

4.1.5 Positieve controle in geval van zelf bereide media

Op elk zelf bereid lot van een bepaald voedingsmedium wordt een kwalitatieve positieve controle uitgevoerd vóór het lot in gebruik wordt genomen.

Bijkomend gelden dezelfde minimaal uit te voeren kwantitatieve positieve controles en frequentie als beschreven in 4.1.4.

4.1.6 pH controle

Indien het laboratorium zelf voedingsmedia bereidt dient het een pH controlemeting uit te voeren telkens een nieuwe batch worden bereid. Wanneer de pH niet tussen de opgegeven waarden van de producent valt, mag het medium niet (meer) gebruikt worden. Voor commerciële media voldoet het certificaat van de producent.

4.1.7 Opvolging van afwijkende controles

Indien de resultaten van de positieve controlemonsters niet aan de vooropgestelde criteria voldoen, of de blanco controle een positief resultaat geeft, dient een analyse van de oorzaak en reikwijdte uitgevoerd te worden. Indien hieruit blijkt dat bepaalde resultaten onbetrouwbaar zijn mogen deze niet gerapporteerd worden en dient een herbemonstering te worden uitgevoerd. Indien van toepassing dient ook de impact op eerder gerapporteerde resultaten te worden nagegaan.

4.2 TWEDELIJNSCONTROLE

Indien de derdelijnscontrole niet alle types water omvat, dient een tweedelijnscontrole programma te worden uitgevoerd. Bij voorkeur gebeurt dit door reële positieve monsters door twee uitvoerders te laten analyseren. Indien er geen reële positieve monsters beschikbaar zijn, mag een blanco monster op een relevant niveau beënt worden.

Minimaal dient binnen een termijn van drie jaar elke parameter aan bod te komen in elke matrix waarvoor de erkenning voorzien is.

4.3 DERDELIJNSCONTROLE

Een erkend laboratorium neemt deel aan de ORKA&BACIL ringtesten georganiseerd door VITO in opdracht van het Departement Omgeving.

5 REFERENTIES

- ISO/NP 21253-1 : Water Quality – Multiclass methods Part 1 – Guidance for identification of target compounds by GC-MS and LC-MS
- NBN EN ISO 11133, 2014: Microbiologie van voedingsmiddelen, diervoeders en water - Bereiding, productie, bewaring en bepaling prestatiekenmerken van kweekmedia / ISO 11133, 2014 Microbiology of food, animal feed and water - Preparation, production, storage and performance testing of culture media
- NEN-EN-ISO 11133:2014-11/A1:2018 en / ISO 11133:2014/Amd 1:2018

Tabel 1 : Eisen aan terugvinding van interne standaarden en surrogaten

Methode	Terugvindingseisen voor de interne standaarden en surrogaten
Fenolen (WAC/IV/A/001)	IS : 50%-130% (*)
PAK (WAC/IV/A/002) – meting met MS	IS : 50%-130% (behalve D8-naftaleen : 40%-130%)
PAK (WAC/IV/A/002) – meting met HPLC-UV/FLUO	Surrogaat : 70%-130% (behalve grondwater : 75%-125%) / On-line SPE : matrixadditie 16 PAK 75-125%
OPP en Triazines (WAC/IV/A/010)	40%-130% voor 13C-atrazine 50%-130% voor 13C-HCB
PFT(WAC/IV/A/025)	IS 30%-200%
VOC (WAC/IV/A/016)	IS 50%-150% (berekend tov gemiddelde van de kalibratiestandaarden) / Surr 70%-130%
OCP, PCB en hogere CBz (WAC/IV/A/015)	IS 50%-130% (behalve isotoopgemerkte OCP : 50%-150% en isotoopgemerkt trichloorbenzeen : 40-130%) / Surr 80%-120% (ECD)
Minerale Olie (WAC/IV/B/025)	IS 50%-150% (berekend tov gemiddelde van de kalibratiestandaarden)
Ftalaten (WAC/IV/A/004)	IS : 50%-130%
Octyl- en nonylfenol, bisfenol A (WAC/IV/A/005)	IS : 50%-130% (**)
Kationische surfactanten (WAC/IV/A/022)	nvt (externe standaardmethode)
Pesticiden GC (WAC/IV/A/028)	IS : 50%-130%
Pesticiden LC (WAC/IV/A/027)	IS en Surr.: 50%-140% (***)
BFR (WAC/IV/A/030)	IS : 30%-130% (****)

(*) indien de werkwijze met dubbele derivatisering toegepast wordt, worden geen eisen gesteld aan de terugvinding van de interne standaard

(**) verminderde terugvinding is het gevolg van ionisatiesuppressie door coëlutie met matrix componenten. De storende invloed van de matrix kan gereduceerd worden door het toepassen van een monsterzuivering a.h.v. vaste fase extractie (zie bv. ISO 24293:2009). Alternatief kan het extract verdund worden.

(***) bij de berekening van de terugvinding wordt rekening gehouden met de terugvinding bekomen bij de validatie, zie WAC/IV/A/027)

(****) voor 13C-BDE-209, 13C-DBDPE en 13C-HBCD wordt vastgesteld dat de respons toeneemt met toenemende concentratie aan natieve verbinding. Voor 13C-BDE-209, 13C-DBDPE en 13C-HBCD zijn terugvindingen hoger dan 130% dus mogelijk maar in dat geval dient geëvalueerd te worden of de verhoogde terugvinding een gevolg is van de aanwezigheid van natieve verbinding in het monster dan wel veroorzaakt wordt door interferentie.

Tabel 2 : Minimum aantal componenten dat op controlekaart genoteerd dient te worden

Methodes	Minimaal aantal componenten
Fenolen (WAC/IV/A/001)	2 Alkylfenolen, 2 Chloorfenolen
PAK (WAC/IV/A/002)	4 (inclusief naftaleen)
OPP en Triazines (WAC/IV/A/010)	4 OPP, 3 triazines
PFT(WAC/IV/A/025)	3
VOC (WAC/IV/A/016)	10 (benzeen, toluen, een isomeer van xyleen, isomeer van trimethylbenzeen, 1,1-dichloorethaan, chloroform, trichloorethyleen, tetrachloorethyleen, monochloorbenzeen en een isomeer van dichloorbenzeen)
OCP, PCB en hogere CBz (WAC/IV/A/015)	3 OCP, 2 PCB, 1 CBz
Minerale Olie (WAC/IV/B/025)	1 (Minerale olie)
Ftalaten (WAC/IV/A/004)	3
Nonylfenol (WAC/IV/A/005)	2
Kationische surfactanten (WAC/IV/A/022)	2
Pesticiden GC (WAC/IV/A/028)	7
Pesticiden LC (WAC/IV/A/027)	3
BFR (WAC/IV/A/030)	3

Tabel 3 : Maximale afwijking van de ionenratio's

Ionenratio	Max. afwijking EI-GC-MS	Max. afwijking CI-GC-MS, GC-MS/MS, LC-MS, LC-MS/MS
>50%	+ - 10 %	+ - 20 %
>20% - 50%	+ - 15 %	+ - 25 %
>10% - 20%	+ - 20 %	+ - 30 %
<10%	+ - 50 %	+ - 50 %