



Analytik/Labor

Seminar

Ringversuche in der chemischen Analytik

effektives Planen, Durchführen und
Bewerten mit statistischen Methoden

Leitung

Dr. Stefan Schömer

13. - 14. März 2006 in Essen

Seminar

Kalibrierung in der chemischen Analytik - Statistische Methoden

Methodenauswahl, -vergleich und -
bewertung mit Kalibrierdaten, Ermitteln
von Leistungskennwerten und
Messunsicherheiten

Leitung

Dr. Stefan Schömer

15. - 16. März 2006 in Essen

Ringversuche in der chemischen Analytik

effektives Planen, Durchführen und Bewerten mit statistischen Methoden

Zielsetzung

Die Teilnehmer erfahren neben den Grundlagen der Planung und Durchführung von Ringversuchen im Besonderen Kenntnisse zur Auswertung und Interpretation von Ergebnissen aus Laborvergleichen.

Die Themen werden durch zahlreiche Beispiele und in einem abschließenden Workshop zur Interpretation von Ergebnissen vertieft.

Die erworbenen Kenntnisse dienen dem Labor der überzeugenden Präsentation am Markt, der sachgerechten Bewertung der Berichte von Ringversuchsveranstaltern oder von im Unterauftrag tätiger Labors und nicht zuletzt der fundierten Argumentation in Berichten gegenüber Zulassungsbehörden.

Teilnehmerkreis

Leiter, Mitarbeiter und Qualitätsbeauftragte chemisch-analytischer Labors, die die Durchführung von oder die Teilnahme an Ringversuchen planen und für die Auswertung und Bewertung der Ergebnisse und für deren Präsentation verantwortlich sind.

Inhalt

- Grundlagen und Begriffe (Schömer)
 - Übersicht zu Normen und Richtlinien zu Ringversuchen - vertrauenswürdige Ergebnisse gefordert
 - System der Rückführbarkeit - Mensch (Labors), Methode (Analyseverfahren), Material (Referenzstandards)
- Gültige Bezugswerte in ihrem Bewertungsrahmen (Schmer)
 - Präzision/Richtigkeit aus statistischen Auswertungen
 - Normalverteilung in Ringversuchen erfüllt?
 - Kennwerte aus gültigen Daten - klassische oder "robuste" Statistik, Grundlagen zu Testverfahren
 - Bereiche vertrauenswürdiger Ergebnisse - Wiederholbarkeit, Vergleichbarkeit, Ergebnisunsicherheit aus Ringversuchen
 - transparente Darstellung der Ergebnisse, Regelkarten
 - Fähigkeit und Beherrschtheit, Robustheit von Verfahren
 - Einordnen der eigenen Leistungsfähigkeit

- Q-Management beim Ringversuchsveranstalter (Donnevert)
 - Anforderungen aus Richtlinien und Normen, ISO Guide 43 (DIN V 55394), DIN 38402-45
 - Anforderungen an Personal, Ausstattung, Vertraulichkeit, QM-Handbuch
 - Ringversuchsplan, Probenauswahl, Parameterauswahl, Teilnehmerzahl und -auswahl
- Ringversuche zur Methodvalidierung (Donnevert)
 - DIN 38402-41 und -42, neue Tendenzen im DIN
 - spezielle Anforderungen an Auswahl der Teilnehmer und Probenauswahl, Auswerteverfahren
 - Welche Aussagen können aus den Ergebnissen gewonnen werden?
 - Bewertung, Präsentation und Dokumentation der Ergebnisse
- Geeignete Ringversuche auswählen (Schömer)
 - Recherche von Anbietern, mögliche Auswahlkriterien
- Ringversuche zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien (Koch)
- Anforderungen und Durchführung
 - Sinn der externen Qualitätskontrolle / DIN 38402 - A45
 - ISO Guide 43 (DIN V 55394), ISO/DIS 13528
 - Merkblatt A-3 LAWA
 - Unterschiede der Ringversuchstypen: Charakterisieren von Referenzmaterial, Methodvalidierung, Laborvergleiche (-zulassung)
 - Spezielle Anforderungen an Probenauswahl, Probenherstellung, Stabilität, Homogenität
 - Festlegen des konventionell richtigen Wertes und bestimmen eines Streumaßes, bewerten der Ergebnisse
 - Absprachen zwischen Teilnehmern

- Auswertung und Bericht (Koch)
 - Grundlagen der robusten Statistik, Q-Methode, Huber-Schätzer, Hampel-Schätzer, alternative Verfahren
 - Varianzfunktion zur konzentrationsübergreifenden Bewertung
 - Praktische Beispiele
 - Darstellen der Ergebnisse, Bewerten aus der Sicht eines Labors
- Diskussion - Beispiele von Ringversuchsauswertungen (Schömer)
 - statistische Testverfahren angewandt auf Beispieldaten - Ausreißertests für Messwerte und/oder Labors. Homogene Daten gefordert?, F-Test, t-Test, Cochran-Test, Grubbs-Tests für Laborausreißer, besondere Verteilungen, Horwitz Kriterium, Auswertung nach Youden usw.
 - Ergebnisse zielgerichtet interpretieren: Labor- oder Veranstaltersicht, nach Ringversuchstypen
- Leistungsfähigkeit verbessern durch Ringversuche (Schömer)
 - Benchmarking mit Vergleichsversuchen - Wann besteht Handlungsbedarf? Ist Verbesserungspotential zu nutzen?
 - Überjustieren oder Überqualifizieren - kritische Betrachtung von Gefahren im Streben nach optimalen Ringversuchsergebnissen

Leitung/Referent(en)

Dr. Stefan Schömer, pro-isomehr, Saarbrücken
 Dr.-Ing. Michael Koch, ISWA Stuttgart
 Dipl.-Ing. Gerhild Donnevert, FH Gießen Friedberg

Termin/Ort

13.03.2006, 09:00 - 16.30 Uhr
 14.03.2006, 09.00 - 16.00 Uhr
 Essen, Haus der Technik (Haus I)

Teilnahmegebühr

HDT Mitglieder: € 1120,00 - Nichtmitglieder: € 1190,00
 einschließlich veranstaltungsgebundener Arbeitsunterlagen
 sowie Mittagessen und Pausengetränken
 Kurztitel: Ringversuche
 Verant.-Nr.: N-H050-03-226-6

Kalibrierung in der chemischen Analytik - Statistische Methoden

Methodenauswahl, -vergleich und -bewertung mit Kalibrierdaten, Ermitteln von Leistungsdaten und Messunsicherheiten

Zielsetzung

Das Seminar vermittelt Kenntnisse zur gezielten Auswahl von Kalibrierverfahren und deren Auswertung. Schwerpunkte sind die zweckgerichtete Auswertung der Kalibrierdaten mit am praktischen Problem ausgerichteten Auswertungsmethoden. Vor- und Nachteile ausgewählter Verfahren (z.B. Kalibrierverfahren, Aufstockverfahren, gewichtete Regression) werden am Beispiel verdeutlicht. Einflüsse von Kriterien wie Arbeitsbereichsfestlegung, Matrixeffekte, Ausreißeranfälligkeit oder Robustheit einer Methode werden diskutiert. Die Teilnehmer erlangen Kenntnisse zur Ermittlung praxisnaher Leistungsdaten und Messunsicherheiten auf Basis von Kalibriermessungen.

Teilnehmerkreis

Verantwortliche Mitarbeiter und Mitarbeiterinnen aus Entwicklungs-, Dienstleistungs- oder Betriebslabor, die zur Methodvalidierung oder -entwicklung die Güte von Analyseverfahren durch Vergleich der Kalibrierdaten nachweisen oder im Rahmen der Prüfmittelüberwachung und Rekalibrierung Analyseverfahren auf Basis der Kalibrations- und Verfahrenskenndaten auswählen und bewerten.

Inhalt

- Statistische Grundlagen (Schömer)
 - Messwerte und Kenndaten vergleichen, F-Test, t-Test, Vertrauens- und Vorhersagebereich der Regressionsfunktionen
- Vergleich der Koeffizienten und Kenndaten von Kalibrierfunktionen (Schömer)
 - Linearität, Arbeitsbereich, Auswahl der Ordnung der Regression, Auswahlkriterien, F-Test, Mandel-Test, Präzision der Kalibrierfunktion
 - Auswirkungen auf die Präzision der Analyseergebnisse, Leistungsdaten, Empfindlichkeit
 - Residuen-Analyse der verschiedenen Kalibrierfunktionen im Vergleich, Regressionsausreißer (DEV)

- Nachweis-, Erfassungs- und Bestimmungsgrenze (Schömer)
 - Linearität, Auswahl der Kalibrierfunktion, Vergleich der Berechnungsmöglichkeiten (Funk et. al., DIN 32 645, DIN 38 402), Vor- und Nachteile
- Kalibrierung und Validierung für den Routinebetrieb (Platen)
 - Was ist eigentlich Routineanalytik
 - Aufwand für Kalibrierung und Validierung am praktischen Beispiel dreier Labortypen
 - Organisation von Kalibrierung und Validierung im Labor
 - Aufwand und Nutzen am Beispiel Doppelbestimmung und Standardadditionsverfahren
 - Kostenabschätzung für Rekalibrierung und Validierung
- Analytgehalte ermitteln (Kuss)
 - systematische und zufällige Fehlermöglichkeiten, externe/interne Standardmethode, Gewichtete Regression
 - Graphik als Hilfsmittel zum schnellen Überblick, Varianzenhomogenität, Homogene Regression, Erweitern des Arbeitsbereiches, Bsp. chromatografischer Verfahren
- Ergebnisunsicherheiten in Abhängigkeit der Auswahl der Kalibrierfunktion (Schömer)
 - Die Auswahl der Kalibrierfunktion beeinflusst die Ergebnisunsicherheit, Simulation von Kalibriermessungen, Analysenergebnisse in Abhängigkeit der Leistungsdaten der Kalibrierung beobachten. Unterschiede der Ordnungen, Gewichtungen, Was bedeutet "Überkalibrieren"?
- Anforderungen an die Leistungsfähigkeit (Schömer)
 - Bedeutung von Kundenanforderungen, welche Kalibrationsdaten sind erforderlich?, Fähigkeit von Analysenverfahren, Auswahl des Arbeitsbereiches bei erforderlicher Ergebnisunsicherheit, Vorgabe der Mindestempfindlichkeit, Robustheit als Anforderung zur Übergabe von Analysenverfahren
- Diskussion
 - Die "optimale" Kalibrierung, die "vernünftige" Kalibrierung, die notwendige Kalibrierung, welche Leistungsmerkmale sind aus Kalibrierdaten zugänglich und realistisch?, Leistungsfähigkeit eines Analysenverfahrens, Kosten- und Zeitaufwand vernünftig planen

Leitung/Referent(en)

Dr. Stefan Schömer, pro-isomehr, Saarbrücken
Prof. Dr. Harald Platen, FH Gießen, Umwelt- Hygienetechnik
Dr. Hans-Joachim Kuss, Ludwig-Maximilians-Universität
München

Termin/Ort

15.03.2006, 09.30 -17.00 Uhr
16.03.2006, 09.00 -16.00 Uhr
Essen, Haus der Technik (Haus I)

Teilnahmegebühr

HDT Mitglieder: € 1225,00 - Nichtmitglieder: € 1290,00
einschließlich veranstaltungsgebundener Arbeitsunterlagen
sowie Mittagessen und Pausengetränken
Kurztitel: Kalibrierung
Veranst.-Nr.: N-H050-03-232-6

