



Kemiske analyser – Krav til dokumentation af analysemetode

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

Alle analyser udføres som ægte dobbeltbestemmelser, med mindre andet er aftalt forudgående med Miljøstyrelsen.

Omfanget af kravene til dokumentation af analysemetoder kan opdeles i fire typer afhængigt 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. Gældende standardiserede metoder ud fra nationale eller internationale regler (DS, EN, ISO, CEN, DIN, EC mv.). Laboratoriet skal sikre, at den udførte analyse kan overholde standardens krav mht. eksempelvis blindværdier, måleområde, detektionsgrænser og præcision afhængigt af hvad standarden angiver. Dokumentation skal forevises Miljøstyrelsen efter anmodning.
3. Publicerede metoder. Disse kan opdeles i to typer:
 - 3.1. 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.
 - 3.2. 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 afhængigt 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 sekstobbelt bestemmelse.
 - Korrekthed og genfinding bestemmes ud fra en et kontrolmateriale med en referenceværdi eller ud fra naturlig spiket prøve (standard addition). Minimum en sekstobbelt 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 seks 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.
- Detektionsgrænsen skal dokumenteres og metode til beregning af detektionsgrænsen 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.

Kontrolanalyser

Nogle analyser i nogle projekter kan være analyser af kemikalier reguleret med en grænseværdi i lovgivningen. Denne grænseværdi kan være en indholdskoncentration, migrationskoncentration eller en koncentration for emission. Kravene til disse analyser er tilsvarende ovenstående angivet krav.

Screeningsanalyser

Nogle analyser kan efter forudgående aftale med Miljøstyrelsen, udføres som screeningsanalyser, og her kan krav til ægte dobbeltbestemmelse fraviges.

Analyser i forbindelse med projekter, der indeholder et kontrolelement

Såfremt der identificeres mulige overtrædelser af lovgivningen for konkrete produkter, der indgår i projektet, skal der for de pågældende produkter udformes og leveres individuelle analyserapporter og Miljøstyrelsen skal orienteres hurtigst muligt. Dette gælder både når en evt. grænseværdi fastsat i lovgivningen formodes overskredet, men også hvis en risikovurdering viser, at et eller flere kemikalier i produkter kan udgøre en mulig risiko.