

Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Brugere af Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger

Dato: 31. maj 2016

Emne: **Tydeliggørelse af emner i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger**
Bekendtgørelsens bilag 1.1.6 Kontrol med laboratoriets analysekvalitet
Målinger med anvendelse af intern standard

Problemstilling

Dette notat handler om, hvordan et laboratorium skal forholde sig, når der ved en måling anvendes intern standardisering, og genfinding af den tilsatte interne standard er utilfredsstillende.

Baggrund for intern standardisering

Intern standardisering anvendes for mange målemetoder til at minimere fejl, f.eks.

- fra tab under prøveforberedelse (f.eks. filtrering, kolonneoprensning, fordampning og forskelle i slutvolumen af den færdigbehandlede prøve)
- ufuldstændig ekstraktion (prøvens matrix binder måleparameteren så hårdt, at ekstraktionsudbyttet er væsentligt under 100 %)
- påvirkning af måleinstrumentets følsomhed fra prøvens matrix
- korrektion for ændringer i måleinstrumentets følsomhed gennem en sekvens

Tab under prøveforberedelse skyldes typisk tab under håndtering af prøven. I praksis kan denne type af tab ikke adskilles fra tab, der skyldes ufuldstændig ekstraktion eller påvirkning af måleinstrumentets følsomhed.

En forudsætning for at intern standardisering giver et retvisende resultat er, at der ikke er interferens på måling af den interne standard, hverken ved at komponenter i prøven giver respons oven i den interne standard eller at den interne standard tapes i urimeligt høj grad. Det er derfor nødvendigt at have kontrol med genfinding af den interne standard i hver analyseret prøve /1/.

Kontrol med genfinding af intern standard

Man kan opnå kontrol med genfinding af intern standard ved at sammenligne respons fra den interne standard i kalibreringsopløsningen (eller middelrespons fra alle kalibreringsopløsninger) med respons i hver prøve.

Det kan gøres direkte under forudsætning af, at slutvolumen for alle prøver er identiske. Hvis slutvolumen varierer, må der tilsættes en ekstra intern standard inden analyse. Denne har alene til formål at korrigere for det varierende slutvolumen. Proceduren herfor kan f.eks. ses i /1/.

Til brug for kvalitetssikring skal fastsættes tolerancegrænser for genfinding af den interne standard.

I de tilfælde, hvor den interne standard tabes på grund af prøvens matrix, er fastsættelse af tolerancegrænser en særlig udfordring. Begrundelsen er følgende:

- 1) Den interne standard er kun i kontakt med prøvematrix kortvarigt sammenlignet med de parametre, der analyseres i prøven. Det er derfor ikke sikkert, at den grundlæggende antagelse om, at den interne standard og den parameter, der korrigeres ved hjælp af intern standard, tabes i lige stort omfang.
- 2) En forudsætning for, at en korrektion for manglende ekstraktionseffektivitet kan være retvisende, er, at måleparameter og intern standard er meget tæt på identiske. Ideelt skal intern standard være identisk med måleparameteren, men isotopmærket. Jo større forskel, der er mellem måleparameter og intern standard, jo mindre pålidelig vil korrektionen være,
- 3) Hvis der er væsentligt tab af den interne standard, vil det påvirke måleusikkerheden. Det skyldes, at usikkerheden på den indirekte bestemmelse af genfindning, der ligger i anvendelse af intern standard, stiger med faldende genfindning.

Acceptabel genfindning

Et væsentligt tab af intern standard betyder af ovenstående tre grunde, at kvaliteten af analyseresultater baseret på den interne standard er tvivlsom. Der kan ikke gives faste retningslinjer for, hvor lav genfindning der kan accepteres. Laboratoriet må ved sin metodeindkøring bestemme, hvornår måleusikkerhed, herunder korrekthed/bias, påvirkes mærkbart som følge af manglende genfindning af intern standard.

Under forudsætning af at der ved indkøring og validering er genereret data, der dokumenterer det, kan der evt. arbejdes med indre og ydre tolerancegrænser for genfindning af intern standard: indre grænser, hvor måleusikkerheden er øget, men dog stadig på et niveau, så et resultat er meningsfyldt, og ydre grænser, hvorefter der ikke længere kan afrapporteres et resultat. Dette skal være beskrevet i målemetoden.

Et led i kvalitetssikringen er herefter, at det for hver prøve kontrolleres, at genfindingen af den interne standard ligger inden for de forud fastsatte grænser. Er det ikke tilfældet, er resultatet ikke troværdigt og kan derfor ikke rapporteres.

/1/ ISO/TS 13530: Water quality – Guidance on analytical quality control for chemical and physicochemical water analysis, 2009.

Revisionshistorie			
Dato	Version	Revideret af	Årsag til ændring
2016.05.31	1	UOL	-