



Bilag 5

Kemiske analyser

Krav til dokumentation af analysemetode.

Ved udførelse af analyser kan Miljøstyrelsen stille krav om dokumentation mht. analysekvaliteten for den anvendte analysemetode. Laboratoriet skal forholde sig til disse krav.

Omfanget af kravene til dokumentation af analysemetoder kan opdeles i 4 typer afhængig af hvor veldokumenteret metoden er i forvejen.

1) Akkrediterede analyser: Der vil ikke blive stillet krav om yderligere dokumentation da laboratoriet overfor Danak eller andre akkrediteringsorganer har dokumenteret analysemetoden. Miljøstyrelsen har dog som rekvirent krav på dokumentation hvis det ønskes i henhold til ISO 17025 "Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence".

2) Standardiserede metoder ud fra nationale eller internationale regler (DS, ISO, CEN, DIN, EC mv.). Laboratoriet skal sikre at den udførte analyse kan overholde standardens krav mht. eksempelvis blindværdier, måleområde, detektionsgrænser og præcision afhængig af hvad standarden angiver. Dokumentation skal forevises Miljøstyrelsen efter anmodning.

3) Publicerede metoder. Disse kan opdeles i to typer:

3a) Metoder i videnskabelige publikationer: Disse analysemetoder er peer reviewed, dvs. faglig evalueret. Her skal laboratoriet verificere metoden mht. følgende relevante elementer: Detektionsgrænse, måleområde, blindværdi og genfinding/korrekthed.

3b) Publicerede metoder fra rapporter er ikke nødvendigvis underlagt den samme strikse eksterne evaluering som en videnskabelig publiceret metode. Her skal laboratoriet verificere/validere følgende parametre afhængig af hvor veldokumenteret den pågældende metode er: Detektionsgrænse, præcision, måleområde, blind og genfinding/korrekthed

4) Nyudviklede analysemetoder: Laboratoriet skal her kunne dokumentere en validering af metoden indeholdende følgende elementer: Beskrivelse af metoden, præcision, korrekthed og genfinding, blindværdi, måleområde, selektivitet og detektionsgrænse.

Nedenfor er en nærmere uddybelse af den dokumentation der som minimum kræves.

- Præcision bestemmes ved gentagen måling af en prøve eller et kontrolmateriale. Minimum en seksdobbel bestemmelse.
- Korrekthed og genfinding bestemmes ud fra en et kontrolmateriale med en referenceværdi eller ud fra naturlig spiket prøve (standard addition). Minimum en seksdobbel bestemmelse på højt og lavt niveau. Præcision og korrekthed kan bestemmes ud fra de samme prøver.
- Blindværdier bestemmes på basis af en ægte blind dvs. en blindprøve som følger hele processen i analysen.
- Tab under en evt. oprensning er ligeledes relevant at dokumentere.
- Linearitet: Der skal angives om der er linearitet i måleområdet. Dette bestemmes med 6 målepunkter på en standardkurve. Kan det dokumenteres at der er fuld linearitet i måleområdet, kan færre på punkter på standardkurven anvendes.

- Måleområde skal angives

- Selektivitet, dvs. vurdering af risikoen for interferenser og kromatografisk adskillelse af toppe/parametre i analysen, dvs. vurdering af kvantifikationsmetoden.

- Detektionsgrænse skal dokumenteres og metode til beregning af detektionsgrænse skal beskrives.

- Kontrolmaterialer: Det kan være kontrolmateriale i relevant matrice, syntetiske prøver, tilsætning til prøve (standard addition), almindelig prøve. De anvendte kontrolmaterialer vil afhænge af hvad der er kommercielt tilgængeligt.