

Overzicht opmerkingen CMA/ 6/B (versie december 2007) - Meetonzekerheid

BELAC 1

Ik kan me hierin volledig terugvinden. Dit is volledig conform met de cursus zoals ik deze voor het FAVV gegeven heb in september 2007 en houdt rekening met vele misvattingen welke wij bij audits vaststellen.

Misschien toch nog graag duidelijk maken in het document dat indien gewerkt wordt met duplo's de formules enkel gelden indien de duplo's onder REPRODUCEERBAARHEIDScandities (enkele dagen is volgens mij niet voldoende) dienen uitgevoerd te worden, terwijl de meeste labs dit onder herhaalbaarheidscondities doen met als gevolg uiteraard schitterende resultaten.

VITO : in § 3.1.2.1 is reeds vermeld *“beide analyses van een paar (waarvan het verschil als maat fungeert voor de intra-reproduceerbaarheid) zouden in het ideale geval maximaal gespreid moeten worden binnen de vooropgestelde houdbaarheidstermijn van het monster; als minimale eis wordt vooropgesteld dat de beide analyses van eenzelfde monster niet op dezelfde dag uitgevoerd worden (tenzij in geval dit niet mogelijk is wegens de geringe stabiliteit van het monster) en dat het gehele onderzoek gespreid wordt over tenminste evenveel dagen als het aantal monsterparen”*

BELAC 2:

Ik kan niet akkoord gaan een meetonzekerheid die een systematische fout bevat (juistheid of parameter b in de formules). De GUM geeft aan dat een correctie moet gebeuren voor systematische fout (paragrafen 3.2.3, 3.2.4 en nota van paragraaf 6.3.1 in de GUM) en dat meetonzekerheid niets te maken heeft met systematische fout. Als de juistheid te groot is, moet de methode beschouwd worden als onjuist en niet accrediteerbaar, tenzij een correctie gebeurt. Voor mij, is de standaardafwijking op de bias (u_{bias}) alleen nodig voor de berekening van meetonzekerheid wanneer er een correctie gebeurt.

VITO: *betrokkene stelt een fundamenteel andere principiële insteek voor de berekening van de meetonzekerheid voor; in CMA wordt volgende motivering van de huidige aanpak beschreven, zie § 3.1.1:*

“Omwille van de uniformiteit wordt de bias in bovenstaande formule voor de meetonzekerheid altijd meegenomen. In praktijk kunnen volgende gevallen onderscheiden worden:

- *De analysemethode omvat reeds een correctie voor een significante bias (cfr. de door Eurachem aanbevolen werkwijze):
Indien in de berekeningswijze van de methode een correctiefactor is opgenomen voor een significante bias, wordt de resterende $|b|$ normaal klein ten opzichte van CV_{Rw} , en leidt het meenemen ervan tot een verwaarloosbare overschatting van de meetonzekerheid;*
- *Er is een significante bias, en de analysemethode omvat hiervoor geen correctie: Door het opnemen van de absolute waarde van de bias in de totale meetonzekerheid wordt een onjuist beeld van de meetwaarde voorkomen. In geval van een grote bias is het onzekerheidsinterval echter verre van symmetrisch rond de meetwaarde en wordt aanbevolen om naast de totale meetonzekerheid*

eveneens de bias component afzonderlijk te vermelden bij rapportering of om de meetonzekerheid als een asymmetrisch interval te rapporteren;

- *De bias is niet significant:
De bijdrage van de bias is verwaarloosbaar ten opzichte van andere onzekerheidscomponenten, en bijgevolg wordt bij toepassing van de algemene formule een verwaarloosbare overschatting gemaakt. “*

Paragraaf 3: “De meetonzekerheid dient afzonderlijk bepaald te worden voor alle hoofdmatrixes”. Wat zijn de hoofdmatrixes voor water?

VITO : richtlijnen zijn beschreven in CMA/6/A § 3.2.

Paragraaf 3.1.2.1: het gebruik van duplo-analysen is interessant voor de berekening van CV_{RW} , als verschillende matrices kunnen opgenomen worden. Maar binnen een submatrice (afvalwater?) kunnen gemakkelijker of moeilijker stalen gekozen worden, dus kan het labo de meetonzekerheid beïnvloeden door zijn keuze. Voor water ben ik meer voorstander voor het gebruik van controlekaarten, die op heel lange termijn veel gegevens opeenstapelen in een eenvoudige manier en geven de evolutie van de meetonzekerheid. Het voordeel is dat alle labo's vergelijkbaar zijn als gedemineraliseerd water meestal gebruikt is. Het nadeel is dat de meetonzekerheid niet op echte stalen geschat is. Maar hetzelfde is geldig voor kalibratie, waar in meeste methoden standaarden in gedemineraliseerd water voorbereid worden.

VITO : keuze van monsters voor validatie onderzoek wordt beschreven in CMA/6/A § 3.4

“Als algemene regel geldt dat de monsters zoveel mogelijk representatief moeten zijn voor het toepassingsgebied (of het deelgebied). In de verzameling validatiemonsters moeten dus de meest voorkomende matrices vertegenwoordigd zijn, op basis van inzicht in de relatieve aandelen van de verschillende monsters in de monsterstroom van het laboratorium. Eventueel kan de monsterselectie toegespitst worden op de “moeilijkste” matrix, rekening houdend met de onder punt 3.2 beschreven beperkingen.

Intra-reproduceerbaarheid, herhaalbaarheid, selectiviteit en robuustheid worden in principe bepaald op praktijkmonsters of monsters die hierop zoveel mogelijk gelijken (bijv. geadderde praktijkmonsters).

Voor validatie van de aantoonbaarheids- en bepalingsgrens gebruikt men, in volgorde van voorkeur, een praktijkmonster of representatief referentiemateriaal met gehalte nabij de verwachte aantoonbaarheidsgrens, een blanco praktijkmonster waaraan de te bepalen componenten werden geadderd tot een gehalte nabij de verwachte aantoonbaarheidsgrens, of een blanco praktijkmonster.

Voor validatie van de juistheid gebruikt men, in volgorde van voorkeur maar steeds de gelijkenis met praktijkmonsters voor ogen houdend:

- *gecertificeerd referentiemateriaal en deelname aan interlaboratoriumtesten met herleidbare referentiewaarden, dit wil zeggen waarden gerelateerd aan een geschikte (bij voorkeur internationale) meetstandaard;*
- *geadderde praktijkmonsters waarvan de werkelijke waarde gebaseerd is op de gravimetrisch/volumetrisch toegevoegde hoeveelheid, deze kunnen zowel zelf aangemaakt zijn of deel uitmaken van een ‘proficiency testing’; hierbij dient opgemerkt te worden dat additie-experimenten te optimistische resultaten kunnen opleveren omdat het toegevoegde deel van de component niet op dezelfde wijze in het monster opgenomen wordt als het oorspronkelijke deel;*

- *rondzendmonsters met een consensuswaarde (bijv. gemiddelde waarde uit 'proficiency testing' schema's) waarbij verschillende/gelijke methoden werden toegepast;*
- *niet-gecertificeerd referentiemateriaal en/of praktijkmonsters met een waarde die onafhankelijk is van het te valideren systeem, bijvoorbeeld bepaald met een andere methode waarvan de bias gekend is."*

Paragraaf 3.1.2.2: ik ben niet voorstander voor het gebruik van interlaboratoriumtesten (of proficiency testing in het Engels) voor meetonzekerheid bepaling. Zoals vermeld in het document BELAC 2-108 (paragraaf 6.5.2), zijn er weinig gegevens beschikbaar op korte termijn. Voor water, zijn er ook veel labo's die interlaboratoriumtesten op schoon water gebruiken en soms zijn geladen stalen niet beschikbaar voor verschillende parameters. Volgens mij, geven de interlaboratoriumtesten meer inzicht voor de juistheid dan voor de meetonzekerheid. De u_{bias} afkomstig van een correctie factor is misschien beter geschat door validatie gegevens.

VITO : zie opmerking hierboven

BELAC 3

Algemene commentaar

- A1. het document maakt geen melding van het begrip "blindmonster". Op zichzelf vind ik dat positief omdat het onderscheid tussen blind- en duplomonster mij artificiëel lijkt. Maar vele laboratoria maken dit onderscheid wel. Een korte vermelding van de equivalentie lijkt mij opportuun

VITO : voor gebruikte terminologie en definities wordt verwezen naar CMA/6/A; deze zijn in de mate van het mogelijke gebaseerd op internationale definities; om verwarring te vermijden is de term "blindmonster" niet opgenomen.

- A2. zelf ben ik geen voorstander om ringtesten op te nemen in de bepaling van de prestatiekenmerken om volgende redenen:
 - (a) proficiency = vaardigheid, bekwaamheid. Een ringtestresultaat is meer representatief voor wat een labo kan, eerder dan voor wat het (dagelijks, onder productieomstandigheden) doet.
 - (b) de wijze waarop ringtestresultaten door een labo worden bekomen in de praktijk wijkt vaak af van de wijze waarop de analyseresultaten van klantmonsters worden bekomen: vaak meerdere herhalingen, verantwoordelijke bekijkt ringtestresultaat met veel meer aandacht, ...
 - (c) de aangeboden matrix kan zeer sterk afwijken van de aard van de matrices die het labo normaal ontvangt
 - (d) het labo is in de evaluatie minstens gedeeltelijk afhankelijk van de resultaten van andere labo's, terwijl het prestatiekenmerk toch INTRAlaboratorium bedoeld is.
 - (e) soms gering aantal deelnemende laboratoria
 - (f) verdeling meetresultaten is soms niet normaal

(g) de resultaten in een ringtest zijn vaak met zeer verschillende methoden/technieken bekomen. Bijv. HF digestie wordt in buitenland zelden toegepast, ...

(h) ringtestresultaat is mix van resultaten van ervaren en minder ervaren labo's

(i) in vele gevallen is het aantal ringtestresultaten beperkt, zeker als men rekening houdt met de matrix, en moet men jarenlang "sparen" om enig representatief aantal te bekomen

VITO : aangehaalde bezorgdheden zijn grotendeels terecht; in § 3.1 worden deze punten mee opgenomen als aandachtspunten bij het gebruik van ringtestgegevens; het niet langer gebruiken van dergelijke gegevens zou echter diverse problemen creëren (consistentie meetonzekerheid vs. ringtesten, nog minder informatie m.b.t. bias, ...)

- A3. men combineert resultaten van verschillende oorsprong (duplo, spike, CRM, ringtest) zonder rekening te houden met een specifiek gewicht van elk resultaat. Dus 2 ringtestresultaten hebben evenveel belang als bijv. 20 spike-resultaten

VITO : blijft voor een deel gebaseerd op expert judgement (zie ook vorige commentaar en aandachtspunten); wat de bias betreft is geopteerd om de beschikbare data uit te middelen over de verschillende materialen eerder dan elk individueel resultaat even veel gewicht toe te kennen (zie §3.1.2.2), omwille van de diversiteit van "afval"

- A4. het document is te weinig expliciet over aantal resultaten nodig om (operationeel) zinvolle uitspraken te kunnen doen.

VITO : minimale aantallen voor de berekening van de juistheid en reproduceerbaarheid worden eveneens vermeld in CMA/6/A

Specifieke commentaar

- S1. [pg. 3, voorlaatste bolletje]: voor de anorganische methoden is een expliciete correctie van het resultaat voor de bias minder gebruikelijk. Het is onduidelijk of dit document aanbeveelt om dit toch te doen

VITO : er wordt geen aanbeveling gegeven in dit document, indien een correctie voor bias noodzakelijk is dient dit in de betreffende CMA te zijn opgenomen (Bv CMA/3/B PAK)

- S2. [pg. 4, na def. ubias]: een duidelijker uitspraak over "voldoende bias gegevens" ware wenselijk (cfr. A4)

VITO : wordt in de praktische werkwijze 3.1.2.2 verder beschreven

"Om enigszins representatief te zijn dient gestreefd te worden naar tenminste 5 materialen van verschillende aard/herkomst ter onderbouwing van de uiteindelijke gecombineerde bias."

- S3. [3.1.2, eerste alinea], eliminatie uitschieters: lijkt mij te strenge eis, die soms tot onrealistische prestatiekenmerken leidt. Niet steeds vindt men logische verklaring voor elke uitschieter (leidt ertoe dat men een uitschieter standaard onder "storing" zal catalogeren)

VITO : CMA § 3.1.2 wordt aangepast : "Aanbevolen wordt om uitbijters onder de analyseresultaten niet te verwijderen, tenzij om naspeurbare technische redenen (bijv.

foutieve manipulatie, storing tijdens de meting, ...) of met grondige statistische onderbouwing”

- S4. [3.1.2, eerste alinea] impliceert dat de validatie ná de eigenlijke methodenontwikkeling komt. Beter dit expliciet vaststellen om verzameling van gegevens uit allerlei stadia te vermijden en een homogene set resultaten te bekomen

VITO : dit is volgens ons voldoende ondervangen in § 3.1.2:

“Alle metingen welke als input gebruikt worden voor de meetonzekerheid moeten strikt volgens de betreffende analyseprocedure zijn/worden bekomen; bij elke belangrijke aanpassing aan de methode dient de meetonzekerheid te worden gehervalueerd.”

- S5. [3.1.1, 3e alinea]: meer aandacht voor bepalingen waarbij reële monsters doorgaans meetwaarden onder de rapporteringsgrens opleveren. Bijv. hoe statistisch omgaan met dubbele spike.

VITO : Voor de statistische verwerking dient geen onderscheid gemaakt tussen spike en “dubbele” spike, tenminste als men waarden interpreteert als één meetpaar.

Tekstuele commentaar

- T1. [3.1.1, 1e alinea]: "van steeds weerkerende fenomenen" ipv "van een steeds terugkerend fenomeen"

VITO : CMA wordt aangepast

- T2. [3.1.1, 1e alinea]: "waardoor vaker een te lage" ipv "waardoor steeds een te lage"

VITO : CMA wordt aangepast

- T3. [3.1.1, 2e alinea]: "toevallige afwijking" ipv "toevallige afwijkingen"

VITO : CMA wordt aangepast

- T4. [pg. 3, laatste bolletje]: " rond de reële waarde" ipv "rond de meetwaarde"

VITO : niet akkoord; meetonzekerheid slaat steeds op de meetwaarde

BELAC 4

Algemene opmerkingen/bedenkingen

Mijns inziens kan beter slechts één methode in detail beschreven worden, waarbij ik de voorkeur geef aan deze met lineaire sommatie. Zoals er terecht wordt opgemerkt, geven beiden methoden in de praktijk toch praktisch dezelfde waarden, tenzij in extreme gevallen (in welk geval de lineaire sommatie volgens mij de meest correcte is). Dus waarom niet deze met lineaire sommatie propageren? Dit maakt het document heel wat eenvoudiger en het is toch het doel om labo's die minder thuis zijn in de materie een eenvoudige en praktische leidraad te bieden? Natuurlijk moeten we labo's (die beter thuis zijn in de onzekerheidsbepalingen) toelaten ook andere methoden te gebruiken, waarvan ik echter enkel de referenties zou vermelden (GUM, Eurachem guide, Nordtest report, ...).

VITO : deze auditor heeft voorkeur voor lineaire sommatie

Kunnen we niet expliciet eisen dat de meetonzekerheid zeker moet gekend zijn (bepaald worden) op het niveau van de normwaarde (wanneer deze bestaat)? Het is toch op de normwaarde dat de meetonzekerheid belangrijk is, bijvoorbeeld om beslissingen te kunnen nemen. Dit heeft als bijkomend voordeel dat alle labo's minstens op één niveau een meetonzekerheid kennen die onderling kan vergeleken worden.

Nota: - Uit de praktijk weet ik dat sommige labo's de meetonzekerheid nu bepalen op een volkomen onrealistisch niveau (meestal aan de hand van spikes).

VITO : CMA wordt verduidelijkt in § 3 : “De meetonzekerheid dient afzonderlijk bepaald te worden voor alle hoofdmatrixes in het toepassingsgebied van de analysemethode en preferentieel op een concentratieniveau nabij de toetsingswaarde van de regelgeving (zie CMA 6/A bijlage B); onrealistisch hoge concentratieniveau's dienen vermeden te worden.”

- Heel vaak wordt er ook gezondigd tegen het feit dat men een combinatie maakt van biases of CV's waarvan niet kan ondersteld worden dat ze constant zijn (statistisch gesproken uit dezelfde populatie komen). Hierop zou ik dan ook wat meer nadruk leggen (cfr CMA-document aangaande validatie). Een alternatief dat ik zeer bruikbaar vind om de meetonzekerheid over het ganse bereik te kennen, bestaat erin de meetonzekerheid in absolute eenheden te bepalen op een zeer laag concentratieniveau en deze in % voor een hoog concentratieniveau. De meetonzekerheid kan dan in formulevorm weergegeven worden als: $U = \sqrt{U_c^2 + C^2 \cdot U_R^2}$ waarin U de meetonzekerheid is op het analyseresultaat in absolute eenheden, U_c de meetonzekerheid (in absolute eenheden) voor zeer lage concentraties, C de concentratie (het analyseresultaat) en U_R de relatieve meetonzekerheid (in decimaalfraction) voor hoge concentraties. Deze formule staat ook in de Eurachem Guide (annex E) en ik heb de ervaring dat dit zeer goed werkt (ik heb voor een aantal parameters de meetonzekerheid bepaald op een groot aantal concentratieniveaus en de regressie van deze data vergeleken met de aangehaalde formule, hetgeen een goede overeenkomst gaf).

VITO : In CMA §3.1.1 wordt volgende voetnoot opgenomen: “In sommige gevallen, en meer in het algemeen over het volledige werkgebied van de methode, kan de meetonzekerheid zowel een constante als een proportionele bijdrage in functie van het concentratieniveau omvatten. Voor een aanpak van de berekening van de meetonzekerheid in deze gevallen wordt verwezen naar Eurachem/CITAC Guide, Annex E, e.4 : “uncertainty dependent on analyte level”

Hetgeen ik ook zeer belangrijk vind (en het vermelden waard) is het feit dat er bij de beoordeling van de bekomen meetonzekerheden ook 'expert judgement' aan te pas moet komen (gezond boerenverstand). Ik ben het al meermaals tegengekomen dat er volkomen onrealistische waarden voor de meetonzekerheden werden bekomen, die men volledig kon staven met meetgegevens (bijvoorbeeld resultaten van addities). In dit verband is het belangrijk de consistentie van de bekomen meetonzekerheden met andere gegevens na te gaan, zoals interlaboproeven (zie ook document BELAC 2-106 punt 4.3.3), controlekaarten van controlestalen, ...

VITO : akkoord, cfr §1 : “Hierbij dient benadrukt te worden dat een zo goed mogelijke schatting van de meetonzekerheid steeds “expert judgement” vergt”

Ik zou er iets meer nadruk op leggen dat het document zich beperkt tot de INTRA-lab meetonzekerheid.

VITO : akkoord, in § 1 wordt hierop nog meer aandacht getrokken via “Deze procedure bevat richtlijnen om de meetonzekerheid binnen een laboratorium (intra-laboratorium) bij kwantitatieve ...”

Meer punctuele opmerkingen/bedenkingen

Punt 3, eerste alinea. Is het echt noodzakelijk de meetonzekerheid jaarlijks te updaten? Persoonlijk ben ik daar niet zo een voorstander van, op voorwaarde dat ze (aanvankelijk) bepaald is met voldoende gegevens en regelmatig nagegaan wordt of ze nog wel voldoet (na te gaan door consistentie met interlaboresultaten te onderzoeken bijvoorbeeld).

VITO : cfr. §3 is een minimale actualisatie van 1x per 4 jaar vooropgesteld

Punt 3, 2de alinea. "Al naargelang de wijze van combineren van deze elementen ..." Welke elementen worden bedoeld?

VITO : 2^{de} en 3^{de} alinea worden omgewisseld, zodat dit duidelijk wordt

Punt 3.1.1: "Op voorwaarde dat de ... worden". Ik weet wel wat u bedoelt, maar vrees dat dit niet voor iedereen duidelijk is, zoals het hier geformuleerd wordt.

VITO : via de werkgroepen zal worden geprobeerd dit voor iedereen duidelijk te maken

Punt 3.1.1: "De analysemethode omvat ...". U schrijft dat dan de resulterende bias klein is t.o.v. CV_{RW} , maar is die dan niet gelijk aan nul? Wanneer er een grote bias bestaat (bijvoorbeeld wegens laag extractierendement), en die bovendien best nog redelijk 'stabiel' is, kan men hiervoor corrigeren, maar men moet dan toch de (grote) bias zelf niet meer in rekening brengen (wel de onzekerheid op de bias of de correctiefactor).

VITO : CMA werd verduidelijkt :

“De analysemethode omvat reeds een correctie voor een significante bias (cfr. de door Eurachem aanbevolen werkwijze):

Na correctie voor de significante bias is de resulterende $|b|$ normaal klein ten opzichte van CV_{RW} , en het meenemen ervan leidt tot een verwaarloosbare overschatting van de meetonzekerheid;”

Werd vervangen door :

“Indien in de berekeningswijze van de methode een correctiefactor is opgenomen voor een significante bias, wordt de resterende $|b|$ normaal klein ten opzichte van.....”

Punt 3.1.1: Er wordt vermeld dat een zinvolle berekening van u_{bias} voldoende gegevens vergt en bij beperkt aantal gegevens de kwadratische sommatie meer aangewezen kan zijn. Ik zie echter niet in hoe de kwadratische sommatie een meer accurate schatting kan geven (meer vrijheidsgraden heeft) dan de lineaire bij een zelfde aantal gegevens.

VITO : betreffende zin wordt geschrapt; dit was gebaseerd op een te beperkt aantal voorbeelden.

Punt 3.1.2.1, laatste alinea: Men beveelt aan om bij meerdere schattingen van CV_{RW} de hoogste waarde te nemen. De statistisch correcte manier echter om verschillende schattingen van CV's te combineren tot één betere schatting, is het poolen van de verschillende CV's.

VITO : akkoord, CMA wordt aangepast naar gebruik van gepoolde waarde i.p.v. rekenkundig gemiddelde

Punt 3.1.2.2: u_{bias} is de (standaard)onzekerheid op de *gemiddelde* bias. In de formule dient er dan ook nog een term $1/\sqrt{n}$ te komen. Zoals de formule nu gegeven wordt, zit in u_{bias} een groot deel van CV_{RW} . Wanneer alle b_i gebaseerd zijn op slechts één meting, zoals vaak het geval is bij ringtesten, zit CV_{RW} zelfs volledig in de weergegeven u_{bias} . Nu heb ik in principe niets tegen een overschatting van de meetonzekerheid, maar het dubbel in rekening brengen van een term (die dan nog vaak de grootste bijdrage levert) lijkt me wat overdreven.

VITO : akkoord, CMA werd overal waar nodig gewijzigd in de zin dat u_{bias} de standaard onzekerheid op de *gemiddelde* bias is; in de betreffende formules werd een term $1/\sqrt{n}$ toegevoegd

Punt 3.2: de u_{bias} hier is iets anders dan de u_{bias} onder 3.1.2.2, hetgeen verwarrend is (een verschillend symbool lijkt me aangewezen): in 3.2 is u_{bias} de onzekerheid *ten gevolge van* de bias, in 3.1.2.2 is u_{bias} de onzekerheid *op* de bias.

VITO : zie vorige vraag.

Punt 3.2: het gebruik van $u(Cref)$ is niet altijd consequent en is verwarrend: in de hoofdformule zou ook $u(Cref)_{gemiddeld}$ moeten staan (nu is 'gemiddeld' niet vermeld). Ook staat er in de tekst dat een gemiddelde interlaboratorium-variatiecoëfficiënt wordt berekend, hetgeen niet correct is: de gemiddelde $u(Cref)$ wordt berekend, zoals aangegeven in de formule. Wanneer de $u(Cref)$ volledig wordt bepaald door $CV_{R,i}$ (en m_i), is het niet correct de $u(Cref)$ te middelen, maar dienen ze gepoold te worden.

VITO : grotendeels akkoord met probleemstelling, maar uit de voorbeelden en commentaar in het Nordtest-rapport blijkt dat met deze methode klaarblijkelijk geen gemiddelde $U(Cref)$ wordt berekend maar de verhouding van de gepoolde (in praktijk vereenvoudigd naar gemiddelde) CV_R t.o.v. de vierkantswortel uit het gemiddeld aantal deelnemers; CMA wordt in die laatste zin aangepast

Hierbij toch ook de opmerking dat $u(Cref)$ niet altijd gelijk is aan CV_R / \sqrt{m} (tenzij men steeds de bias berekent t.o.v. het gemiddelde der labo's): in sommige ringtesten wordt een 'theoretische' referentiewaarde gegeven en een berekende $u(Cref)$ (dit bijvoorbeeld wanneer 'stalen' synthetisch/gravimetrisch worden aangemaakt).

VITO : CMA §3.2 wordt aangevuld met: “Bovenstaande berekening van $U(Cref)$ is niet van toepassing indien de organisator van de interlaboratoriumvergelijking een waarde voor $U(Cref)$ rapporteert welke ‘bottom-up’ afgeleid is uit het aanmaakproces van de monsters. Desgevallend wordt van dergelijke waarden best de ‘worst case’ rechtstreeks overgenomen in de meetonzekerheidsberekening”.

Voorbeeld 5.1: $u_{\text{bias}}(\%)$ uit terugvindingsdata is volgens mij niet 15.8, maar 15.2%.

VITO : alle voorbeelden werden herberekend n.a.v. de aanpassing van sommige formules

Voorbeeld 5.3: voor $u_{\text{sup}}(\%)$ laag gebied wordt een zelfde waarde genomen als voor het hoog gebied (u_{sup} laag gebied is niet bepaald geweest). Is dit geoorloofd?

VITO : indien er ook een controlemonster op laag niveau zou geweest zijn, had men beter de aldus bekomen CV in de berekening van de meetonzekerheid meegenomen i.p.v. de 17% voor het hoog-niveau controlemonster. Volgende opmerking wordt in CMA toegevoegd: “indien er ook lange-termijnsgegevens van een controlemonster met gehalte rond 1 $\mu\text{g/l}$ beschikbaar zouden geweest zijn, ware het beter om u_{sup} voor het laag gebied hieruit af te leiden in plaats van de waarde voor het hoog gebied over te nemen.”