

Naturstyrelsens Referencelaboratorium for Kemiske Miljømålinger

NOTAT

Til: Brugere af Bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer mv.

Dato: 21. marts 2011

Emne: **Tydeliggørelse af emner i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v.**
Bekendtgørelsens bilag 1.1.5 Kontrol med laboratoriets analysekvalitet
Intern kvalitetskontrol, frekvens for periodisk vurdering

Dette notat uddyber forståelsen af kravet til periodisk vurdering af data fra intern kvalitetskontrol i bekendtgørelsen om kvalitetskrav til miljømålinger (herefter benævnt "bekendtgørelsen").

I bekendtgørelsen er kravet at følgende forhold ved kontrolresultater og kontrolkort vurderes periodisk:

1. stigning eller fald i kontrolværdier
2. overvægt af kontrolværdier på samme side af centralinjen
3. størrelsen af kvantifikationsgrænsen, LQ
4. den totale standardafvigelse, målt relativt (CV_T) på højt koncentrationsniveau og målt absolut (s_T) på lavt koncentrationsniveau.

Kravet er, at vurderingen foretages med en passende frekvens, således at laboratoriet kan dokumentere, at den daglige analysekvalitet forbliver uændret.

Trends i kontrolkortet

Punkt 1 og 2 er forhold, der i princippet vurderes - gerne automatisk - for hvert nyt punkt på et kontrolkort. Laboratoriet bør opstille kontrolregler for, hvor mange punkter i træk på et kontrolkort der må være stigende eller faldende, før laboratoriet skal tage action mod muligt skred i analysekvaliteten. Tilsvarende kontrolregler bør opstilles for antal punkter i træk på samme side af centralinjen.

Et eksempel på sådanne kontrolregler kan findes i DS/ENV ISO 13530 /1/. Analysen anses i henhold til dette sæt af regler for at være ude af kontrol, hvis følgende situationer indtræffer:

7 på hinanden følgende punkter med stigende tendens (gælder X-kort og R-kort)

7 på hinanden følgende punkter med faldende tendens (gælder X-kort og R-kort)

10 ud af 11 på hinanden følgende punkter på samme side af centralinjen (gælder X-kort).

Der kan i litteraturen findes varianter over kontrolregler, og der anbefales ikke her et bestemt sæt regler. Det væsentlige er, at laboratoriet opstiller pålidelige regler og følger dem.

Størrelse af kvantifikationsgrænse og standardafvigelse

Punkt 3, kvantifikationsgrænse, og 4, standardafvigelse, i ovennævnte liste er størrelser, der beregnes ud fra et passende antal kontrolværdier.

De anbefalinger, der gives nedenfor, har som forudsætning, at den aktuelle analyse er i statistisk kontrol, hvilket vil sige, at metoden er indkørt og valideret, og at kvalitetskontrol er ind-

kørt, således at kontrolgrænser er på et niveau, hvor den ønskede kvalitet i henhold til metodevalideringen opnås, og der ikke er flere ude-af-kontrol situationer, end det er statistisk forventeligt.

Kvantifikationsgrænse beregnes ud fra standardafvigelsen inden for serien (bekendtgørelsens bilag 1.1.1), og s_T og CV_T er den totale standardafvigelse beregnet henholdsvis absolut og relativt (bekendtgørelsens bilag 1.1.2).

Beregning af standardafvigelse inden for serien og total standardafvigelse bør baseres på et passende stort antal kontroldata for at opnå en rimelig sikkerhed i de beregnede standardafvigelser. Hvis antallet af kontroldata er for lavt, vil standardafvigelserne variere meget fra beregning til beregning, uden at dette afspejler en tilsvarende variation i den reelle analysekvalitet. Ændringen vil alene skyldes normal tilfældig variation. I kvalitetskontrol anbefales det almindeligvis (se f.eks. /2/, side 30), at beregning foretages på mindst 20 sæt kontrolresultater.

I henhold til DS/EN ISO/IEC 17025 /3/ gennemføres ledelsens evaluering typisk en gang hver 12. måned. Grundlaget herfor er bl.a., at metodernes kvalitetsdata, herunder kvantifikationsgrænse og total standardafvigelse, forud er gennemgået.

Ud fra disse to hensyn er den generelle anbefaling, at periodisk vurdering af kvantifikationsgrænse og total standardafvigelse (absolut og relativ) foretages mindst en gang hver 12. måned, og at der i beregningerne bør indgå mindst 20 sæt kontroldata.

Hvis en given måling udføres så sjældent, at der inden for en 12 måneders periode ikke opsamles 20 sæt kontroldata henvises til Referencelaboratoriets notat om Kvalitetskontrol for sjældent udførte målinger /4/.

Kontrolgrænser i kontrolkort

Det understreges, at vurdering af kvantifikationsgrænse og total standardafvigelse i sig selv ikke bør føre til revision af kontrolgrænser i kontrolkort.

Kontrolgrænser i etablerede kontrolkort bør alene genberegnes, når man har foretaget driftsmæssige ændringer, der er årsag en ændret standardafvigelse.

Ved indkøring af et kontrolkort kan justeringer, både udvidelse og indskrænkning af grænser, komme på tale, indtil kontrolkortet har fundet sin endelige form, men dette kan foregå uden sammenhæng med den ovenfor omtalte periodiske vurdering af analysekvaliteten.

Grænser i kontrolkort skal naturligvis altid være af en størrelse, der sikrer, at krav til analysekvalitet kan overholdes.

Referencer

- /1/ DS/ENV ISO 13530. Vandundersøgelse. Vejledning til analytisk kvalitetskontrol af vandanalyser. 1999.
- /2/ DS/INF 66. SPC Statistisk processtyring. Kontrolkort og proceskapabilitet. 1992.
- /3/ DS/EN ISO/IEC 17025. Generelle krav til prøvnings- og kalibreringslaboratoriernes kompetence. 2005.
- /4/ Naturstyrelsens Referencelaboratorium. Tydeliggørelse af emner i bekendtgørelse om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v. - Bekendtgørelsens bilag 1.1.5 Kontrol med laboratoriets analysekvalitet, Intern kvalitetskontrol, kvalitetskontrol for sjældent udførte målinger. 2009.