

Kwaliteitseisen voor analysemethoden

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Kwaliteitsopvolging van de monstervoorbehandeling	3
3	Kwaliteitseisen voor de anorganische parameters	3

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Een analyse van een monster omvat het zo getrouw mogelijk uitvoeren van een volledige reeks stappen in het laboratorium van de gebruikelijke monstervoorbehandeling (deelmonsterneming, ...) tot en met de meting en berekening. Het kwaliteitssysteem dient elk van deze stappen te omvatten.

De kwaliteitseisen voor de meting, opgenomen in deze procedure, zijn algemeen toepasbaar voor de bepaling van diverse chemische parameters in bodem en mest. Voor de kwaliteitseisen bij de bepaling van anorganische parameters werden in deze procedure algemene richtlijnen vastgelegd. Bijkomend kunnen voor een welbepaalde anorganische parameter specifieke/bijkomende eisen worden voorgeschreven in de betreffende procedure.

2 KWALITEITSOPVOLGING VAN DE MONSTERVORBEHANDELING

De kwaliteitsopvolging van de monstervoorbehandeling kan bv. een duplo analyseren omvatten op een aantal parameters (uitgezonderd droge stofgehalte). Hiervoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.

3 KWALITEITSEISEN VOOR DE ANORGANISCHE PARAMETERS

(1) Lineariteit

- Het kalibratiemodel (lineair of kwadratisch) wordt vastgelegd bij de validatie en dient periodiek gecontroleerd te worden volgens één van de volgende procedures:
 - Minstens halfjaarlijks controle van het kalibratiemodel en bij elke ernstige instrumentele ingreep, of
 - Controle van de residuele standaardafwijkingen bij de lineaire/kwadratische regressieanalyse, enkel van toepassing als het volledige meetgebied wordt gekalibreerd.

(2) Gevoeligheid

- Minstens bij het begin van elke meetreeks dient de toestelgevoeligheid gecontroleerd te worden. Het toestel moet voldoende gevoelig zijn en blijven om de rapportagegrens te kunnen halen. De toegepaste procedure mag ingevuld worden door het laboratorium.
Bv. Ionenchromatografie, spectrofotometrie: oppervlakte van een welbepaalde parameter

(3) Kalibratie

- Als de kalibratie gebeurt dmv een kalibratierechte worden bij elke meetreeks minstens 5 kalibratieoplossingen geanalyseerd (eventueel inclusief nul) en verspreid over het lineair gebied. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend waarbij de correlatiecoëfficiënt minstens 0.995 bedraagt. Daarbij mag maximum 1 punt verwijderd worden, maar niet het laagste punt, en dienen er minstens 4 punten behouden te worden. Verwijdering van het hoogste kalibratiepunt, resulteert in een inperking van het kalibratiegebied. De afwijking van elk punt tot de rechte mag niet meer dan 10% bedragen (met uitzondering van

punt op niveau $\leq 2 \times$ rapportagegrens). De afwijking van het punt op niveau $\leq 2 \times$ rapportagegrens mag maximaal 25% afwijken van de rechte.

- Als de rapportagegrens lager is dan de $\frac{1}{2}$ van de laagste concentratie van de kalibratie oplossing (verschillend van nul) dient een bijkomende controle te worden uitgevoerd op het niveau van de rapportagegrens. De afwijking van het punt op niveau van de rapportagegrens mag maximaal 25% afwijken van de theoretische waarde.
- Als niet aan één van de criteria wordt voldaan, zal een nieuwe kalibratie worden opgesteld al dan niet met nieuwe kalibratieoplossingen.

Opmerking: Standaardoplossingen worden aangemaakt in een vergelijkbaar medium (bv. zuur, H_2O , ...) als de monsters.

Opmerking: De toegestane afwijking dient steeds te worden vastgelegd in relatie met de meetonzekerheid. Bij kleine meetonzekerheden is de toegestane afwijking kleiner.

- Als bij validatie gebleken is dat er geen lineair maar een kwadratisch verband is tussen concentratie en respons, dan kan een kwadratische curve gebruikt worden voor de kalibratie. Daarbij mag maximum 1 punt verwijderd worden, maar niet het laagste punt, en dienen er minstens 5 punten (verschillend van de oorsprong) behouden te worden. Verwijdering van het hoogste kalibratiepunt, resulteert in een inperking van het kalibratiegebied. De afwijking van elk punt tot de rechte mag niet meer dan 10% bedragen (met uitzondering van punt op niveau $\leq 2 \times$ rapportagegrens). De afwijking van het punt op niveau $\leq 2 \times$ rapportagegrens mag maximaal 25% afwijken van de rechte.
- Als niet aan één van de criteria wordt voldaan, zal een nieuwe kalibratie worden opgesteld al dan niet met nieuwe kalibratieoplossingen.

Opmerking: De toegestane afwijking dient steeds te worden vastgelegd in relatie met de meetonzekerheid. Bij kleine meetonzekerheden is de toegestane afwijking kleiner.

- Indien mogelijk, de kalibratielijnen niet door de oorsprong forceren.
- Na de kalibratie worden volgende oplossingen gemeten en gecontroleerd:
 - Procedure- en/of kalibratieblanco-oplossing: de blanco meetwaarde is kleiner dan de helft van de rapporteergrens of max. 10% van de meetwaarde, afhankelijk van wat hoogste is van de beiden;
 - Onafhankelijke controlestandaard en/of driftcontrole: de gemeten concentratie mag maximum 10% afwijken van de werkelijke waarde.
- De kalibratiecurve wordt geverifieerd op het einde van elke meetreeks door analyse van de drift controle. De gemeten concentratie mag maximum 10% afwijken van de werkelijke waarde.
- Bij elke reeks monsters wordt een procedureblanco meegenomen. De procedureblanco doorloopt de volledige analysecyclus. De waarde van de blanco dient opgevolgd te worden. Behoudens vermeld in de procedure, wordt de blancocorrectie niet toegepast.

Opmerking: Voor het controleren van de procedureblanco wordt steeds gebruik gemaakt van wisselende recipiënten.

- Wanneer geen dagelijkse kalibratie wordt uitgevoerd, worden minimaal volgende controles uitgevoerd:
 - Meting van (hoogste) kalibratiestandaard: de gemeten concentratie mag maximum 10% afwijken van de werkelijke waarde.

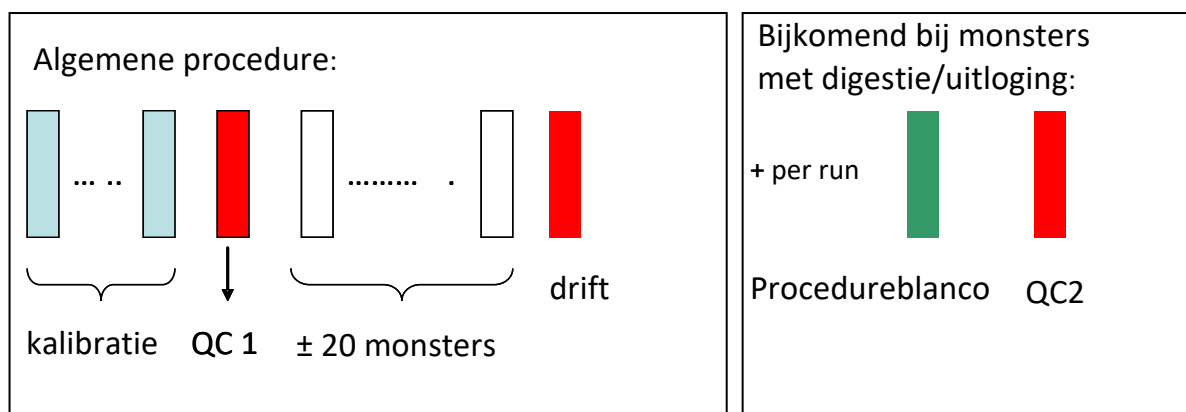
- Procedure- en/of kalibratieblanco-oplossing: de blanco meetwaarde is kleiner dan de helft van de rapporteergrens of max. 10% van de meetwaarde, afhankelijk van wat hoogste is van de beiden;
- Onafhankelijke controlestandaard en/of driftcontrole: de gemeten concentratie mag maximum 10% afwijken van de werkelijke waarde. Bij een lineaire regressie wordt 1 controlestandaard gemeten, terwijl bij een kwadratische regressie 2 controlestandaarden (bv. concentratieniveau 1/3 en 2/3 van het meetgebied) worden gemeten.

(4) Algemeen toepasbare procedure (inclusief monstervoorbehandeling) voor methoden gebruikmakend van een kalibratielijijn

In onderstaand schema wordt volgende verduidelijking van procedure geformuleerd:

- QC 1: onafhankelijk aangemaakte controle;
- Analysereeks van ± 20 monsters: dit is een indicatief aantal, de laboratoria moeten kunnen aantonen dat de frequentie van uitvoering van QA/QC zo gekozen is dat het voldoende kwaliteitsgaranties biedt;
- Drift: kalibratiestandaard of onafhankelijke standaard (QC1);
- Bij monsters met een destructie/uitloging dient per reeks (run van een digestie/uitlogingstoestel) een procedureblanco en een QC monster (QC2) die beiden de hele procedure hebben doorlopen, mee geanalyseerd te worden.

Het ondervangen van mogelijke memory effecten dient bijkomend voorzien te worden.



De criteria voor de kwaliteitscontroles dienen binnen het laboratorium zodanig te worden gedefinieerd dat voldaan wordt aan de wettelijk vastgelegde prestatiekenmerken. De meetwaarde van QC1 dient binnen $\pm 10\%$ liggen van de werkelijke waarde.

(5) Controlestaal

Bij elke reeks monsters wordt bij minstens 1 parameter (uitgezonderd droge stof) per dag of per begonnen reeks van 50 monsters 1 controlestaal meegenomen. Dit controlestaal doorloopt de volledige analysecyclus.

Als controlestaal kan gebruikt worden:

- een gecertificeerd referentiemateriaal
- een reëel staal
- gedefinieerde synthetische matrix
- een gedopeerd staal, waarbij gedopeerd wordt aan een matrix die representatief is voor de stalen die in het laboratorium geanalyseerd worden. Alle representatieve matrices dienen in de loop der tijd aan bod te komen.

(6) Duplo analyses (als alternatief van controlestaal, indien dit niet beschikbaar is)

Bij elke reeks monsters wordt minstens 1 parameter (uitgezonderd droge stof) per dag of per begonnen reeks van 50 monsters in duplo geanalyseerd. Hiervoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.