

Miljøstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske og Mikrobiologiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Brugere af Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger

Dato: 16. november 2020

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

Det er god praksis at anvende intern standardisering til kemiske analyser. I nogle metoder er der krav om brug af interne standarder eksempelvis i ISO-18857-2. 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)
- fra ufuldstændig ekstraktion i de tilfælde hvor parameteren adsorberes til prøvens matrix (i de tilfælde hvor parameteren er inkorporeret i prøvematrix, kan anvendelsen af en intern standard dog ikke kompensere for den ufuldstændige ekstraktion)
- 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 tabes 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 den tilsatte mængde intern standard i kalibreringsstandarderne og i prøverne er 100 % identisk.

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 genfinding, der ligger i anvendelse af intern standard, stiger med faldende genfinding.

Acceptabel genfinding

Et væsentligt tab af intern standard betyder af ovenstående tre grunde, at kvaliteten af analyseresultater er tvivlsom. Der kan ikke gives faste retningslinjer for, hvor lav genfinding der kan accepteres. Laboratoriet må ved sin metodeindkøring bestemme, hvornår måleusikkerhed, herunder korrekthed/bias, påvirkes mærkbart som følge af manglende genfinding 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 genfinding 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 skal 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
2020.11.16	2	KME	Tilføjelse af at det er god praksis at anvende intern standardisering. Præcisering af forhold, der skal tages i betragtning ved anvendelse af intern standard til bedømmelse af ufuldstændig ekstraktion. Tilføjelse af forudsætning for at opnå kontrol med genfinding af intern standard.
2016.05.31	1	UOL	-