

**By- og Landskabsstyrelsens
Referencelaboratorium**

Metoder til ekstern kvalitetssikring

Metoder til ekstern kvalitetssikring

Tlf: 70 22 42 30
Fax: 70 22 42 55
E-mail: eurofins@eurofins.dk
Web: www.eurofins.dk

Maj 2008

Klient By- og Landskabsstyrelsen		Klientens repræsentant Lis Morthorst Munk			
Projekt By- og Landskabsstyrelsens Referencelaboratorium		Projekt nr. 20401-17 og 20414-17			
Forfattere Ulla Lund og Pia Lassen* *Danmarks Miljøundersøgelser, Århus Universitet		Dato 19. maj 2008			
		Godkendt af Nis Hansen			
	Endelig rapport	UOL	NH	NH	21052008
	Andet udkast til rapport	UOL	NH	NH	19122007
	Udkast til rapport	UOL			
Revision	Beskrivelse	Udført	Kontrolleret	Godkendt	Dato
Nøgleord Ekstern kvalitetssikring, præstationsprøvning, sammenlignende prøvning, korrekthed, intern kvalitetskontrol, miljø, laboratorier		Klassifikation <input checked="" type="checkbox"/> Åben <input type="checkbox"/> Intern <input type="checkbox"/> Tilhører klienten			
Distribution By- og Landskabsstyrelsen Referencelaboratoriets Styringsgruppe Eurofins				Antal kopier fil fil 1	

INDHOLDSFORTEGNELSE

1	INDLEDNING.....	1
2	BAGGRUND	2
2.1	Projekt 2002.....	2
2.2	Krav til udbydere af præstationsprøvnings.....	4
2.3	Fastlæggelse af nominel værdi.....	5
3	FORMÅLET MED EKSTERN KVALITETSSIKRING	7
4	METODER TIL BESTEMMELSE AF KORREKTHED	8
5	MULIGHEDER FOR SAMMENLIGNENDE PRØVNING	9
5.1	Deltagelse i præstationsprøvnings.....	9
5.2	Deltagelse i udenlandske præstationsprøvnings som gruppe.....	10
5.3	Sammenlignende prøvnings, arrangeret af laboratorierne.....	12
5.4	Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol på miljølaboratorier (EKMI).....	13
6	DISKUSSION.....	15
6.1	Udbyder af ekstern kvalitetskontrol	15
6.2	Parametre, prøvetyper og koncentrationer	15
6.3	Nominel værdi.....	16
6.4	Sammenlignelighed for danske laboratorier	16
6.5	Dokumentation af aktiviteten	17
7	SAMMENFATNING OG KONKLUSION	18
7.1	Deltagelse i præstationsprøvnings.....	18
7.2	Deltagelse i udenlandske præstationsprøvnings som gruppe.....	18
7.3	Sammenlignende prøvnings arrangeret af laboratorierne.....	19
7.4	Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol.....	19
7.5	Konklusion	20
8	REFERENCER	21

1 INDLEDNING

En række præstationsprøvninger indenfor referencelaboratoriet for miljøkemiske analysers arbejdsområde udbydes fra 2007 ikke længere i Danmark, ligesom aktiviteten indenfor miljøfremmede stoffer på visse områder har måttet nedskæres. Det er imidlertid nødvendigt, at danske laboratorier deltager i præstationsprøvninger eller andre former for ekstern kvalitetskontrol med henblik på at demonstrere opfyldelse af kravene til analysekvalitet i bekendtgørelse nr. 1353 /2/.

Arbejdsprogrammet for referencelaboratoriet for miljøkemiske analyser indeholder en aktivitet, der har til formål at identificere andre muligheder for at laboratorier, der opererer på det danske marked, kan demonstrere korrektheden af deres målinger. Arbejdet udføres blandt andet med baggrund i et projekt fra 2000, støttet af Miljøstyrelsen, hvor forskellige muligheder for tilvejebringelse af data for ekstern kvalitetskontrol på områder, hvor der er få laboratorier, blev belyst.

Nærværende rapport er udarbejdet af referencelaboratoriet for miljøkemiske analyser med supplerende afsnit udarbejdet af referencelaboratoriet for miljøfremmede stoffer ved Pia Lassen, Danmarks Miljøundersøgelser Århus Universitet.

2 **BAGGRUND**

2.1 **Projekt 2002**

Det omtalte projekt støttet af Miljøstyrelsen, "Udvikling af præstationsprøvninger med henblik på sikring af pålidelige miljødata" /1/ havde to centrale hensyn i beskrivelsen:

- fastholde og forbedre beskrivelsen af analysekvaliteten
- fastholde eller om muligt reducere omkostningerne.

Baggrunden var det vigende antal laboratorier i Danmark. Dette medfører dels at omkostningerne til afholdelse af præstationsprøvninger bliver fordelt på færre laboratorier og dels, at det statistiske datagrundlag bliver forringet.

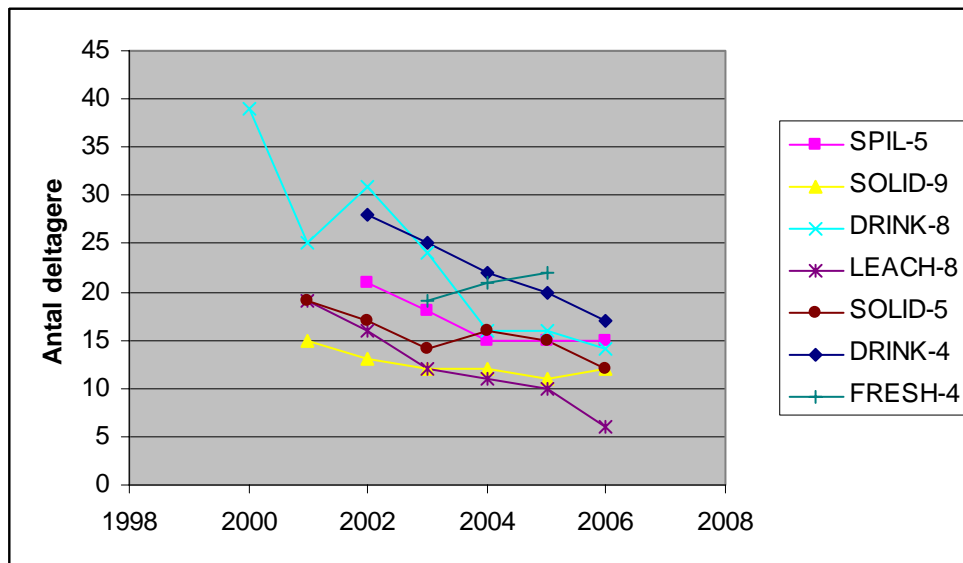
Rapporten identificerede syv nøgleområder for udvikling:

1. Effektivisering af kontrol med stabilitet og homogenitet af udsendte prøver
2. Inddragelse af en bredere deltagerkreds i danske præstationsprøvninger
3. Nedbringelse af omkostningerne ved effektiviseret logistik
4. Revurdering og forbedring af statistiske metoder til gennemførelse, databehandling og dataformidling i præstationsprøvninger
5. Etablering af et program til ekstern koordineret intern kvalitetskontrol på miljølaboratorier (kaldet EKMI) som et supplement til det eksisterende system af intern kvalitetskontrol og præstationsprøvninger, som kan give et mere kontinuert billede af det enkelte laboratoriums analysekvalitet
6. Etablering af et internetbaseret system til gennemførelse af præstationsprøvninger indenfor miljøanalyser i Danmark, blandt andet med henblik på nedbringelse af omkostningerne ved yderligere effektiviseret logistik og på forbedring og brugertilpasning af kommunikation med både deltagere, andre brugere og myndigheder
7. Akkreditering af danske arrangører af præstationsprøvninger.

Ovennævnte forslag til tiltag, som kunne reducere prisen pr. deltager, er nr. 1, 2, 3, 5 og 6.

Forslag til tiltag, som kunne forbedre databehandlingen, er nr. 2, 4 og 5.

Punkt 1, 2 og 3 blev umiddelbart gennemført indenfor miljøkemiske analyse. Det havde som effekt, at omkostningerne til afholdelse af præstationsprøvninger blev reduceret, og at der var flere deltagere til at dele disse omkostninger. Inddragelse af en bredere deltagerkreds var dog væsentligst succesrig for de generelle uorganiske parametre i spildevand. Fortsat koncentreret af laboratorieaktiviteter både i og udenfor Danmark har betydet, at antallet af deltagere i alle andre præstationsprøvninger er faldet år for år siden rapportens udgivelse i 2000, hvilket er illustreret i Figur 1 (miljøkemiske analyser) og Figur 2 (miljøfremmede stoffer). Figur 1 viser ikke præstationsprøvninger for organisk stof og næringsstoffer i spildevand, hvor antallet af deltagere er væsentligt højere og nogenlunde konstant.



Figur 1 *Udvikling i antallet af deltagere i danske præstationsprøvninger.*

Faldet skyldes et fald i antallet af danske laboratorier og i de senere år tillige reduceret gennemsnitlig frekvens for deltagelse i præstationsprøvninger. For drikkevand er der tillige et markant fald i antallet af udenlandske deltagere, mens antallet for de øvrige præstationsprøvninger er nogenlunde konstant.

Det er således ikke lykkedes at kompensere for faldet i antal af danske laboratorier ved en tilsvarende stigning i deltagelse fra udlandet, formodentlig fordi der i de øvrige nordiske lande er sket en koncentrering af laboratorierne i stil med den danske.

Antallet af deltagere er i de fleste præstationsprøvninger mellem 12 og 15. Med deltagerantal i den størrelsesorden er prisen pr. deltager høj, uanset de gennemførte tiltag for at nedbringe omkostningerne, med mindre der slækkes på kvalitetskrav til præstationsprøvningerne. Punkt 1, 3 og 6 af ovennævnte nøgleområder er derfor ikke aktuelle og var i øvrigt i stort omfang implementeret allerede.

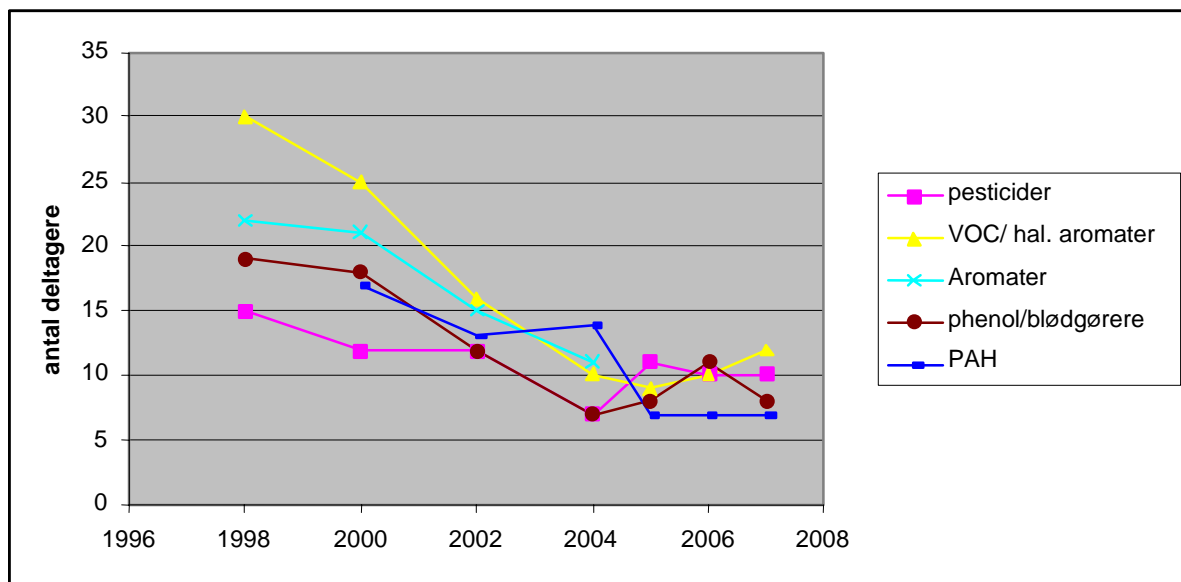
Punkt 2 - inddragelse af en bredere brugerreds - er som nævnt forsøgt, men er kun lykkedes for næringsstoffer og organisk stof i spildevand. Punkt 4 - forbedring af dataformidling - var i et vist omfang gennemført med henblik på at tiltrække deltagere udenfor Danmarks grænser. Desuden er etableret mulighed for anvendelse af robust statistik således at databehandling kunne ske ved selv lave deltagerantal.

Punkt 7 - akkreditering af udbydere - har ikke umiddelbart indflydelse på muligheden for at tilbyde ekstern kvalitetskontrol til danske laboratorier.

Af de tiltag, som blev identificeret med rapporten i 2000 resterer således alene punkt 5 - EKMI - som en potentiel mulighed i dag. Denne omtales nærmere i afsnit 5.4.

Præstationsprøvninger indenfor organiske mikroforureninger i vandige matricer udbydes af BLS's andet referencelaboratorium for Miljøfremmede stoffer under NEXT programmet (National Environmental Xenobiotics Test). Programmet har været udbudt siden 1998 som en understøttelse til NOVA og efterfølgende NOVANA. Programmet blev i sin tid designet som et lavbudget program med hyppige prøvninger (3 prøvninger på i alt tre niveauer i løbet af 2 år). Også dette program har oplevet en reduktion i antallet af laboratorier på omkring en halvering i forhold til 1998 (fra mellem 25 til 15 ned til 13 til 7 laboratorier). De sidste par år har antallet dog ligget rimelig konstant, da det

har været muligt at inddrage andre nordiske - primært svenske og norske - laboratorier (punkt 2). Det lave antal betyder imidlertid, at det er blevet sværere at sikre en robust statistik i forbindelse med præstationsprøvningsprogrammerne. Derfor arbejdes der løbende på at skaffe yderligere udenlandske deltagere.



Figur 2 Udvikling i antallet af deltagere i danske præstationsprøvningsprogrammer for organiske mikroforureninger under NEXT programmet.

På grund af de reducerede monitoringsfrekvenser i NOVANA i forhold til NOVA har det dog været nødvendigt at sænke hyppigheden, således at en prøvning på et niveau kun sker en gang om året eller hvert andet år. Endvidere har det været nødvendigt at samle flere stofgrupper pr. præstationsprøvning.

Da NEXT fra starten var designet som et lavbudget præstationsprøvningsprogram, hvor laboratorierne selv spiker prøverne ud fra udsendte vials, har det ikke været muligt at effektivisere yderligere jvnf. punkt 1. Men der er dog løbende blevet effektiviseret på logistikken og databehandling og rapportering (punkt 3 og 4).

Endvidere har man de seneste år ladet de deltagende laboratorier bestemme indholdet i den naturlige matrice, som spikes til analyserne, hvor dette var relevant, da dette giver et bedre statistisk grundlag for at vurdere et evt. indhold i matricen end hvis kun referencelaboratoriet bestemmer indholdet.

Punkt 7 akkreditering har ikke været betragtet som en mulighed indenfor udbydelse af præstationsprøvningsprogrammer for organiske mikroforureninger.

Som en konsekvens af det faldende antal laboratorier har det ikke været muligt de seneste 6-7 år at udbyde præstationsprøvningsprogrammer for organiske mikroforureninger i faste matricer, idet omkostningerne for sådanne er for høje i forhold til antallet af laboratorier.

2.2 Krav til udbydere af præstationsprøvningsprogrammer

I /1/ citeres kvalitetskrav for præstationsprøvningsprogrammer fra DANAKs sektorudvalg. Kravene er i dag ikke eksplicit formulerede, men er i princippet og med undtagelse af punkt 2 stadig gældende. Kravene er:

1. Arrangøren af præstationsprøvningsprogrammer skal være akkrediteret til analyser indenfor området og dermed råde over et kvalitetsstyringssystem
2. Præstationsprøvningsprogrammet indstilles til DANAK af DANAKs sektorudvalg for teknisk prøvning på miljøområdet
3. Hvor det er teknisk muligt, skal de udsendte prøver leve op til Miljøstyrelsens og DANAKs ønsker om komponentindhold, relevante matricer og koncentrationsniveau
4. Homogeniteten dokumenteres ved udførelse af homogenitetstest på prøvematerialet
5. Stabiliteten dokumenteres ved udførelse af stabilitetstest på prøvematerialet
6. Den nominelle værdi for hver komponent skal fastlægges, sikres, dokumenteres og anvendes som følger:
 - ved fremstilling af syntetiske prøver, samt ved spiking af naturlige prøver anvendes komponenter af højest mulige renhedsgrad
 - matricernes eventuelle indhold af relevante komponenter før spiking med lignende komponenter skal bestemmes og inddrages i fastlæggelse af spike niveau, samt i databehandlingen
 - for syntetiske og spikede prøver anvendes de gravimetrisk værdier, hvor det er muligt, som nominelle værdier/spike værdier. Der foretages en verifikation af disse værdier af referencelaboratoriet. Hvor det er muligt, dokumenteres sporbarhed ved certifikat værdier
 - for naturlige prøver anvendes konsensusværdier som nominelle værdier
 - i specielle tilfælde foretages fastsættelse af de nominelle værdier for naturlige prøver med anvendelse af andre og mere nøjagtige analysemetoder, eventuelt udført på et anerkendt laboratorium
7. Der skal i videst mulig omfang anvendes naturlige, spikede prøver i det rette koncentrationsniveau
8. Elektronisk afrapportering som eneste afrapporteringsform accepteres ikke på nuværende tidspunkt af DANAK
9. Grundlaget for den statistiske databehandling skal være DS ISO 5725, 1-6 (1995)
10. En omfattende rapportering af præstationsprøvningsresultater med dokumentation for homogenitet, stabilitet og nominelle værdier samt med statistiske estimater og vurderinger skal foretages i henhold til aftale mellem sektorudvalget og præstationsprøvningsarrangøren.

Muligheden for fortsat opfyldelse af kvalitetskravene er diskuteret nedenfor under de enkelte muligheder for fastlæggelse af ekstern kvalitetskontrol.

2.3 Fastlæggelse af nominel værdi

Et af de store problemer, når deltagerantallet i præstationsprøvningsprogrammer er lavt, er fastlæggelse af den nominelle værdi. Under krav til udbyder af præstationsprøvningsprogrammer (af-

snit 2.2) er anført, at nominel værdi for syntetiske prøver baseres på gravimetrisk værdier og for naturlige prøver på konsensus.

Deltagerantallet i præstationsprøvningerne, der er vist i Figur 1 og Figur 2, var i nogle tilfælde på et niveau hvor usikkerheden på den nominelle værdi var urimeligt stor, fordi få afvigende resultater kunne skabe berettiget tvivl om tilstedeværelsen af konsensus blandt deltagerne. I de hidtidige præstationsprøvninger skete det relativt ofte, at en nominel værdi ikke kunne fastlægges, eller måtte gives med stor usikkerhed.

Fastlæggelse af nominelle værdier er diskuteret i forbindelse med de enkelte muligheder for etablering af ekstern kvalitetskontrol.

3 FORMÅLET MED EKSTERN KVALITETSSIKRING

Ekstern kvalitetssikring har som sit primære formål at give laboratorier et værktøj til kontrol af målingernes korrekthed. Antallet af målinger ved en given ekstern kvalitets-sikringsaktivitet er normalt forholdsvis beskedent, hvorfor kontrollen vil være påvirket af både laboratoriets systematiske afvigelse fra korrekt værdi (korrekthed) og tilfældig variation på målingen (præcision).

Laboratorier kontrollerer også korrekthed løbende ved den interne kvalitetskontrol, men denne kontrol er i sagens natur baseret på få forskellige prøver, som derfor kun i begrænset omfang repræsenterer variationen indenfor den aktuelle prøvetype. En sand værdi findes desuden typisk ved at kontrolprøven er syntetisk fremstillet, hvorfor afvigelser forårsaget af prøvens matrix kun kontrolleres i begrænset omfang.

Det er derfor vigtigt, at korrektheden kontrolleres på naturlige prøver med varierende sammensætning, og dette giver ekstern kvalitetskontrol mulighed for.

4 METODER TIL BESTEMMELSE AF KORREKTHED

Der findes fem alment anerkendte metoder /3/ til bestemmelse af korrektheden for en analysemetode:

1. Anvendelse af certificeret referencemateriale.
2. Sammenligning af metoden med en primær metode eller en referencemetode med lille eller ingen bias.
3. Anvendelse af sporbart, kommercielt tilgængeligt referencemateriale eller internt kontrolmateriale med tildelt værdi.
4. Anvendelse af spiket prøve, baseret på blindprøver eller positive prøver.
5. Deltagelse i et præstationsprøvningsprogram, hvor fastsættelse af referenceværdien opfylder kvalitetskriterierne nævnt i ISO Guide 43.

De første fire muligheder kan typisk komme på tale i forbindelse med metodevalidering eller intern kvalitetskontrol. Referencematerialer (mulighed 1 og 3) findes desuden i begrænset omfang: for mange parametre findes ingen materialer kommercielt tilgængeligt og i de tilfælde, hvor referencematerialer findes, findes ganske få for den enkelte kombination af parameter og prøvetype, hvorfor den ønskværdige brede sikring af korrekthed ikke kan opnås.

Spikede prøver kan anvendes på et bredt udsnit af prøvetyper, men har den begrænsning, at alene påvirkninger, der ændrer hældningen på metodens kalibreringskurve kan afsløres. En påvirkning, der giver et konstant bias, vil blive ophævet når differensen mellem spiket og uspiket prøve beregnes, og vil derfor ikke blive afsløret.

Sammenligning med primær- eller referencemetode (mulighed 2) kan anvendes på et bredt udsnit af prøvetyper, men forudsætter tilstedeværelse af sådanne metoder, hvilket ikke er tilfældet på miljøområdet. Sammenligning kan anvendes til dokumentation af ligestyrelighed mellem to forskellige metoder, men kan ikke anvendes til løbende kontrol af korrekthed.

Den brede og løbende kontrol af korrekthed må således baseres på sammenlignende prøvninger, hvor præstationsprøvninger er den mest udbredte type. Det er særdeles ønskeligt, at der kan etableres en referenceværdi på et accepteret grundlag, dvs. som opfylder kriterierne i ISO Guide 43, jvf. afsnit 2.3 ovenfor.

5 MULIGHEDER FOR SAMMENLIGNENDE PRØVNING

5.1 Deltagelse i præstationsprøvninger

I Danmark udbydes præstationsprøvninger for almene parametre i spildevand, både til- løb og afløb: BOD, COD, NVOC, ammonium, nitrit+nitrat, total nitrogen, total phosphor, chlorid, sulfat, ledningsevne og pH. Disse parametre har en bred interesse og det er overvejende sandsynligt, at præstationsprøvninger på dette område fortsat vil blive ud- budt.

Desuden findes præstationsprøvninger for et stort antal af organiske mikroforureninger i vandige matricer. Det vigende antal kommercielle laboratorier i Danmark medfører imidlertid, at det i visse tilfælde ikke er muligt at fastlægge en nominel værdi. I disse til- fælde eksisterer derfor alene en sammenligning mellem de deltagende laboratorier. Endvidere er antallet af deltagere nu så lavt i visse af de udbudte præstationsprøvning- er, at en yderligere reduktion vil betyde at disse bortfalder. Der findes ikke længere præstationsprøvninger i Danmark for organiske mikroforureninger i faste matricer.

Manglende danske præstationsprøvninger er alene et problem for danske laboratoriers dokumentation af kvalitet i henhold til bekendtgørelse nr. 1353, såfremt der ikke findes relevante præstationsprøvninger uden for Danmarks grænser.

På det marine område har der ikke være afholdt danske præstationsprøvninger siden 2002, men her er en fælleseuropæisk ordning (QUASIMEME) til rådighed. QUASIMEME dækker bredt og medtager både næringsstoffer, metaller og organiske mikroforureninger i alle prøvetyper, der er relevante for det marine område. Ydermere afvikles præstationsprøvningerne med en relativ høj frekvens. Ordningen er meget opmærksom på de behov, der opstår som følge af EU-direktiver, og udvikles løbende. Det marine område er således godt dækket, og der er god grund til at formode, at ord- ningen vil fortsætte.

Det er muligt at finde præstationsprøvninger for en række andre kombinationer af pa- rametre og prøvetyper, men ikke nødvendigvis alle og ikke nødvendigvis i koncentra- tioner, der er relevante for danske forhold. Tilgængeligheden kan desuden ændre sig. Leverandører, som kunne være relevante, og som publicerer på umiddelbart tilgænge- lige sprog er f.eks.:

- ITM, Sverige
- NIVA, Norge
- SYKE, Finland
- KIWA, Holland
- Calitax, Spanien
- AQUACHECK, England

Overholdelse af krav til udbydere af præstationsprøvninger (jvf. afsnit 2.2) er vist i ne- denstående skema.

I skemaet betyder "sandsynligvis opfyldt", at alle relevante udbydere med stor sandsyn- lighed opfylder det pågældende krav. "Muligvis opfyldt" betyder, at nogle udbydere kan

forventes at opfylde det pågældende krav, mens andre ikke vil gøre det. Særlig gælder det for udenlandske præstationsprøvnings, at det ikke er sædvane, at homogenitet og stabilitet dokumenteres, og at der udfærdiges en rapport om præstationsprøvningens forløb med udbyderens vurdering af sikkerheden ved anvendelse af nominelle værdier til vurdering af deltagernes analysekvalitet.

Kolonnen "ikke opfyldt" anvendes alene, hvor det er overvejende sandsynligt, at der ikke kan findes en kombination af præstationsprøvnings, der tilsammen kan opfylde det pågældende krav.

	Sandsynligvis opfyldt	Muligvis opfyldt	Ikke opfyldt
1. Arrangør akkrediteret til analyserne	+		
2. Program behandles af DANAKs sektorudvalg			+
3. Relevante parametre, prøvetyper og koncentrationer		+	
4. Homogenitet dokumenteres		+	
5. Stabilitet dokumenteres		+	
6. Nominel værdi fastlægges gravimetrisk (syntetiske prøver) eller ved konsensus (naturlige prøver)	+		
7. Prøver så vidt muligt naturlige	+		
9. Databehandling iht. DS ISO 5725	+		
10. Rapport med dokumentation for homogenitet, stabilitet, nominel værdi etc.			+

Fordelen ved at deltage i eksisterende præstationsprøvnings er:

- Konceptet er umiddelbart anvendeligt og er det, der er forventet i forhold til kvalitetskrav i bekendtgørelsen nr. 1353.

Ulemper er:

- Der er ikke præstationsprøvnings til rådighed for alle de kombinationer af parametre, prøvetyper og koncentrationer, der er relevante for danske forhold.
- Metodeafhængige parametre får ikke nødvendigvis tillagt nominel værdi i forhold til den metode, der kræves i bekendtgørelse nr. 1353.
- Ved deltagelse i udenlandske præstationsprøvnings må det forventes, at danske laboratorier deltager i forskellige prøvnings. Derved mistes muligheden for at dokumentere sammenlignelighed af danske miljømålinger.

5.2 Deltagelse i udenlandske præstationsprøvnings som gruppe

Hvis der kan identificeres relevante udenlandske præstationsprøvnings, kan sammenlignelighed af danske laboratoriers eksterne kvalitetskontrol opretholdes, såfremt der skaffes enighed om hvilke præstationsprøvnings, der skal anvendes. Det kræver imidlertid en samlende instans, der vurderer udbudet og udarbejder forslag til et program, ligesom det kræver enighed - eller påbud - om frekvens for deltagelse. Hverken By- og Landskabsstyrelsen eller DANAK har ønske om at påtage sig en sådan opgave. Etablering vil sandsynligvis kun kunne ske ved et samarbejde mellem danske miljølaboratorier, og det vil formodentlig kræve finansiering ud over de deltagende laboratoriers eget arbejde og gebyret til deltagelse i præstationsprøvnings.

Overholdelse af krav til udbydere af præstationsprøvnings (jvf. afsnit 2.2) er vist i nedenstående skema.

I skemaet betyder "sandsynligvis opfyldt", at alle relevante udbydere med stor sandsynlighed opfylder det pågældende krav. "Muligvis opfyldt" betyder, at nogle udbydere kan forventes at opfylde det pågældende krav mens andre ikke vil gøre det. Særlig gælder det for udenlandske præstationsprøvninger, at det ikke er sædvane, at homogenitet og stabilitet dokumenteres, og at der udfærdiges en rapport om præstationsprøvningens forløb med udbyderens vurdering af om sikkerheden ved anvendelse af nominelle værdier til vurdering af deltagernes analysekvalitet.

Kolonnen "ikke opfyldt" anvendes alene, hvor det er overvejende sandsynligt, at der ikke kan findes en kombination af præstationsprøvninger, der tilsammen kan opfylde det pågældende krav.

	Sandsynligvis opfyldt	Muligvis opfyldt	Ikke opfyldt
1. Arrangør akkrediteret til analyserne	+		
2. Program behandles af DANAKs sektorudvalg	+		
3. Relevante parametre, prøvetyper og koncentrationer		+	
4. Homogenitet dokumenteres		+	
5. Stabilitet dokumenteres		+	
6. Nominel værdi fastlægges gravimetrisk (syntetiske prøver) eller ved konsensus (naturlige prøver)	+		
7. Prøver så vidt muligt naturlige	+		
9. Databehandling iht. DS ISO 5725	+		
10. Rapport med dokumentation for homogenitet, stabilitet, nominel værdi etc.			+

Fordele ved at deltage i udenlandske præstationsprøvninger som gruppe er:

- Konceptet er umiddelbart anvendeligt og er dækkende i forhold til kvalitetskrav i bekendtgørelsen nr. 1353.
- Vurdering af udbuddet af udenlandske præstationsprøvninger foretages af én instans, i modsætning til at alle laboratorier individuelt skal vurdere mulighederne og beslutte deltagelse.
- For metodeafhængige parametre kan foretages samlet vurdering af relevansen af den nominelle værdi, og der kan være mulighed for at etablere en alternativ nominel værdi baseret på den i bekendtgørelse nr. 1353 krævede metode.
- Det vil være muligt at vurdere sammenlignelighed mellem danske miljølaboratorier.

Ulemper er:

- Der er ikke præstationsprøvninger til rådighed for alle de kombinationer af parametre, prøvetyper og koncentrationer, der er relevante for danske forhold.
- Konceptet vil efter al sandsynlighed kræve finansiering ud over de deltagende laboratoriers eget arbejde og gebyr for deltagelse.
- Det er en forudsætning, at de deltagende laboratorier kan blive enige om en instans, som kan vurdere udbud af præstationsprøvninger, foreslå et program og eventuelt vurdere relevansen af nominel værdi for metodeafhængige parametre.
- Konceptet vil kræve enighed - eller påbud - om frekvens for deltagelse.

5.3 Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne

DANAK accepterer sammenlignende prøvning mellem to eller flere laboratorier til dokumentation af korrekthed, såfremt relevante præstationsprøvninger og referencematerialer ikke eksisterer.

Såfremt de danske laboratorier kan nå til enighed, er det en mulighed, at laboratorierne med mellemrum deler en prøve, alle analyserer den og samler resultaterne, hvilket kan gøres simpelt i et regneark. Det kan gå på skift at dele prøver op, fordele mellem laboratorierne og samle data. Herved fordeles omkostningen ved at arrangere, og intet laboratorium får alene viden om konkurrenternes måleevne, ligesom det ikke vil være muligt at en arrangør konsekvent forbedrer egne resultater.

Overholdelse af krav til udbydere af præstationsprøvninger (jvf. afsnit 2.2) er vist i nedenstående skema.

I skemaet er kolonnerne "sandsynligvis opfyldt", "muligvis opfyldt" og "ikke opfyldt" udfyldt i forhold til, hvad en sådan ordning kan forventes at indebære.

	Sandsynligvis opfyldt	Muligvis opfyldt	Ikke opfyldt
1. Arrangør akkrediteret til analyserne	+		
2. Program behandles af DANAKs sektorudvalg		+	
3. Relevante parametre, prøvetyper og koncentrationer	+		
4. Homogenitet dokumenteres			+
5. Stabilitet dokumenteres			+
6. Nominel værdi fastlægges gravimetrisk (syntetiske prøver) eller ved konsensus (naturlige prøver)	+		
7. Prøver så vidt muligt naturlige	+		
9. Databehandling iht. DS ISO 5725		+	
10. Rapport med dokumentation for homogenitet, stabilitet, nominal værdi etc.			+

Fordelene ved konceptet er:

- Det vil omfatte prøver, herunder parametre, metoder og koncentrationsområder, der er relevante for danske forhold.
- Det kan omfatte parametre efter deltagernes behov, forudsat at en tilstrækkelig stabilitet kan sikres. Det vil formodentlig være muligt at medtage parametre, som er forholdsvis ustabile, da ordningen vil være af begrænset geografisk omfang og prøverne derved kan sikres kort transporttid.
- Konceptet vil formodentlig være forholdsvis billigt i forhold til egentlige præstationsprøvninger.
- Konceptet er uafhængigt af en udefra kommende arrangør. Det kan derfor bestå uanset økonomisk bæredygtighed for en kommerciel udbyder.

Ulemper er:

- En referenceværdi eller nominal værdi i traditionel forstand vil ikke kunne etableres, da antallet af deltagere i en sådan ordning vil være lille. Ordningen vil dermed kunne belyse sammenligneligheden mellem deltagerne, hvilket i vid udstrækning vil være ækvivalent med korrekthed, men risikoen består for at deltagerne kollektivt måler skævt.

- Prøvernes homogenitet og stabilitet vil ikke være dokumenteret. Som nævnt ovenfor vil transporttid kunne holdes kort, og stabilitet vil formodentlig være et begrænset problem. Manglende dokumentation af homogenitet vil f.eks. kunne opvejes af, at ordningen er forholdsvis billig, og det vil være muligt at foretage sammenligningen med korte tidsmellemlum. Derved vil tvivl om en enkelt prøves homogenitet have begrænset vægt. Alternativt kan anvendes et udsendelsesmønster, hvor deltageres analyser dokumenterer homogenitet, men den praktiske udførelse vil derved kompliceres en smule.
- Konceptet er ikke uvildig i samme omfang som en traditionel præstationsprøvning. Hvis det praktiske arrangement og databehandling roterer mellem deltagerne, vil det imidlertid kræve medvirken i snyd fra alle deltagere, hvis der skal være tvivl om prøvningerne giver et retvisende billede af sammenlignelighed. Det er derfor overvejende sandsynligt, at de opnåede data vil beskrive de faktiske forhold.
- Konceptet er ikke anvendeligt for prøvetyper og parametre, der kun dækkes af et eller to laboratorier.

5.4 Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol på miljølaboratorier (EKMI)

EKMI er diskuteret i rapporten fra 2000 /1/ og tager udgangspunkt i et program for laboratorier i sundhedssektoren: DEKS (Dansk Institut for Ekstern Kvalitetssikring). DEKS blev etableret i 1996, er placeret på Herlev Hospital, Klinisk Biokemisk Afdeling, og er en indtægtsdækket non-profit virksomhed. DEKS arrangerer selv præstationsprøvninger (i DEKS kaldet EQA-programmer) og koordinerer dansk deltagelse i udenlandske programmer. Herudover leveres kvalitetskontrolmaterialer, og det er denne aktivitet, der inspirerede beskrivelsen af EKMI.

EKMI kan kort beskrives som en udvidet intern kvalitetskontrol. Programmet består i regelmæssig udsendelse af kontrolprøver, som på de deltagende laboratorier skal anvendes parallelt med laboratoriets egne kontrolmaterialer. Med mellemrum rapporteres resultaterne fra denne kvalitetskontrol til en arrangør, som indarbejder resultaterne i en statistisk beregning. Rapportering omfatter afbildning i kontrolkort, og beregning af s_w og s_T (standardafvigelse indenfor en serie og total standardafvigelse), afstand til nominal værdi og eventuelt en score (Z-score eller En-score) til illustration af afvigelsen fra nominal værdi.

EKMI forudsætter således en arrangør og et antal deltagere, som er tilstrækkeligt til den statistiske databehandling.

Overholdelse af krav til udbydere af præstationsprøvninger (jvf. afsnit 2.2) er vanskelig at vurdere, da meget vil afhænge af hvordan en ordning i givet fald bliver arrangeret. Det vil være teknisk muligt at overholde alle krav til udbyder.

Fordele ved EKMI er:

- Prøverne analyseres jævnlige og den enkelte analyse har derfor ikke samme grad af konsekvens, som ved en præstationsprøvning, hvor deltagelse sker med mange måneders, ofte års mellemrum.
- Da prøverne analyseres mange gange kan den gennemsnitlige afvigelse fra nominal værdi beregnes, hvorved korrektheden kan dokumenteres direkte, med minimal påvirkning af tilfældig variation.

Ulemper er:

- Ulemperne ved EKMI er i vid udstrækning de samme som ved præstationsprøvnin-
ger: der kræves et rimeligt deltagerantal både af økonomiske grunde og for at
sikre tilstrækkeligt materiale til statistisk databehandling.
- Prøverne skal være stabile over et længere tidsrum, end der kræves for præstati-
onsprøvnin-ger.
- EKMI skal udbydes af en arrangør og være økonomisk bæredygtigt. Det er ikke
sandsynligt, at denne opgave kan være bæredygtig for Danmark.

6 DISKUSSION

Formålet med ekstern kvalitetssikring er jævnlig kontrol af laboratoriernes korrekthed på et rimeligt udsnit af naturlige prøver med koncentrationer, der er relevante efter danske miljøforhold.

Kontrol af korrekthed forudsætter, at der identificeres en nominel værdi for de analyse-rede parametre. For metodeafhængige parametre bør den nominelle værdi være fastlagt i forhold til den metode, der kræves anvendt i Danmark.

Følgende muligheder er identificeret:

- Deltagelse i eksisterende præstationsprøvninger, udenlandske og danske.
- Deltagelse i danske præstationsprøvninger og i udenlandske præstationsprøvninger som gruppe.
- Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne.
- Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol.

Hver af mulighederne har fordele og ulemper, som er nærmere beskrevet i de foregående afsnit. De punkter, som er vurderet som de væsentligste i sammenligning af mulighederne, er diskuteret nedenfor.

6.1 Udbyder af ekstern kvalitetssikring

Tre af de nævnte muligheder forudsætter, at der findes arrangører, som udbyder programmer, der er relevante for danske miljøforhold. Ekstern kvalitetskontrol udføres normalt af en udbyder, fordi det er nødvendigt at fastlægge en nominel værdi, hvilket forudsætter en instans, som påtager sig ansvaret herfor.

En ansvarlig institution er derfor et grundvilkår for ekstern kvalitetskontrol, og dermed følger risikoen for at en given aktivitet standses, hvis den ansvarlige institution beslutter det.

Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne er et forsøg på at mindske denne risiko, idet laboratorierne, som arbejder indenfor et givet område, selv er arrangør af aktiviteten. En væsentlig ulempe ved denne type prøvning er, at den ikke er uvildig i samme omfang som ekstern kvalitetssikring arrangeret af en uafhængig udbyder.

6.2 Parametre, prøvetyper og koncentrationer

Relevansen af en kvalitetssikringsaktivitet afhænger af hvorvidt prøvetyper og koncentrationsområder for de enkelte parametre er relevante i forhold til de miljøprøver, der normalt analyseres på laboratorierne.

For marine målinger (QUASIMEME programmet) samt næringsstoffer og organisk stof i spildevand (Eurofins) findes præstationsprøvninger, som dækker behovet, og der god grund til at formode, at disse aktiviteter vil fortsætte.

Deltagelse i udenlandske præstationsprøvnings, enten individuelt eller som gruppe, vil i nogle tilfælde dække behovet, men det vides, at der er områder, hvor koncentrationsområdet eller typen af prøver ikke er relevante for danske forhold. Nærværende rapport identificerer ikke specifikt, hvad der er dækket. EKMI findes ikke i dag, og kan sandsynligvis ikke etableres for Danmark alene. Der kan derfor potentielt være prøvetyper og koncentrationsområder, der ikke er dækket.

Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne vil have mulighed for at dække parametre, prøvetyper og koncentrationer, der er relevante for danske forhold med undtagelse af meget ustabile parametre. Meget ustabile parametre vil heller ikke kunne dækkes af traditionel præstationsprøvning eller EKMI.

6.3 *Nominal værdi*

Ekstern kvalitetssikring har til formål at bestemme korrektheden for de deltagende laboratoriers målinger, og det er derfor nødvendigt, at der etableres en nominal værdi eller referenceværdi for målingerne.

I syntetiske prøver kan dette ske ved beregning ud fra de afvejede mængder ved prøvefremstillingen. Denne metode er derfor uafhængig af antal deltagere, og hvorledes aktiviteten er arrangeret. Syntetiske prøver indeholder imidlertid ikke de muligheder for interferens, som findes i naturlige prøver, hvorfor ekstern kvalitetssikring bør have hovedvægt på naturlige prøver.

Metoden kan ikke anvendes i naturlige prøver, hvor den mest almindelige metode er konsensus mellem deltagerne. I praksis er nominal værdi oftest middelværdien eller medianværdien af deltagerens resultater. Metoden indebærer en risiko for, at den nominelle værdi ikke er korrekt, enten fordi den pågældende parameter er metodeafhængig og deltagerne bruger metoder, som ikke giver sammenlignelige resultater, eller fordi (en stor andel af) deltagerne kollektivt måler forkert.

Udenlandske eksterne kvalitetssikringsaktiviteter må forventes at give pålidelige nominelle værdier for parametre, som ikke er metodeafhængige, under forudsætning af et passende stort antal deltagere. For metodeafhængige parametre indebærer deltagelse i udenlandske aktiviteter en risiko for, at nominelle værdier fastlægges på basis af metoder, som ikke er de, der er krævet i Danmark. Værdien af aktiviteten er i så fald stærkt begrænset. Hvis der vælges aktiviteter med et stort deltagerantal mindskes til gengæld risikoen for, at konsensusværdien bliver skæv på grund af fejlagtige målinger.

Deltagelse som gruppe giver mulighed for at mindske denne ulempe, idet der dels kan foretages samlet vurdering af relevansen af en nominal værdi og muligvis etableres en alternativ nominal værdi på basis af data med en krævet metode.

Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne vil fastlægge nominal værdi på basis af krævet metode, men antallet af deltagere vil være lavt, hvorfor der er risiko for, at en nominal værdi bliver skæv på grund af fejlbehæftede målinger.

6.4 *Sammenlignelighed for danske laboratorier*

Sammenlignelighed for danske laboratorier vil ikke være kendt når laboratorierne deltager individuelt i præstationsprøvnings, sådan som det er tilfældet i dag. For EKMI vil det afhænge af de praktiske arrangementer om sammenligneligheden bliver kendt.

Deltagelse i præstationsprøvninger som gruppe og afholdelse af sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne vil begge give oplysning om sammenlignelighed for laboratorier, der leverer miljøanalyser i Danmark.

6.5 *Dokumentation af aktiviteten*

Der har i Danmark været tradition for en omfattende kontrol og dokumentation af kvaliteten af afholdte præstationsprøvninger. Kontrollen omfatter prøvernes homogenitet, og afprøvning af om nominel værdi og eventuelt split genfindes af deltagerne. I visse tilfælde kontrolleres tillige stabilitet. Tilsvarende dokumentation ses normalt ikke for andre præstationsprøvninger, og det er derfor ikke kendt, i hvilket omfang der sker en kontrol af kvaliteten.

EKMI eksisterer ikke i dag, hvorfor omfanget af kvalitetskontrol og dokumentation ikke kan forudses.

Ved sammenlignende prøvning arrangeret af laboratorierne forventes det ikke, at der vil ske kontrol af kvaliteten af den sammenlignende prøvning, men det vil kunne kompenseres ved en højere frekvens.

7 SAMMENFATNING OG KONKLUSION

Ekstern kvalitetssikring har til formål at efterprøve de deltagende laboratoriers korrekthed for de parametre og prøvetyper, der er dækket af aktiviteten. Referencelaboratoriet har identificeret fire muligheder for ekstern kvalitetssikring:

1. Deltagelse i eksisterende præstationsprøvninger, udenlandske og danske.
2. Deltagelse i danske præstationsprøvninger og i udenlandske præstationsprøvninger som gruppe.
3. Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne.
4. Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol (EKMI).

Vurderingen er foretaget med henblik på Referencelaboratoriets arbejdsområde og andre forhold vil formodentlig gøre sig gældende for andre områder.

7.1 Deltagelse i præstationsprøvninger

Deltagelse i præstationsprøvninger, udenlandske såvel som danske, er den aktivitet, der foregår i øjeblikket. Der er danske præstationsprøvninger til rådighed for næringsstoffer og organisk stof i spildevand, og en velfungerende europæisk aktivitet for målinger i relation til det marine miljø. På disse to områder vurderes det, at der ikke er behov for ændring. Det samme gælder indtil videre for organiske mikroforureninger, hvor danske præstationsprøvninger er til rådighed for de fleste parametre i vandige matricer. Imidlertid har der ikke i flere år været udbudt præstationsprøvninger i Danmark for organiske mikroforureninger i faste matricer.

På alle øvrige områder er der følgende grunde til opmærksomhed:

- Prøvetyper og koncentrationer er ikke nødvendigvis til rådighed i et omfang, der er relevant for danske forhold for alle parametre.
- Metodeafhængige parametre får i mange tilfælde ikke tillagt nominel værdi i forhold til den metode, der kræves i bekendtgørelse nr. 1353.
- Selve præstationsprøvningsaktiviteten kontrolleres ikke nødvendigvis i samme omfang, som det hidtil har været ønsket i Danmark, og kontrollen dokumenteres sjældent.
- Præstationsprøvninger arrangeres af en udbyder, som kan beslutte at stoppe aktiviteten. Kontinuitet er derfor ikke sikret.

7.2 Deltagelse i udenlandske præstationsprøvninger som gruppe

Aktiviteten minder om den foregående. Forskellen er væsentligst, at ved deltagelse som gruppe kræves færre ressourcer for det enkelte laboratorium til identifikation af relevante præstationsprøvninger, og disse kan i stedet kanaliseres over i at foretage en nøjere vurdering af relevansen af den nominelle værdi, og eventuelt etablere en alternativ nominel værdi for den metode, der kræves i bekendtgørelse nr. 1353.

ets øvrige kvalitetskontrol. Bestemmelsen af korrekthed sker derfor på basis af gennemsnit af mange målinger og er derved mere sikker end ved præstationsprøvning.

Grunde til opmærksomhed er potentielt de samme som beskrevet for præstationsprøvninger i afsnit 7.1, samt at der kræves holdbare prøver udover hvad der er nødvendigt for præstationsprøvninger.

7.5 Konklusion

- Ingen af de fire identificerede muligheder for ekstern kvalitetskontrol kan stå alene.
- Deltagelse i præstationsprøvninger med relevante prøvetyper, parametre og koncentrationer er til rådighed for næringsstoffer og organisk stof i spildevand, organiske mikroforureninger i vandige matricer, samt for marine målinger. Det er overvejende sandsynligt, at disse præstationsprøvninger vil fortsætte.
- Der kan i vid udstrækning findes udenlandske præstationsprøvninger for parametre, som ikke er metodeafhængige. I et vist omfang, som ikke er nærmere undersøgt i nærværende rapport, vil de udbudte koncentrationer være for høje i forhold til danske miljøforhold.
- Udenlandske præstationsprøvninger fastlægger i mange tilfælde nominel værdi for metodeafhængige parametre på basis af enten alle metoder eller metoder, som ikke er de, der kræves i bekendtgørelse nr. 1353.
- Deltagelse i udenlandske præstationsprøvninger som gruppe giver mulighed for at etablere en alternativ nominel værdi baseret på målinger med metode krævet i bekendtgørelse nr. 1353 for metodeafhængige parametre.
- Sammenlignende prøvninger arrangeret af laboratorierne giver en mulighed for ekstern kvalitetskontrol for parametre, som ikke udbydes, udbydes med ikke-relevante koncentrationer, eller hvor nominel værdi fastlægges ud fra andre metoder end krævet i bekendtgørelse nr. 1353.
- Ekstern koordineret intern kvalitetskontrol (EKMI) eksisterer i øjeblikket ikke på miljøområdet og det er ikke sandsynligt, at det vil være muligt at finde en udbyder i Danmark, der vil etablere en sådan ordning.

8 *REFERENCER*

- /1/ DHI Institut for Vand og Miljø i samarbejde med Danmarks Miljøundersøgelser. Udvikling af præstationsprøvninger med henblik på sikring af pålidelige miljødata. Rapport i 2 bind, Oktober 2000.
- /2/ Bekendtgørelse nr. 1353 af 11. december 2006 om kvalitetskrav til miljømålinger udført af akkrediterede laboratorier, certificerede personer m.v.
- /3/ DANAK. RL1, Metodevalidering i kemiske analytiske laboratorier. Kvantitative analysemetoder. Retningslinie, 18. august 2003.