

Ringtester i kvalitetssikrings-sammenheng, historikk og videreføring

Av Håvard Hovind, NIVA

Håvard Hovind er forsker og kvalitetsansvarlig for kjemi-laboratoriet ved NIVA

Innlegg på seminar 14. oktober 2004

Hva er ringtester?

Det offisielle navnet er idag sammenlignende laboratorieprøvning (forkortet slp, populært kalt ringtest, interkalibrering, round robin, inter-comparison etc.), og omfatter organisering, gjennomføring og bedømmelse av analyser av samme prøver utført ved to eller flere laboratorier i samsvar med betingelser som er fastsatt på forhånd. Det finnes ulike måter å gjennomføre dette på, men alle har det til felles at arrangøren sender ut et antall homogene prøver til en rekke laboratorier som rutinemessig utfører bestemmelser av de aktuelle analysevariable. Laboratoriene utfører bestemmelsene i de tilsendte prøver i henhold til sin rutine. Resultatene sendes så tilbake til det laboratorium som organiserer ringtesten, som så sammenstiller laboratorienes resultater, og gjør en samlet vurdering av resultatene, og de enkelte deltakeres prestasjoner.

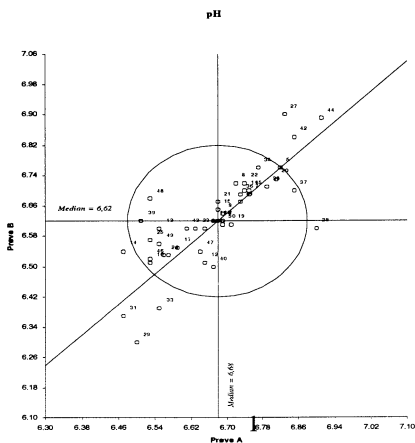
Organisering av ringtester i systematiske former startet vel her i Norge

omkring 1970, og vår deltagelse i det nordiske samarbeidet innen Nordforsks arbeidsgruppe for vannanalyser hadde en tredelt målsetning: gjennom diskusjoner og laboratorietester ville man arbeide mot å kunne gi råd om

- felles, hurtige og nøyaktige analysemetoder i de nordiske land
- enhetlige regler for prøvetaking, konservering, lagring og transport av vannprøver
- at analyseresultatene fra ulike laboratorier angis med felles enhet.

Presentasjon av resultatene

De første interkalibreringene, som de ble kalt den gangen, hadde gjerne 8 – 9 deltagende laboratorier, og resultatene ble presentert i tabellform. Det ble gjennomført enkle statistiske beregninger, og det ble presentert en kort diskusjon omkring mulige årsaker til forskjeller mellom laboratoriene. Dessuten ble det i rapportene gitt råd som skulle imøtekomme målsetningene til arbeidsgruppen.



Figur 1. Youdendiagram for pH, prøvepar A

I 1975 ble det publisert en ny måte å presentere resultater fra ringtester på, den såkalte "two-sample chart" av Youden og Steiner i *Statistical Manual of the AOAC* (Association of Official Analytical Chemists). Dette har senere blitt omtalt som Youdens metode, og baseres på at resultatene for to prøver i et prøvepar plottes mot hverandre. Et aksekors i diagrammet går gjennom den sanne verdi for de to prøvene, og deler diagrammet i fire kvadranter. Avhengig av beliggenheten i diagrammet kan vi si noe om hvilke feilkilder som påvirker resultatene fra de enkelte laboratoriene. En forutsetning for å benytte denne teknikken er at konsentrasjonene i de to prøvene ikke ligger for langt fra hverandre.

Bruken av Z-score har fått stadig større utbredelse gjennom de senere årene. Denne kan beregnes på to ulike måter. Den ene er å benytte en på forhånd fastlagt akseptansegrense som

grunnlag for beregningen, den andre benytter standardavviket mellom laboratoriene som beregnings-grunnlag. I det siste tilfellet er spredningen mellom laboratoriene avgjørende for hvilken Z-score man får. Med stor spredning kan fås god Z-score selv om avviket fra den sanne verdi er relativt stort, mens med en liten spredning kan Z-score være uakseptabel selv om avviket er lite.

Hvis vi i det første tilfellet sier at akseptansegrensen for usikkerheten i analyseresultatet er $\pm 20\%$, og at dette skal tilsvare en Z-score på 2, blir formelen for beregningen:

$$Z = (X - A) \times 10 / A$$

der A er den sanne verdi og X er laboratoriets resultat.

Hvis man heller vil ta hensyn til spredningen mellom resultatene fra laboratoriene som deltar, og at 2 ganger standardavviket mellom laboratoriene skal tilsvare en Z-score på 2, blir formelen

$$Z = (X - A) / (A \times s)$$

der s er standardavviket mellom laboratoriene.

I de tilfellene man benytter en eller flere enkeltprøver i ringtesten, kan resultatene framstilles i et stolpediagram, hvor høyden representerer middelverdien for de parallelle bestemmelsene det enkelte laboratorium har utført, og høyden på stolpen gir muligheter for å sammenligne middelverdiene til deltakernes resultater.

En annen måte å presentere slike resultater på er å plote inn middelverdien for det enkelte laboratorium, og angi usikkerheten uttrykt ved standardavviket som et område på begge sider av middelverdien, usikkerhetsangivelsen representerer i dette tilfellet spredningen mellom enkelt-resultatene innen det enkelte laboratorium.

Hvorfor delta i ringtester?

Norsk Akkreditering stiller krav om at akkrediterte laboratorier skal delta jevnlig i ringtester, når slike er tilgjengelige. Dette skal benyttes som et ledd i det å dokumentere laboratoriets kompetanse og analysekvalitet. I tillegg til selve deltakelsen ved ringtester, kreves det også at laboratoriene har et program for oppfølging av ringtestene. Hvis avvikene er for store, skal laboratoriet kunne dokumentere hvilke tiltak som er gjennomført, samt vise effekten av disse tiltakene. Det er et krav at slik dokumentasjon finnes ved laboratoriet. Også oppdragsgiverne kan benytte seg av dette ved at de kan be laboratoriet om å opplyse hvilket identitetsnummer de har i en gitt ringestrapporrt.

Dette kravet er nedfelt i NS-EN ISO/IEC 17025 som danner grunnlaget for akkrediteringsordningen i Norge. Kapittel 5.9 i denne standarden sier blant annet at "Laboratoriet skal ha prosedyrer for kvalitetsstyring for å overvåke gyldigheten av utført prøving og kalibrering. De dataene dette resulterer i, skal registreres på en slik måte at trender kommer til syne, og når det er praktisk, skal statistiske teknikker anvendes for å gjennomgå

resultatene. Denne overvåkingen skal planlegges og gjennomgå og kan omfatte, men ikke være begrenset til

- a ---
- b deltakelse i sammenligning mellom laboratorier eller programmer for sammenlignende laboratorieprøving
- c ---

I forbindelse med akkreditering av laboratorier stilles det krav om at kvalitetssystemet skal inneholde en begrunnet plan for hvordan sporbarhetskravet skal kunne oppfylles, deriblant gjennom deltakelse i ringtester. Hvis det ikke finnes andre måter å oppfylle kravet til sporbarhet på, **skal** laboratoriet delta i ringtester. Det er av helt avgjørende betydning at både de ansvarlige ved laboratoriet, og laboratoriepersonalet for øvrig forstår hva hensikten er med å delta i ringtester. Den rutinen som er beskrevet ved laboratoriet skal følges ved håndtering av ringtestprøver, på samme måte som ved analyse av rutineprøver.

Uavhengig kontroll

En ringtest fungerer som en ekstern kontroll av laboratoriet, ettersom det er en utenforstående instans som foretar en uavhengig vurdering av laboratoriets prestasjoner ved testen. En slik kontroll kan ikke uten videre erstattes med bruken av sertifiserte referansematerialer (SRM) hvor laboratoriets personale i praksis står for en vurdering av seg selv. Men bruken av SRM blir ofte koblet sammen med deltakelse i ringtester.

Det er ikke mulig å gi generelle regler for hvor mange ringtester et

laboratorium skal delta i, dette er avhengig av mange faktorer, blant annet hvor tidkrevende analysen er, og hvor god analysekvaliteten er ved laboratoriet. Norsk Akkreditering anser det naturlig å kreve at "dårlige" laboratorier deltar oftere enn de som kan dokumentere at de har god kvalitet på analysene, inntil laboratoriet kan dokumentere at det har blitt bedre. Det er laboratoriets eget ansvar å vurdere hvor ofte det er nødvendig å delta, men denne vurderingen overprøves av Norsk Akkreditering under bedømmelsen av laboratoriet.

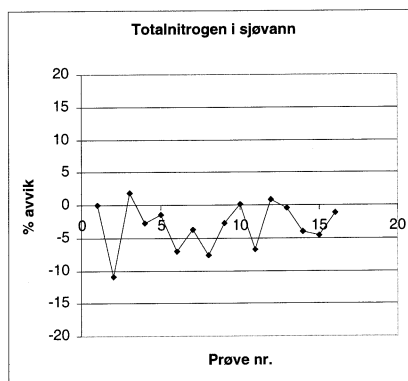
Evaluering av ringtestresultater

I laboratoriets Kvalitetshåndbok skal deltakelse i ringtester være beskrevet, eventuelt med henvisning til et dokument som i detalj beskriver hvordan vurdering av ringtestresultatene skal gjennomføres og hvordan dette inngår i kontrollen av analysekvaliteten. Kvalitetshåndboken skal også referere til en oversikt over ringtester laboratoriet har deltatt i gjennom det siste året, og som også inneholder en vurdering av laboratoriets prestasjoner ved de enkelte ringtester.

Det er opp til laboratoriet selv å definere hvilke krav til analysekvalitet som skal oppfylles ved ringtestene. Det mest vanlige blant norske laboratorier er å ta utgangspunkt i de grenser som arrangøren av ringtesten definerer som akseptable, men mange laboratorier opererer allikevel med interne krav som omfatter vesentlig snevrere grenser enn dette. I området nær deteksjonsgrensen er det som regel mer fornuftig å benytte absolutte

kravverdier istedenfor relative krav som benyttes i det øvrige måleområdet.

I Norsk Standard 17025, under merknadene i kapittel 4.11 står det blant annet omtalt i forbindelse med forebyggende tiltak: Forebyggende tiltak er en proaktiv prosess for å identifisere muligheter for forbedring snarere enn en reaksjon på avdekking av problemer eller klager. I tillegg til gjennomgang av driftsprosedyrene kan forebyggende tiltak omfatte analyse av data, inkludert trend- og risikoanalyse, samt en vurdering av eventuell trend i resultatene fra ringtester.



Eksempel på trendanalyse: % avvik er angitt som funksjon av ringteststemmer.

Norske ringtestprogrammer i dag

Det finnes ulike grunner for å organisere en ringtest. De fleste er faste programmer som gjennomføres jevnlig ved NIVA:

- ferskvanns-ringtesten brukes til kontroll av analysekvaliteten på

laboratorier som utfører overvåkingsanalyser, men er i dag også koblet opp mot kontroll av drikkevann

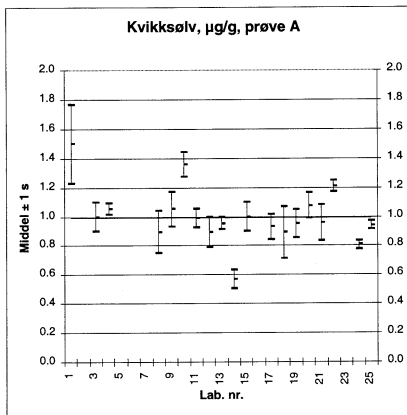
- industri-ringtesten brukes til kontroll av laboratorier som gjennomfører utslippskontroll
- slam-ringtesten er en ekstern kontroll av laboratorier som utfører kontrollanalyser av slam som skal brukes som jordforbedringsmiddel
- sur nedbør-ringtesten brukes til å dokumentere kvaliteten til resultatene som kommer fra laboratorier som leverer data til den internasjonale sur nedbør-databasen
- PAH og PCB i vann er startet opp fordi Norsk Akkreditering etterlyser bedre sporbarhet for disse analysene.

I tillegg gjennomføres mer sporadiske ringtester som har spesielle, konkrete målsetninger:

- spesielle slp'er organiseres når man skal validere nye metoder, dette

skjer gjerne i tilknytning til standardisering av metoder, hvor man trenger angivelse av presisjon, usikkerhet, robusthet etc.

- sertifisering av materialer foretas gjerne ved at det gjennomføres en slp for å framskaffe informasjon om usikkerheten til analyseverdiene i sertifikatet, i slike tilfeller benyttes svært ofte utvalgte laboratorier.



Eksempel på ringtest hvor resultatet er angitt med usikkerhet.