



# TrainMiC<sup>®</sup> Presentations Translated in Albanian

*Ewa Bulska, Ricardo Bettencourt da Silva,  
Martina Hedrich, Bertil Magnusson, Nineta  
Majcen, Snježana Marinčić, Ioannis  
Papadakis, Marina Patriarca, Emilia  
Vassileva, Philip Taylor*

Translated by  
Lindita Tafaj

2014



**European Commission**

Joint Research Centre  
Institute for Reference Materials and Measurements

**Contact information**

TrainMiC secretariat  
Address: Joint Research Centre, Retieseweg 111, B-2440 Geel, Belgium  
E-mail: [jrc-irmm-trainmic@ec.europa.eu](mailto:jrc-irmm-trainmic@ec.europa.eu)  
Tel.: +32 14 571 608  
Fax: +32 14 571 863

JRC Science Hub  
<https://ec.europa.eu/jrc>

**Legal Notice**

This publication is a Technical Report by the Joint Research Centre, the European Commission's in-house science service. It aims to provide evidence-based scientific support to the European policy-making process. The scientific output expressed does not imply a policy position of the European Commission. Neither the European Commission nor any person acting on behalf of the Commission is responsible for the use which might be made of this publication..

JRC89764

EUR 26584 SQ

ISBN 978-92-79-38202-4 (PDF)  
ISBN 978-92-79-38205-5 (print)

ISSN 1018-5593 (print)  
ISSN 1831-9424 (online)

doi:10.2787/93819

Luxembourg: Publications Office of the European Union, 2014

© European Union, 2014

Reproduction is authorised provided the source is acknowledged.

Printed in Belgium

**Abstract**

TrainMiC<sup>®</sup> is a European programme for life-long learning about how to interpret the metrological requirements in chemistry. It is operational across many parts of Europe via national teams. These teams use shareware pedagogic tools which have been harmonized at European level by a joint effort of many experts across Europe working in an editorial board. The material has been translated into fourteen different languages. In this publication, TrainMiC<sup>®</sup> presentations translated in Albanian language by the Albanian TrainMiC<sup>®</sup> team are published.

## Table of Contents

1. Introduction .....	4
1.1 What is TrainMiC®? .....	4
1.2 Training material .....	4
2. Short description of translated TrainMiC® presentations .....	5
2.1 TrainMiC®: Introduction to Metrology in Chemistry .....	5
2.2 TrainMiC®: Traceability of Measurement Results .....	5
2.3 TrainMiC®: Single laboratory validation of measurement procedures .....	6
2.4 TrainMiC®: Uncertainty of measurement.....	6
2.5 TrainMiC®: Statistics for analytical chemistry .....	6
2.6 TrainMiC®: Selection and use of reference materials .....	6
2.7 TrainMiC®: Interlaboratory comparisons .....	7
2.8 TrainMiC®: Internal quality control.....	7
3. TrainMiC® Presentations in Albanian .....	8
3.1 Introduction to metrology in chemistry in Albanian .....	8
3.2 Traceability of measurement results in Albanian .....	27
3.3 Single laboratory validation of measurement procedures in Albanian .....	40
3.4 Uncertainty of measurement in Albanian.....	60
3.5 Statistics for analytical chemistry in Albanian .....	81
3.6 Selection and use of reference materials in Albanian .....	97
3.7 Interlaboratory comparisons in Albanian .....	115
3.8 Internal quality control in Albanian.....	133

# 1. Introduction

## 1.1 What is TrainMiC®?

TrainMiC® is a life-long learning programme providing European-wide, harmonised training in metrology in chemistry. It aims to improve the quality of analytical results by training laboratory practitioners in reference, designated and control laboratories and within the inspection authorities on how to interpret the metrological requirements of the ISO/IEC-17025 for chemical and bio-analytical measurements in different sectors (environment, food, consumer protection, etc.).

The programme operates via a network of about 90 authorised trainers who have signed a licence agreement with the commission. The JRC-IRMM manages the programme, provides training of new trainers and organises customised training events in support of EU policies focusing on needs linked to the single market and external trade (European Neighbourhood Policy), security and consumer protection. About 500 practitioners are trained every year.

To-date, the TrainMiC® programme has reached more than 8400 practitioners in 35 countries. Training material has been translated into 14 languages and national TrainMiC® teams are operational in 26 countries. The programme has become a sustainable platform for technical and scientific harmonisation opening the way to collaboration across Europe and beyond.

## 1.2 Training material

TrainMiC® training material consists of nine modules, a growing library of practical examples and mini-case studies. The licensed trainers can access a restricted information platform to download training material. The trainers use presentations to provide theoretical training covering the topics related to metrology in chemistry and the requirements of the related standards and guidelines (e.g. ISO/IEC-17025, ISO Guides 34 and 35 and ISO-17043).

The presentations are prepared, updated and approved by the TrainMiC® editorial board. All presentations have speaker's notes, to assist the authorised TrainMiC® trainers to give a harmonised interpretation of the material.

TrainMiC® examples complement the presentations and provide practical exercises for different areas of application e.g., environmental analysis, clinical analysis, and food safety and quality. They are organised according to a standardised template and consist of three parts i.e. traceability, validation and uncertainty estimation. These examples are developed by authorised trainers and are accepted by the editorial board and published after a peer-review procedure.

The production of training material is a collaborative effort of many individuals, and therefore the copyright is established at the European level and is with the European Union. The material can be used by others in a non-profit manner, after prior consent by the TrainMiC® management board.

The modules in presentation format are:

- Introduction to metrology in chemistry
- Traceability of measurement results
- Single laboratory validation of measurement procedures
- Uncertainty of measurement: Principles and approaches to evaluation
- Statistics for analytical chemistry
- Selection and use of reference materials
- Interlaboratory comparisons
- Internal quality control
- Sampling as a part of measurement procedure

One module is available in e-learning format:

- Single laboratory validation of measurement procedures (e-learning module and mini-game)

Books of examples and with training modules have also been published:

- *Practical Examples on Traceability, Measurement Uncertainty and Validation in Chemistry: Vol. 1*
  - EX 06 Analysis of Gold Alloys by Flame Atomic Absorption Spectrometry by Veselin Kmetov, and Emilia Vassileva
  - EX 10 Determination of Calcium in Serum by Spectrophotometry by Steluta Duta and Philip Taylor
  - EX 08 Determination of Radium in Water by  $\alpha$ -Spectrometry by Ljudmila Benedik, Urška Repinc and Monika Inkret
  - EX 04 Determination of Polar Pesticides by Liquid Chromatography-Mass Spectrometry by Allan Kunnapas, Koit Herodes and Ivo Leito
  - EX 07 Determination of Ammonium in Water by Flow Analysis (CFA) and Spectrometric Detection by Bertil Magnusson
- *Practical Examples on Traceability, Measurement Uncertainty and Validation in Chemistry: Vol. 2*
  - EX 22 Simultaneous Determination of Retinol and  $\alpha$ -Tocopherol in Human Serum by HPLC with UV and Fluorimetric Detection by Antonella Semeraro, Ilaria Altieri, Elena Amico di Meane, Sabrina Barbizzi, Maria Belli, Antonio Menditto, Marina Patriarca, Giancarlo Pistone and Michela Segà;
  - EX 17 Determination of Cyclamate Concentration in Soft Drinks by a High Performance Liquid Chromatographic Method by Gordana Horvat and Snježana Marinčić;
  - EX 25 Determination of Arsenic in Ground Water by Flame Atomic Absorption Spectrometry (Hydride Technique) by Nada L. Lazić and Jelena Bebić;
  - EX 16 Determination of Sodium Chloride in Milk Products by Volhard's Method by Tidža Muhić-Šarac, Munir Mehović and Mustafa Memić;
  - EX 09 Determination of Total Organic Carbon (TOC) in Waste Water by Brigita Tepuš and Marjana Simonič.
- *Analytical Measurement: Measurement Uncertainty and Statistics* edited by Nineta Majcen and Vaidotas Gegevičius

## 2. Short description of translated TrainMiC<sup>®</sup> presentations

### 2.1 TrainMiC<sup>®</sup>: Introduction to metrology in chemistry

The quality of chemical measurements is an important issue in today's world influencing quality of life, border-cross trade and commerce. On an international scale, the world of chemical measurements is undergoing major changes. Over a decade initiatives have been taken at an international level and across the measurement sectors to ensure that the measurement science issues are applied in a systematic way. This is done to improve the quality of chemical measurement results and thus make them acceptable everywhere. Only in relatively recent years have the principles of measurement science (metrology) in chemistry received the attention they should. This does not replace the need for many aspects of quality assurance, but compliments this, i.e. bringing a solid foundation to build on. In the past, emphasis has been nearly exclusively on quality management systems and accreditation. Today, the spotlight is finally back on the basics in measurement science.

TrainMiC<sup>®</sup> applies the principles of the International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology, VIM (ISO, 1993, ISBN 92-67-01075-1) and the Guide to the Expression of Uncertainty in Measurements, GUM (ISO, 1993, ISBN 92-67-10188-9).

### 2.2 TrainMiC<sup>®</sup>: Traceability of measurement results

In this presentation, various issues concerning traceability of chemical measurement results are addressed. According to VIM, "traceability" means "properties of the result of a measurement or the value of a standard whereby it can be related to stated references, usually national or international standards, through an unbroken chain of comparisons all having stated uncertainties". Therefore, every link in the traceability chain should consist of comparisons that are essentially measurements in accordance with the above-proposed meanings, which include

the validation of the measurement procedure and the use of reference materials. Not all-chemical measurements are, or should be, traceable to the mole. Other stated references are accepted as well.

### 2.3 TrainMiC<sup>®</sup>: Single laboratory validation of measurement procedures

Validation of a measurement procedure can be regarded as one of the most important parts of everyday laboratory work. In choosing the most promising candidate method, one should consider the expertise in the laboratory, whether it is used routinely and whether the chosen method is fit for the intended purpose. Validation of the measurement procedure increases confidence for users of the measurement procedure and measurement results, and provides information on procedure performance characteristics. According to ISO/IEC 17025 the confirmation of validated procedures is required.

### 2.4 TrainMiC<sup>®</sup>: Uncertainty of measurement: Principles and approaches to evaluation

Measurement uncertainty is an important ISO/IEC 17025 requirement. Two TrainMiC presentations are dedicated to the uncertainty of measurement results. The first one (Principles) focusses on the general understanding of the uncertainty concept, highlighting that the aim of uncertainty evaluation is to be able to make reliable decisions. The second presentation (Approaches to evaluation) explains and demystifies the approach of the ISO-GUM (Guide to expression of uncertainty in measurement) to estimate and report the uncertainty of a measurement result obtained following a specific measurement procedure. A clear description of all steps needed for uncertainty evaluation is presented with the respective examples. The modelling approach for estimation of measurement uncertainty is compared with single laboratory validation and interlaboratory validation approaches. This presentation gives guidance on selection of approach for different purposes and draws attention to critical issues when applying various approaches.

### 2.5 TrainMiC<sup>®</sup>: Statistics for analytical chemistry

In this presentation, statistical concepts which provide the necessary foundations for more specialised expertise in any area of chemical analysis are briefly discussed. The selected topics (regression and correlation, linear regression, calibration, residuals and residual analysis) illustrate the basic assumptions of most analytical methods and are necessary components of our general understanding of "quantitative analysis". Further information mostly on the functional aspects on the concepts widely used for validation of analytical methods as  $\alpha$  and  $\beta$  errors, limit of detection, control charts are presented. The simplest form of the analysis of variance (ANOVA) - one way ANOVA is also given. The aim of this presentation is to make the users familiar with the basics of applied statistics, help them to design and conduct their experiments properly and extract as much information from the results as they legitimately can.

### 2.6 TrainMiC<sup>®</sup>: Selection and use of reference materials

In this presentation, definition, types of certified reference materials (CRMs), their production and use are discussed and critically evaluated, again with a number of examples. The properties of different CRMs, pure substance for calibration, pure substance for matrix matching as well as matrix CRMs are discussed. Several comments on the production procedure and requirement are given as the user of CRMs should be aware of the fact that making CRMs is not a trivial task, but needs skills and a proper installation for production. The user should also know how to look for the most appropriate CRMs and need to be aware that producers should provide respective information on traceability, which should be stated and demonstrated. It is concluded that a high quality CRM should have a stated traceability of the certified value, state an ISO-GUM uncertainty of the certified value, both should be demonstrated, and preferably be produced according to a method described under ISO Guide 35.

## 2.7 TrainMiC<sup>®</sup>: Interlaboratory comparisons

The aim of this presentation is to focus on the different kinds of interlaboratory comparisons (ILCs) and/or proficiency tests (PTs). The goal is to demonstrate that participating in ILCs or PTs enables a laboratory to demonstrate its ability to make a specific measurement and should lead to improved quality of results. The results from ILCs or PTs are of crucial interest for laboratories as these provide clear information of its ability to provide reliable results to its customers. It would be pointed out that the participation is either voluntary or forced by external requirements (e.g. legal, accreditation, control bodies). Most ILCs and PT schemes involve comparison of participants' results with an assigned value, which has been delivered by a reference laboratory, a sub-group of participants, consensus from the overall population of test results or by some other means. Corrective actions after participation to ILCs are also briefly discussed.

## 2.8 TrainMiC<sup>®</sup>: Internal quality control

This presentation is about one important part of measurement quality – internal quality control. Internal quality control at the chemical analytical laboratory, involves a continuous, critical evaluation of the laboratory's own analytical methods and working routines. The control encompasses the analytical process, starting with the sample entering the laboratory and ending with the analytical report. The most important tool in the quality control is the use of control charts. The presentation is mainly based on a guideline from the Nordic countries – Nordtest technical report TR 569 Internal Quality Control- Handbook for Chemical Laboratories.

## 3. TrainMiC® Presentations in Albanian

### 3.1 Introduction to metrology in chemistry in Albanian



## Hyrje ne Metrologjine ne Kimi

*Duke ngritur nje infrastrukture te shendetshme per matjet kimike*

© European Communities, 2003-2007



Ky kurs eshte per persona qe ...

- **Kryejne matje** qe
  - I kalojne kufijte mes laboratoreve  
(psh. Bazen e zakonshme te te dhenave)
  - I kalojne kufijte kombetare  
(psh ne tregti)
  - Do perdoren ne kontekst te legjislacionit  
(psh laborator kontrolli, agjenci zbatuese)
- **Shesin** (apo marrin ne konsiderate te shesin) sherbime matje
- **Mesojne** disa nga aktoret e mesiperm
- Jane te perfshire ne **vleresime teknike**



- Cfare eshte Metrologjia ne Kimi ?
- Perse nevojitet ?
- Ky ndryshon me metrologjine ne fizike?
- Pse eshte e rendesishme
  - Si mund te zbatohet
    - te percaktohet nje gjuhe e perbashket
    - te percaktohen procedura te perbashketa
- Si mund ta permiresoje ajo cilesine e rezultateve te matjeve

Perafrimi I ri global I CIPM-MRA:  
*fokusim tek metrologjia & tek integrimi*

**Metrologjia = Shkenca e matjeve**

Behet fjale per **te kuptuar** proceduren e matjes

*(jo per te matur me pasigurine me te vogel te arritshme)*

### Shoqerite moderne perdorin matjet

- ne teknologji
- ne tregti
- per qellime rregullore  
(rreth 40% e direktivave te KE perfshijne matje)

Metrologjia eshte e  
rendesishme dhe KE e  
mbeshtet!

### Perafrimi Metrologjik

#### Perafrimi ne Kimine Analitike



#### Disa parime :

- Mbeten te njejtat ...
- Disa permiresohen !
- Disa ndryshojne !

- ☹ Rezultati im eshte korrekt, por nuk kam nevojte te tregoj pse
- ☹ Nuk eshte e nevojshme te pohoj dhe demonstroj gjurmueshmerine
- ☹ Nuk eshte e mundur te shkruajme nje ekuacion model
- ☹ Nuk eshte e mundur te perdorim nje parafrim te perbashket per vleresimin e pasigurise
- ☹ Sa me l vogel numri pas “ ± ”, aq me l mire laboratori
- ☹ E kam bere kete per shume kohe dhe e di cfare bej

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

7

- **Information l kufizuar** : 'e verteta' ekziston vetem teorikisht, meqe vetem mund t'l afrohemi asaj
- **Realizem** : bej cfare mundesh, kurre nuk do jete perfekt
- **Transparence**: dokumento ne menyre te hapur, pa lene asgje jashte
- **Rishikim kritik** : kurre nuk ka probleme, ne se nuk sheh me kriticizem
- Gjuhe dhe praktike e **standardizuar/unifikuar** permes disiplinave dhe sektoreve

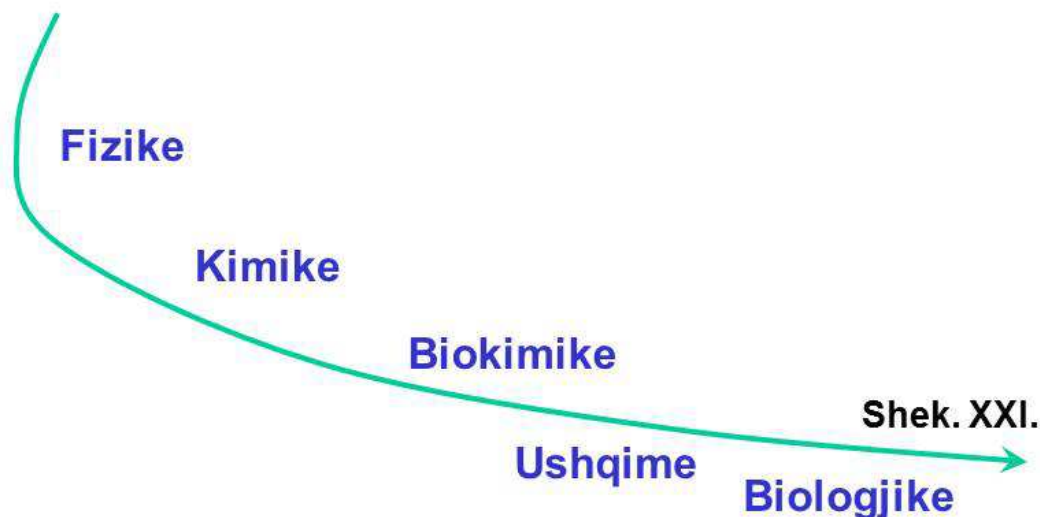
**Perpigu per permiresim te vazhdueshem**

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

8

Cfare kerkoni te masni?  
Cili eshte **treguesi (measurand)**?



16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

9

Laboratori jep rezultatet tek klienti

*Rezultati = vlera ± pasiguria*

*E parendesishme?*

- Pasiguria → shpreh besueshmerine e brendshme te rezultatit
- ISO-GUM → Rruga e perbashket e vleresimit te pasigurise
- Fjalori ne metrologji, VIM → terminologji e unifikuar

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

10

## Tradicionale

- Gjurmimi I matjeve ndaj disa standardeve lokale te matjes eshte e mjaftueshme
- Cdo sektor vendos se si do e shprehe besueshmerine e tij
- Perseritja e matjeve jep **te gjithe** informacionin e nevojshem

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

## E re

- ✓ Shpallet , vendoset dhe demonstrohet gjurmueshmeria
- ✓ Pasiguria GUM → perafirim I standardizuar permes sektoreve
- ✓ Perseritja e matjeve jep vetem **nje pjese** te informacionit te nevojshem

MiC-2

11

1. Lidhet me bazat e kimise analitike
2. Nevojitet per te perftuar rezultate te matjeve me cilesi te mire
3. Eshte pergjegjesi e cdo laboratorit qe kryen matje

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

12

**MiF** : Shpesh bazohet ne matje direkte

→ ne shkalle te madhe “e varur nga mostra”  
(gjatesia, masa, temperatura, ...)

**MiK** : faktore te ndryshem ndikojne cilesine e rezultateve

→ fortesisht “e varur nga mostra”

**Diference**

Perqendrimi I Cd ne..

- ✓ ujin e detit
- ✓ toke
- ✓ gjak
- ✓ ushqimin per femije

**MneF** : Matja = krahasimi I nje sasie (psh temperatures),  
⇒ lidhje me nje njesi (psh K)

*Efekti kryesor:* kalibrimi (I pajisjes)

**MneK** : Matje kimike =

krahasimi I nje sasie te analitit (psh [DDT] ne qumesht),  
⇒ lidhje me nje njesi (psh mol/kg; mg/kg)

*Efekti kryesor:*

marrje e mostres, ekstraktim I DDT, tretesira per kalibrim, menjanim I matrices, dhe... kalibrim (I pajisjes)

'Matje' : percaktimi I nje vlere per nje sasi

'Tregues (measurand)' : cfare perpiqemi te masim 'Analit'  
: komponimi, specia qe matet

'Model' : ekuacioni qe perdoret per te llogaritur rezultatin  
perfundimtar (*gjithmone perdoret nje ekuacion!*).



Ky model eshte nje perskrim I perafert I realitetit

*Perkufizimi I plote I ketyre termave mund te gjendet tek VIM 1993*

Sasia	Analiti	Treguesi	Njesia	Referenca e pranuar
fraksioni I mases w	DDT	w (DDT) ne toke	ng/kg	SI
perqendrimi c	Pb	c (Pb) ne ujra te perdorur	ng/L	SI
numri	E. Coli	Numri I E.Coli per njesi te siperfaqes	m <sup>-2</sup>	SI
aktiviteti	amilaze	A (amilaza)	Katal	SI
pH	H <sup>+</sup> ions	A (H <sub>3</sub> O <sup>+</sup> ) ne ujra te perdorur	Njesi pH	Shkalla e pH
Fortesia e ujit	CaCO <sub>3</sub>	Perqendrimi I CaCO <sub>3</sub>	Grade	Shkalla e fortesise se ujit
Numri i oktanit		Numri i oktanit	Numri i oktanit	Shkalla e numrit te oktanit

- Pergatitjen e mostres ne laborator  
(pergatitjen e mostres laboratorike, disgregim,  
para-koncentrim, ndarje, tretje, ...)
- Kalibrim
- Matje (Instrumentale)
- Perpunimi I te dhenave
- Vleresim kritik I te dhenave
- Raportimi I rezultateve: vlera  $\pm$  pasiguria

*Kujdes duhet kushtuar per ruajtjen dhe trajtimin e mostrave !*

-  Nje pohim nuk eshte nje prove e demonstruar!
-  Duhet pare jo vetem tek *sistemet dhe proceset*  
(psh sistemi I menaxhimit te cilesise, standardet  
e shkruara) por gjithashtu tek **REZULTATET**



- ...ne se perdorni nje sistem te menaxhimit te cilesise ne laboratorin tuaj, ju merrni **automatikisht** rezultate me cilesi me te mire...
- ne se perdorni standarde te shkruara, ju merrni **automatikisht** rezultate me cilesi me te mire...
- ne se perdorni CRM, ju merrni **automatikisht** rezultate me cilesi me te mire...

... disa koncepte thjeshtuese ne rrugen drejt nje cilesie me te mire te matjeve kimike !

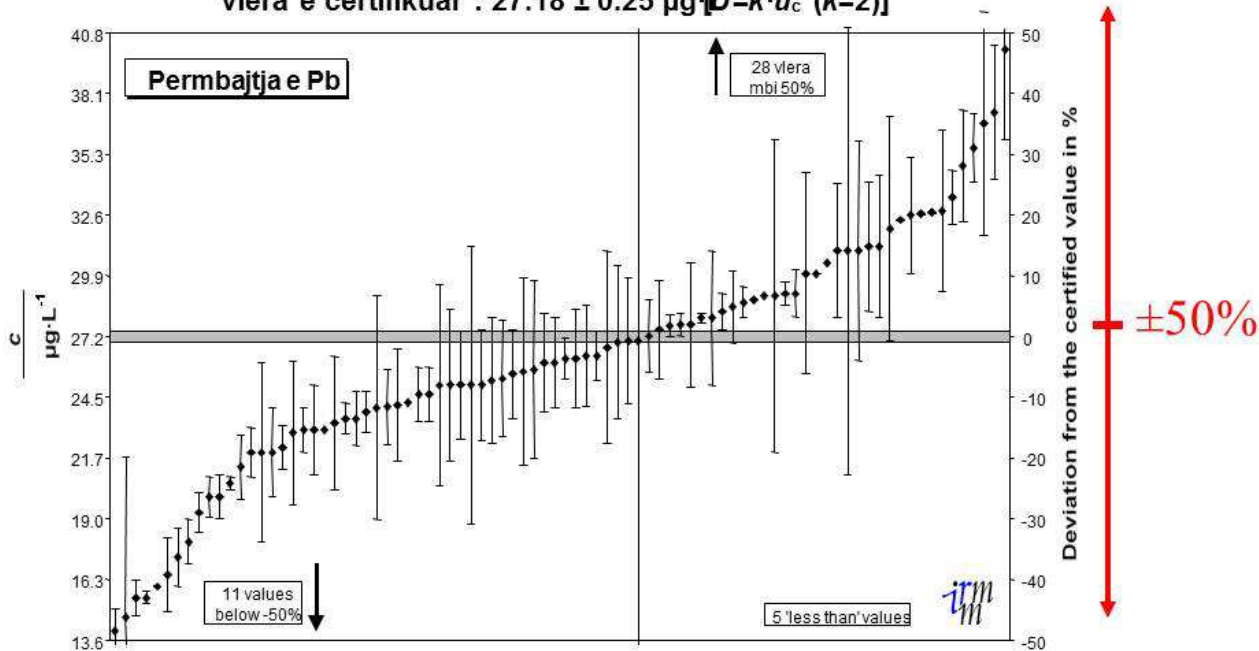
Pergendrimi I Pb ne vere (IMEP-16)



Direktiva EC 2001/22  
Rregullorja EC 2676/90  
Rregullorja EC 466/2001  
⇒ *Vlera kufi 0.2 mg Pb /Kg*

**IMEP- 16: Pb ne vere**

Vlera e certifikuar :  $27.18 \pm 0.25 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  [ $U=k\cdot u_c$  ( $k=2$ )]



**Rezultatet nga te gjithe pjesemarresit**

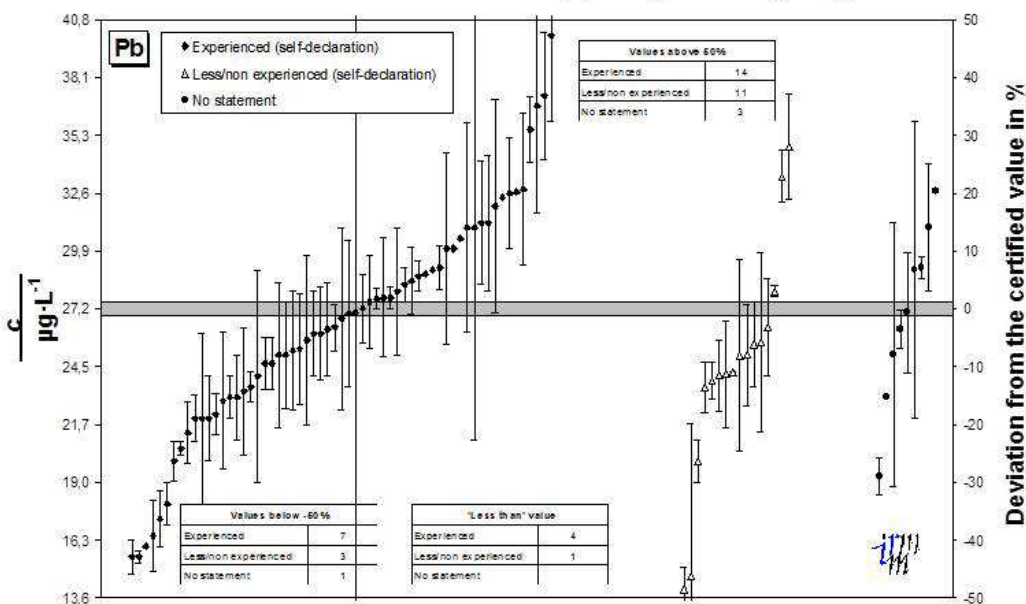
16-17 Dhjetor 2009

© European Communities, 2003-2007

MiC-2

21

**Me eksperience - pa eksperience**



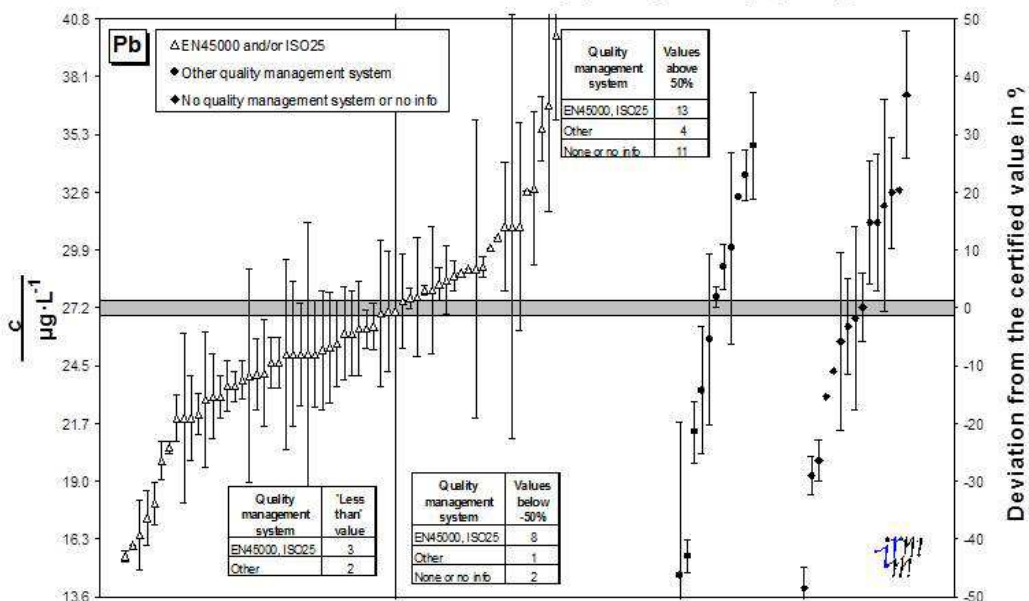
**Nuk ka diference**

16-17 Dhjetor 2009

© European Communities, 2003-2007

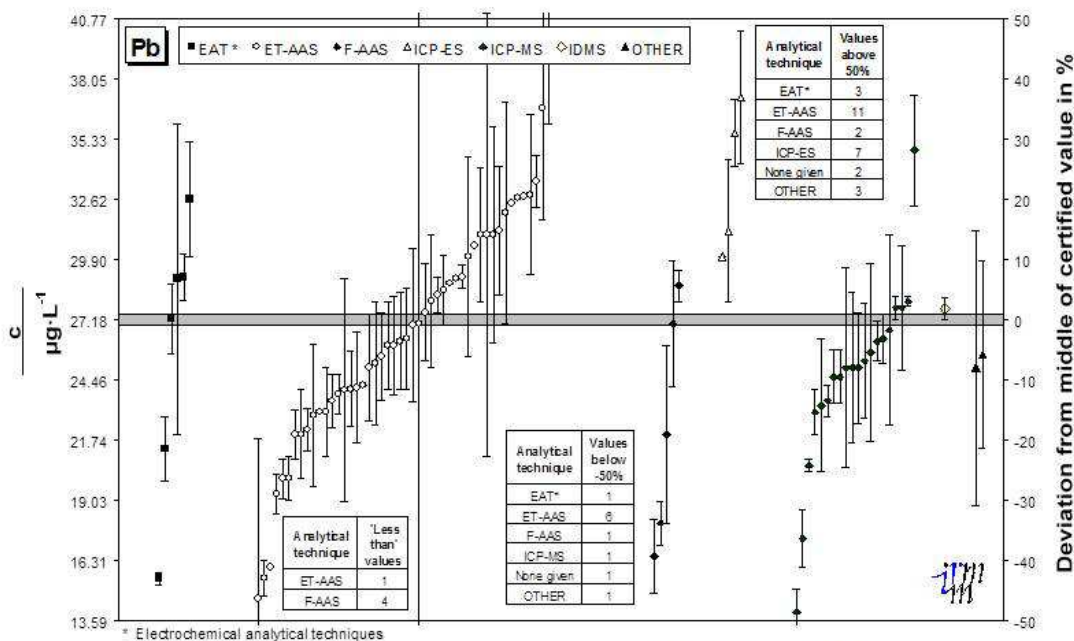
MiC-2

22

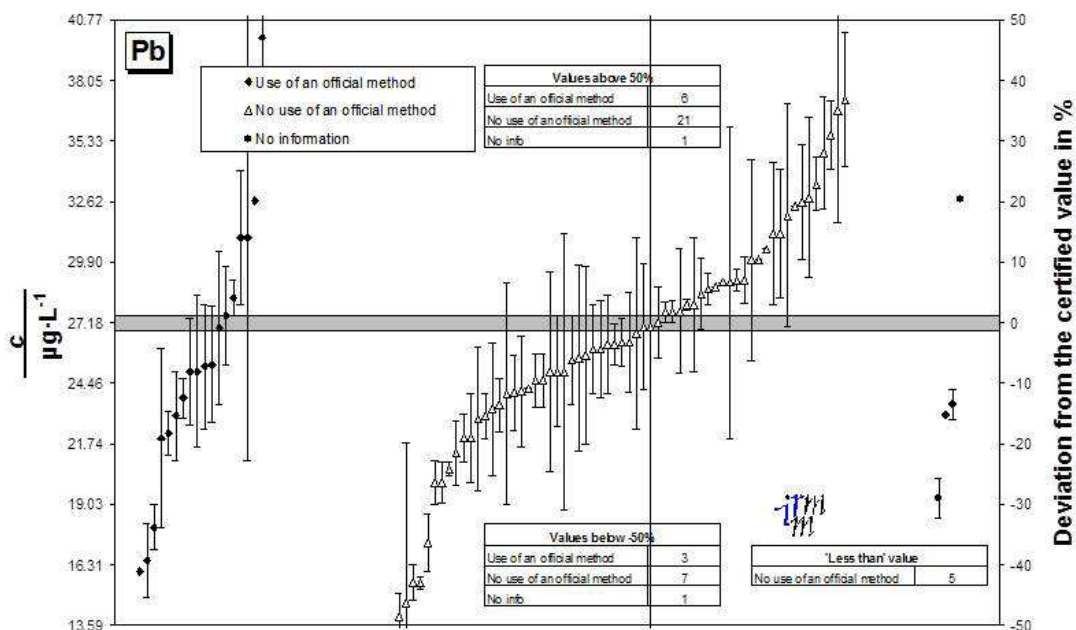


**Nuk ka diference**

Varet nga teknika analitike e perdorur?



**Nuk ka diference**



**Nuk ka diference**

- Ka disa gjera baze qe aplikohen per cdo matje (edhe kimike)
- Kjo ka nje pasoje ne ate sesi shkencetaret e matjeve 'organizohen' (me preference JO ne nje nivel sektor-per-sektor)
- Nje laborator ka nevojte gjithashtu 'te veproje se bashku' si nje organizate
- Asgje nuk e mund nje prove eksperimentale per te provuar deklarimin e bere.

Kerkesat e menaxhimit

- Trainimi / ekspertiza e stafit
- Kontrolli I dokumentave
- Kontrolli I te dhenave
- Pritja e instrumentave  
????
- Pergjegjesite

Kerkesat teknike

- Procedura te validuara
- Perdorimi I MRC-ve
- Buxheti I pasigurise
- Kalibrimi I instrumentave
- Gjurmueshmeria e rezultateve
- Krahasimet nder-laboratorike

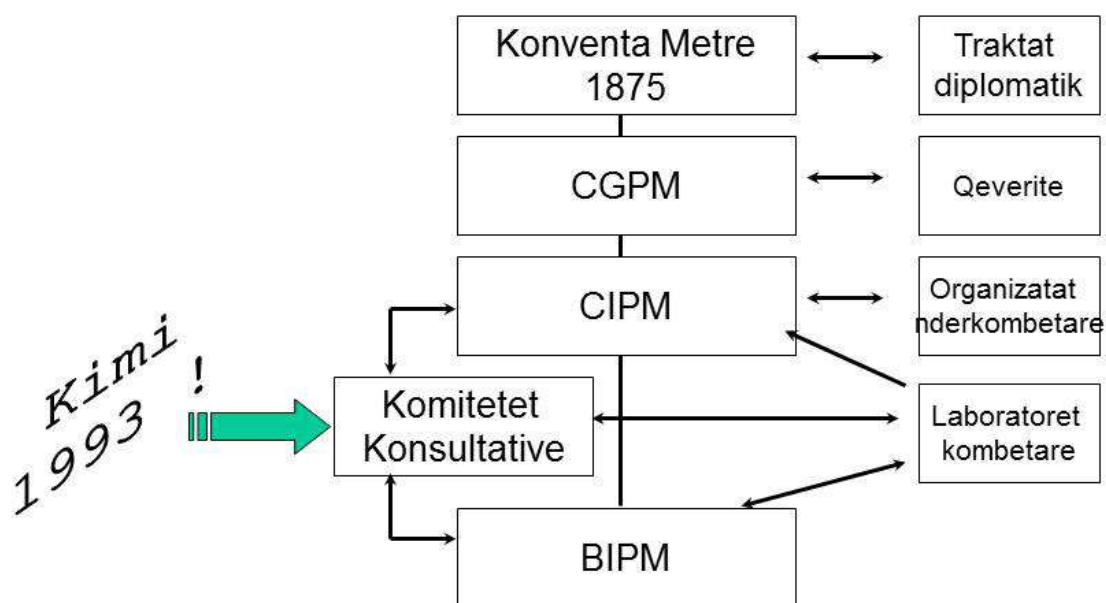
'Arti I gatimit' I metrologjise

- ✓ Zgjidh sistemin e duhur te matjes, merr nje procedure te validuar dhe demonstroje/konfirmoje
- ✓ Pershkruaj sic duhet sistemin e matjeve (ekuacioni I matjeve)
- ✓ Deklarohet referenca ndaj te ciles rezultatet jane te gjurmueshme dhe demonstrohet se si
- ✓ Vlereso pasigurine e rezultateve
- ✓ Zgjidh MRC-te e duhura dhe perdori sic duhet

- Iniciative boterore e organizatave te metrologjise
- Nen sistemin e Konventes Metre
- Perafrim global : vendosja e nje sistemi te pergjithshem (ne vend te zgjidhjeve sektor-per-sektor !)

Metrologji : te vendosesh perseri theksin mbi bazen/aftesite e matjeve !

Organizimi I matjeve mbi nje shkalle nderkombetare



Vendet e industrializuara vendosen :

*'pasi matet nje here,  
te gjitha matjet  
pranohen kudo'*

[firmosur ne CIPM, Paris (Tetor 1999)]

E lehte te thuhet, e veshtire te realizohet

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

31



Mund te gjendet tek:  
[www.bipm.fr](http://www.bipm.fr)

**Njohja reciproke**  
e standardeve kombetare te matjeve  
dhe e certifikatave te kalibrimit dhe matjeve  
te leshuara nga institutet kombetare te metrologjise

Paris, 14 Tetor 1999

Comité international des poids et mesures  
Bureau international des poids et mesure  
Organisation intergouvernementale de la Convention du Mètre

16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

32

Marreveshja e njohjes reciproke (MRA)  
JRCB dhe BIPM kyci I te dhenave krahasuese

Ne nje takim te mbajtur ne Paris me 14 tetor 1999, drejtoret e instituteve kombetare te metrologjise (NMI) te 33 vendeve anetare te Konventes Metre dhe perfaqesuesit e dy organizatave nderkombetare firmosen nje **Marreveshje te Njohjes Reciproke (MRA) per standardet kombetare te matjeve dhe per certifikatat e kalibrimeve dhe matjeve te leshuara nga institutet kombetare te metrologjise.**

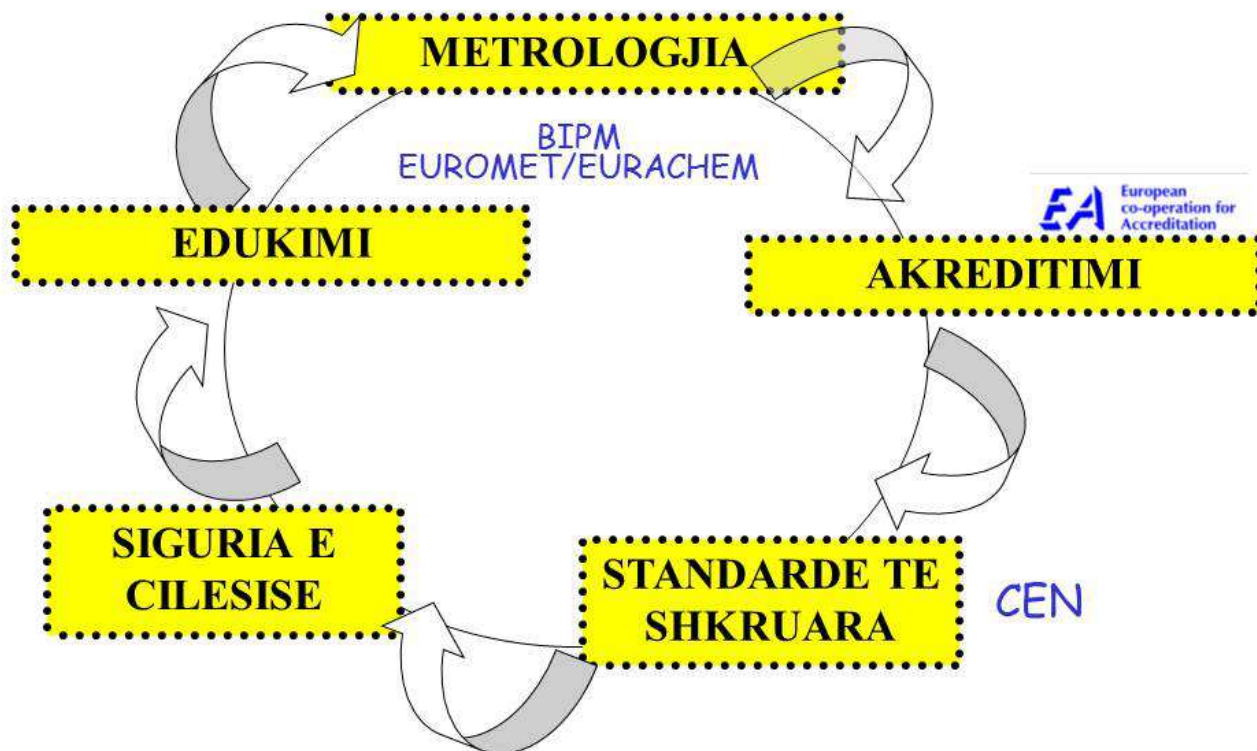
Kjo Marreveshje e Njohjes Reciproke eshte nje pergjigje ndaj nje nevoje ne rritje per nje skeme te hapur, transparente dhe te plote, qe u jep perdoruesve informacion te besueshem sasior mbi krahasueshmerine e sherbimeve te sherbimeve kombetare te metrologjise dhe per te siguruar bazen teknike per nje marreveshje me te gjere te negociuar per tregtine nderkombetare dhe punet rregullatore

Deri ne 2007 CIPM MRA eshte firmosur nga perfaqesuesit e 67 instituteve – nga 45 vende anetare, 20 Asociate te CGPM, dhe 2 organizata nderkombetare– dhe mbulon edhe 115 institute te emeruar nga trupat nenshkrues.

## Organizatrat e metrologjise

- Institutet kombetare te matjeve- Drejtoria e Pergjithshme e Metrologjise dhe Kalibrimit (dhe partneret e tyre ne matjet kimike)
- Organizatat Rajonale te Metrologjise (EUROMET, SIM, APMP ...)
- Sigurojne produkte 'te gatshme' per te shperndare gjurmueshmerine (psh nje vlere e mbajtur nga nje MRC ose nga nje matje reference)
- Formojne rrjete te organizuara (psh [www.euromet.org](http://www.euromet.org)) (mund te kontaktohet per informacion)
- Transparence: ata duhet te dokumentojne dhe demonstrojne aftesine per te matur





16-17 Dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

MiC-2

35

1) Pyetje ?

2) Vleresimi i modulit

**Copyright notice**

© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek [JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu).**

## **3.2 Traceability of measurement results in Albanian**

# Gjurmueshmëria e Rezultateve të matjeve

© European Communities, 2003-2007

## Objektivi I prezantimit

- Cfarë është gjurmueshmëria?
- Për cfarë nevojitet?
- Si ta vendosim gjurmueshmërinë?
- Si ta demonstrojmë gjurmueshmërinë?



**Validimi** (metoda e përshtatshme për qëllimin)



**Gjurmueshmëria**  
(rezultati im është krahasueshëm me referencat e zakonshme)

**Buxheti I pasigurisë**  
(sa mirë e njohim rezultatit)

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

3

## Gjurmueshmëria e çfare?

Me gjurmueshmëri NUK kuptojmë:

- ☒ ... gjurmueshmërinë e mostrës në laborator
- ☒ ... gjurmueshmërinë e dokumentave në sistem

... por kuptojmë:

Gjurmueshmërinë e ...

- ... Rezultateve të matjeve, p.sh. përqëndrimi I plumbit (mg/l) në ujin e pijshëm
- ... Vlerave të referencës, p.sh. Vlera e referencës e një materiali reference

**NUK aplikohet për:**

- ☒ ... metodën, por për *rezultatit* e përfutur me metodën

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

4

Ne kuptojmë:

Gjurmueshmërinë e ...

- ... Një reference të caktuar  
p.sh. Vlera e certifikuar e një materiali  
reference, p.sh. Përkufizimi I një njësie SI

**NUK** aplikohet për:

- ☒ ... institucionin, por për *rezultat*in, ose *vlerën* që prodhohet nga institucioni
- ☒ ... kalibruesin (p.sh. në një kit të gatshëm biokimik), por për *vlerën* e referencës së kalibruesit

Përkufizim

**Gjurmueshmëria** është veti e rezultatit ①  
të një matjeje ose e vlerës së një  
standardi, nëpërmjet së cilës ai mund  
të lidhet me referenca të pranuar, ②  
zakonisht standarde kombëtare ose  
ndërkombëtare, përmes një zinxhiri të ③  
pandërprerë krahasimesh, të gjitha me ④  
pasiguri të pranuar.

[VIM, 6.10]

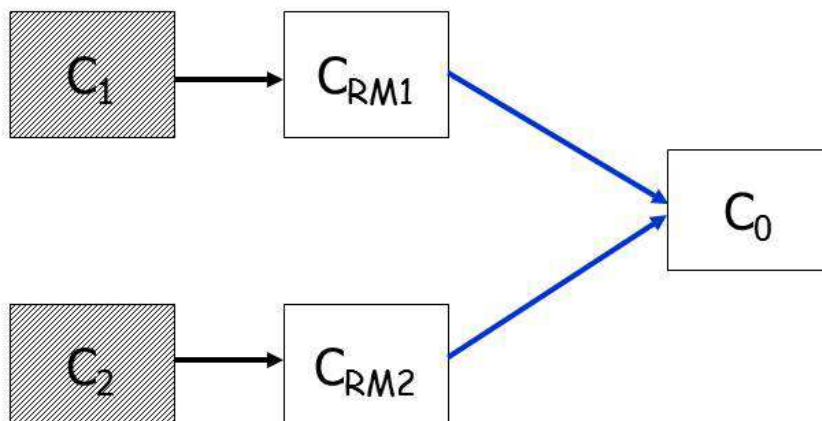
Gjurmueshmëria ndaj të njejtës  
**Referencë të pranuar**  
ka rëndësi të dorës së parë për  
**Krahasueshmërinë e rezultateve**

Krahasueshmëria (aftësia për tu krahasuar) dhe besueshmëria e rezultateve të matjeve midis laboreve të ndryshme kanë rëndësi shumë të madhe pasi duhet të formojnë një bazë të pranueshme për vendimmarrje dhe implementimin e rregulloreve.

Referencat e pranuar

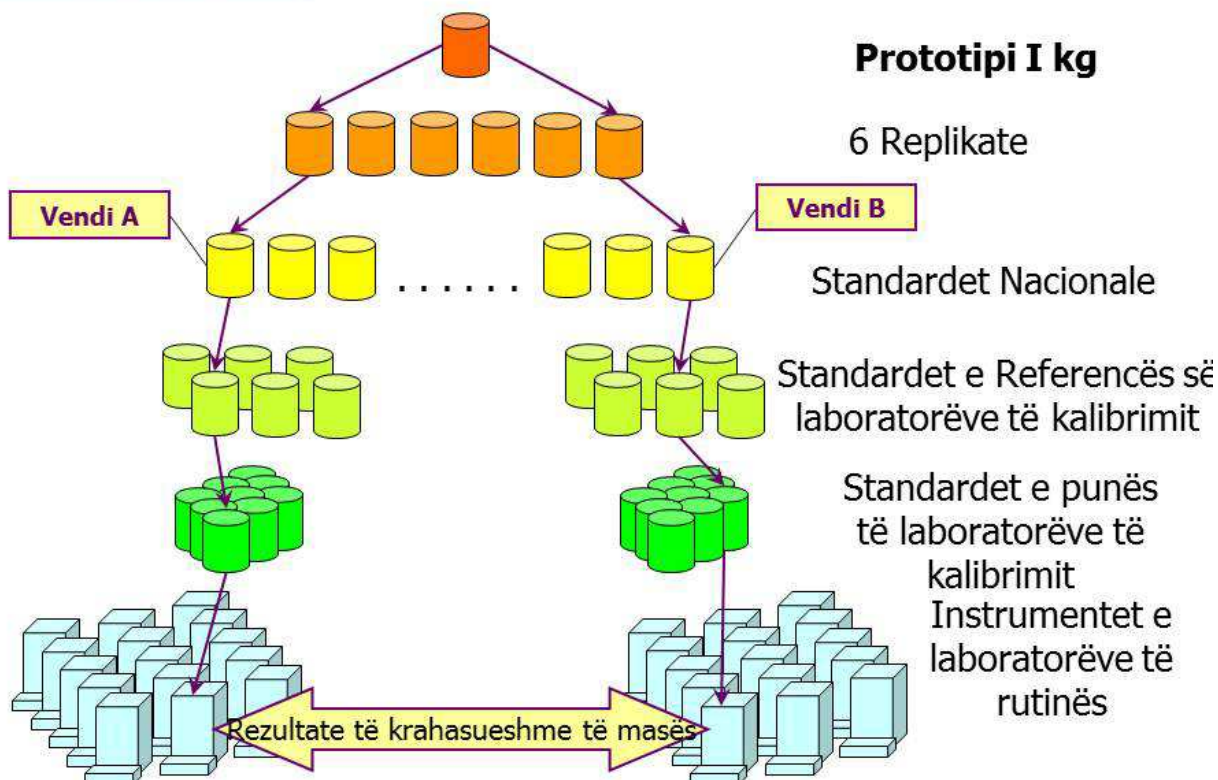
*Krahasimet mes rezultateve të matjeve janë të mundshme vetëm nëse rezultatet janë të shprehura në të njejtat njësi (shkallë matjeje)*

- njësi SI (*m, kg, s, A, K, mol, cd*) apo kombinim I tyre
- referencat më të mira të pranuar ndërkombëtare (nëse jo SI), si:
  - ✓ shkalla delta për matje me izotopë
  - ✓ shkalla pH
  - ✓ shkalla e numrit të oktanit për produktet e naftës
  - ✓ shkallë e ngjyrës CIE (matje spektrofotometrike)



A janë të krahasueshme  $C_1$  &  $C_2$  ?

Po, meqë kanë një referencë të përbashkët





Pohimi  
&  
Vendosja  
&  
Demonstrimi

... është një deklaratë  
... çfarë bëj në laborator  
... është si e tregojmë

... Gjurmueshmërinë

Analiti: Artikulli që është subjekt I një matjeje [GLP] *një substancë që duhet matur, p.sh. kolesteroli*

Treguesi (Measurand): Sasia e përcaktuar që I nënshtrohet matjes [VIM 2.6] p.sh. *Përqëndrimi I kolesterolit në serum*

- Validimi dhe gjurmueshmëria janë të lidhura ngushtë *validimi është pjesë e vendosjes së gjurmueshmërisë*
- Gjurmueshmëria dhe pasiguria janë të lidhura ngushtë *Zinxhir "i pakëputur" krahasimesh & shtim (propagation) "i pakëputur" I pasigurisë*

Sasia	Analiti	Treguesi	Njesia	Referenca e pranuar
Fraksion I masës w	DDT	$w(\text{DDT})$ në tokë	ng/kg	SI
Përqëndrim c	Pb	$c(\text{Pb})$ në ujra të përdorura	ng/L	SI
numër	E. Coli	Numri i E.Coli për njësi sipërfaqeje	$\text{m}^{-2}$	SI
Aktiviteti	amilaza	$A(\text{amilaza})$	Katal	SI
pH	$\text{H}^+$ ions	$\alpha(\text{H}_3\text{O}^+)$ në ujra të përdorura	Njësi pH	Shkallë pH
Fortësia e ujit	$\text{CaCO}_3$	Përqëndrimi i $\text{CaCO}_3$	shkalle	Shkalla e fortësisë së ujit
Numri i Oktanit		Numri i Oktanit	Numri i Oktanit	Shkalla e numrit të oktanit

## Gjurmueshmëria

- Duhet vendosur **për secilën** madhësi kontribuese të specifikuar në procedurë / ekuacionin model
- Vendoset duke kalibruar duke përdorur **standarde** të përshtatshme

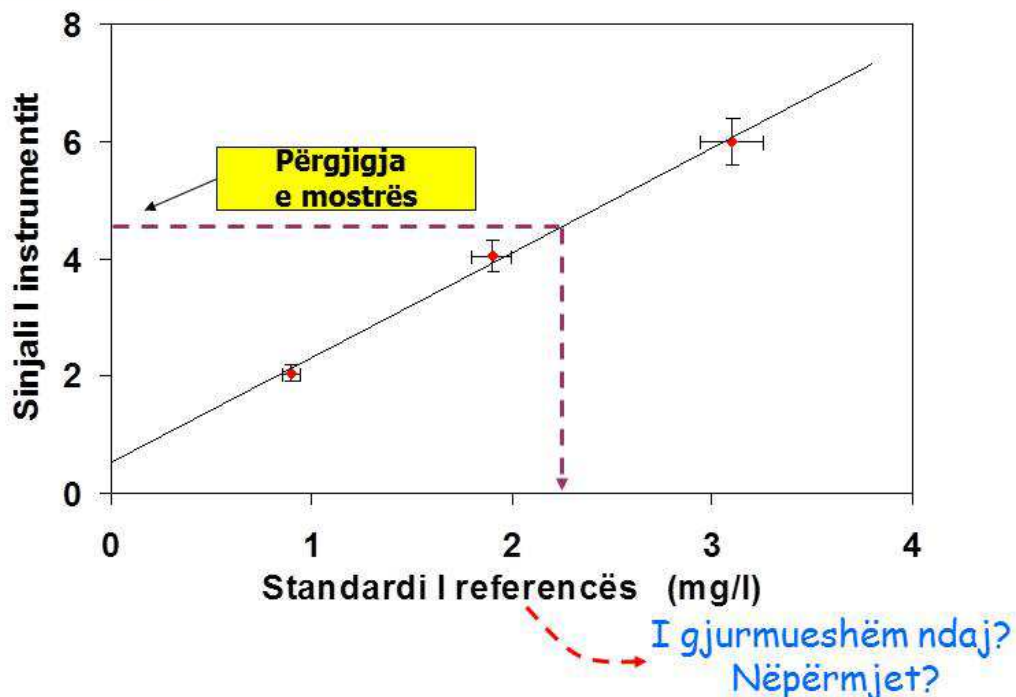
Kalibrimi:

*Tërësi operacionesh që vendosin, në kushte të caktuara, lidhjen midis vlerave të sasive të treguara nga instrumenti matës apo sistemi I matjes, ose vlerat që përfaqësohen nga përmasat e një materiali reference dhe vlerave korresponduese të realizuara nga standardet. [VIM 6.11]*

Kalibrimi duhet kryer me standarde reference me gjurmueshmëri të demonstruar dhe pasiguri mjaftueshmërisht të vogël.

Rezultati I gjurmueshëm ndaj vlerës së standardit të referencës

**Përgatitja e mostrës?**



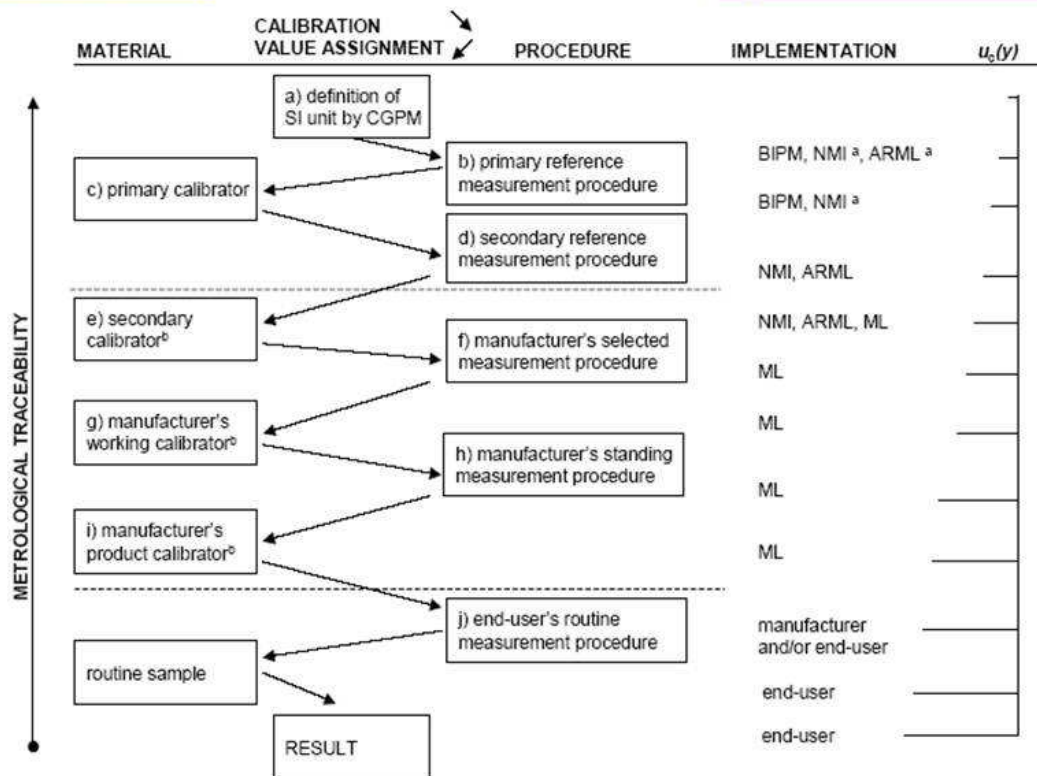


16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

17

Gjurmueshmëria në fushën klinike sipas ISO 17511



16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

18

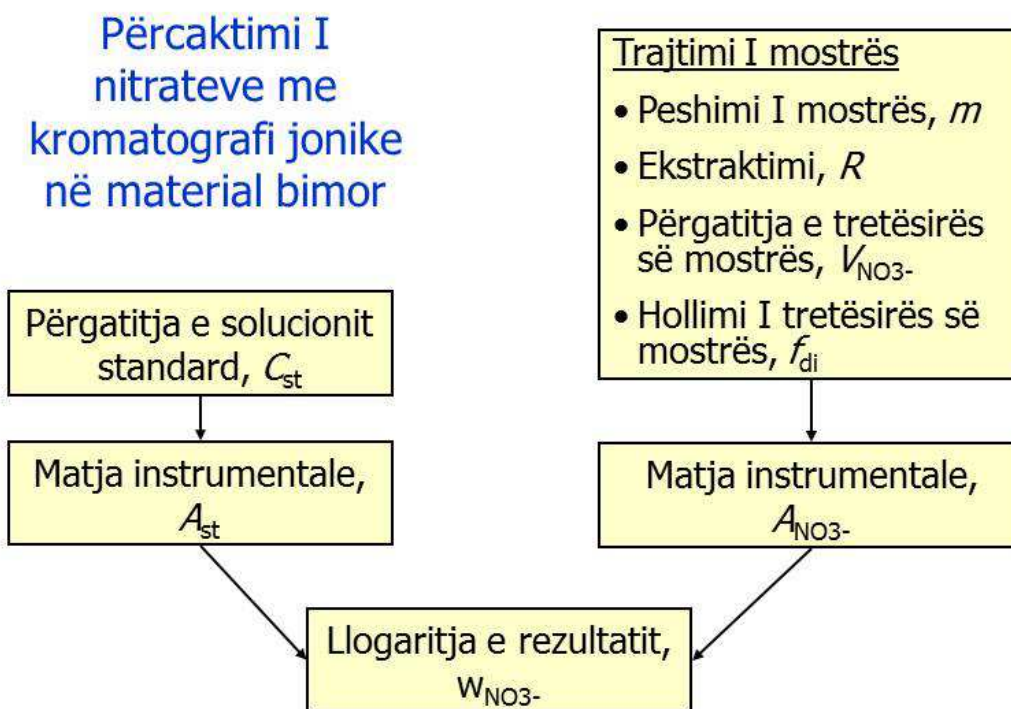
- ① Specifikohet treguesi (measurand)
- ② Zgjidhet
  - Procedurë analitike e përshtatshme
  - Ekuacion model I përshtatshëm
- ③ Demonstrohet (gjatë validimit) se:
  - Ekuacioni model është I përshtatshëm (të gjitha sasi të që kontribuojnë janë marrë në konsideratë)
  - Kushtet e matjes janë të përshtatshme
- ④ Vendoset gjurmueshmëria për secilën sasi që kontribuon
  - Zgjidhen standarde reference të përshtatshëm
  - Kalibrimi kryhet me këta standarde
- ⑤ Vlerësohet pasiguria

*[shiko gjithashtu EURACHEM/CITAC Guide, 2003]*

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

19



16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Traceability-2Gjurmueshmëria

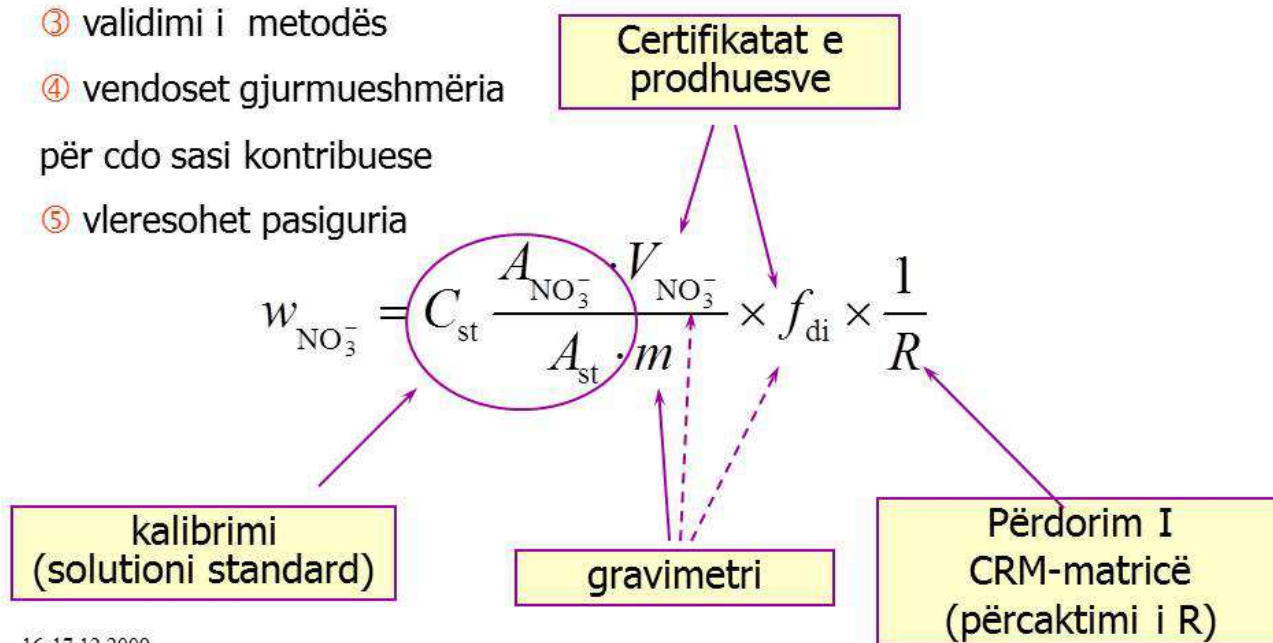
20

$$w_{\text{NO}_3^-} = C_{\text{st}} \frac{A_{\text{NO}_3^-} \cdot V_{\text{NO}_3^-}}{A_{\text{st}} \cdot m} \times f_{\text{di}} \times \frac{1}{R}$$

- $w_{\text{NO}_3^-}$  Përmbajtja e nitratit në mostër (mg/g)  
 $C_{\text{st}}$  përqëndrimi I nitrave në solucionin standard (mg/l)  
 $A_{\text{NO}_3^-}$  intensiteti I sinjalit për tretësirën e mostrës (mS·s)  
 $A_{\text{st}}$  intensiteti I sinjalit për tretësirën standarde (mS·s)  
 $V_{\text{NO}_3^-}$  volumi I tretësirës së mostrës (l)  
 $m$  masa e mostrës së thatë (g)  
 $f_{\text{di}}$  faktori I hollimit (pa njësi);  
 $R$  faktori I rifitimit (cf. përgatitja e mostrës)

Vendosja e gjurmueshmërisë ④ ⑤

- ① treguesi: përmbajtja e nitratit në bimë
- ② ekuacion model I përshtatshëm
- ③ validimi i metodës
- ④ vendoset gjurmueshmëria për cdo sasi kontribuese
- ⑤ vleresohet pasiguria



# 1) Pyetje ?

# 2) Vleresimi i modulit

### Copyright notice

© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i cdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek JRC-IRMM-[TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:TRAINMIC@ec.europa.eu).**

### **3.3 Single laboratory validation of measurement procedures in Albanian**



# Validimi I procedurave te matjeve ne laborator

© European Communities, 2003-2007

## Permbajtja

### Validimi I procedurave te mateve

- Terminologjia
- Cfare eshte
- Pse nevojitet
- Si behet
- Cili eshte rezultati?

## Diferenca ne terminologji

- ISO/IEC 17025 perdor “metode” → *validim metode*
- VIM perdor “procedure (e matjes)” → *validim procedure*
- GLP perdor “Procedure Standard Operimi”, SOP → *validim i SOP*

## Cfare eshte validimi? (1)

### Validimi perfshin

- Sigurimin e kerkesave analitike – perdorimi I caktuar
- Percaktimin e karakteristikave te procedures
- Kontrollin qe kerkesat mund te plotesohen nga procedura
- Formulimin mbi pershtatshmerine per perdorimin e caktuar

Validimi eshte **konfirmimi** nepermjet ekzaminimit dhe sigurimit te provave objektive se plotesohen kerkesat e vecanta per nje **perdorim** specifik

(ISO/IEC 17025)

Procesi I vendosjes se

- Karakterizimit te performances
  - Fushes se aplikimit & kufizimeve te nje procedure matjeje
  - identifikimin e sasive ndikuese, te cilat mund te ndryshojne karakteristikat dhe ne cfare shkalle
- 
- Cili analit mund te percaktohet, ne cilen matrice, ne prani te ciles interference?
  - Brenda ketyre kushteve (per t'u percaktuar) cfare pasigurie mund te arrihet?

Procesi i verifikimit qe nje procedure eshte e pershtatshme per perdorimin – e pershtatshme per perdorimin **e caktuar** (*pshe per zgjidhjen e nje problemi analitik te caktuar*)

- Pajtim me rregulloret
- Ruajtja e kontrollit te cilesise dhe procesit
- Marrja e vendimeve rregullatore
- Mbeshtetje e tregtise kombetare dhe nderkombetare
- Mbeshtetje per kerkimin

Laboraret duhet te demonstrojne qe operojne brenda nje sistemi cilesie, qe jane kompenente teknikisht dhe jane ne gjendje te prodhojne rezultate teknikisht te vlefshme

Tre shtylla te ISO/IEC 17025: *(ISO/IEC 17025)*

- ✓ Validimi I procedures
- ✓ Gjurmueshmeria e rezultateve
- ✓ Pasiguria e rezultateve

**Validimi eshte esencial EDHE NE SE  
NUK SYNONI akreditimin**

- Siguron informacion mbi karakteristikat e performances se procedures
- rrit besueshmerine:
  - Per perdoruesit e procedures (analistet)
  - Per perdoruesit e rezultateve te matjeve (klientet)

**kuptim me I mire**

- validimi eshte nje studim I procedures,  
**JO** i analistit apo performances se laboratorit!

- **Validim I plote :**  
ku shqyrtohen **te gjithë** parametrat relevante te procedures
- **Validim I pjesshem:**  
ku shqyrtohen vetem **disa** nga parametrat e performances
- **Verifikim/ konfirmim:**  
perdoret ne lidhje me procedura te standardizuara (te validuara me pare). Nuk ka nevojë per validim shtese, thjesht per nje “verifikim/konfirmim” ne laboratorin tuaj.

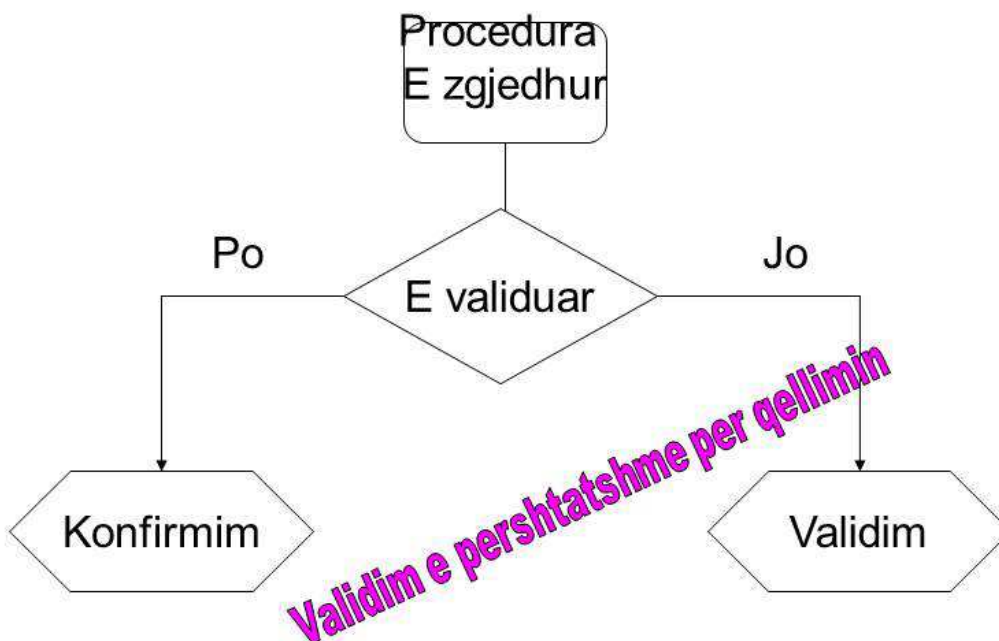
- jo-standarde
- te zhvilluara ne laborator
- standarde te perdorura jashte fushes se percaktuar te aplikimit
- standarde te modifikuara

A do te funksionoje “automatiksht” nje procedure e validuar ne laboratorin tim?

- (Fillimisht) Jo, konfirmim / verifikim I nevojshem
- (Me pas) Po, brenda kushteve te specifikuara

Burimet e metodave (procedurave) standarde:

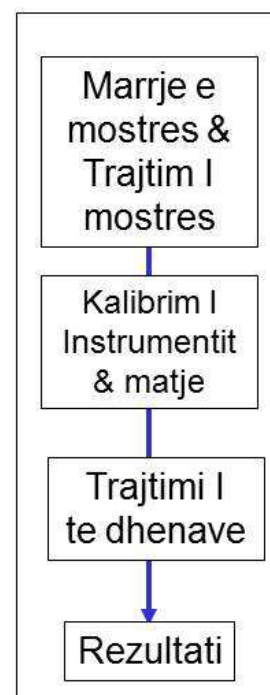
- procedura te publikuara ne standarde nderkombetare, rajonale, kombetare (*ISO, EN, DIN, BS, ASTM, ...*)
- procedura te publikuara nga organizata me reputacion ne publikimet e tyre (*AOAC per ushqime dhe prod. bujqesore; ICH per analiza klinike, ....*)
- jo ne literaturen shkencore!



- validohet e tere procedura  
*(nga pergatitja e mostres deri tek sinjali I matur)*
- Validohet I tere intervali I perqendrimeve  
*(qellimi I caktuar!)*
- Validohen te gjithe tipat relevante te matricave

**Beji perpjekjet kur eshte e nevojshme**

Ne laborator



Vendost cilat karakteristika jane me relevante per validimin (Shpenzoji perpjekjet ne perputhje me to!!)

- Kolesteroli ne serum,  
LOD Nuk eshte I rendesishem (JO),  
pasiguria eshte e rendesishme (PO)  
(p.sh. ulja e pasigurise se rezultateve ⇔ USA kursen 100 M\$/vit)
- Vrojtim I ndotjes mjedisore [per gjetjen e pikave te nxehta]:  
kufijte dhe lineariteti (PO),  
LOD dhe madhesia e pasigurise (PO)
- Kontroli I doping-ut (perkundrejt limitit):  
LOD Eshte kritik (PO),  
pasiguria eshte jashtezakonisht e rendesishme (PO);  
Kufijte, lineariteti nuk jane te rendesishem (JO)

... si rekomandohet nga ISO/IEC 17025

- Vleresimi I pasigurise =  
vleresimi sistematik I sasive qe ndokojne mbi rezultatin
- Matja e MRC
- Pjesemarrja ne krahasime nder-laboratorike
- Krahasimi I rezultateve te marra me procedura te tjera



- ✓ Standarde dhe/ose materiale reference
- ✓ Studjo blanket
- ✓ Mostra te pergatitura artificialisht (psh te fortifikuara)
- ✓ Statistike
- ✓ Mendim praktik

## Disa parametra jane gjithashtu veti e rezultatit

Parametrat e performances se procedures

(cilesore):  selektiviteti, specificiteti

(sasiore):

- Kufijte (lineare) te punes , ndjeshmeria
- detektimi & kuantifikimi /kufijte e percaktimit
- rifitimi, interferencat

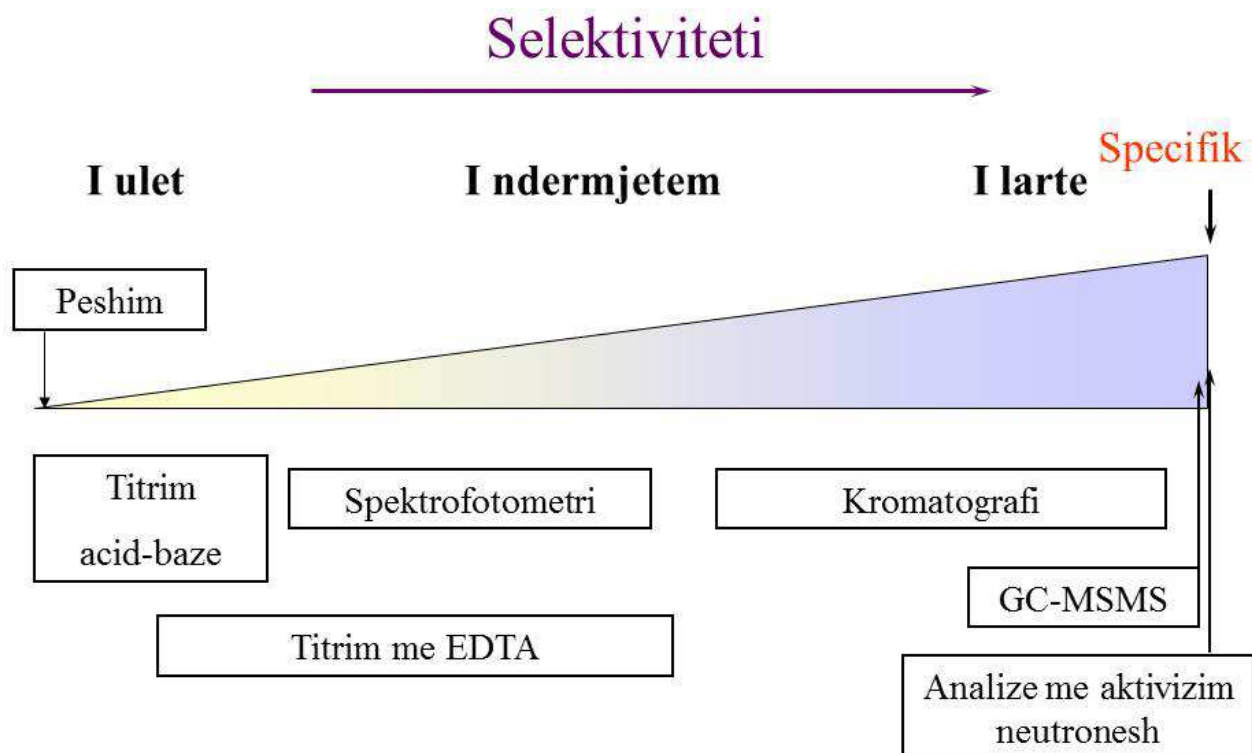
Veti e rezultatit te perftuar me kete procedure

- gjurmueshmeria (cf. modul tjetër)
- pasiguria, duke marre ne konsiderate psh
  - perseritshmerine / riprodhueshmerine brenda-laboratorit
  - robuste

- selektiviteti / interferencat
- rifitimi
- lineariteti,
- kufijte e punes
- LOD, LOQ
- perseritshmeria
- riprodhueshmera brenda-laboratorit
- robuste
- Kontrolli I cilesise
- pasiguria e zgjeruar
- gjurmueshmeria

- **Selektiviteti** i referohet shkalles ne te cilen metoda mund te perdoret per te percaktuar analite te vecante ne perzierje apo matrica pa interferenca nga perberesit e tjere me sjellje te ngjashme (*IUPAC, 2001*)
- **Specificiteti** eshte selektivitet 100%
- IUPAC rekomandon qe termi specificitet duhet te evitohet

(*IUPAC, 2001*)



16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Validimi-2

21

Rifitimi (1)

Mates I vertetesise se nje procedure (matje)

$$R = \frac{\text{observed\_value}}{\text{reference\_value}} \quad (\text{IUPAC 1999})$$

Vlera e references nga:

- MRC 
$$R = \frac{C_{\text{observuar}}}{C_{\text{CRM}}}$$

- fortifikimi me substance te paster 
$$R = \frac{C_{\text{observuar}} - C_{\text{matrice}}}{C_{\text{fortifikim}}}$$

Sa me prane 1 eshte R, aq me I vogel eshte bias ne procedure

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003-2007

Validimi-2

22

Rifitimi per nje moster te vecante, R, perbehet nga tre komponente te kombinuar ne menyre multiplikative (VAM Project 3.2.1):

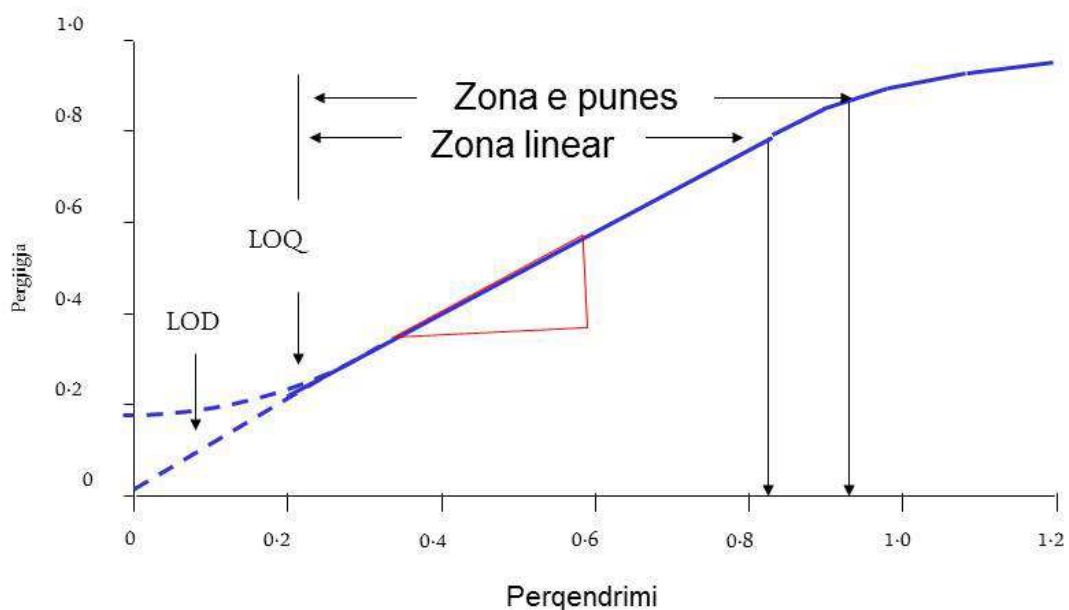
$$R = R_m * R_s * R_{rep}$$

$R_m$ : rifitimi mesatar I perftuar nga analiza e nje MRC ose nje moster e fortifikuar

$u(R_m)$ : pasiguria ne vleren e certifikuar / STD I analizave te replikateve

$R_s$ : faktor korigjimi per matrica te ndryshme

$R_{rep}$ : faktor korigjimi per differences e sjelljes se analitit ne fortifikim dhe ne mostren reale me analitin e fortifikuar



• Perkufizimi:

Ndryshimi ne pergjigjen e nje instrumenti mates pjestuar me ndryshimin korrespondues te nxitjes

[VIM 1993]

• Cfare do te thote:

Gradienti (pjerresia) e kurbes se kalibrimit



Pergjigja  
= sinjali

Limitet e...  
Detektimit (LOD)  
Kuantifikimit (LOQ)

'Blanku'

- instrumental
- Nga trajtimi I mostrave  
(psh ndotja ne disgregim, pastrim)

Ekuacioni I kalibrimit:

$$\text{Signal} = b_0 + b_1 \cdot c$$

$Y_{bl}$  = Sinjali i 'blankut' ;

$s_{bl}$  = stdev I 'blankut' ne sferen e sinjalit

$$Y_{LOD} = Y_{bl} + 3 s_{bl} \rightarrow$$

$$LOD = (Y_{LOD} - b_0)/b_1$$

$$Y_{LOQ} = Y_{bl} + 10 s_{bl} \rightarrow$$

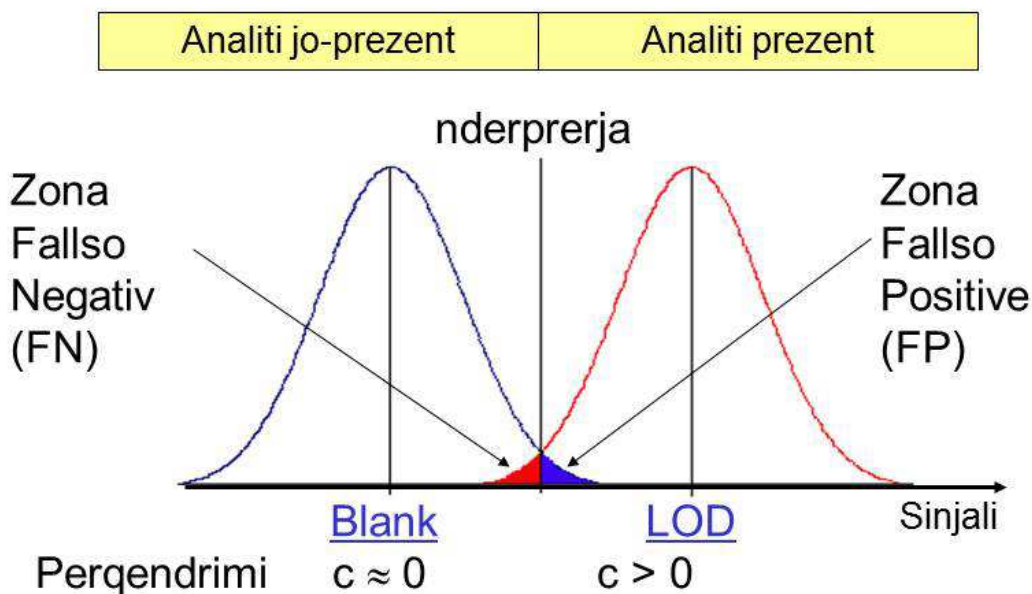
$$LOQ = (Y_{LOQ} - b_0)/b_1$$

Aftesia e detektimit ne perqendrime te ulta

Analiti...	Analiti...	
	Nuk eshte prezent	Prezent
Nuk detektohet	E vertete negativ	Fallso negativ
Detektohet	Fallso Pozitiv	E vertete Pozitiv

- ❶ Metode e pandjeshme? Interferenca?
- ❷ Interferenca? Ndotje?

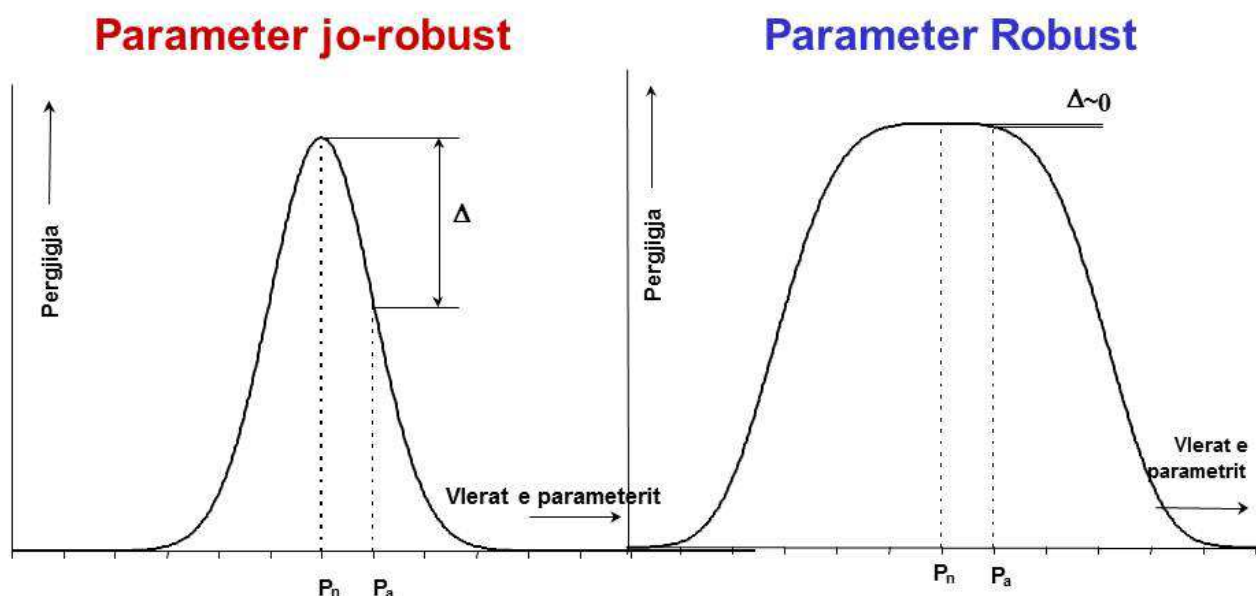
Vendimi mbi LOD  
(limitin e detektimit)



**Fortesia** e procedures se matjeve eshte rezistenca e rezultatit ndaj ndryshimit kur behen devijime te vogla nga kushtet eksperimentale te pershkuara ne procedure

Procedura pershkruan limitet per parametrat eksperimentale

Shembuj: pH, temperatura, sasia e reagentit, operatori,  
.....



- Identifikohen variablat e metodes: A,B, C, D etj
- Ndertohet Eksperimenti (Youden/Steiner)
- Duke ndryshuar nje variabel ne menyre sistematike, percaktohet efekti mbi rezultatin (shiko tabelen P/J)
- Rishikohen rezultatet per te percaktuar kushtet optimale.
- Permiresim I procedures nga rezultatet e perftuara (jep gjithashtu informacion mbi sasite qe ndikojne)

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003- 2007

Validimi-2

31

Eksperiment nr.:		1	2	3	4	5	6	7	8
Parametrat									
A	pH	5	5	5	5	7	7	7	7
B	temp.	25	25	35	35	25	25	35	35
C	Koha e reaks	30	60	30	60	30	60	30	60
D	reagent 1	1	1	2	2	2	2	1	1
E	reagent 2	1	2	1	2	2	1	2	1
F	Mosha e kolones	E vjeter	E re	E re	E vjeter	E vjeter	E re	E re	E vjeter
G	personeli	xx	yy	yy	xx	yy	xx	xx	yy
	Pergjigja	r	t	u	v	w	x	y	z

**ANOVA:**     *A, B, dhe D nuk jane robuste*

- sigurohet informacion baze / paraprak
- Vleresohet ne se ekuacioni model eshte I vlefshem
- Instruksione me te mira per operatorët

16-17.12.2009  
© European Communities, 2003- 2007

Validimi-2

32



<u>Procedura:</u>	Matje e permbajtjes se kadmiumit sipas EN-1234 (GF-AAS)
<u>Treguesi:</u>	Perqendrimi total I kadmiumit ne produkte ushqimore
<u>Matrica:</u>	Produkte ushqimore
<u>Burimi I Metodes:</u>	E zhvilluar ne laborator
<u>Perdorimi I caktuar:</u>	Ekzaminim (screening) I mostrave ushqimore
<u>Protokolli analitik :</u>	Disgregim me mikrovale, ndjekur nga GF-AAS
<u>Kalibrimi:</u>	Standarde / tretesira kalibruese nga furnizuesi-ZZZ

<input type="checkbox"/> selektiviteti / interferencat	Pa interference deri ne 1000 ng/g klorur
<input type="checkbox"/> rifitimi	dmth (95 ± 2) % qumesht MRC
<input type="checkbox"/> lineariteti, zona e punes	Zona lineare 3.5 -20 ng/g
<input type="checkbox"/> LOD, LOQ	LOD=1 ng/g LOQ= 3.5 ng/g
<input type="checkbox"/> perseritshmeria,	$s_r = 2 \%$ ne 10 ng/g
<input type="checkbox"/> riprodhueshmeria brenda-laboratorit	$s_{Rw} = 4 \%$ ne 10 ng/g
<input type="checkbox"/> fortesia	Nuk eshte provuar
<input type="checkbox"/> kontrolli I cilesise	Kufijte e kontrollit 8 - 12 %
<input type="checkbox"/> Pasiguria e zgjeruar	U = 15 % (k=2)

Rast	Kerkese	Pergjigje
1	Cd ne qumesht E pritur: 0.5 to 1.5 ng/g	JO → LOQ
2	Cd ne ujin e detit E pritur: 5 to 30 ng/L	JO → LOD JO → permbajtje e larte Cl
3	Perqendrimi I Cd ne ujrato e rrjedhjes Kufiri ne 5 µg/L	E pershtatshme per perdorimin e caktuar – Nuk ka nevojte per validim te metejshem validim

1) Pyetje ?

2) Vleresimi i modulit

**Copyright notice**

© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek [JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu).**

### 3.4 Uncertainty of measurement: Principles and approaches to evaluation in Albanian



## Pasiguria e rezultateve të matjeve

© European Communities, 2003- 2007



Përmbledhje

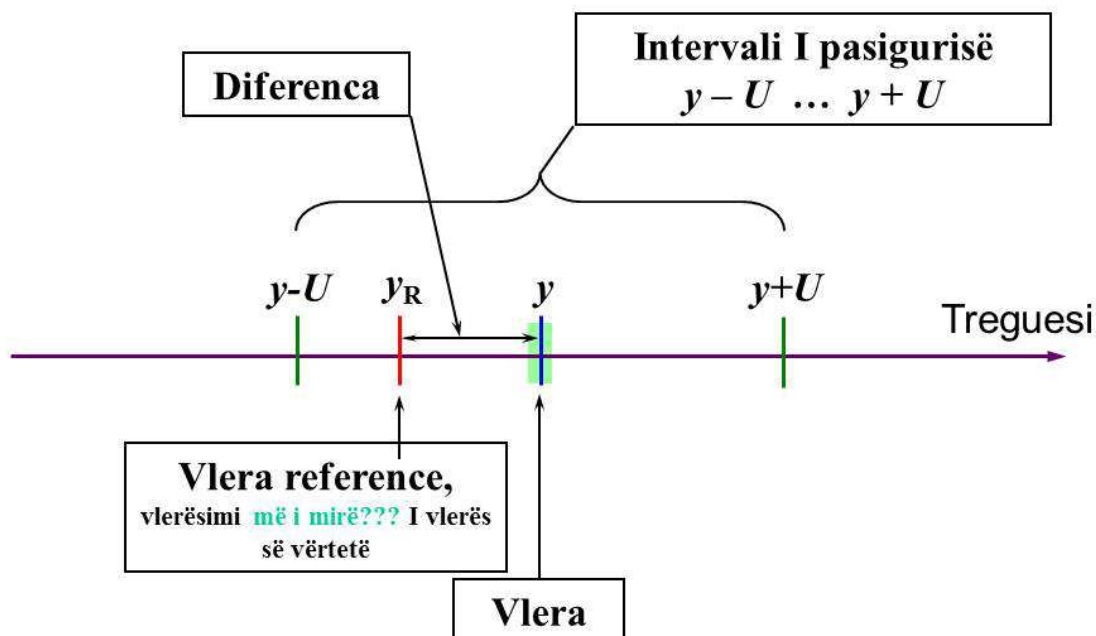
- Pasiguria – përkufizimi
- Pasiguria – pse dhe kur
- A janë rezultatet të ndryshëm?
- Procedura GUM<sup>\*)</sup> për vlerësimin e pasigurisë
- Shembull

<sup>\*)</sup> GUM: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO, Geneva, 1995

'Parameter që karakterizon shpërndarjen e vlerave të sasive që i atribuohen treguesit (measurand), bazuar mbi informacionin e përdorur ' (VIM § 2.11; Draft, 2007)

**rezultati = vlera ± pasiguria**

(0.51 ± 0.07) mg/g  
Vlera është ndërmjet: 0.45 mg/g ÷ 0.57 mg/g  
(cf. zonë, interval)



- Është një pjesë përbërëse e cdo rezultati matjeje !
- Kërkohet nga ISO/IEC 17025: 2005 – Akreditimi !
- Përmirësohen njohuritë mbi procedurën e matjes!
- Bën të mundur krahasimin e rezultateve !

Pasiguria e rezultatit demonstroi **CILËSINË metrologjike** të matjeve  
(jo matje me pasigurinë më të vogël të arritshme)

- **Në laborator** → dokumenton në mënyrë transparente procedurën e matjes
- **Për përdoruesin** → jep rezultatin me konfidencën përkatëse

Një formulim i mirë-dokumentuar i pasigurisë:

- Përforcon rezultatet tuaja dhe siguron transparencë!
- Identifikon kontribuesit kryesorë të pasigurisë -  
ndihmon në gjetjen e mënyrave për përmirësimin e procedurës
- Demonstroi pajtimin me kufijtë (legalë ose kontraktualë) dhe vendosjen e kriterëve të pranimit

⇒ **Mbrojtja juaj më e mirë në diskutime!**

- Përsëritja e matjeve 2 , 10 ose 100 herë ju jep **vetëm** përsëritshmërinë ose riprodhueshmërinë brenda laboratorit! (jo pasigurinë totale)

përsëritshmëria < riprodhueshmëria brenda lab < pasiguria e kombinuar

 **Mos harroni**

**Përsëritshmëria e matjes: precizioni I matjes në kushte të përsëritshmërisë së matjes**

(VIM, 2.37, Draft 2007)

**Riprodhueshmëria e matjes : precizioni I matjes në kushte të riprodhueshmërisë së matjes**

(VIM, 2.41, Draft 2007)

**Precizioni I matjes: afërsia e pajtueshmërisë midis vlerave të sasisë të përfuara nga matje e replikateve të një sasive, në kushte specifike.**

(VIM, 2.35, Draft 20074)

- Kur një metodë e re futet në laborator!
- Kur ndryshon një faktor kritik në procedurë (instrumenti, operatori, tipi I mostrës ...) !
- Gjatë / bashkë me validimin e procedurës!

→ Një vlerësim individual nuk është I nevojshëm për cdo rezultat individual të prodhuar !

Sa shpesh nevojitet të bëhet rivlerësimi I pasigurisë?

- Në rast se laboratorit I nevojitet të përshtatet me një rregullore → sipas dokumentit përkatës
- Në rast se nuk ka rregullore:
  - (i) Përdoret mendimi praktik për të vendosur frekuencën
  - (ii) Monitorohen të dhënat nga diagrama e kontrollit



Mund t'i përafrohemi matjes së vlerës së vërtetë duke matur  
"vlerësimin më të mirë"

→ me synimin për të njohur vlerën e vërtetë

- *p.sh.* Përmbajtja e alkolit në gjak
- *p.sh.* Përmbajtja e nitrateve në ujin e pijshëm
- *p.sh.* Përmbajtja e akrilamidës në patatina
- *p.sh.* përmbajtja e Pb në verë

A janë të ndryshme këto rezultate?

*Asnjë rezultat pa pasiguri !*

$$R1 = 10.6 \text{ mg/kg}$$

$$R2 = 11.6 \text{ mg/kg}$$

**Përafrimi tradicional:** precizioni (devijimi standard:  $\pm$  SD)

$$R1 = (10.6 \pm 0.2) \text{ mg/kg}$$

$$R2 = (11.6 \pm 0.3) \text{ mg/kg}$$

**Përafrimi GUM :** shtimi i pasigurisë me kontributin e të gjithë komponentëve të njohur (pasiguri e zgjeruar:  $\pm$  U)

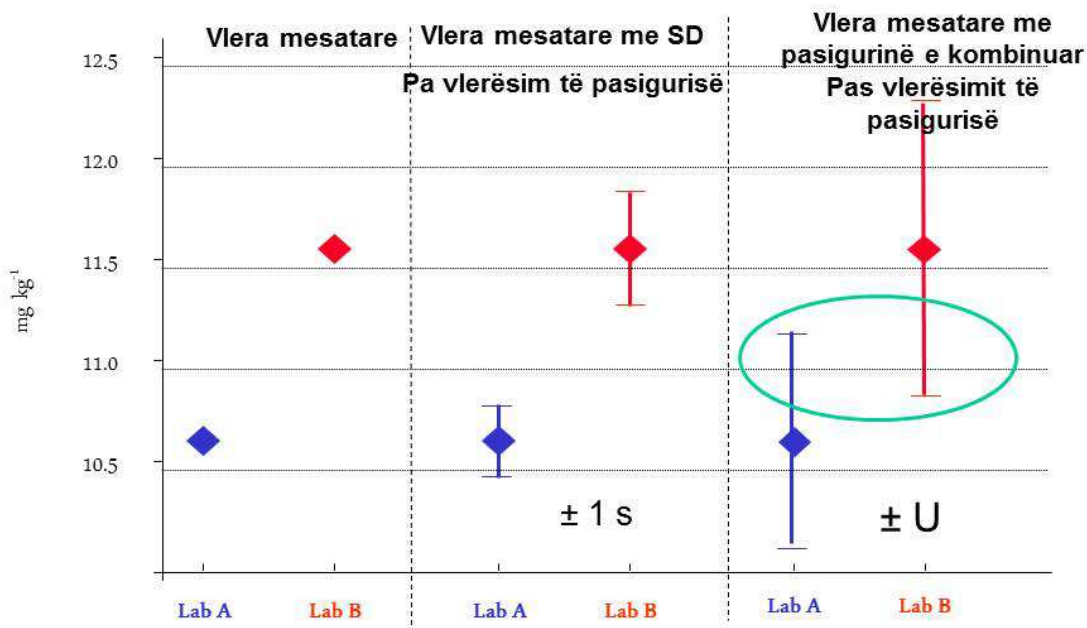
$$R1 = (10.6 \pm 0.7) \text{ mg/kg (k=2)}$$

$$R2 = (11.6 \pm 0.7) \text{ mg/kg (k=2)}$$

Per krahasimin e rezultateve: (pothuaj) nuk kerkohen prova statistikore nga GUM .../...

cf. Krahasim vizual → mbivendosen zonat Y/N ?

## A janë të ndryshme këto rezultate?



16-17 dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

Uncertainty-2 Pasiguria

13

## Përdorimi I pasigurisë për krahasime

GUM nuk kërkon  
prova statistikore  
Në se nuk ju nevojiten ...

Megjithatë, - “Konsiderohet e dobishme për përdoruesit e rezultateve të matjeve, ....., mund të sugjerohet - **gradë lirie e vlerësuar efektive...**” – [GUM 7.2.1]

- kur krahasohen rezultate
- për kërkesa ligjore
- kërkuar nga klienti

16-17 dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

Uncertainty-2 Pasiguria

14

- GUM është një udhëzues për një vlerësim dhe dokumentim transparent, të thjeshtë dhe të standardizuar të pasigurisë
- GUM përdor vlerësime të pasigurisë të:  
*tipit A (të dhëna të matjeve)* dhe të *tipit B (të tjera)*
- GUM nuk përdor **efekte të rastësishme (random) & sistematike !**
- GUM përdor **pasigurinë e kombinuar/ zgjeruar !**

## “Tipi” I vlerësimit të pasigurisë

**Tipi A:** vlerësimi I pasigurisë standarde është bërë me *metoda statistikore* dhe përcaktohet si *devijim standard* I vlerave të matura

**Tipi B:** vlerësimi I pasigurisë *me mjete të tjera* përvec metodave statistikore  
(eksperimente të mëparshme, të dhëna nga literatura, informacione nga prodhuesi, vlerësime të ekspertit)

[GUM § 0.7]

“...Vlerësimi i pasigurisë nuk është as punë rutinë, as thjesht matematikë; ajo mbështetet në njohjen e detajuar të natyrës së treguesit të matur dhe të matjes...”

[GUM § 3.4.8]

Si percaktohet pasiguria sipas GUM?

***Dokumentohen të dhënat që përdoren si input për matjet!!***

“...Ky informacion mund të përfshijë:

- ✓ Të dhëna të matjeve të mëparshme
- ✓ Experiencë apo dije e përgjithshme mbi sjelljen dhe vetitë e materialeve dhe instrumentave të rëndësishëm
- ✓ Specifikimet e prodhuesit
- ✓ Të dhëna nga kalibrimet dhe certifikata të tjera
- ✓ Pasiguria e paracaktuar e të dhënave të referencës marrë nga manualet”

[GUM § 4.3.1]

*Në matjet kimike të dhënat e validimit mund të jenë mes burimeve më të rëndësishme*

## ***Pak statistikë bazë***

- Mesatarja e bashkësisë së të dhënave;
- Devijimi standard (SD);
- Ligji I shtimit (propagation);
- Shpërndarja (normale, drejtkëndore, triakëndore...)

*(Shiko prezantimin “Statistika e aplikuar”)*

## Sekuena prej 10 hapash

- 1 – Përcaktohet treguesi (measurand)
- 2 – Përshkruhet ekuacioni model *(për procedurën e matjes)*
- 3 – Identifikohen të gjitha burimet e mundshme të pasigurisë të tipit A dhe B
- 4 – Vlerësohen vlerat e cdo sasive kontribuese
- 5 – Vlerësohet pasiguria standarde (1s) e cdo sasive kontribuese

- 6 – Llogaritet vlera e treguesit (duke përdorur ekuacionin model)
- 7 – Llogaritet pasiguria standarde e kombinuar e rezultateve
- 8 – Llogaritet pasiguria e zgjeruar (me  $k$  të zgjedhur)
- 9 - Analizohen kontributet e pasigurive (*MENDO !!*)
- 10- Raportohen të dhënat me pasiguri të zgjeruar

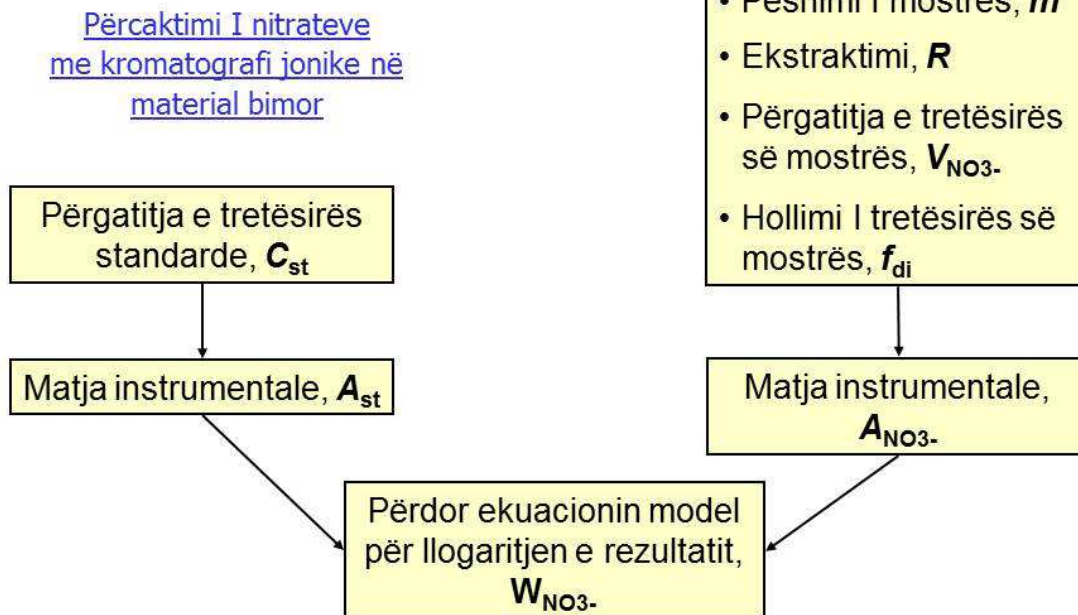
Hapi 9 është një vlerë e shtuar (added value)!

16-17 dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

Uncertainty-2 Pasiguria

21

Shembull I një procedure matjeje



16-17 dhjetor 2009  
© European Communities, 2003-2007

Uncertainty-2 Pasiguria

22

**Treguesi (Measurand)** = sasia e caktuar që l nënshtrohet matjes

[VIM 2.6 (1993)/ GUM B.2.9 (1995)]

**Treguesi** = sasia që kërkohet të matet  
[VIM 2.3 (Draft 2007)]

### Shembull

Përmbajtja totale e NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (mg/g) në mostrën laboratorike (material bimor) shprehur në masën e thatë

### Hapi 2 - Ekuacioni model

Modeli I procedurës së matjes është një lidhje funksionale midis sasive që hyjnë input dhe sasisë në dalje output (treguesi (measurand))

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n) \quad [\text{GUM 4.1.1}]$$

**MODELI** I matjes është ekuacioni që përdorim për llogaritjen e rezultatit (y) !

*Ju gjithmonë e keni atë*

Sasitë hyrëse ( $X_i$ ) mund të jenë sasitë, vlera dhe pasiguritë e të cilave përcaktohen direkt gjatë matjes (vlerësim i **Tipit A**, *analizë statistike e serisë së vrojtimeve*) apo janë sjellë në matje nga burime të jashtme (vlerësime të **tipit B**, eksperimente të mëparshme, të dhëna nga literatura, informacione nga prodhuesi)

$$w_{\text{NO}_3^-} = C_{\text{st}} \frac{A_{\text{NO}_3^-} \cdot V_{\text{NO}_3^-}}{A_{\text{st}} \cdot m} \times f_{\text{di}} \times \frac{1}{R}$$

$w_{\text{NO}_3^-}$  **Përmbajtja e nitratit në mostër (mg/g)**

$C_{\text{st}}$  **përqëndrimi I nitrave në solucionin standard (mg/L)**

$A_{\text{NO}_3^-}$  **intensiteti I sinjalit (sipërfaqja e pikut) për tretësirën e mostrës**

$A_{\text{st}}$  **intensiteti I sinjalit (sipërfaqja e pikut) për tretësirën standarde**

$V_{\text{NO}_3^-}$  **volumi I tretësirës së mostrës ( L )**

$m$  **masa e mostrës së thatë (g)**

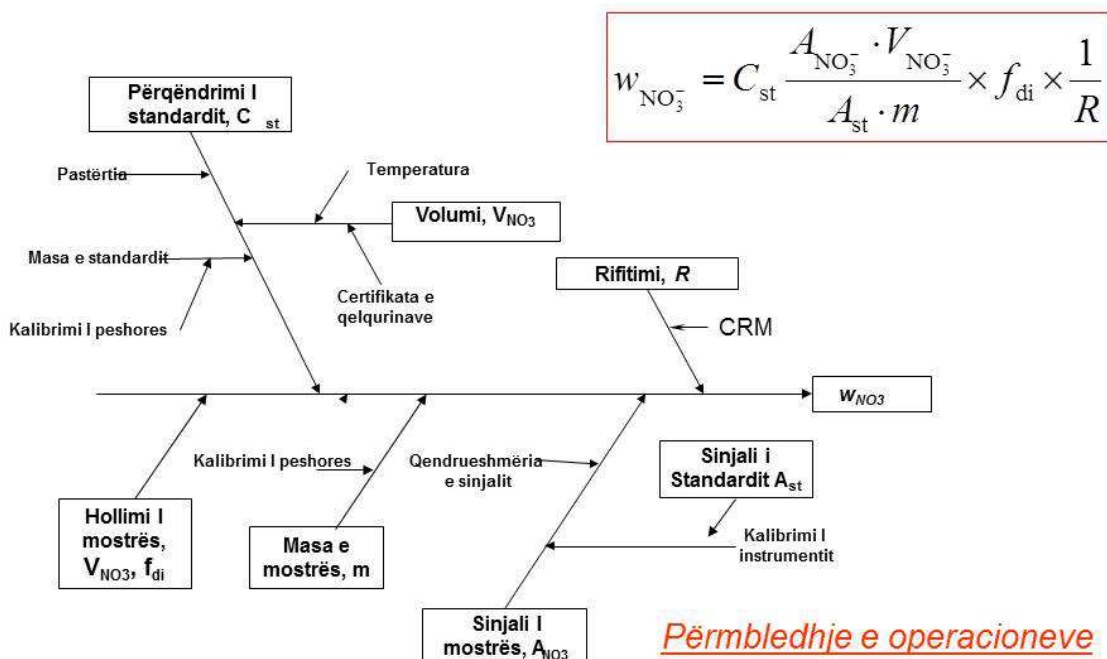
$f_{\text{di}}$  **faktori I hollimit (pa njësi);**

$R$  **faktori I rifikimit (cf. përgatitja e mostrës)**



- ✓ Marrja e mostrës
- ✓ Kushtet e ruajtjes
- ✓ Efekti I instrumentit
- ✓ Pastërtia e reagentëve
- ✓ Stekiometria e pranuar
- ✓ Kushtet e matjeve
- ✓ Efektet e mostrës
- ✓ Efektet e llogaritjes
- ✓ Korrektimi I blankut
- ✓ Ndikimi I operatorit
- ✓ Efekte të rastësishme

**Burimet tipike të pasigurisë  
[EURACHEM/CITAC Guide CG 4 (2000)]**



- Vrojtime të përsëritura (A)
- Të dhëna nga validimi (A dhe/ose B)
- Specifikimet e prodhuesit (B)
- Certifikata të kalibrimit (B)
- Rezultatet e krahasimeve ndërlaboratorike (B)
- Nga eksperiencia dhe/ose literatura (B)

Përpara se të kombinohen, të gjithë kontributet duhen shprehur/ konvertuar në pasiguri standarde

**kur janë disponibël:**

- |                             |                    |
|-----------------------------|--------------------|
| – devijimi standard :       | përdoret sic është |
| – intervalet e konfidencës: | konvertohet        |
| – kufijtë e pranuar:        | konvertohet        |
| – pasiguria e zgjeruar:     | konvertohet        |

*(Shiko prezantimin mbi “Statistiken e aplikuar”)*

Përdoret ekuacioni model për të llogaritur vlerën e sasisë në dalje y ( $w_{\text{NO}_3^-}$ )

**Shembull**

$$w_{\text{NO}_3^-} = C_{\text{st}} \frac{A_{\text{NO}_3^-} \cdot V_{\text{NO}_3^-}}{A_{\text{st}} \cdot m} \times f_{\text{di}} \times \frac{1}{R}$$

$$w_{\text{NO}_3^-} = 0.801 \times \frac{0.0131 \times 0.1000}{0.0232 \times 1.142} \times 10 \times \frac{1}{0.78}$$

$$w_{\text{NO}_3^-} = 0.508 \text{ mg/g}$$

Kur nuk ka korrelacion midis sasive hyrëse **Pasiguria standarde e kombinuar** vlerësohet si rrënja katrore e variancës së kombinuar, sipas:

$$u_c^2(y) = \sum \left( \frac{\partial f}{\partial X_i} \right)^2 \cdot (u(x_i))^2$$

Ligji I shtimit të pasigurisë

ku

$u_c(y)$  = pasiguria standarde e kombinuar

$u(x_i)$  = pasiguria standarde e cdo sasie hyrëse

**Mund të kryhet me spreadsheet  
Ose me program të posacëm!**

(Shiko prezantimin mbi "Statistikën e aplikuar")

$$\frac{u_c(w_{\text{NO}_3^-})}{w_{\text{NO}_3^-}} = \sqrt{\left(\frac{u(C_{\text{st}})}{C_{\text{st}}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_{\text{NO}_3^-})}{A_{\text{NO}_3^-}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_{\text{st}})}{A_{\text{st}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{NO}_3^-})}{V_{\text{NO}_3^-}}\right)^2 + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(f_{\text{di}})}{f_{\text{di}}}\right)^2 + \left(\frac{u(R)}{R}\right)^2}$$

ku  $u(x_i)/x_i$  është **Pasiguria Relative Standarde** për  $x_i$

$$\frac{u_c(w_{\text{NO}_3^-})}{w_{\text{NO}_3^-}} = \sqrt{\left(\frac{0.00058}{0.801}\right)^2 + \left(\frac{0.0003}{0.0131}\right)^2 + \left(\frac{0.0006}{0.0232}\right)^2 + \left(\frac{0.0003}{0.1000}\right)^2 + \left(\frac{0.00058}{1.1420}\right)^2 + \left(\frac{0.023}{10.000}\right)^2 + \left(\frac{0.04}{0.78}\right)^2} = 0.063$$

**Pasiguria absolute**  $u_c(w_{\text{NO}_3^-}) = 0.063 \times 0.508 \text{ mg/g} = 0.032 \text{ mg/g}$

Pasiguria e zgjeruar  $U$  përftohet duke shumëzuar pasigurinë standarde të kombinuar  $u_c(y)$  me një faktor mbulimik  $k$

$$U = k * u_c$$

Rezultati shprehet:

$$\text{Rezultati} = y \pm U \quad (k = ??)$$

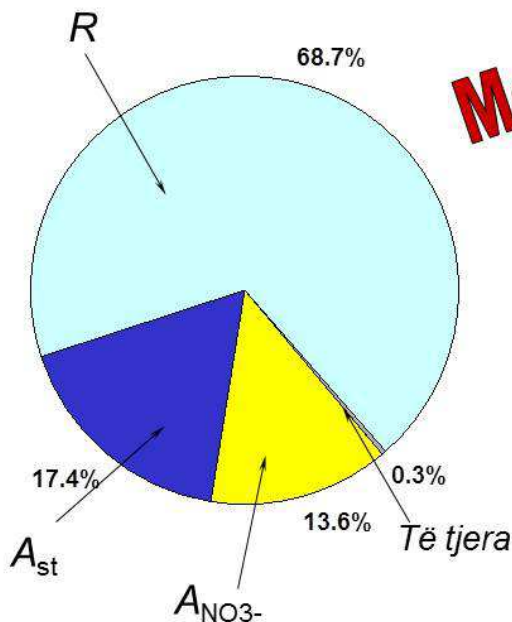
**Për shembull:**  $w_{\text{NO}_3^-} = (0.51 \pm 0.07) \text{ mg/g}, k = 2$

- Përafrimi më i mirë i vlerës që i atribuohet treguesit (measurand) është “ $y$ ”,
- intervali  $[y - U, y + U]$  është zona që pritet të përfshijë një fraksion të madh të shpërndarjes së vlerave që mund t’i atribuohen në mënyrë të arësyeshme treguesit.

- Pasiguria e zgjeruar jep një zonë më realiste të vlerave të mundshme.
- Faktori I mbulimit që përdoret zakonisht është  $k = 2$ , që përfaqëson një mbulim prej rreth 95%

Pasiguria standarde mund të përdoret brenda laboratorit (për t'u përdorur për shtimin e pasigurisë)

Pasiguria e zgjeruar është më realiste, jepet për përdoruesit e rezultateve



**Mendo!**

Kontributet kryesore :

- Tip B ?
- Tip A ?
- Replikatet ?
- Rifitimi ?
- CRM ?

$$w_{\text{NO}_3^-} = C_{\text{st}} \frac{A_{\text{NO}_3^-} \cdot V_{\text{NO}_3^-}}{A_{\text{st}} \cdot m} \times f_{\text{di}} \times \frac{1}{R}$$

(Shiko prezantimin mbi "Statistiken e Aplikuar")



$$W_{NO_3^-} = (0.51 \pm 0.07) \text{ mg/g (*)}$$

(\*)

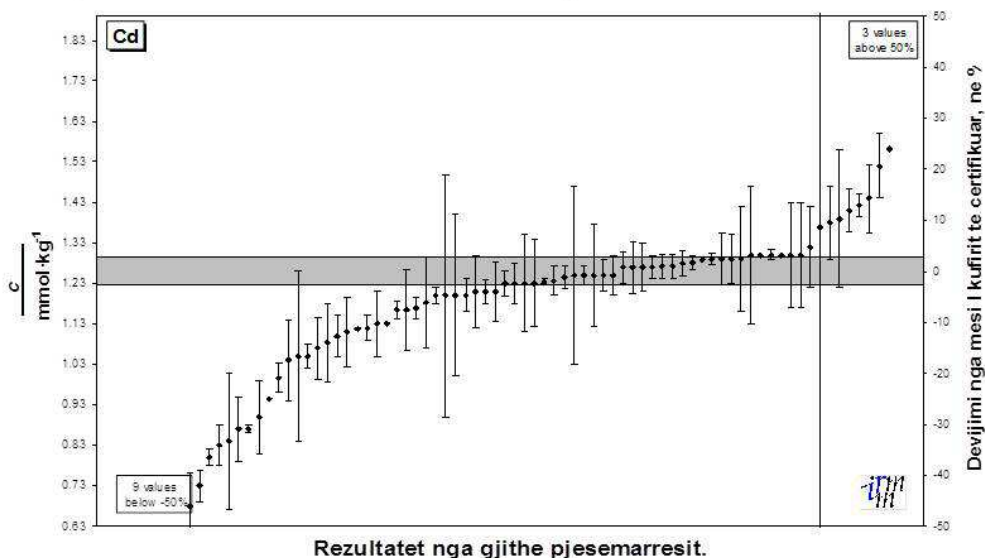
Pasiguria e raportuar është pasiguria e zgjeruar e llogaritur duke përdorur një faktor mbulimi  $k = 2$ , i cili jep një nivel konfidence rreth 95%

GUM § 7.2.3

A është OK vlerësimi im i pasigurisë?

Cd në ujë

Kufiri i certifikuar [ $U=k \cdot u_c (k=2)$ ]: 1.226 - 1.294 mmol·kg<sup>-1</sup>



Vlerësimi i **pasigurisë** sipas **GUM** është një koncept i përdorshëm dhe i pranuar

- I lejon analistit të kombinojë njohuritë e mëparshme dhe observimet në një mënyrë konsistente dhe të mirëpërcaktuar;
- Lejon të tjerët (p.sh.vlerësuesit) të kuptojnë çfarë dhe si është bërë
- Nuk kërkon të masim me pasigurinë më të vogël të arritshme, por me atë më realiste.

- ❖ Institutet Nacionale të Metrologjisë dhe **BIPM**
- ❖ ISO/IEC 17025: 2005 (kërkohet për akreditim)
- ❖ IUPAC, OIML dhe komuniteti i akreditimit, si EA dhe ILAC
- ❖ CEN po i përfshin këto koncepte

# 1) Pyetje ?

# 2) Vleresimi i Modulit

**Copyright notice**  
© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek JRC-IRMM-[TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:TRAINMIC@ec.europa.eu).**



### 3.5 Statistics for analytical chemistry in Albanian



## Statistike dhe terminologji

© European Communities, 2003- 2007



### Statistike, pse dhe kur?

- Statistike per vleresimin e **pasigurise**
  - Pasiguria e rezultateve sipas ISO-GUM
- Statistike per studime te **performances se metodes**
  - Perseritshmeria, riprodhueshmeria brenda laboratorit...
- Statistike per **krahasime nder-laboratorike** (ILC),  
**Provat e zotesise** (Proficiency Testing- PT)

## Statistike per vleresimin e pasigurise

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

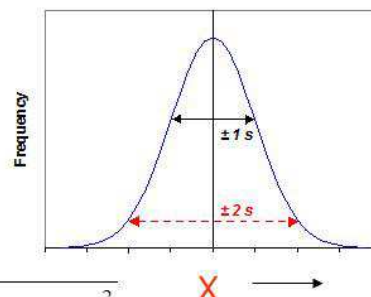
Statistike e aplikuar

3

### Shperndarja e matjeve te perseritura

Per nje set prej n vlerash  $x_i$

Mesatarja 
$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i)$$



Shmangia Standarde

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Varianca

$$V(x_i) = s^2(x_i)$$

Shmangia Standarde e mesatareve

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

Shmangia Standarde Relative  $RSD = \frac{s(x_i)}{\bar{x}}$  or  $RSD (\%) = CV \% = \frac{s(x_i)}{\bar{x}} \cdot 100$

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

4

Vrojtimet individuale jane te shperndara rreth llogaritjes me te mire te vleres mesatare me nje shperhapje, qe varet nga precizioni.

Vlera e mesatares ( $\mu$ ) ndodhet brenda Intervalit te besueshmerise (**C**onfidence **I**nterval -*CI*), me nje probabilitet ( $1-\alpha$ ),

Duke patur “ $n-1$ ” grade lirie:

(ku  $n$  = numri I replikateve)

$$\mu = \bar{x} \pm (1 - \alpha) CI (n)$$

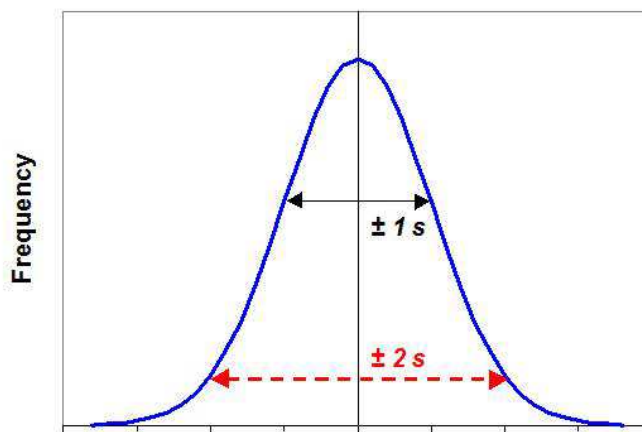
$$95 \% CI = t(0.05, n - 1) * s / \sqrt{n}$$

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

5



$\bar{x} \pm 1s$	68 %
$\bar{x} \pm 2s$	95,4 %
$\bar{x} \pm 3s$	99,7 %

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

6

Vlera eshte midis kufijve

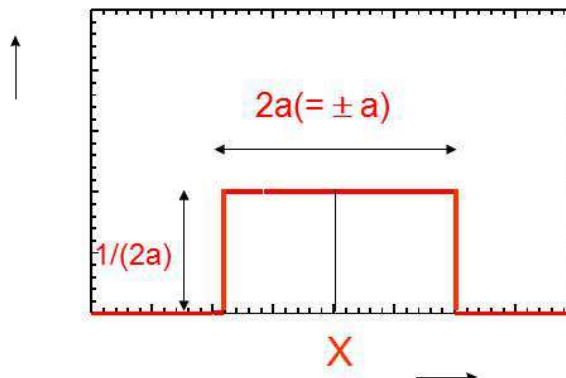
$$a_- \dots a_+$$

Pritshmeria

$$y = x \pm a$$

Shmangia standarde e vleresuar:

$$s = u(x) = a / \sqrt{3}$$



Mund te supozohet se probabiliteti qe vlera te ndodhet kudo brenda intervalit eshte I njejte.

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

7

© European Communities, 2003- 2007

Shembull I shperndarjes drejtkendore

“Eshte e mundur qe vlera eshte diku ne kete interval”

Shperndarja drejtkendore zakonisht pershkruhet nepermjet vleres mesatare dhe intervalit ( $\pm a$ )

Certifikatat ose specifikime te tjera japin kufijte ku mund te jete vlera, pa specifikuar nje nivel besueshmerie (apo grade lirie).

Shembull:

Perqendrimi I standardit te kalibrimit eshte dhene  $(1000 \pm 2)$  mg/l. Duke marre si te vertete shperndarjen drejtkendore, pasiguria eshte:

$$u(x) = a / \sqrt{3} = 2 / \sqrt{3} = 1.16 \text{ mg/l}$$

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

8

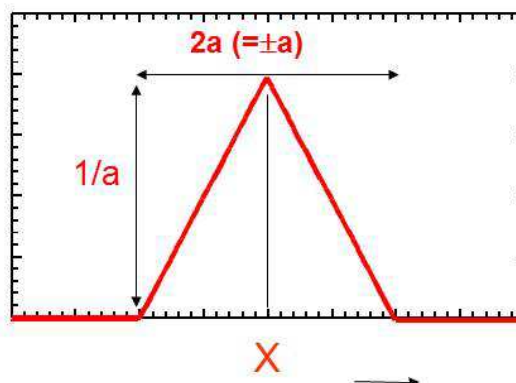
© European Communities, 2003- 2007

Kjo shperndarje perdoret kur sugjerohet se vlerat prane qendres se intervalit jane me te mundshme se ato prane ekstremeve.

$$y = x \pm a$$

Shmangia standarde e vleresuar:

$$s = u(x) = a / \sqrt{6}$$



16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

9

Shembull I shperndarjes trikendore

Vlerat prane x jane me te mundshme se ato prane kufijve.

Informacioni qe merret lidhur me vleren eshte me pak i kufizuar se sa per shperndarjen drejtkendore.

**Shembull** (enet volumetrike)

Prodhuesi cakton per nje ballon volumin  
(100 ± 0.1) ml ne T = 20° C.

Vlera nominale me e mundshme!

Duke marre si te vertete shperndarjen trikendore, pasiguria standarde eshte:

$$u(x) = a / \sqrt{6} = 0.1 / \sqrt{6} = 0.04 \text{ ml}$$

**Ne se ke dyshime, perdor shperndarjen drejtkendore!**

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

10

Vleresimi I pasigurise **tipi A** :

analiza statistikore e serise se vrojtimeve.

Pasiguria standarde **tipi A** bazohet ne eksperimente dhe percaktohet ne menyre sasiore si shmangia standarde e vlerave te matura

Vleresimi I pasigurise **tipi B** :

me menyra te tjera pervec analizes statistikore (eksperimente te meparshme, te dhena te literatures, informacion nga prodhuesi, vleresime te eksperteve)

[GUM, 1995]

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

11

© European Communities, 2003- 2007

Sipas GUM...

Kur nuk ka korelacion mes sasive ne hyrje, **pasiguria standarde e kombinuar** vleresohet si rrenja katrore e variances se kombinuar sipas **ligjit te shtimit te pasigurise**

$$u_c^2(y) = \sum \left( \frac{\delta f}{\delta x_i} \right)^2 \cdot (u(x_i))^2$$

**Pasiguria e zgjeruar, U**, perftohet duke shumezuar pasigurine standarde te kombinuar me nje faktor mbulimi **k**:

$$U(y) = k * u_c(y)$$

shpesh  $k = 2$

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

12

© European Communities, 2003- 2007

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_n)$$

$$u_c^2(Y) = \sum \left( \frac{\partial f}{\partial X_i} \right)^2 \cdot (u(X_i))^2$$

$$u_c(Y) = \sqrt{\left[ \frac{\partial Y}{\partial X_1} u(x_1) \right]^2 + \left[ \frac{\partial Y}{\partial X_2} u(x_2) \right]^2 + \dots + \left[ \frac{\partial Y}{\partial X_n} u(x_n) \right]^2}$$

$$Y = (X_1 + X_2)$$

$$Y = (X_1 - X_2) \quad \Rightarrow \quad u(Y) = \sqrt{u(X_1)^2 + u(X_2)^2}$$

$$Y = (X_1 \cdot X_2)$$

$$Y = (X_1 / X_2) \quad \Rightarrow \quad \frac{u(Y)}{Y} = \sqrt{\left( \frac{u(X_1)}{X_1} \right)^2 + \left( \frac{u(X_2)}{X_2} \right)^2}$$

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

13

© European Communities, 2003-2007

A te raportohen rezultatet pa pasiguri ?

**Rezultati jepet bashke me pasigurine**

$$C_{Cd} = (21.0 \pm 4.2) \text{ mg/kg}$$

Por cfare eshte  
**4.2** ?

- Shmangie standarde ?
- Interval drejtkendor?
- Interval trikendor?
- Interval I besueshmerise pa # te specifikuar te gradeve te lirise?
- Interval I besueshmerise me # te specifikuar te gradeve te lirise'
- Pasiguri e kombinuar?  $u_c$
- Pasiguri e zgjeruar?  $U$ ; a eshte "k" e specifikuar?

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

14

© European Communities, 2003-2007

0. Matje eksperimentale → Pasiguri (Tipi A) !

1. Matje e vetme me shume replikate instrumentale:

$$\text{Rezultati} = \bar{x} \pm s$$

**S**

- E siguruar nga instrumenti
- E llogaritur nga replikatet (instrumentale)

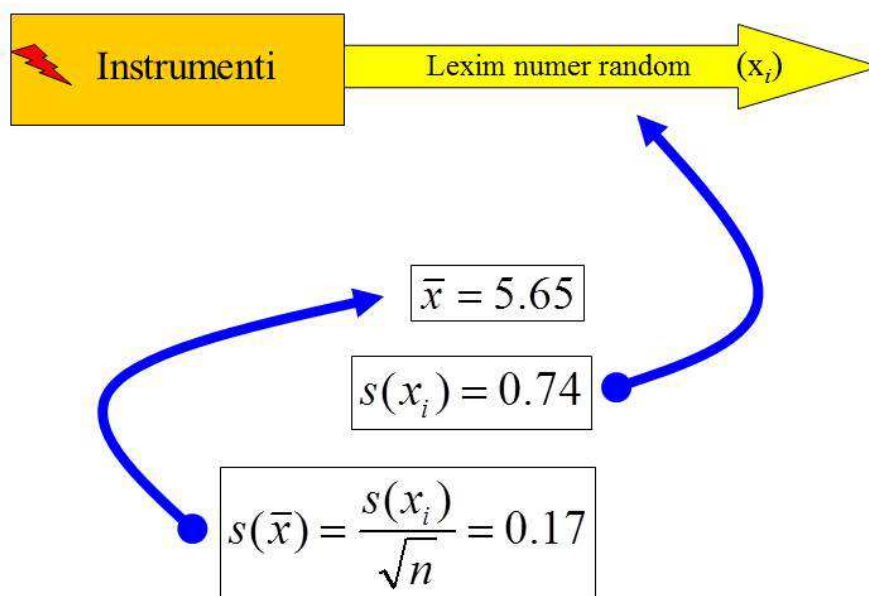
16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

15

Shmangia standarde e n matjeve te pavarura



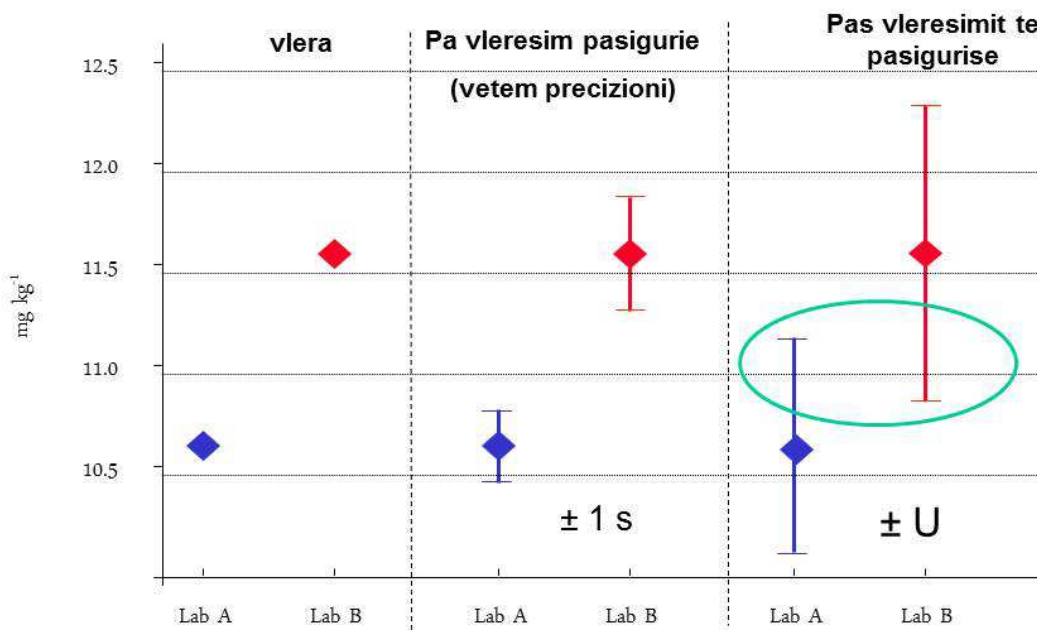
16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

16





16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

17

Perafrimi Statistik (Tradicional)

Matje e permbajtjes se Cd ne bime  
3 mostra te disgreguara

Disgregimi I: 20.5 mg/kg  
 Disgregimi II: 21.0 mg/kg → mesatarja [Cd] = 21.0 mg/kg  
 Disgregimi III: 21.5 mg/kg

(mesatare ± stdev)  $C_{Cd} = (21.0 \pm 0.5) \text{ mg/kg}$   
 (mesatare ± stdev/(n)<sup>1/2</sup>)  $C_{Cd} = (21.0 \pm 0.3) \text{ mg/kg}$   
 (mesatare ± 95% CI)  $C_{Cd} = (21.0 \pm 1.2) \text{ mg/kg, me n = 3}$

$t(0.05, 2) = 4.3$

16-17 Nentor 2009

© European Communities, 2003- 2007

Statistike e aplikuar

18

Matje e permbajtjes se Cd ne bime  
3 mostra te disgreguara

Disgregimi I : 20.5 mg/kg	⇒	mesatarja [Cd] = 21.0 mg/kg
Disgregimi II : 21.0 mg/kg		Pasig. e kombin. $u_c = 2.1$ mg/kg
Disgregimi III : 21.5 mg/kg		

Llogaritje e buxhetit te pasigurise → Pasiguria e kombinuar  
(perfshire kontributin nga te gjitha parametrat e njohur)

**mesatare ± pasigurine e zgjeruar**  
 **$C_{Cd} = (21.0 \pm 4.2)$  mg/kg, with  $k = 2$**

## Statistike per studime te performances se metodes

## E shmangur (Biased) & precize?

Vleresimi me i mire i "vleres se vertete"

	E sakte?	Bias?	Precize?
	no	yes	no
	no	yes	yes
	no	no	no
	yes	no	yes

(shperndarje)

**Precizioni:** Afersia e pajtimit midis rezultateve te pavarura te provave te perftuara ne kushte te caktuara [ISO 5725-1]

Precizioni ↗ ⇒ shperndarja ↘ ⇒ pasiguria ↘

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

21

© European Communities, 2003- 2007

## Saktesia

Afersia e pajtimit midis nje rezultati [*cfaredo*] te provave te nje matjeje dhe vleres se pranuar te references (ISO 3534-1)

- *Saktesia nuk mund te shprehet si nje vlere numerike [\*]*
- *Ky term nuk duket perdorur ne vend te vertetesise (shmangia e mesatares aritmetike te nje serie rezultatesh nga vlera e pranuar e references) [\*] – quhet gjithashtu bias.*  
[\*] Shenime nga VIM, 1993

Per te gene te sakte, duhet te kemi

- Bias te vogel **dhe**
- Precizion te larte (shperhapje te vogel)

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

22

© European Communities, 2003- 2007

Precizioni I regjistruar ne kushte te perseritshmerise:

- **I njejt**i laborator, analist, pajisje, kohe (interval I shkurter) (ISO 3534-1)

Zakonisht perdoret per te studjuar variacionin brenda nje partie (batch) ose mes matjeve te perseritura.

Precizioni brenda run-it → perseritshmeri

Precizioni I regjistruar ne kushte te ndermjetme precizioni:

- **I njejt**i laborator, e njejta procedure e matjes dhe matje te replikateve ne kohe mund te quhet

**Riprodhueshmeri brenda laboratorit,  $R_w$**

Precizioni I regjistruar ne kushte riprodhueshmerie:

- laborete **te ndryshem**, analiste, pajisje, kohe e ndryshme,
  - **E njejta** metode

mund te quhet **riprodhueshmeri mes laboreteve, R**

Zakonisht perdoret per te studjuar variacionin ne matjet e bera mes laboreteve. (Riprodhueshmeria sipas ISO 3534 -1)

## Buxheti I pasigurise Udhezues hap pas hapi

16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

25

© European Communities, 2003- 2007

❶ Modeli:  $Y = X_1 * X_2 / (X_3 * X_4)$  pjesa 1

❷

RSD	stdev	value	description
??	0,02	2,46	X1
3,0%	??	4,32	X2
??	0,11	6,38	X3
2,3%	??	2,99	X4

❸

RSD	stdev	value	description
0,8%	0,02	2,46	X1
3,0%	0,13	4,32	X2
1,7%	0,11	6,38	X3
2,3%	0,07	2,99	X4

❹

RSD	stdev	value	description
0,8%	0,02	2,46	X1
3,0%	0,13	4,32	X2
1,7%	0,11	6,38	X3
2,3%	0,07	2,99	X4
??	??	0,557	Result



16-17 Nentor 2009

Statistike e aplikuar

26

© European Communities, 2003- 2007

① Model:  $Y = X_1 * X_2 / (X_3 * X_4)$  pjesa 2

⑤

RSD	stdev	value	description	X1	X2	X3	X4
0,8%	0,02	2,46	X1		2,46	2,46	2,46
3,0%	0,13	4,32	X2	4,32		4,32	4,32
1,7%	0,11	6,38	X3	6,38	6,38		6,38
2,3%	0,07	2,99	X4	2,99	2,99	2,99	
??	??	0,557	Result				

⑥

RSD	stdev	value	description	X1	X2	X3	X4
0,8%	0,02	2,46	X1	2,48	2,46	2,46	2,46
3,0%	0,13	4,32	X2	4,32	4,45	4,32	4,32
1,7%	0,11	6,38	X3	6,38	6,38	6,49	6,38
2,3%	0,07	2,99	X4	2,99	2,99	2,99	3,06
4,2%	0,024	0,557	Result	0,562	0,574	0,548	0,544

$x + \Delta x$

⑦

diff	X1	X2	X3	X4
	0,005	0,017	-0,009	-0,013

sumsq(diff<sub>i</sub>)

$$u_c = \sqrt{\sum_i (y_i - y)^2}$$

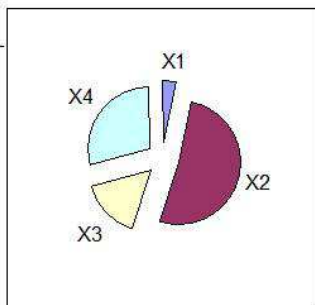
① Modeli:  $Y = X_1 * X_2 / (X_3 * X_4)$  pjesa 3

RSD	stdev	value	description	X1	X2	X3	X4
0,8%	0,02	2,46	X1	2,48	2,46	2,46	2,46
3,0%	0,13	4,32	X2	4,32	4,45	4,32	4,32
1,7%	0,11	6,38	X3	6,38	6,38	6,49	6,38
2,3%	0,07	2,99	X4	2,99	2,99	2,99	3,06
4,2%	0,024	0,557	Result	0,562	0,574	0,548	0,544
			diff	0,005	0,017	-0,009	-0,013

⑧

index	X1	X2	X3	X4	sum
	3,7%	50,8%	16,1%	29,4%	100,0%

$$index = \frac{(y_i - y)^2}{\sum_i (y_i - y)^2}$$



Kontribuesi kryesor :

- Tipi B? ☹
- Tipi A? ☺
- Replikatet?
- Shume pune?
- Diagramat e kontrollit?

1) Pyetje ?

2) Vleresimi i modulit

Mesazh I mbetur pa thene..

**Mos e perdor statistiken ne menyre te verber!**

Copyright notice  
© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek [JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu).**



### **3.6 Selection and use of reference materials in Albanian**

# Përzgjedhja dhe përdorimi I materialeve të referencës

© European Communities, 2003-2007

## Përshkrim I përgjithshëm

- Përkufizime
- Tipet e materialeve të referencës MR
- Prodhimi I MR
- Përdorimi I MR
- Furnizuesit e MCR (materiale të certifikuara reference)
- Shembuj të përdorimit

Ajo që prezantohet këtu është  
**praktika më e mirë** për përdorimin e  
materialeve të referencës  
*... në shumë raste kjo nuk aplikohet!*

Standardet e cilësisë për përgatitjen  
nuk aplikohen sistematikisht nga të  
gjithë furnizuesit.

Pse të shqetësohesh për MR ?

**Kërkesat e ISO 17025 (SC)**

- ✓ Mjedis I përshtatshëm laboratorik
  - ✓ Staf I formuar, trainuar dhe me aftësitë e duhura
  - ✓ Pajisjet e duhura
  - ✓ Përdorimi I metodave të validuara dhe të dokumentuara
  - ✓ Gjurmueshmëria e matjeve
  - ✓ Kontrolli I cilësisë
  - ✓ Procedura trainimi dhe dokumentacioni përkatës
- Kërkesat për reagentët, kalibruesit dhe standardet e matjeve (**kalibruesit**)
  - Përdorimi I duhur I MR (të certifikuara)
  - Procedurat për kontrollimin dhe raportimin e rezultateve.
  - Ruajte dhe trajtim I duhur I mostrave
  - Pjesëmarrje në testet e zotësisë

✓ Standardet

- Standarde matjeje
- Standarde Ndërkombëtare dhe Kombëtare
- Standarde primare dhe sekondare
- Standarde reference
- Standarde pune

✓ Materiale reference (RMC, RMS, ...)

- MR primare dhe sekondare
- MR laboratorik
- MR I brendshëm, "in-house" + tretësirë kalibruese
- MR me matricë + mostër kontrolli

*Sipas VIM,*

Materiali apo substanca, një apo më shumë nga këto karakteristika të së cilës janë mjaftueshëm **homogjene** dhe të provuara për t'u përdorur për kalibrimin e një aparati, për vlerësimin e një metode matjeje, ose për të përcaktuar vlera për materialet

*Sipas ISO/REMCO 2005,*

Një material, mjaftueshëm **homogjen** dhe **qëndrueshëm**, përsa I përket një ose disa karakteristikave specifike, të cilat janë vërtetuar të jenë të përshtatshme për qëllimin e synuar në një proces matje

*Sipas VIM,*

material reference, I shoqëruar nga një **certifikatë**, një apo më shumë vlera të këtyre karakteristikave të të cilit janë certifikuar nëpërmjet një procedure që vendos gjurmueshmërinë ndaj një kuptimi të saktë të njësisë në të cilën janë shprehur vlerat e karakteristikës dhe për të cilën cdo vlerë e certifikuar shoqërohet me pasigurinë në një nivel besueshmërie të pranuar

*Sipas ISO/REMCO 2005,*

material reference, i karakterizuar nga një procedure metrologjike e vlefshme për një ose më shumë karakteristika specifike, i shoqëruar nga **një certifikatë** që siguron vlerën e një karakteristike specifike, pasigurinë që e shoqëron dhe një formulim të gjurmueshmërisë metrologjike.

Tipat e MRC-ve sipas përdorimit të tyre

- Substanca të pastra për kalibrim (psh tretësirë e Pb për përgatitjen e tretësirave të kalibrimit për AAS)
- Substanca të pastra për t'iu përshtatur matricës (psh Cu me pastërti të lartë për përgatitjen e një serie kalibrimi Zn/Cu për ICP-ES)
- MRC me matricë (psh kolesterol në serum)

Materiali I referencës me matricë (I kombinuar) :

Një substance “natyrale” më përfaqësuese e mostrave laboratorike që është karakterizuar kimikisht për një apo më shumë elementë, përbërës, etj., me një pasiguri të njohur

## Treguesi (Measurand)

- **Treguesi:** cfarë përpiqeni të masni
- I pavarur nga procedura e matjes  
(psh përmbajtja e ‘Pb total’ në një tokë)
- I varur nga procedura,  
psh një tregues I përcaktuar nga mënyra e punës  
(psh. Përmbajtja e Pb në një tokë pas ekstraktimit me ujë mbretëror në 80 °C për 24 orë)

- Dije dhe infrastrukturë për të përpunuar një material në një formë të përshtatshme, veçanërisht për MRC-të me matricë
- Aftësi e demonstruar matje, për të prodhuar vlera reference

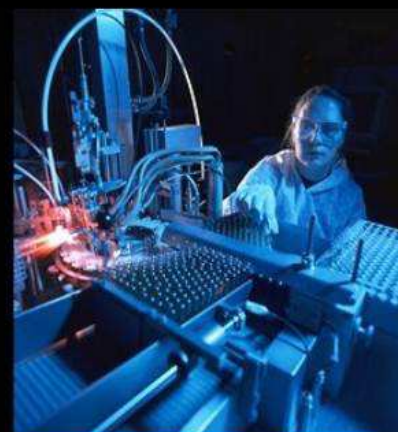
## Shembull

*përgatiten 5000 shishe të një mostre peshku  
Për matjen e përmbajtjes së Hg, me homogjenitet  
dhe qëndrueshmëri të demonstruar*

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

13



IRMM-RM  
2003 ©



- Procesi I integruar I përgatitjes korrekte, demonstrimi i homogenitetit dhe qëndrueshmërisë, dhe karakterizimi I saktë dhe I gjurmueshëm,
- nëpërmjet të cilit të gjithë përbërësit e pasigurisë të “mostrës në tavolinën e përdoruesit” duhet të merren në konsideratë sic duhet, sipas Udhëzuesit të ISO për Pasigurinë e matjeve (GUM)

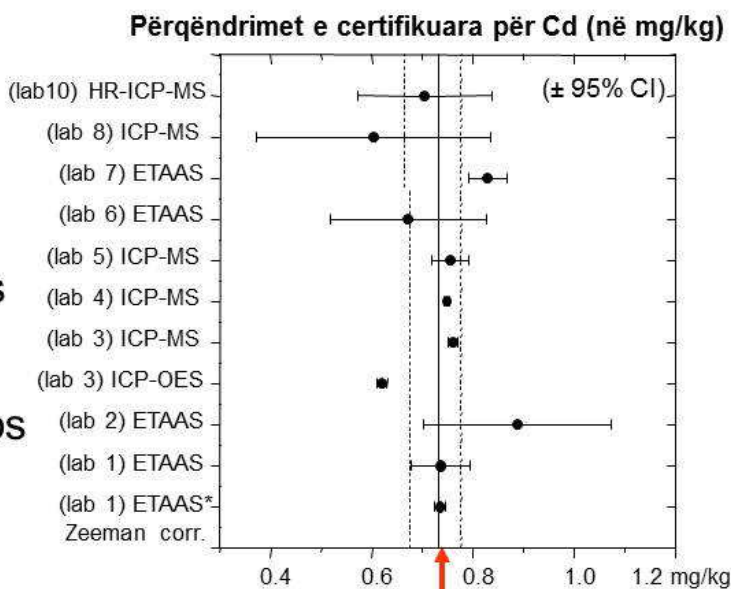
04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

15

Karakterizimi  
Caktimi I vlerës sipas ISO Guide 34

- ✓ me formulim
- ✓ 1 metodë / 1 lab
- ✓ 1 metodë / M labs
- ✓ N metoda / 1 lab
- ✓ N metoda / M labs



**Kontributi I karakterizimit te pasigurisë së MRC**

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

16

Pasiguria e zgjeruar  $U_{MRC}$  e përqëndrimeve mesatare të 1 njësie pas ruajtjes për (ca) kohë dhe pas transportit

$$U_{CRM} = k \cdot \sqrt{u_{bb}^2 + u_{sts}^2 + u_{lts}^2 + u_{char}^2}$$

Homogjeniteti midis shisheve
Qendrueshmëria afat-gjatë

Faktori I mbulimit
Qendrueshmëria Afat-shkurtër
Karakterizimi (Certifikimi)

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

17

Një MR<sup>®</sup> me cilësi të lartë duhet të:

- Paraqesë gjurmueshmërinë e vlerës së certifikuar (psh gjurmueshmërinë ndaj S.I., ose ndaj vlerave të përfuara me metodat XYZ)
- Paraqesë një pasiguri ISO-GUM të vlerës së certifikuar
- Demonstrojë gjurmueshmërinë & pasigurinë e vlerës së certifikuar (psh. në një raport certifikimi; të dhëna eksperimentale të aftësisë së demonstruar nga pjesëmarrja në krahasime ndërkombëtare, si ato të BIPM)
- Prodohen sipas udhëzuesve ISO 34 dhe 35 (me preferencë)

**OK, mund të besojmë tek MR(C)**

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

18



**CERTIFICATE OF ANALYSIS**

ERM®-BD273

TOASTED BREAD		
Mass Fraction		
	Certified value <sup>1)</sup> [mg/g]	Uncertainty <sup>2)</sup> [mg/g]
Acrylamide	425	29

<sup>1)</sup> Unweighted mean value of 11 accepted sets of data obtained in a different laboratory and/or with a different method of determination. The certified value is traceable to SI.  
<sup>2)</sup> Expanded uncertainty with a coverage factor of  $k = 2$ , according to the Guide for the Expression of Uncertainty in Measurements, corresponding to a level of confidence of about 95%.

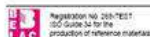
This certificate is valid for one year after purchase.  
Sales date:  
The minimum amount of sample to be used is 1 g.

**NOTE**  
European Reference Material ERM®-BD273 was produced and certified under the responsibility of the IRMM according to the principles laid down in the technical guidelines of the European Reference Materials® co-operation agreement between BAM, IRMM, LGC. Information on these guidelines is available on the internet (<http://www.erm-crm.org>).

Accepted as an ERM®, Geel, December 2009

Signed:

Prof. Dr. Hendrik Emens  
Unit for Reference Materials  
EC-JRC-IRMM  
Raffinesweg 111  
2440 Geel, Belgium



All following pages are an integral part of the certificate. Page 1 of 2

**DESCRIPTION OF THE SAMPLE**

The matrix material ERM-BD273, consists of 30 g of toasted bread powder of particle size smaller than 500 µm, stored in amber glass bottles under inert atmosphere and kept at a temperature of -20 °C until delivery.

**ANALYTICAL METHODS USED FOR CERTIFICATION**

The participant laboratories applied validated methodologies of their own choice which in all cases included a mass spectrometric detection, coupled to different separation techniques, either gas chromatography or high performance liquid chromatography. Chromatographic columns employed differed in their dimensions and stationary phases. Diverse sample extraction strategies and clean up procedures were used and in some cases derivatization by bromination was applied. Quantification was performed by mass spectrometry in the presence of an isotopically labelled standard, either deuterated acrylamide or <sup>13</sup>C<sub>3</sub> acrylamide, employing instrumental conditions and focusing an identification and quantification ions which varied from one method to the other.

**PARTICIPANTS**

- Eurofins, Wiert-Egger-Strassen, Hamburg (DE)
- Lebensmitteluntersuchungsamt, Wien (AT)
- VWA Keuringsdienst van Waren, Eindhoven (NL)
- Lebensmittelchemisches Institut, Köln (DE)
- Kartonnages Labor, Zürich (CH)
- Dublin Public Analyst Laboratory, Dublin (IE)
- National Food Administration, Uppsala (SE)
- German Research Centre of Food Chemistry, Garching (DE)
- Nestlé Research Center, Lausanne (CH)
- General Chemical State Laboratory, Food and Environment Division, Athens (EL)
- Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt, Stuttgart (DE)
- Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt, Sigmaringen (DE)
- European Commission, Joint Research Centre, Institute for Reference Materials and Measurements, Geel (BE)
- Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin (DE)

The German Research Centre of Food Chemistry contributed to the material characterisation with three different methods, each of them having a different laboratory code assigned.

**SAFETY INFORMATION**

The usual laboratory safety precautions apply.

**INSTRUCTIONS FOR USE**

ERM-BD273 is intended for method validation and quality control purposes. The certified value has been assigned to the material "as is", no dry mass correction has been applied. Nevertheless the water content of 2.7 ± 0.2 g/100 g has been estimated by Karl Fischer Titration (on 6 units randomly chosen).

**STORAGE**

Upon receipt, the unopened bottles of the material should be kept at a temperature equal to or lower than -20 °C for long-term storage. However, the European Commission cannot be held responsible for changes that happen during storage of the material at the customer's premises, especially of opened samples.

**LEGAL NOTICE**

Neither IRMM, its contractors nor any person acting on their behalf:  
(i) make any warranty or representation, express or implied, that the use of any information, material, apparatus, method or process disclosed in this document does not infringe any privately owned intellectual property rights; or  
(ii) assume any liability with respect to, or for damages resulting from, the use of any information, material, apparatus, method or process disclosed in this document save for loss or damage arising solely and directly from the negligence of IRMM.

**NOTE**

A detailed technical report is available on [www.erm-crm.org](http://www.erm-crm.org). A paper copy can be obtained from IRMM on request.

European Commission - Joint Research Centre  
Institute for Reference Materials and Measurements (IRMM)  
Raffinesweg 111, B-2440 Geel (Belgium)  
Telephone +32-(0)14-617.732 - Telexfr. +32-(0)14-686.43

Page 2 of 2

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

19

- Ndiq "Instruksionet për përdorimin" dhënë nga furnizuesi
- Përdor sasinë minimale të mostrës që rekomandohet
- Respekto temperaturën e ruajtjes (-20, +4, +18 °C)
- Ruaje nga marrja e lagështisë (aktivitet biologjik)
- Shmang ndotjen
- Në se përshkruhet metoda, apliko protokollin e dhënë
- Mos përdor një MRC si të tillë pas datës së skadencës

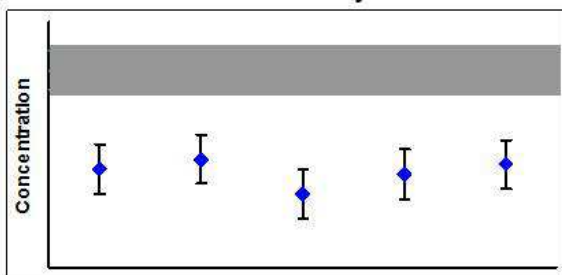
CRM-2

20

Unë përdor një MRC, prandaj rezultatet e mia të matjeve janë automatikisht korrekt

Unë përdor një MRC për:

- ✓ kalibrim brenda një procedure matjeje (cf. tretësirat standarde)
- ✓ validimin e procedurave analitike (a përftoj vlerën e dhënë në certifikatë duke aplikuar procedurën time eksperimentale?)
- ✓ Parametrat hyrës në ekuacionin model (psh. rifitimi)



*Pse ka një bias?  
Cili është problemi me metodikën që përdor?*

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

21

- A ka përzgjedhje (matricë të ngjashme) ?
- Cilat janë kërkesat **tuaja** për pasigurinë ?
- Cfarë është pasiguria  $U_{MRC}$  ?
- Kontributi i  $U_{MRC}$  tek rezultati i matjeve tuaja (në se disgregimi sjell 90% të pasigurisë ... ) ?
- Gjurmueshmëria e vlerave të MRC?
- Furnizuesit e MRC me aftësi të demonstruar ?
- Kostoja ?

04 May 2007  
© European Communities, 2003-2007

CRM-2

22

- A është procedura juaj e validuar ?
- Si është sistemi juaj i cilësisë ?  
(procedura, Lab, instrumentat, stafi, procesi organizativ)
- A merrni pjesë në krahasime ndër-laboratorike?

*Zgjedhja e MRC-së së përshtatshme nga përdoruesi përta i përket matricës së mostrës, kufijve të përqëndrimit dhe pasigurisë së vetive të certifikuara është **esencial***

Informacioni dhe katalogjet gjenden në web:

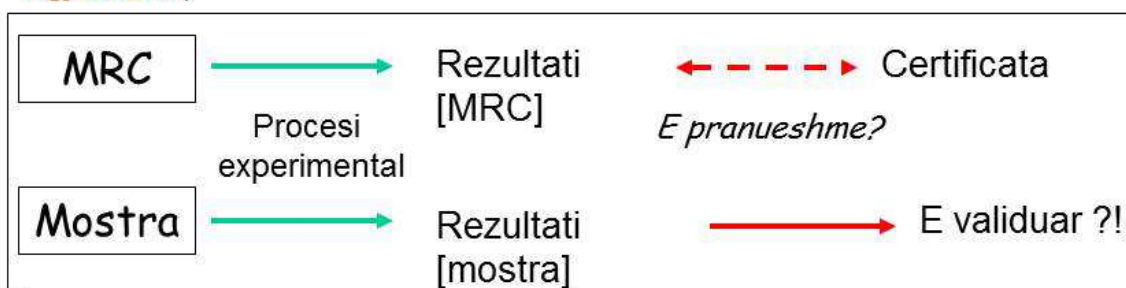
IRMM	<a href="http://www.irmm.jrc.be">www.irmm.jrc.be</a>
BAM	<a href="http://www.bam.de">www.bam.de</a> (& COMAR dbase)
NIST	<a href="http://www.nist.gov">www.nist.gov</a>
LGC	<a href="http://www.lgc.co.uk">www.lgc.co.uk</a>
ERM	<a href="http://www.erm-crm.org">www.erm-crm.org</a>
VIRM	<a href="http://www.virm.net">www.virm.net</a>
others	...

- 1) Tretësirë standarde, → Kalibrim  
 Substanca të pastra → “përshtatje e matricës” (cf. analizat e ujit)  
 → Fortifikimi / shtesat standarde (cf. Shembull 1: MPA në limonadë)

2) MRC me “matricë”

2.1 “e përshtatshme”

(mostër sedimenti; MRC sedimenti; kufij përqëndrimi të ngjashëm)



04 May 2007

© European Communities, 2003-2007

CRM-2

25

2) Kur ke MRC-të me “matricë”

2.2 “të ngjashme”

(mostër sedimenti; MRC tike; kufij të ndryshëm përqëndrimi)

I njejtë arësyetim si tek 2.1

**POR**, a sillen të dy matricat njësoj gjatë të gjithë procesit të eksperimentit?

→ mat MRC tjetër për konfirmim

3) Nuk ke (C)RM

- Përdor trajtime të ndryshme të mostrës
- Përdor metoda të ndryshme
- Përdor rezultatet e ILC

→ krahaso rezultatet

04 May 2007

© European Communities, 2003-2007

.../CRM-2

26

Matricë e ngjashme DHE përqëndrim I ngjashëm I analitit

- Mostër serumi ndaj MRC serum
- celik ndaj MRC celik
- Ujë natyral ndaj MRC ujë

matricë e ngjashme / përqëndrim I ndryshëm I analitit

Matricë e ndryshme / përqëndrim I ngjashëm I analitit

- verë (vendi 1) ndaj MRC verë (vendi 2)
- sediment lumi ndaj MRC tokë gëlqerore  
→ **kontrollo për interferenca**

Frikë nga ushqimet:

MPA\* në mbetjet farmaceutike të saharozës irlandeze, transport I padeklaruar/ilegal në Belgjikë

→ përfundoi në ushqimin për konsum njerëzor!

Problem I matjeve / parametri:

Përmbajtja totale e MPA në limonadë  
[mg/kg]

MRC që gjendet:

MPA e pastër

\*MPA = Medroksiprogesteron-acetat

Metoda:

- Procedurë për MPA në serumin human me GC-MS  
*literatura = [Choi et al. (2001)]*
- **Modifikohet** procedura për matjen e MPA në mostrën e limonadës
- Përdoret metoda e shtesave standarde
- **Fortifikohet** mostra me MPA të pastër
- Përcaktohet përmbajtja e MPA në limonadë.
  - ① Kërkohet validimi
  - ② homogjeniteti në limonadë
  - ③ Homogjeniteti I fortifikimit në limonadë
  - ④ Sjellja e fortifikuesit dhe treguesit në matricë
  - ⑤ Gjurmueshmëria e substancës së pastër

Problemi I matjes:

Përcaktohet përmbajtja e Cu dhe Fe në letër,  
në nivele mg/g, me pasiguri 10%.

- Nuk ka procedurë standarde ndërkombëtare të shkruar
- Nuk kemi CRTM letër (të ngjashme)

Procedura e sugjeruar :

- Merret 0.8 g letër, disgregim me mikrovalë...; tretje me HNO<sub>3</sub> (1 M)*
- Inspektim vizual I mostrës së disreguar: disgregim I plotë / pa mbetje
  - Matje duke përdorur ICP-OES ose ICP-MS; - Kufijtë 0.1-100 µg/L
  - Interferenca të mundshme spektrale
  - Kontrollohet përbërja e tretjes acide për të zgjedhur MRC

❖ “mostër letre e disreguar” **përshatet** me MRC ujë



Identifikohen të gjithë burimet (e mundshme)  
të pasigurisë :

- tretja
- peshimi
- ndotja
- disgregimi - rifitimi
- Homogjeniteti I fortifikimit
- fortifikimi /forma kimike e treguesit
- ...

**Përdor CRM kur mundesh,  
POR përdori sic duhet**

1) Pyetje ?

2) Vlerësimi i prezantimit

**Copyright notice**

© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek JRC-IRMM-[TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:TRAINMIC@ec.europa.eu).**

### 3.7 Interlaboratory comparisons **in Albanian**

## Krahasimet ndër-laboratorike (KNL)

© European Communities, 2003-2007

### Overvieë

- Përkufizime
- Tipat e KNL
- Pse është e rëndësishme pjesëmarrja.
- Si organizohen KNL
- Paraqitja e rezultateve & vlerësimi I tyre.
- Organizuesit e KNL.
- Veprime Korigjuese pas pjesëmarrjes.

## Krahasimet Ndër – Laboratorike- KNL

*‘Organizimi, performanca dhe vlerësimi I testeve (kriterëve), të njëjta apo të ngjashme nga dy ose më shumë laboratorë, në përputje me kushtet e parapërcaktuara.*

Testi I Performancës së Laboratorit) - PA

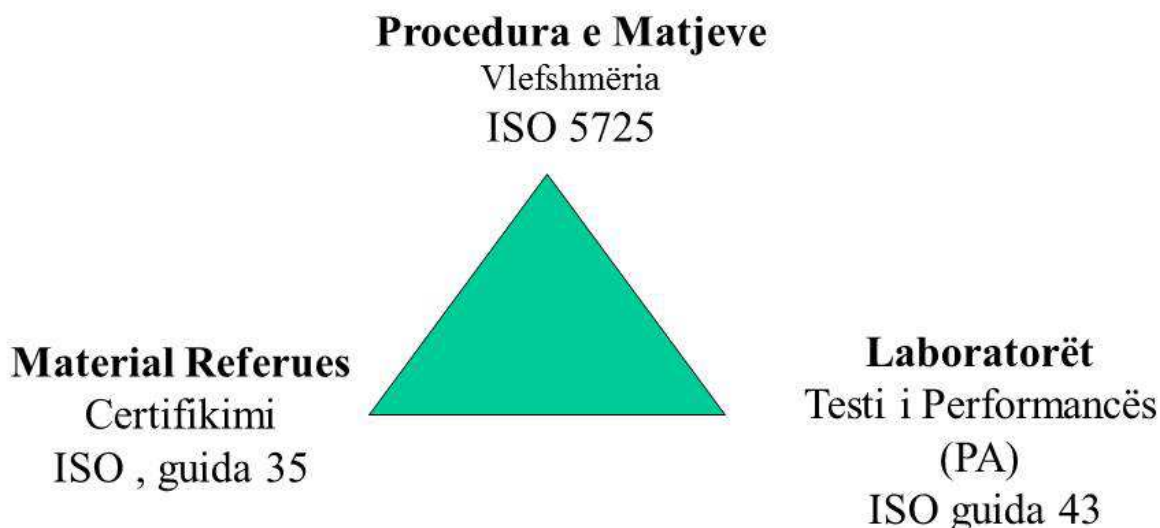
*‘Testi I performancës së laboratorit nëpërmjet krahasimeve ndërlaboratorike*

[ISO/IEC Guide 43:1997]

## Objektiva të mundshëm të KNL

- KNL - për të **demonstruar kompetencë dhe** për të vendosur shkallë **ekuivalence** midis rezultateve të laboratorëve pjesëmarrës.
- KNL – për certifikimin e materiali referues
- KNL - **standartizimin/përmirësimin e një metode** (përcaktimi I përsëritshmërisë, riprodhueshmërisë, ...)
- KNL – si një **ushtrim trajnues** për të përmirësuar aftësinë.

Krahasimet ndërlaboratorike



29.08.2008  
© Komuniteti European, 2003-2007

Krahasimet ndërlaboratorike-2

5

KNL for Validation of  
measurement procedure

- Objektivi: përcaktimi i përsëritshmërisë së metodës “ $s_r$ ” dhe riprodhueshmërisë (midis lab) “ $s_R$ ”
- Vlerësimi duke përdorur metodën ANOVA (Analiza e Variancës)
- Kontrolli për vlera Outlier (përpara mesatarizimit/konkludimit)
  - Testi Cochran për vlerat “outlier” të variancës,
  - Testi Grubbs për vlerat “outlier” të mesatares

[ISO 5725-2]

*'trust is nice, proof is better'*

Të besosh është mirë, të provosh është më mirë

- Ti demonstrosh kompetencë
  - 'vetes' (brenda laboratorit)
  - klientit
  - Palëve të treta (psh. akredituesve)
- Për të përmirësuar aftësitë matëse (*aspekti edukues*)
- Sipas ISO/IEC 17025 § 5.9:
- *Laboratori duhet të ketë procedura të kontrollit të cilësisë për monitorimin e vlefshmërisë së testeve. Ky monitorim duhet të planifikohet dhe mund të përfshijë b) Pjesëmarrjen në krahasimet ndërlaboratorike ose programet e testeve të performancës.*

*just a snapshot*

## KNL për vlerësimin e performancës së laboratorit (Provë e aftësisë, PA)

- Objektivi: Përcaktimi i performancës së laboratoreve.
- Parametrat e vlerësuar:
  - Paraqitja e rezultatit
  - Treguesit e performancës
- **Vlerësimi i performancës single**
- **Vlerësimi i performancës së kombinuar me ëith composite scores**

*[ISO Guide 43 & ISO/DIS 13528]*

- Objektiv: përcaktimi I vlerës së certifikuar dhe pasiguria e saj për Materialet Referuese
- Vlerësimi I pasigurisë ,  $u_{char}$  [ISO-GUM]
- Takim për diskutim teknik

[ISO Guide 35]

See Module “CRM”

## Organizimi i KNL (1)

### I – Plan

- Vendosen objektivat/ qëllimi
- Zgjedhja e organizuesit
- Zgjedhja e mostrës/ matricës & measurand/analitit
- Zgjedhja e ofruesit të materialit
- Përgatitja materialit të provës
- Testimi i homogjenitetit dhe qëndrueshmërisë
- Përcaktimi I vlerës së vërtetë / të certifikuar dhe pasiguria e saj.
- Zgjedhja e pjesëmarrësve



**II - Ekzekutimi**

- Shpërndarja e mostrave për testim te pjesëmarrësit.
- Analizat nga pjesëmarrësit (*përcaktimi / sasisë së measurandit*)
- Raportimi nga pjesëmarrësit te Organizuesit

**III - Vlerësimi**

- Vlerësimi I rezultateve
  - Nxjerrja e vlerës konsensuale, në qoftë se jo, vlera referuese e nxjerrë në fazën 1.
- Raportimi nga Organizuesi te pjesëmarrësit (rreagimi)
- Nxjerrja e Konkluzioneve → *veprime korrektuese*

- Organizuesi I PA/ KNL
- Trupi I Akreditimit
- Rregullatori
- Vetë laboratorët pjesëmarrës.

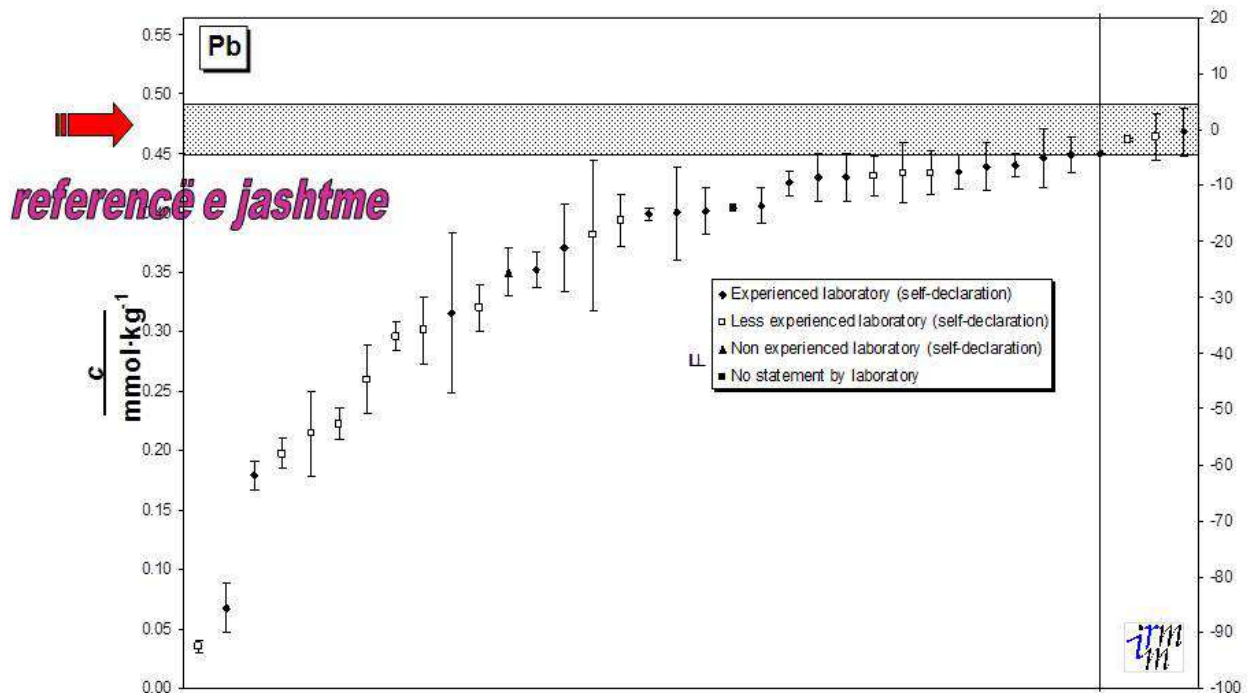
- Vlera Nominale
  - Me përgatitje. (gravimetrike/volumetrike)
- Vlerë konsensuale e marrë nga
  - Rezultatet e të gjithë pjesëmarrësve.
  - Nje nën set (pas mënjanimit të vlerave outlier)
- Vlera referuese e pavarur nga rezultatet e pjesëmarrësve me *cilësi metrologjike* të demonstruar.
  - ➔ gjurmueshmëria dhe pasiguria e vogël.
- ➔ lidhja me sistemet ndërkombëtare të matjeve.

29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

13

© Komuniteti European, 2003-2007



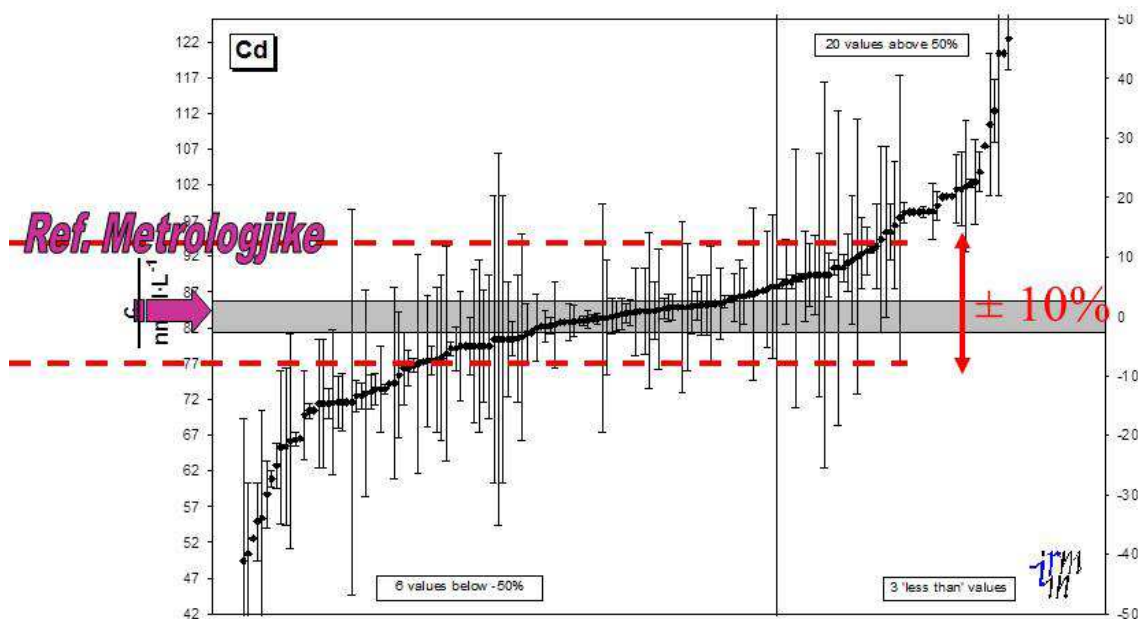
Rezultatet nga të gjithë pjesëmarrësit

Krahasimet ndërlaboratorike-2

29.08.2008

14

© Komuniteti European, 2003-2007



Results from all laboratories.

*Njësia e devijimit të jashtëm: sipas legjislacionit 98/83/EC*

29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

15

© Komuniteti European, 2003-2007

- *Thjesht një hallkë, jo çështja kyce !*  
Përdor mendimin praktik dhe eksperiencën tënde teknike!
- Varet nga tipi I KNL
- Kërkoet në
  - Karakterizimi I mostrës
  - Marrja e të dhënave, - trajtimi i rezultateve
  - Vlerësimi I performancës

29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

16

© Komuniteti European, 2003-2007

– Diferenca në përqindje

$$\frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{X_{\text{ref}}} \cdot 100$$

– Z-scores;


$$Z = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{s}$$

– zeta score;

$$zeta = \frac{X_{\text{lab}} - X_{\text{ref}}}{\sqrt{u_{\text{lab}}^2 + u_{\text{ref}}^2}}$$

[ISO/IEC Guide 43-1:1997 § A.2.1.4  
& ISO 13528:2005]

*Shembuj të zakonshëm të aplikimit të z scores janë:*

	Performanca	z score  z	zeta score
	E kënaqshme	≤ 2	≤ 2
	E diskutueshme	> 2 por ≤ 3	> 2 por ≤ 3
	E pakënaqshme	> 3	> 3



**IMEP-16**

Parametri I matur = Pb

Matrica = Verë

Metoda = (ET/GF)- AAS

ICP-MS, ICP-AES

Pjesëmarrësit: 130

Lab me eksperiencë: Po/Jo

Me sistem cilësie : Po/Jo

Të akredituar: Po/Jo

29.08.2008

© Komuniteti European, 2003-2007

Krahasimet ndërlaboratorike-2

19

Unë marr pjesë në KNL

*Measurand  
& Matrica*  
Të njohur

Kodi I Lab = X

Shteti = ???

Metoda instrumentale: #####

Trajtimi I mostrës (disgregim, ekstraktim, ...)

Kalibrimi (I brendshëm, I jashtëm, Shtesa standarde)

Korrigjimi I lagështisë (Kur aplikohet)

Buxheti I pasigurisë?  PO  JO

Eksperienca në fushë?  PO  JO

Metoda e përshkruar?  PO  JO

Sistemi I cilësisë?  PO  JO

I akredituar?  PO  JO

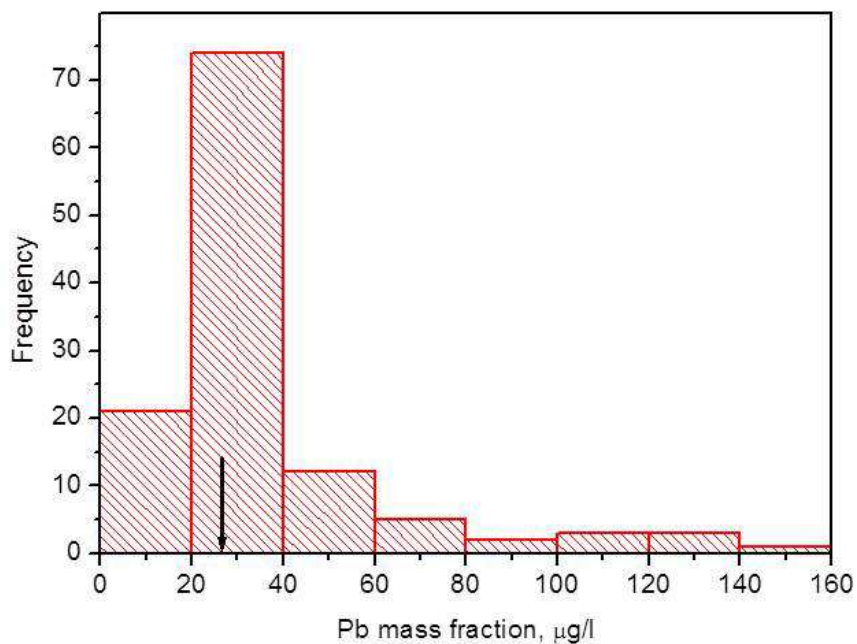
**Rezultati I përftuar:**  
[Pb] = (25.5 ± 1.6) µg/l  
(k=2)  
Si është rezultati im?

29.08.2008

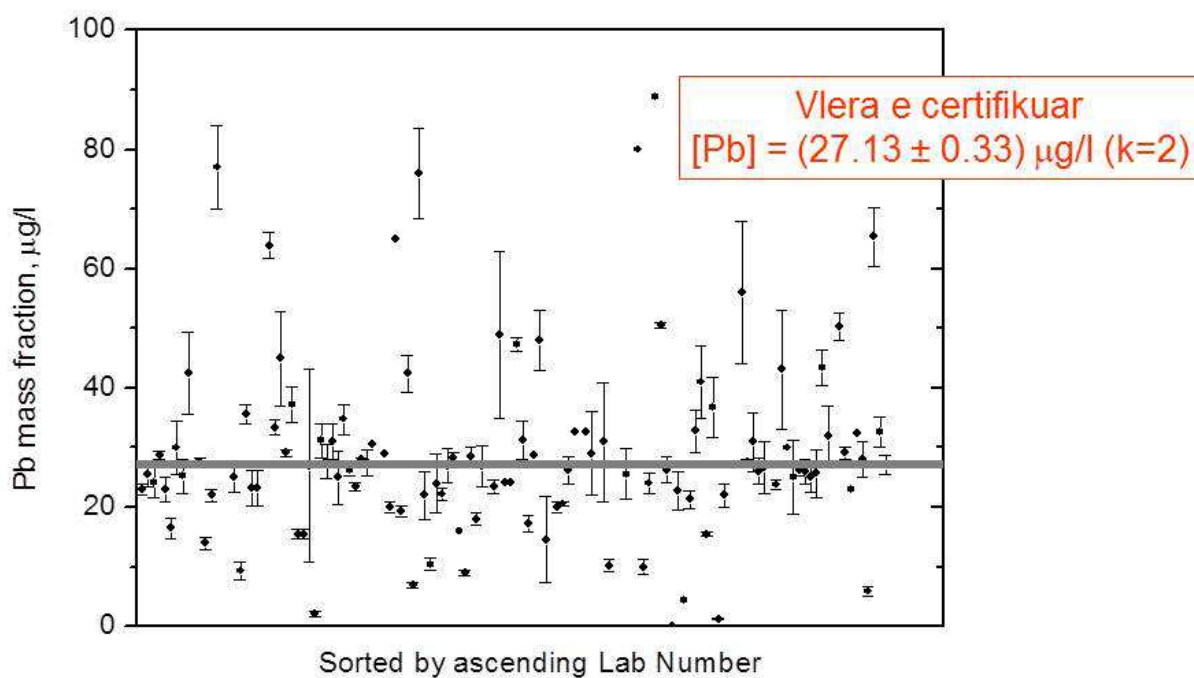
© Komuniteti European, 2003-2007

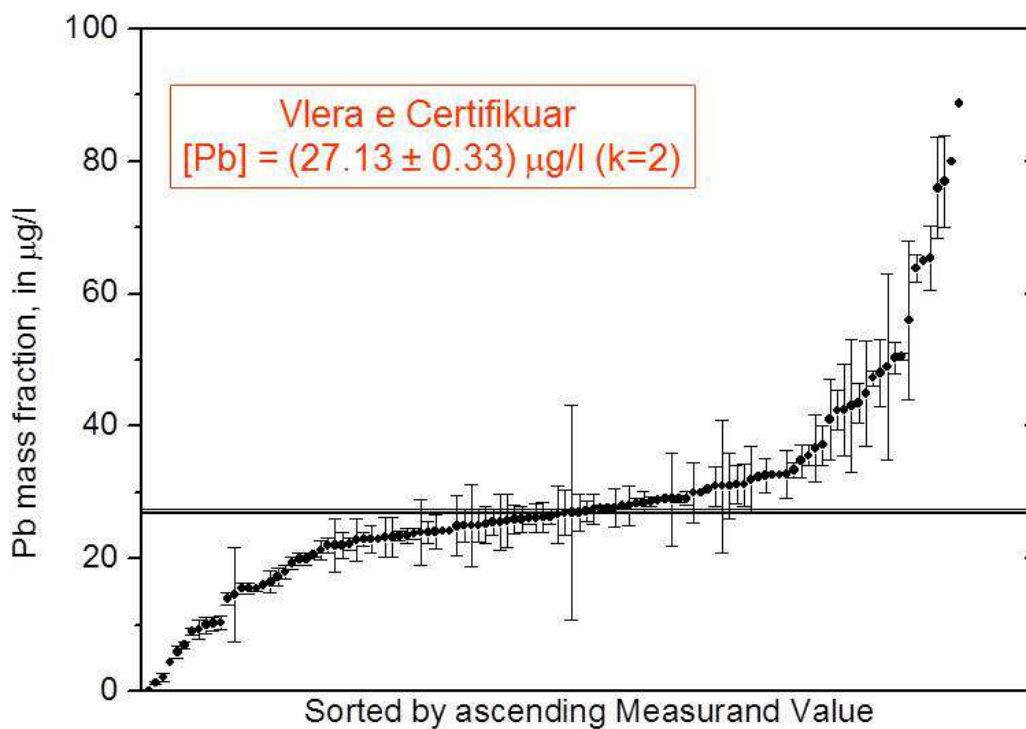
Krahasimet ndërlaboratorike-2

20



Vlera që variojnë nga “- 130” to “3000” (µg/l)



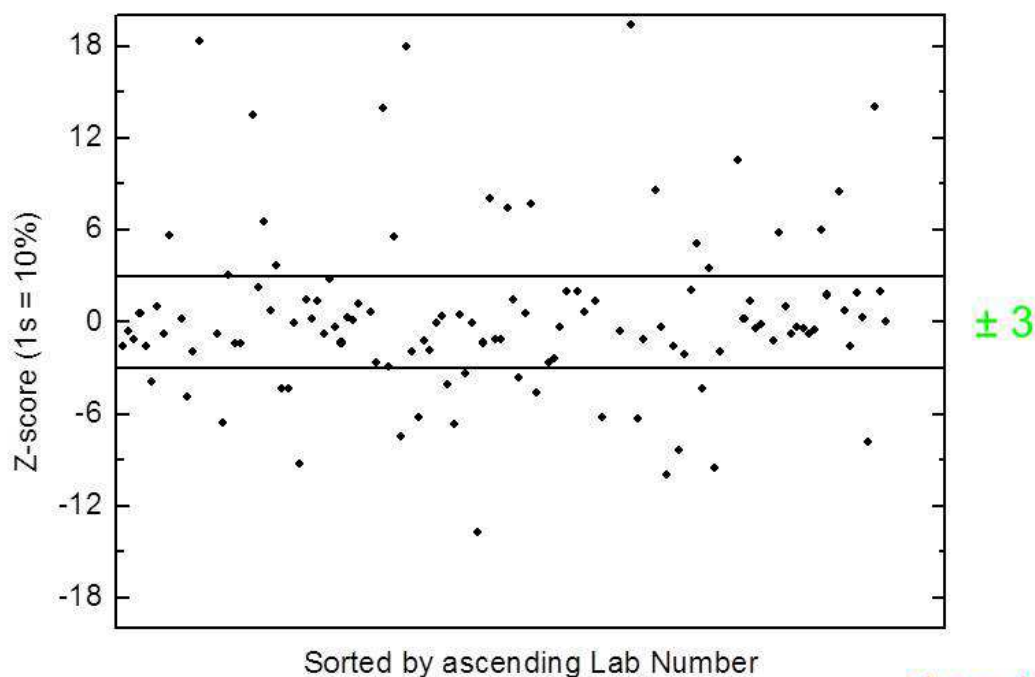


29.08.2008

© Komuniteti European, 2003-2007

Krahasimet ndërlaboratorike-2

23



29.08.2008

© Komuniteti European, 2003-2007

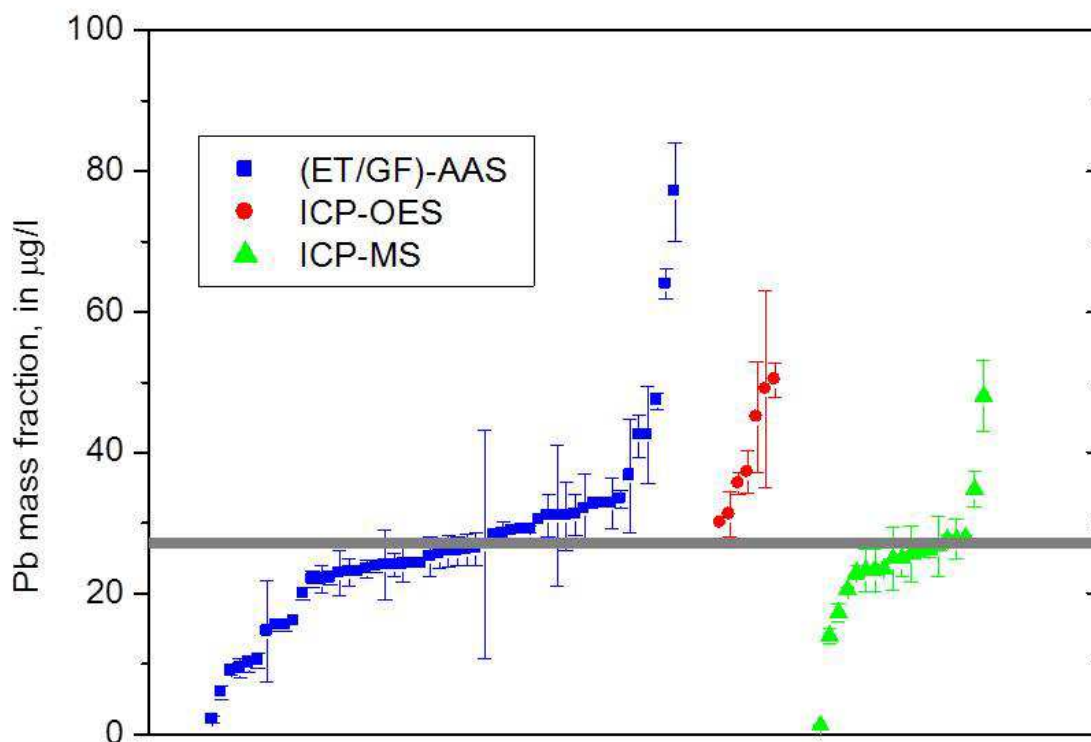
Krahasimet ndërlaboratorike-2

24

	value	U (k=2)	u	RSu
ref	27.13	0.33	0.165	0.6%
lab	25.5	1.6	0.8	3.1%

*E zgjeruar E kombinuar*

Diferenca në % = 6 %  
 Z = 0.54  
 zeta score = 1.99 kalon





- 1) 'gabim trashanik'  
(sistemi I matjeve jashtë kontrollit, gabim në matje)
- 2) Modeli I matjeve nuk është korrekt: përshkrimi matematikor I realitetit nuk është I mjaftueshëm,  
(p.sh. bias nuk është marrë në konsideratë, disgregimi? ekstraktimi?)
- 3) Nënvlërësimi I pasigurisë së një sasie hyrëse që ndikon.
- 4) Kombinimi i 2) and 3).

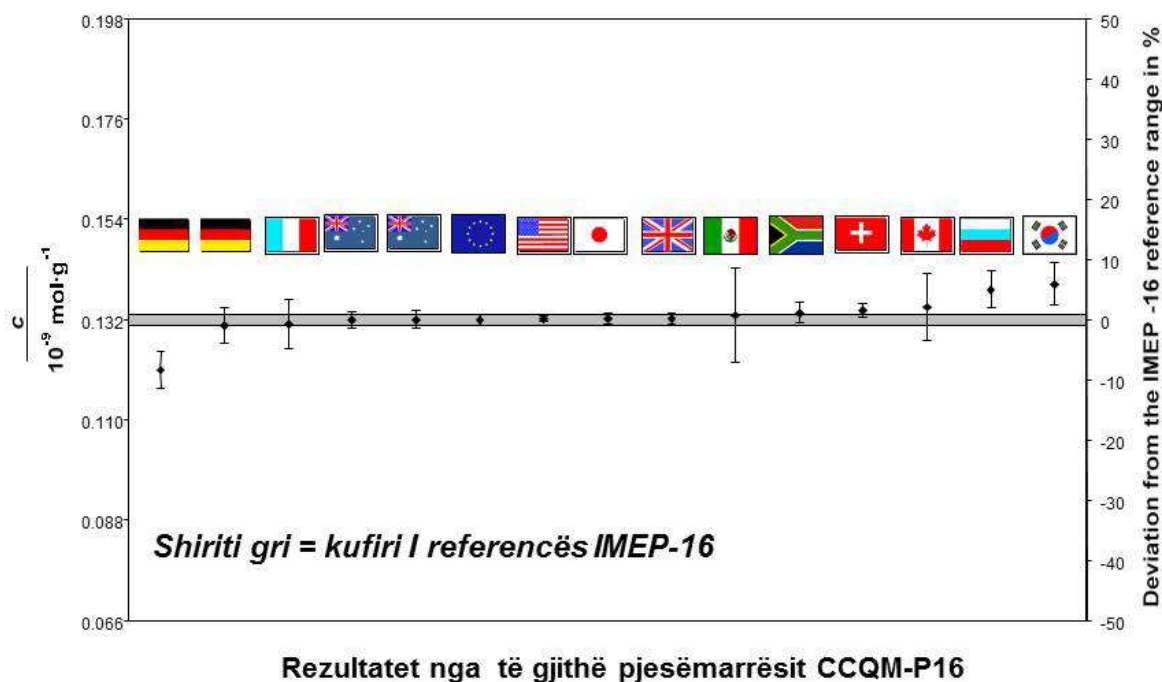
Performancë e pakënaqëshme? → mënjano gabimin & Ndërmerr veprime korrigjuese

29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

27

© Komuniteti European, 2003-2007



29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

28

© Komuniteti European, 2003-2007

- CCQM ([www.bipm.fr](http://www.bipm.fr))
- IMEP nga IRMM ([www.imep.es](http://www.imep.es))
  - Vlerë referuese e jashtme, e lidhur me mundësitë ndërkombëtare të matjeve.
  - Mbështetur në EA (European Cooperation Accreditation)
  - Në çështjet e lidhura me direktivat e EU, **bordet e crossing** të zonave dhe sektorëve gjeografikë
- FAPAS ([www.fapas.com](http://www.fapas.com))
- AFSSA ([www.afssa.fr](http://www.afssa.fr))
- EA ([www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org))
- Komuniteti I Laboratorëve të referencës -Community Reference Laboratories (CRLs), për Laboratorët Kombëtarë të Referencës- National Reference Laboratories (NRLs)
- Të tjerë → shiko [www.eptis.bam.de](http://www.eptis.bam.de) (European Information System on PT Schemes)

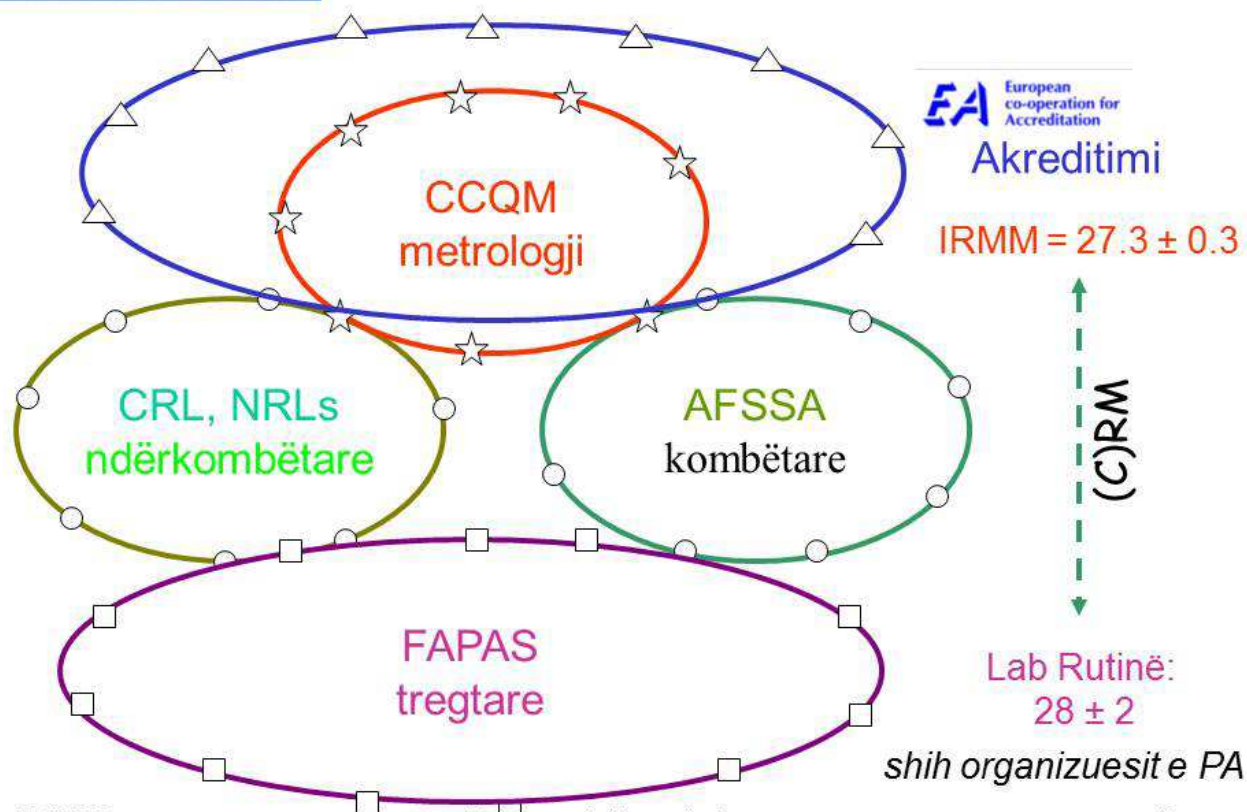
29.08.2008

Krahasimet ndërlaboratorike-2

29

© Komuniteti European, 2003-2007

Ekuivalentimi Ndërkombëtar I matjeve

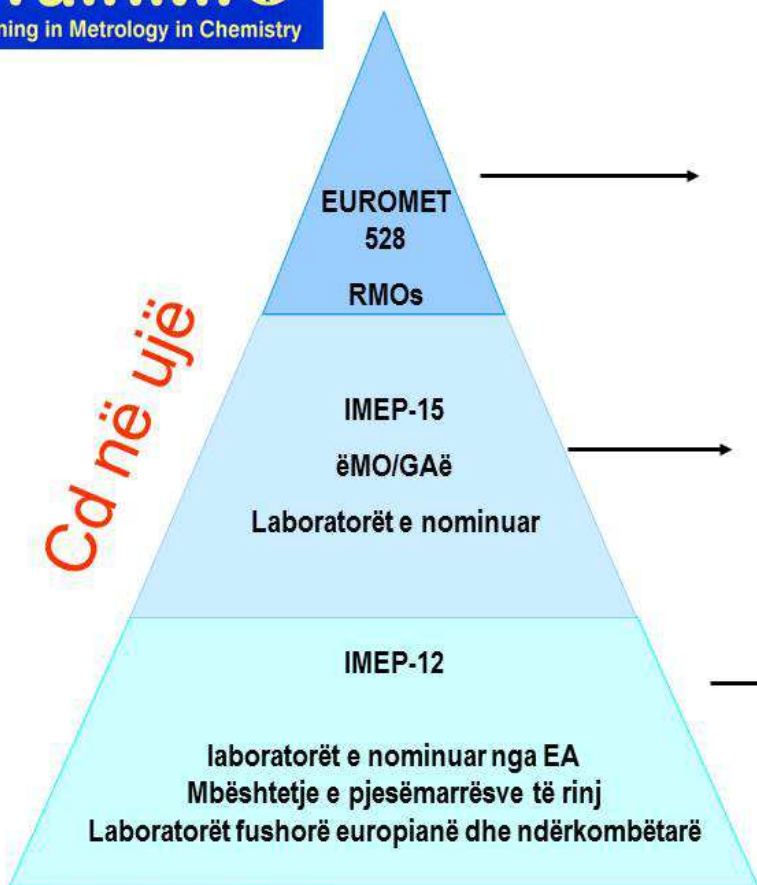


29.08.2008

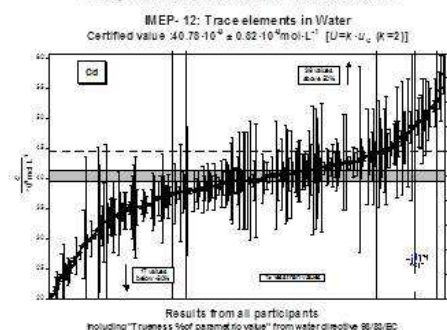
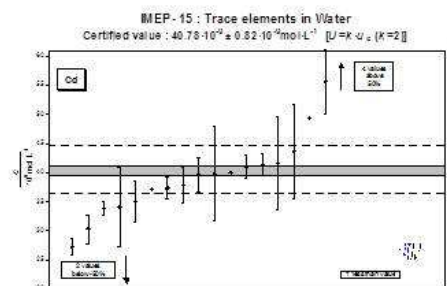
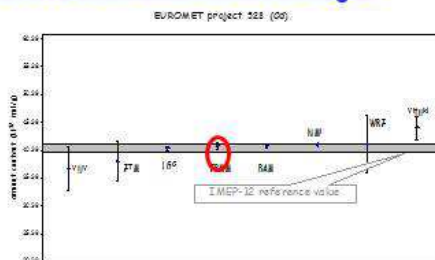
Krahasimet ndërlaboratorike-2

30

© Komuniteti European, 2003-2007



© Komuniteti European, 2003-2007



1) PYETJE ?

2) Vlerësimi i modulit

**Copyright notice**  
© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek [JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:JRC-IRMM-TRAINMIC@ec.europa.eu).**

### **3.8 Internal quality control in Albanian**

## Kontrolli I brendshëm I cilësisë – KC

Përdorimi I kartave të kontrollit bazuar në  
Nordtest/NICE (Nordic Innovation Centre)  
Handbook TR569\*

\*Versioni në anglisht mund të gjendet  
në [www.nordicinnovation.net/](http://www.nordicinnovation.net/)

© European Communities, 2003- 2007

### Nordtest QC Handbook

*Një herë e një kohë në  
vendet nordike kishte  
shumë djallushë, si ky që  
shihni te kopertina.  
Nganjëherë ata ishin aq të  
bezdisshmëm, saqë  
ekziston një thënie  
**Djallushi po ngatërron  
kuptimin**  
Ka disa gjera të cuditshme  
që ne nuk i kuptojmë, si  
një vlerë kontrolli në  
zonën e kuqe në  
diagramën KC*



Ky modul I  
TrainMiC  
bazohet në një  
Manual mbi  
Kontrollin e  
Cilësisë (3<sup>rd</sup> ed.  
2007),

Bazat e KC mbështeten  
në  
standardin ISO për  
Shewhart [ISO 8258]  
dhe Shewhart të  
modifikuar me kufij  
paralajmërues  
[ISO 7873]

- Cfarë është kontrolli i brendshëm i cilësisë (KBC)
- Mostrat e kontrollit
- Parimet e kontrollit të brendshëm të cilësisë
- Diagramat e kontrollit X dhe R
- Vendosja e kufijve të kontrollit
- Interpretimi i përditshëm i diagramave të kontrollit
- Përmbledhje
- Të dhënat e KBC për pasigurinë e matjes

16 – 17.12.2009

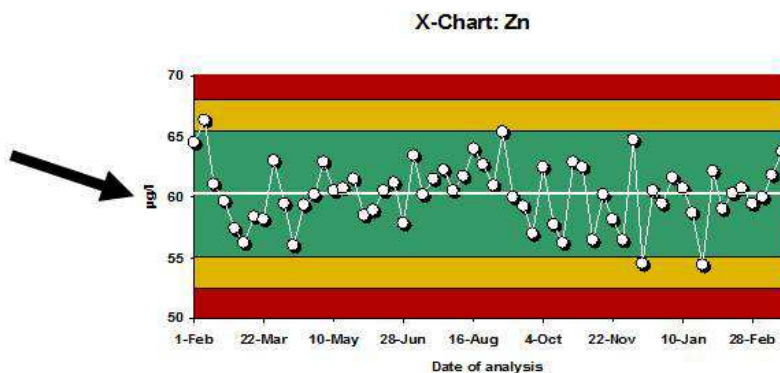
© European Communities, 2003-2007

Kontrolli i Cilësisë

Slide 3

### Cfarë është kontrolli i brendshëm i cilësisë në laborator

- Një monitorim i vazhdueshëm dhe vlerësim kritik i procedurave analitike dhe rutinës së punës në laborator
- Kontroll i procedurës analitike, duke filluar me hyrjen e mostrës në laborator dhe duke përfunduar me raportin e analizës ose kontroll vetëm i pjesëve kritike të procedurës analitike.
- Mjeti më i rëndësishëm është përdorimi i diagramave të kontrollit.

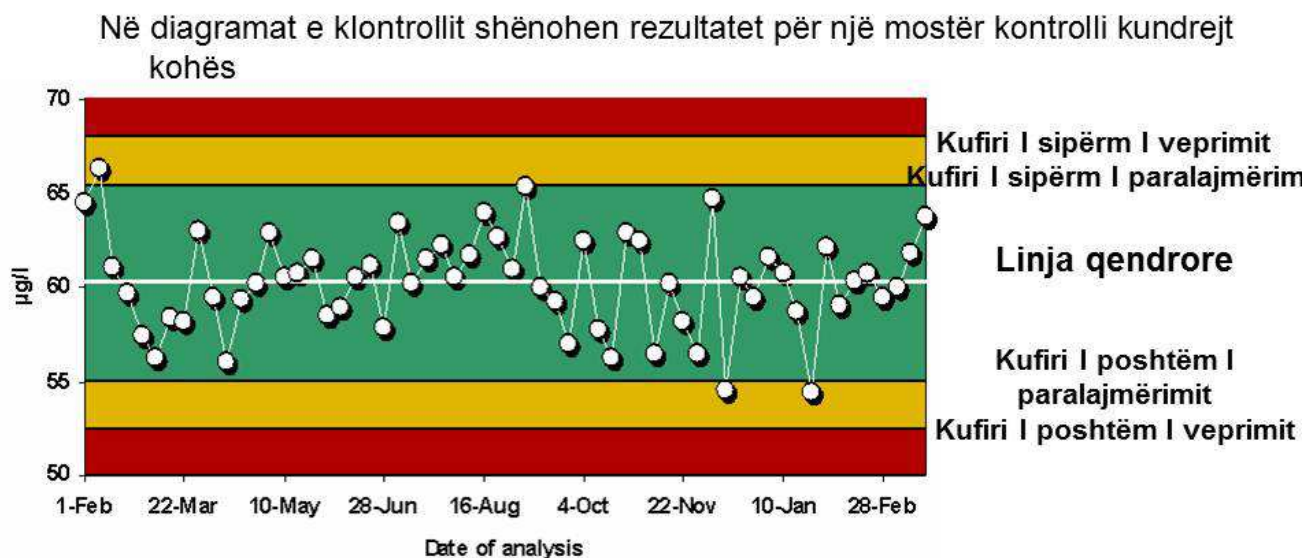


16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003-2007

Kontrolli i Cilësisë

Slide 4

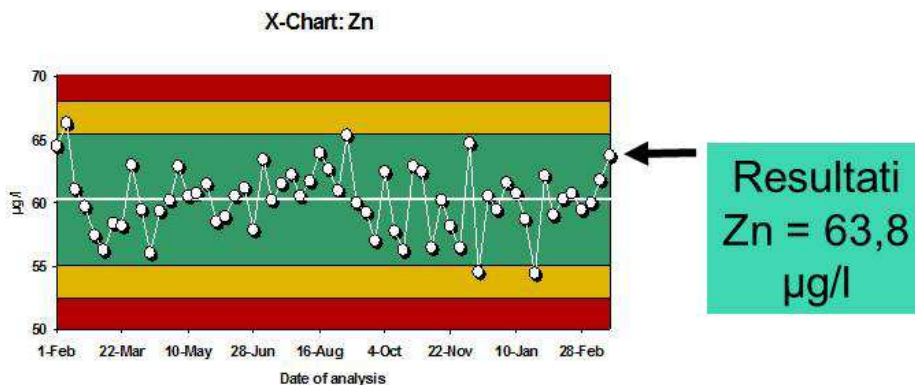
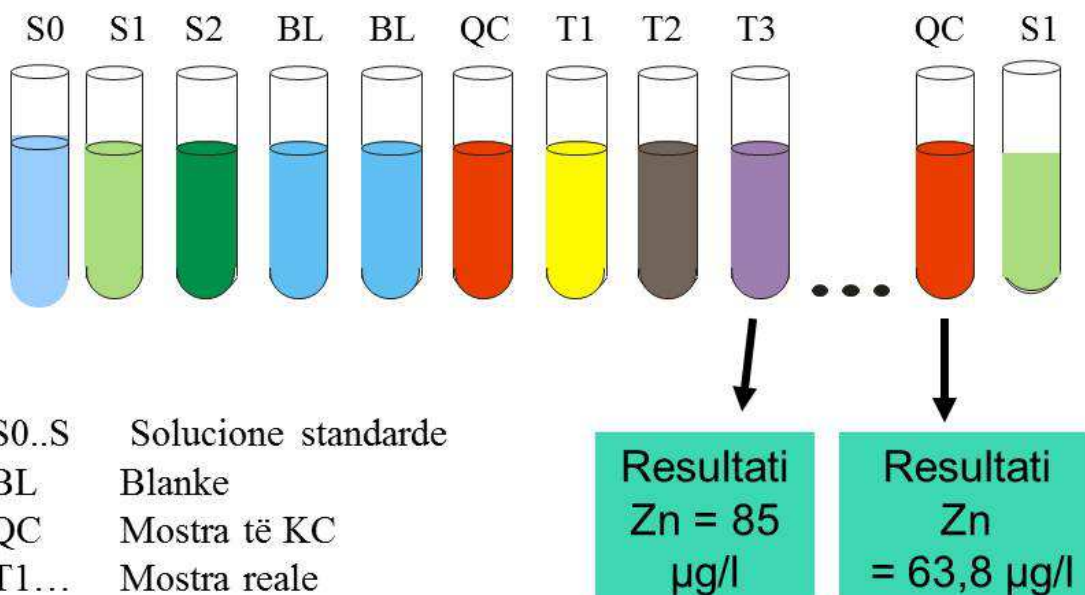


Kjo është një diagramë X, ku shënohen vlerat mesatare ose vlerat e matjeve ( $\bar{x}$ )

Tipet e mostrave të kontrollit:

- Tretësira standarde ose mostra të përgatitura
- Materiale të përgatitura në laborator
- Blanke
- Mostra nga provat (vetëm për diagramën R) LT
- Materiale Reference të Certifikuara (CRM)





Një mostër KC duhet të trajtohet në mënyrë të ngjashme me një mostër reale

**POR DUHET RAPORTUAR**

- Te paktën një shifër sinjifikative më shumë.
- **Të gjitha vlerat e kontrollit**
- Vlerat nën Limitin e Detektimit (LOD)
- Vlerat qoftë edhe negative.

Mostrat me përqëndrime të ulta

Në se rezultatet e kontrollit bien në:

**Zonën e gjelbër (brenda kufijve të paralajmërimit)**  
→ rezultatet e mostrave të rutinës raportohen

**Zona e kuqe (jashtë kufijve të veprimit)**  
→ rezultatet e mostrave të rutinës nuk raportohen

**Zona e verdhë (midis kufijve të paralajmërimit dhe atyre të veprimit)**  
→ rregulla të vecanta për vlerësim

Sigurimi i cilësisë së rezultateve të analizave

Sipas ISO/IEC 17025 5:9 (2005)

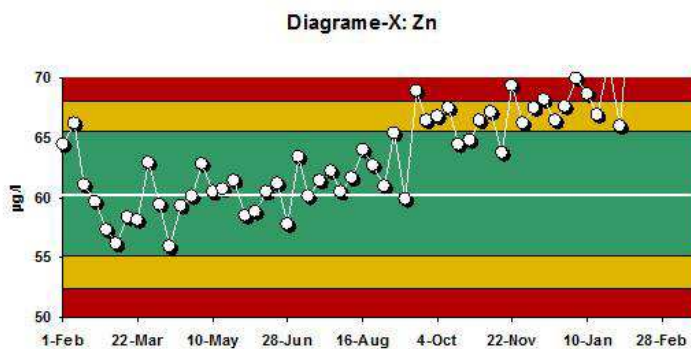
- “Laboratori duhet të ketë procedura të kontrollit të cilësisë për monitorimin e vlefshmërisë së provave që kryen. Të dhënat që rezultojnë duhet të regjistrohen në mënyrë të tillë që

**Tendencat të jenë të detektueshme dhe, atje ku është e aplikueshme, teknika statistikore duhet të aplikohen për rishikimin e rezultateve.”**

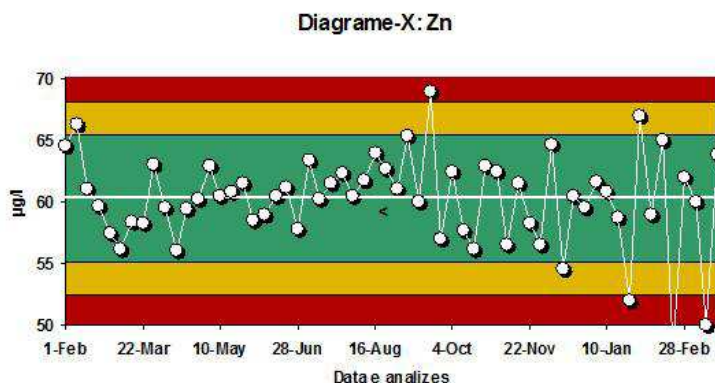
Monitorimi mund të përfshijë p.sh. Përdorimin e rregullt të **KBC**

- “Të dhënat e KC duhet të analizohen dhe, ku gjenden **jashtë kritereve të paracaktuara** duhen ndërmarrë veprime të planifikuara për të korrigjuar problemin dhe **parandaluar raportimin e rezultateve të pasakta**”

Gabim sistematik

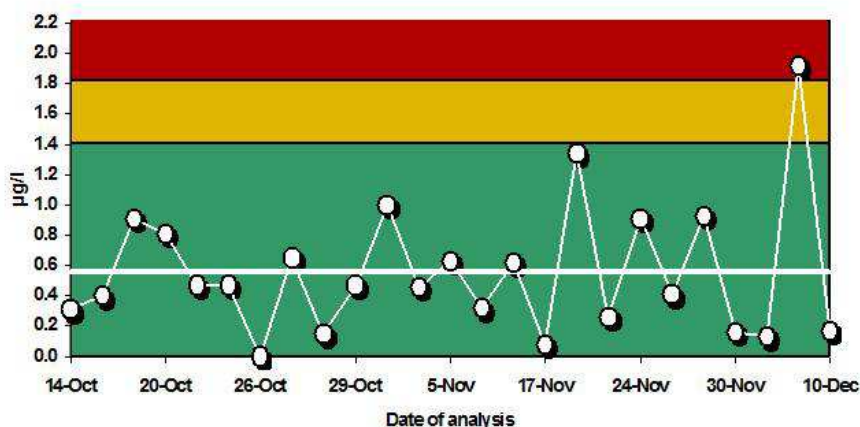


Gabim i rastit (random)



Diagramat e diferencave, R or r% efektet e rastit

R-Chart:  $N_{NH_4}$



Një diagramë-R ka:

- Një linjë qendrore
- Kufi të sipërm të paralajmërimit
- Kufi të sipërm të veprimit

Shëno R = max-min

Shëno r% =  $\frac{(\text{max}-\text{min}) \times 100}{\text{mes}}$

Më e mira është të përdoren sasi të mëdha mostrash të qëndrueshme në përqëndrime relevante dhe, nëse jo ..

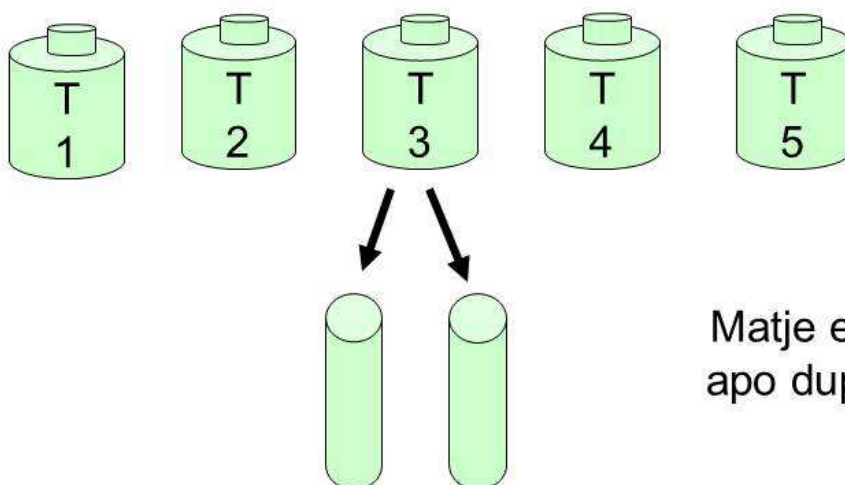
- Me preferencë një matricë e ngjashme
- Koncentrime në zonën e kufijve të rëndësishëm



Kërkesa të tjera

- Homogjeniteti – I ngjashëm me atë të mostrave që analizohen
- qëndrueshmëria (gjatë kohës së përdorimit)
  - Të mos pësojë ndryshime për shkak të enës
  - Të mos pësojë ndryshime gjatë marrjes së nën-mostrave
  - Të ruhet sic duhet
- Sasi e mjaftueshme për një kohë të konsiderueshme

Për diagramat R dhe r % më e mira është të zgjedhim nga mostrat që do analizohen, T1 ....., dhe të analizohen dy duplikate.



Matje e vetme  
apo duplikate?

Kufijtë e kontrollit mund të vendosen:

- bazuar në devijimin standard të mostrës KC
  - pavarësisht nga kërkesat mbi cilësinë analitike
  - Bazuar në performancën e metodës.

**Kufijtë statistikorë të kontrollit**

• Bazuar në kërkesat e klientit

- Në se është e mundur teknikisht, me devijimin standard të përftuar

**Kufijtë e synuar të kontrollit**

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003- 2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 15

Kufijtë e kontrollit vendosen pavarësisht nga kërkesat për cilësinë analitike.

Për të filluar KC:

- Vendosen kufij PARAPRAKË bazuar në 20-30 rezultate
- Për të pasur kufij të besueshëm Të PANDRYSHUESHËM na duhet të:
  - Llogarisim shmangien standarde nga vlerat e kontrollit ( $n > 60$ ) për një periudhë më të gjatë kohore, psh një vit
  - Kufijtë e paralajmërimit do jenë  $+2 s$  dhe  $- 2 s$
  - Kufijtë e veprimtimit do jenë  $+3 s$  dhe  $- 3 s$

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003- 2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 16

- Shmangia standarde e nevojshme për diagramën e kontrollit  $s_{\text{target}}$  vlerësohet nga kërkesat për  $s_{RW}$  (Riprodhueshmëria brenda laboratorit)
- Kufijtë e paralajmërimit do jenë  $\pm 2 s_{\text{target}}$
- Kufijtë e paralajmërimit do jenë  $\pm 3 s_{\text{target}}$

## Vendosja e linjës qendrore (LQ)

### **Linja qëndrore mesatare**

Vlera mesatare vlerësohet nga vlerat e kontrollit të përfutuara gjatë një kohe të gjatë, psh një vit.

Linja qëndrore vendoset tek kjo vlerë mesatare.

### **Linja qëndrore e referencës**

Mostra e kontrollit është një material reference ose material I karakterizuar mirë.

Linja qëndrore vendoset tek vlera nominale.

Metoda është jashtë kontrollit në se:



- Vlera e kontrollit është jashtë kufijve të veprimit,



- Vlera e kontrollit është midis kufijve të paralajmërimit dhe veprimit dhe, të paktën një nga dy vlera të mëparshme të kontrollit është gjithashtu midis kufijve të paralajmërimit dhe veprimit

*Në këtë rast normalisht nuk mund të raportohen rezultatet analitike.*

- *Duken marrë masa korrektuese*
- *Të gjitha mostrat e analizuara para kontrollit të fundit të KC **duhen rianalizuar***

Metoda është brenda kontrollit në se



- Vlera e kontrollit është brenda kufijve të paralajmërimit



- Vlera e kontrollit është midis kufirit të paralajmërimit dhe atij të veprimit dhe dy vlerat e mëparshme të kontrollit kanë qenë brenda kufijve të paralajmërimit.

*Në këtë rast analisti mund të raportojë rezultatet analitike.*

Procedura është **brenda** kontrollit, por mund të konsiderohet si **jashtë kontrollit statistikor** nëse të gjitha vlerat e kontrollit janë brenda kufijve të paralajmërimit dhe nëse:



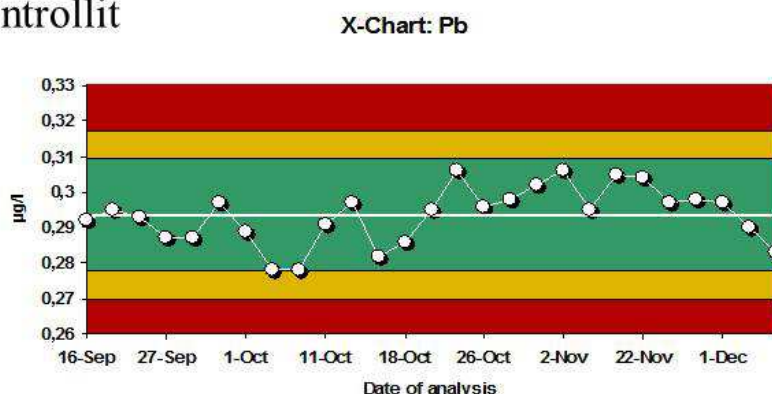
- Shtatë vlera kontrolli të njëpasnjëshme kanë të njëjtën veti- vrelar vijnë në rritje ose në rënie
- 10 nga 11 vlera kontrolli të njëpasnjëshme janë në të njëjtën anë të linjës qendrore

*Në këtë rast analisti mund t'i raportojë rezultatet por një problem është duke u zhvilluar*

*Tendenat e rëndësishme duhet të zbulohen sa më herët që është e mundur dhe secili laborator duhet të vendosë në manualin e cilësisë se si duhen trajtuar këto tendenca.*

Shembull: brenda kontrollit  
por jashtë kontrollit statistikor

Ne lejojmë devijime të lehta, të përkohshme nga shpërndarja normale për sa kohë që të dhënat janë brenda kufijve të kontrollit



*Dymbëdhjetë vlera kontrolli janë mbi vijën qendrore. Të gjitha 12 vlerat janë brenda kufijve të paralajmërimit- dmth procedura është brenda kontrollit dhe rezultatet mund të raportohen*

**Por ende ka vend për debat**



Në ISO 8258 ka edhe rregulla të tjera, p.sh.

- Nëntë pika rresht në njëren anë të linjës qendrore
- Gjashtë pika në rritje ose rënie
- Katërbëdhjetë pika rresht që alternojnë lart e poshtë

Në rregullat westguard ([www.westgard.com](http://www.westgard.com)) ka gjithashtu rregulla si:

- Katër pika rresht mes kufijve të veprimit dhe të paralajmërimit

*secili laborator duhet të vendosw në manualin e cilësisë se si do trajtohen këto tendenca*

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003- 2007

Kontrolli i Cilësisë

Slide 23

Disa pika të tjera për t'u marrë në  
konsideratë në KC

Ndryshimi I mostrës KC

- Mostra analizohet në paralel
- Përdoret vlera e re mesatare për linjën qendrore paraprake
- Në se niveli I përqëndrimit është I përafërt, mund të përdoret s nga mostra e mëparshme KC për vendosjen e kufijve të kontrollit

Heqja e vlerave **outlier**

- Kur vendosen apo rishikohen linjat e kontrollit, përdorim
  - Testin e Grubbs
  - Hiqen vlerat në se  $> \text{mes} \pm 4s$  në se  $n > 60$

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003- 2007

Kontrolli i Cilësisë

Slide 24

Kur kemi mostra kontrolli të qëndrueshme:

- Kufijtë e fiksuar të kontrollit bazohen në
  - të dhënat e të paktën një viti
  - > 60 të dhënaMe 60 të dhëna, vetëm një ndryshim > 30 % i s është sinjifikativ (95 %) – nga F-test statistikor
- Linjat qendrore të fiksuara bazohen në
  - të dhënat e të paktën një viti
  - > 60 të dhëna

Me 60 të dhëna, një ndryshim në pozicionin e linjës qendrore prej më shumë se 0,35 s është *sinjifikativ* (95 %) - nga t-test

Numri I replikateve

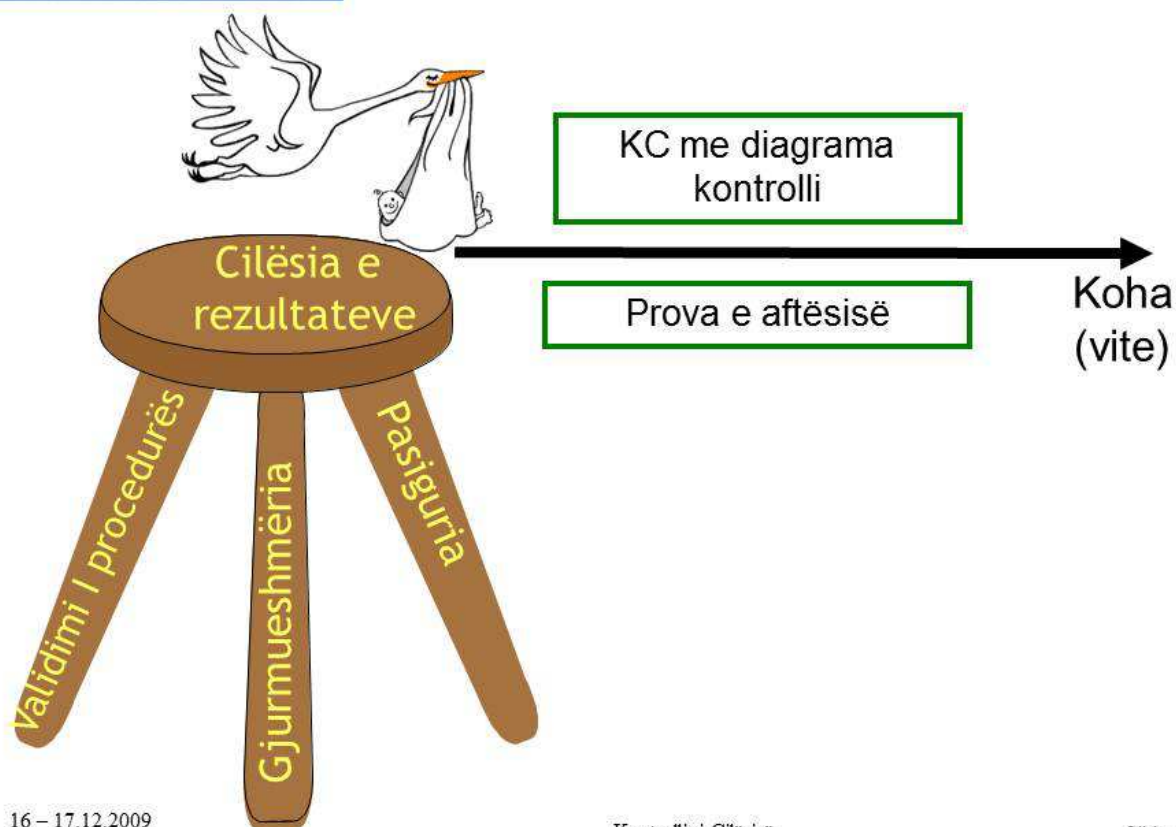
- I njejtë për mostrat KC si për mostrat që analizohen

Analiza multielementare

- Kufijtë e kontrollit target

Vlerat jashtë kontrollit

- Shënohen të gjitha vlerat jashtë kontrollit
- Vetëm dy rregulla për jashtë kontrollit
  - 3s – një vlerë jashtë kufirit të veprimit
  - 2s – dy nga tre vlerat e fundit jashtë kufijve të paralajmërimit



16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003-2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 27

Të dhënat nga KC do të japin vlerësime të tipit A që mund të përdoren në vlerësimin e pasigurisë së matjes

- Riprodhueshmëria brenda laboratorit- nga diagrama-X
- Përsëritshmëria në analizat e mostrave – nga diagrama - R

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003-2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 28

Me një sistem të mirë të KC ne  
dimë se analisti mund të  
prodhojë një

***Një rezultat analize***

Që do të plotësojë disa kërkesa të  
klientëve të laboratorit



16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003-2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 29

1) Pyetje ?

2) Vlerësimi i modulit

16 – 17.12.2009

© European Communities, 2003-2007

Kontroli i Cilësisë

Slide 30

Copyright notice  
© European Communities, 2003-2007

**Riprodhimi ose përkthimi i çdo pjese të këtij punimi pa lejen e Komisionit të Europës është e paligjshme. Për riprodhimin ose përdorimin e ndonjë pjese të këtij punimi duhet kërkuar leje paraprakisht. Kërkesat për leje apo informacione të mëtejshme duhen adresuar tek JRC-IRMM-[TRAINMIC@ec.europa.eu](mailto:TRAINMIC@ec.europa.eu).**



Europe Direct is a service to help you find answers to your questions about the European Union  
Freephone number (\*): 00 800 6 7 8 9 10 11

(\* ) Certain mobile telephone operators do not allow access to 00 800 numbers or these calls may be billed.

A great deal of additional information on the European Union is available on the Internet.  
It can be accessed through the Europa server <http://europa.eu/>.

#### **How to obtain EU publications**

Our priced publications are available from EU Bookshop (<http://bookshop.europa.eu/>),  
where you can place an order with the sales agent of your choice.

The Publications Office has a worldwide network of sales agents.  
You can obtain their contact details by sending a fax to (352) 29 29-42758.

European Commission

**EUR 26584 SQ – Joint Research Centre – Institute for Reference Materials and Measurements**

Title: TrainMiC® Presentations Translated in Albanian

Authors: Ewa Bulska (Warsaw university, Poland), Ricardo Bettencourt da Silva (Lisbon university, Portugal), Martina Hedrich (BAM, Berlin, Germany), Bertil Magnusson (SP Technical Research Institute of Sweden, Boras, Sweden), Nineta Majcen (EuCheMS, Brussels, Belgium), Snježana Marinčić (Institute of Public Health Dr. Andrija Štampar, Zagreb, Croatia), Ioannis Papadakis (International Quality Certification, Athens, Greece), Marina Patriarca (Istituto Superiore di Sanità, Rome, Italy), Emilia Vassileva (International Atomic Energy Agency, Monaco), Philip Taylor (EC-JRC-IRMM, Geel, Belgium). Translated by Lindita Tafaj (Instituti e Shëndetit Publik, Tirana, Albania)

Luxembourg: Publications Office of the European Union

2014 – 150 pp. – 21.0 x 29.7 cm

EUR – Scientific and Technical Research series – ISSN 1018-5593 (print), ISSN 1831-9424 (online)

ISBN 978-92-79-38202-4 (PDF)

ISBN 978-92-79-38205-5 (print)

doi:10.2787/93819

## JRC Mission

As the Commission's in-house science service, the Joint Research Centre's mission is to provide EU policies with independent, evidence-based scientific and technical support throughout the whole policy cycle.

Working in close cooperation with policy Directorates-General, the JRC addresses key societal challenges while stimulating innovation through developing new methods, tools and standards, and sharing its know-how with the Member States, the scientific community and international partners.

*Serving society*  
*Stimulating innovation*  
*Supporting legislation*

doi:10.2787/93819

ISBN 978-92-79-38202-4

