmen. Zu diesem Zweck wurden fünf Ringversuchsproben mit unterschiedlichen Matrices Niveaus (Massenanteil) von einem Ringversuchs-Anbieter bezogen und doppelt analysiert.

Das Laboratorium (i) verifiziert, dass der Mittelwert aus den Wiederholungen in den zufriedenstellenden Leistungsbereich für den jeweiligen Ringversuch fällt ($|z| \leq 2$) und (ii) prüft, dass der beobachtete Unterschied zwischen den Wiederholmessungen die angegebene Wiederholgrenze (r) des Normverfahrens nicht überschreitet.

Die nachstehenden Daten bestätigen, dass das Labor die Methode korrekt anwenden kann.

Matrix	Form	Mittelwert der Wiederholmessungen (mg/kg)	Akzeptabler Bereich (mg/kg)	Differenz zwischen den Wiederholmessungen (mg/kg)	Wiederholgrenze, r (mg/kg)
Fischmuskel	Gefroren	0,076	0,041 - 0,109	0,006	0,020
Tomaten-Passata	Flüssig	0,187	0,148 - 0,224	0,011	0,014
Schokolade	Pellets	0,304	0,187 - 0,419	0,017	0,022
Rinderleber	Gefroren	0,636	0,392 - 0,808	0,015	0,048
Meeresalgen	Gefriergetrocknet	1,84	1,57 - 2,79	0,17	0,20

Mehr Informationen / weiterführende Literatur

- [1] B. Brookman and I. Mann (eds.) Eurachem Guide: *Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes* (3rd edition 2021), erhältlich unter www.eurachem.org.
- [2] Eurachem Leaflet: *Wie können Eignungsprüfungs-Ringversuche meinem Labor helfen?* (Zweite Ausgabe 2023), erhältlich unter www.eurachem.org
- [3] B. Magnusson und U. Örnemark (Hrsg.) Eurachem Guide: *Die Eignung von Analysenverfahren Ein Leitfaden für Laboratorien zur Verfahrensvalidierung und zu verwandten Themen*, (Zweite Ausgabe 2014 - Deutsche Übersetzung 2017), erhältlich unter www.eurachem.org

Informationen über Eignungsprüfungsveranstalter und –systeme erhalten Sie von Ihrer nationalen Akkreditierungsstelle, von der EPTIS-Webseite (www.eptis.org) oder von anderen nationalen oder internationalen Organisationen.