

Kwaliteitseisen voor de analysemethoden

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Kwaliteitseisen voor de anorganische parameters (WAC Deel III)	3
3	Kwaliteitseisen voor de organische parameters (WAC Deel IV)	6
4	Kwaliteitseisen voor de bacteriologische parameters (WAC Deel V)	10
4.1	<i>Eerstelijnscontrole</i>	10
4.1.1	Blanco controle totaal kiemgetal	10
4.1.2	Blanco controle overige parameters	10
4.1.3	Frequentie en criteria voor blanco controle	10
4.1.4	Positieve controle in geval van aangekochte kant-en-klare media met kwaliteitscertificaat	11
4.1.5	Positieve controle in geval van zelf bereide media	11
4.1.6	pH controle	11
4.1.7	Opvolging van afwijkende controles	11
4.2	<i>Tweedelijnscontrole</i>	12
4.3	<i>Derdelijnscontrole</i>	12
5	Referenties	12

1 DOEL EN TOEPASSINGSGBIED

De kwaliteitseisen, opgenomen in deze procedure, zijn algemeen toepasbaar voor de bepaling van diverse parameters in water. Voor de kwaliteitseisen bij de bepaling van organische parameters werden criteria vastgelegd die voor alle procedures beschreven onder WAC/IV van toepassing zijn (met uitzondering van ureum (WAC/IV/A/001) en fenolindex (WAC/IV/B/001)). Voor de kwaliteitseisen bij de bepaling van anorganische en bacteriologische parameters werden in deze procedure algemene richtlijnen vastgelegd. Bijkomend kunnen voor een welbepaalde anorganische en bacteriologische parameter specifieke/bijkomende eisen worden voorgeschreven in de betreffende procedure.

2 KWALITEITSEISEN VOOR DE ANORGANISCHE PARAMETERS (WAC DEEL III)

(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 regressie analyse, enkel van toepassing indien 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
De onafhankelijke controlestandaard en/of driftcontrole oplossing mag hiervoor gebruikt worden.

(3) Kalibratie

- Indien 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.
- Indien 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.

- Indien niet aan één van de criteria wordt voldaan, zal een nieuwe kalibratie worden opgesteld al dan niet met nieuwe kalibratieoplossingen.

Opmerking: Het criterium van de afwijking van elk kalibratiepunt tot de rechte heeft betrekking op de concentratie.

Opmerking: Standaardoplossingen worden aangemaakt in een vergelijkbaar medium (bv. zuur, H₂O,...) 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.

- Indien 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. Indien niet aan één van de criteria wordt voldaan, zal een nieuwe kalibratie worden opgesteld al dan niet met nieuwe kalibratieoplossingen.

Opmerking: Het criterium van de afwijking van elk kalibratiepunt tot de rechte heeft betrekking op de concentratie.

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.

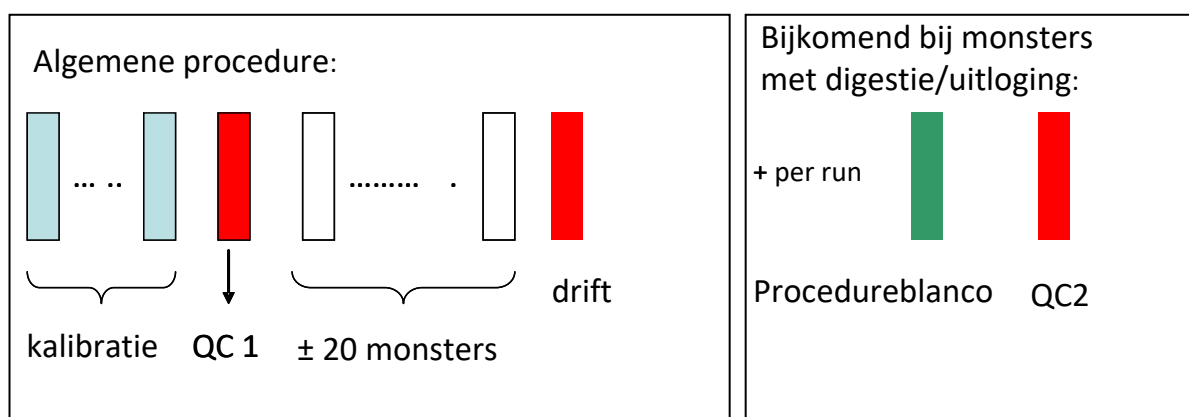
(4) Standaardadditie: Bij de standaardadditiemethode worden bekende hoeveelheden van een analyt toegevoegd aan een onbekende hoeveelheid analyt. De matrix heeft op deze manier hetzelfde effect op de toegevoegde analyt als op de originele analyt in onbekende concentratie. Het matrix-effect wordt hierdoor als het ware gecompenseerd. Aan de hand van de toename in het signaal kan er worden afgeleid hoeveel analyt er in het originele, onbekende monster zat. Deze methode vereist een lineaire respons op de analyt. Hierbij wordt doorgaans aanbevolen om te doperen op een concentratieniveau van bijv. 50, 100 en 150% van de concentratie van de analyt, en dit op minstens 2 concentratieniveaus.

(5) 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 $\pm 10\%$ te liggen van de werkelijke waarde.

(6) Controlestaal

Bij elke reeks monsters wordt 1 controlestaal meegenomen. Dit controlestaal doorloopt de volledige analysecyclus. Indien meerdere reeksen per dag geanalyseerd worden, volstaat 1 controlestaal per dag.

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.

(7) Duplo analyseren (als alternatief van controlestaal, indien dit niet beschikbaar is)

Bij elke reeks monsters wordt 1 duplo analyse meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag geanalyseerd worden, volstaat 1 duplo analyse per dag.

3 KWALITEITSEISEN VOOR DE ORGANISCHE PARAMETERS (WAC DEEL IV)

Voorafgaande opmerking : een “meetreeks” duurt maximum 72 uur.

(1) Lineariteit

Het kalibratiemodel (lineair, of kwadratisch, of bracketing) wordt vastgelegd bij validatie. Onder ‘bracketing’ wordt verstaan dat er gewerkt wordt met verschillende opeenvolgende lineaire deelgebieden. De lineariteit dient halfjaarlijks en bij elke ernstige instrumentele ingreep gecontroleerd te worden, inclusief berekening en evaluatie van de residuele afwijkingen van elk punt.

(2) Kalibratie

- indien de kalibratie gebeurt dmv de relatieve responsfactor, wordt de RRF bepaald met minstens één kalibratieoplossing. Minstens aan het begin en op het einde van elke meetreeks, en verder om de maximum 15 stalen, wordt de kalibratieoplossing geïnjecteerd. De concentraties in deze kalibratieoplossing liggen ongeveer in het midden van het lineair gebied of zijn representatief voor de verwachte monsterconcentraties. De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 kalibratieoplossingen waartussen het staal geïnjecteerd werd. De RRFen van de 2 opeenvolgende kalibratieoplossingen mogen niet meer dan 10 % van hun gemiddelde afwijken (behalve voor VOC, fenolen en OPP/triazines : 15%).

- indien de kalibratie gebeurt aan de hand van ‘bracketing’ wordt de kalibratiereeks geïnjecteerd bij het begin en bij het einde van de meetreeks, en verder om de maximum 15 stalen. De berekening van de concentraties in een staal gebeurt aan de hand van de gemiddelde RRF van de 2 injecties van de 2 punten waartussen het staal begrepen is. De RRFen van de 2 opeenvolgende overeenkomstige kalibratieoplossingen mogen niet meer dan 10 % van hun gemiddelde afwijken (behalve voor VOC, fenolen en OPP/triazines : 15%).

- indien de kalibratie gebeurt dmv een kalibratierechte worden bij elke meetreeks minstens 4 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties groter dan nul en verspreid over het lineair

gebied. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. Vervolgens wordt dmv lineaire regressie de vergelijking van de kalibratierechte berekend. Daarbij mag maximum 1 punt verwijderd worden en er dienen minstens 4 punten (verschillend van de oorsprong) behouden te worden. Indien het laagste punt weggelaten wordt dient de rapportagegrens aangepast te worden. Indien het hoogste punt weggelaten wordt, wordt het meetbereik bovenaan ingeperkt. De afwijking van elk punt tot de rechte mag niet meer dan 20% bedragen. Het laagste punt mag 25% afwijken van de rechte. Als de kalibratiestandaarden de staalopwerking doorlopen mogen de punten 20% afwijken en het laagste punt 35%. Voor de meting van pesticiden met LC volgens WAC/IV/A/027 mag de afwijking van elk punt tot de rechte niet meer dan 25% bedragen (<35% voor het laagste punt).

- indien nodig kan een kwadratische curve gebruikt worden voor de kalibratie.

Daartoe worden aan het begin van de meetreeks minimaal 5 kalibratieoplossingen geanalyseerd met concentraties verspreid over het meetgebied. De laagste concentratie mag niet hoger zijn dan 2 keer de ondergrens van het meetbereik. Vervolgens wordt dmv kwadratische curve fitting de vergelijking van de curve berekend. Daarbij mag maximum 1 punt verwijderd worden en er dienen minstens 5 punten (verschillend van de oorsprong) behouden te worden. Indien het laagste punt weggelaten wordt dient de rapportagegrens aangepast te worden. Indien het hoogste punt weggelaten wordt, wordt het meetbereik bovenaan ingeperkt. De afwijking van elk punt tot de curve mag niet meer dan 10% bedragen. Het laagste punt mag 15% afwijken. Als de kalibratiestandaarden de staalopwerking doorlopen mogen de punten 15% afwijken en het laagste punt 25%.

- bij alle kalibraties behalve ahv RRF en 'bracketing' dient bijkomend de drift tijdens de meetreeks gecontroleerd te worden. Daartoe wordt in geval van kalibratierechte één van de kalibratieoplossingen geïnjecteerd, in geval van een kwadratische curve worden 2 kalibratieoplossingen geïnjecteerd waarvan 1 met een concentratie gelegen in het hoogste derde van de curve. De driftcontrole gebeurt minstens op het einde van de meetreeks en verder om de maximum 15 stalen. Voor meetreeksen die langer dan 24 uur duren dient bovendien minstens 1 driftcontrole te gebeuren om de 24 uur. De gemeten concentratie in de driftcontrole mag maximum 20% (voor meting met FID maximum 10%) afwijken van de werkelijke concentratie. Als de kalibratiestandaarden de staalopwerking doorlopen mag de gemeten concentratie maximum 20% afwijken van de werkelijke concentratie.

(3) Controle op de gevoeligheid

Minstens bij het einde van elke meetreeks dient de toestelgevoeligheid gecontroleerd te worden. Het toestel moet voldoende gevoelig zijn en blijven om de rapportagegrens te kunnen halen.

(4) Procedureblanco

Bij elke reeks staalopwerkingen wordt een procedureblanco meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag opgewerkt worden dan volstaat 1 procedureblanco. De procedureblanco doorloopt de volledige staalopwerking.

Opmerkingen :

- een staalopwerkingsreeks duurt maximum 24 uur, waarmee bedoeld wordt dat met de staalopwerking van alle stalen een aanvang genomen wordt binnen de 24 uur. Onder staalopwerking wordt verstaan : extractie, verzeping etc. Voorbereidende stappen (bv. mengen met droogmiddel, conservering, deelmonsternamen etc.) worden hiervoor niet tot de staalopwerking gerekend.

- Indien binnen eenzelfde staalopwerkingsreeks verschillende matrices opgewerkt worden voor dezelfde parameters maar elk met hun eigen methode (bv. PLE-extractie voor vaste stalen en vloeistof/vloeistof-extractie voor waterstalen) dan dient voor elke methode een procedureblanco meegenomen te worden.

Het geregistreerde chromatogram dient vrij te zijn van interfererende pieken groter dan 10% van de pieken geregistreerd voor het monster met uitzondering van monsterwaarden kleiner dan 5 maal de gehanteerde rapporteergrens, waarvoor de interfererende pieken niet groter mogen zijn dan de helft van de gehanteerde rapporteergrens.

(5) Terugvinding van de interne standaarden en surrogaatverbindingen

De terugvindingseisen van de interne standaarden en surrogaatverbindingen zijn afhankelijk van de parameter, zie het overzicht in tabel 1. Indien de terugvinding van de interne standaard lager ligt dan de ondergrens in tabel 1 maar hoger is dan 20% mogen de resultaten gerapporteerd worden mits een opmerking op het analyseverslag (behalve als het resultaat kleiner is dan de rapportagegrens, of indien voldoende is aangetoond voor het onderzochte type water dat de lage terugvinding geen invloed heeft op het resultaat, dan is de opmerking op het verslag niet nodig). Als de terugvinding van de interne standaard lager ligt dan 20% (10% voor de PFAS interne standaarden 13C-8:2 diPAP en 13C-PFHxDA) mag geen kwantitatief resultaat gerapporteerd worden. Merk op dat in geval van verdunning van het extract de terugvinding van de interne standaard teruggerekend moet worden naar het oorspronkelijk extract.

(6) Controlestaal

Bij elke reeks staalopwerkingen wordt 1 controlestaal meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag opgewerkt worden dan volstaat 1 controlestaal per dag.

Als controlestaal wordt een gedopeerd waterstaal gebruikt. Alle componenten die in de stalen gerapporteerd worden dienen toegevoegd te worden aan het controlestaal.

De matrix die gedopeerd wordt kan een reëel staal zijn, of blancowater (bij analyse van grondwater en drinkwater). Ook mogen synthetische matrices gebruikt worden (cfr. ASTM D5905-98 voor de aanmaak van synthetisch afvalwater en NVN-6419 voor synthetisch grondwater en oppervlaktewater). Alle representatieve matrices dienen in de loop der tijd aan bod te komen.

De terugvinding van alle componenten dient tussen 70% en 130% te liggen. Van een minimum aantal componenten (tabel 2) wordt de gemeten concentratie of de terugvinding bijgehouden op een controlekaart met statistische grenzen. De gekozen componenten dienen representatief te zijn voor de gemeten componenten (qua retentietijd, type verbinding, etc).

(7) Onafhankelijke controlestandaard

De juistheid van de kalibratieoplossingen dient regelmatig (minstens om de 3 meetreeksen) gecontroleerd te worden. Hiervoor wordt na de kalibratie een controlestandaard gemeten die onafhankelijk is van de kalibratieoplossingen. Minstens 1/3 van de componenten die in de stalen gerapporteerd worden en die representatief zijn voor het geheel van de gemeten componenten (qua type en retentietijd) dienen aanwezig te zijn in de controlestandaard. De gemeten concentraties mogen niet meer dan 20% afwijken van de reële concentraties. Als de standaarden de staalopwerking doorlopen, mag de gemeten concentratie in de onafhankelijke controlestandaard maximum 30% afwijken van de werkelijke concentratie.

(8) Criteria voor identificatie : retentietijd en ionenratio's

Retentietijd

Voor een positieve identificatie van een onderzochte component in een staal dient zijn retentietijd van het kwantificeringsion binnen bepaalde grenzen overeen te komen met deze in de kalibratiestandaard. De andere diagnostische ionen dienen samen te vallen met het kwantificeringsion.

Voor een GC-meting bedraagt de afwijking van de relatieve retentietijd van een component maximum 5 seconden.

Voor een LC-meting bedraagt de afwijking van de relatieve retentietijd van een component in geval van isotoopdilutie (dus de isotoopgemerkte variant van de component wordt als interne standaard gebruikt) maximum 2.5% t.o.v. de retentietijd in de kalibratiestandaard. Als de interne standaard een andere isotoopgemerkte verbinding betreft dan de natieve component die gemeten dient te worden mag de afwijking van de relatieve retentietijd maximum 5% bedragen.

Ionenratio's

Voor analyse met MS (full scan en SIM), HRMS en MS/MS dienen een minimum aantal diagnostische ionen gemeten te worden. Dit aantal wordt gespecificeerd in de individuele analyseprocedures.

Bij de keuze van diagnostisch ion wordt rekening gehouden met volgende principes:

- een ion met een hoge massa (m/z) is te verkiezen boven een ion met een lage massa
- bij voorkeur ionen met een even massa (m/z)
- indien mogelijk wordt het moleculair ion gebruikt als diagnostisch ion
- diagnostische ionen hebben bij voorkeur een intensiteit van minstens 15% t.o.v. de grootste (meest intense) massa
- indien isotoopclusters aanwezig zijn (bvb. chloor) worden bij voorkeur 2 ionen van dezelfde cluster genomen

Voor een positieve identificatie dienen de ionenratio's van een onderzochte component in een staal binnen bepaalde grenzen overeen te komen met deze in de kalibratiestandaard. De ionenratio is gedefinieerd als :

- in geval van MS-meting : de piekoppervlakte van het diagnostisch ion gedeeld door de piekoppervlakte van het meest intense diagnostisch ion, maal 100 %
- in geval van MS/MS : de piekoppervlakte van dochterion gedeeld door de piekoppervlakte van het meest intense dochterion, maal 100 %.

De afwijking t.o. v. kalibratiestandaard is gedefinieerd als :

- het verschil van de ionenratio in de kalibratiestandaard en de ionenratio in het staal, gedeeld door de ionenratio in de kalibratiestandaard, maal 100 %.

De maximale afwijking van de ionenratio's t.o.v. deze in de kalibratiestandaard zijn weergegeven in tabel 3.

Opmerking : voor pieken in de buurt van de bepalingsgrens (1 tot 3 keer de bepalingsgrens) mag de afwijking groter zijn, de beoordeling gebeurt ahv 'expert judgement'.

4 KWALITEITSEISEN VOOR DE BACTERIOLOGISCHE PARAMETERS (WAC DEEL V)

4.1 EERSTELIJNSCONTROLE

4.1.1 Blanco controle totaal kiemgetal

YEA plaat bij 22°C en YEA plaat bij 36°C inzetten. Indien verdunningen van een monster zijn uitgevoerd, bijkomend YEA + 1 ml verdunningsoplossing telkens bij 22°C en bij 36°C incuberen. Deze controles lopen gelijktijdig met de analyses van monsters en worden in dezelfde omstandigheden geïncubeerd en afgelezen.

4.1.2 Blanco controle overige parameters

- Coliformen & *E.coli*
- Enterokokken
- Coagulase positieve Staphylokokken
- *Pseudomonas aeruginosa*
- *Clostridium perfringens*
- *Salmonella* spp.
- *Legionella* species; *Legionella pneumophila*

Indien de membraanfiltratiemethode wordt toegepast, wordt voor elke parameter een blanco controle uitgevoerd door een volume van 100 ml verdunningsoplossing of steriel water te filtreren en de filter op de respectievelijke selectieve agarplaten aan te brengen. Deze controles lopen gelijktijdig met de analyse van monsters en worden in dezelfde omstandigheden geïncubeerd en afgelezen.

Voor *Salmonella* en *Legionella* worden de blanco's gedurende alle stappen van de volledige analysemethode meegenomen maar dienen ze slechts op één selectieve plaat (*Salmonella*: XLD of chromogeen medium / *Legionella*: BCYE + AB of GVPC of MWY) gecontroleerd te worden.

Voor de quanti-tray MPN methode dient een aangepaste procedureblanco uitgevoerd te worden.

4.1.3 Frequentie en criteria voor blanco controle

Voor totaal kiemgetal worden bij elke reeks opwerkingen van monsters de onder 4.1.1. beschreven blanco's meegenomen. Indien meerdere reeksen per dag worden opgewerkt dan volstaat één blanco controle, op voorwaarde dat alle uitvoerders regelmatig aan bod komen bij de blanco controles.

Voor de overige parameters wordt de onder 4.1.2. beschreven blanco controle minimaal wekelijks uitgevoerd. Ook in dit geval dienen alle uitvoerders regelmatig bij de blanco controles aan bod komen.

Het maximale criterium voor de blanco controle is voor:

- totaal kiemgetal ≤ 1 kve/ml
- *Legionella* spp. < rapportagegrens
- andere presumptieve parameters < 1 kve /100 ml

Een iets hogere blancowaarde voor totaal kiemgetal is aanvaardbaar voor monsters met hoog kiemgetal mits motivatie.

4.1.4 Positieve controle in geval van aangekochte kant-en-klare media met kwaliteitscertificaat

Voor de positieve controle kan deels gebruik gemaakt worden van het kwaliteitscertificaat voor het betreffende lot kant-en-klaar voedingsmedium dat ter beschikking gesteld wordt door de producent en waarop de groei wordt geëvalueerd van relevante referentiestammen.

Bijkomend dient het laboratorium zelf minimaal volgende kwantitatieve positieve controles uit te voeren:

- ✓ indien erkend voor pakket W.8.1, W.8.2, W.8.4 of W.8.6: minstens één regelmatig geanalyseerd indicator organisme testen;
- ✓ indien erkend voor pakket W.8.3: een *Legionella pneumophila* testen;
- ✓ indien erkend voor pakket W.8.5: een *Clostridium perfringens* stam testen.

De resultaten van de door het laboratorium uitgevoerde kwantitatieve positieve controles worden geregistreerd en geëvalueerd met behulp van statistische controlekaarten, na log 10 transformatie. Voor *Salmonella spp.* dient een kwalitatieve positieve controle op een niveau in de buurt van de detectielimiet te worden meegenomen.

De minimale frequentie kwantitatieve positieve controle is als volgt:

- indien betreffende parameter (indicator parameter, *Legionella pneumophila*, *Clostridium perfringens*, *Salmonella spp.*) dagelijks of meerdere malen per week wordt uitgevoerd: tweewekelijks een positieve controle testen;
- indien betreffende parameter wekelijks wordt uitgevoerd: maandelijks een positieve controle testen;
- indien betreffende parameter maandelijks wordt uitgevoerd: tweemaandelijks een positieve controle testen;
- indien betreffende parameter minder frequent dan maandelijks wordt uitgevoerd: elke analysedag een positieve controle testen.

Bijkomend dient steeds een kwantitatieve positieve controle uitgevoerd te worden bij overschakeling naar ofwel media ofwel filters van een andere producent.

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 TWEEDELIJNSCONTROLE

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, 2019: Water Quality – Multi-compound class methods Part 1 –Criteria for the identification of target compounds by gas and liquid chromatography and mass spectrometry
- 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
PFAS (WAC/IV/A/025)	IS 30%-200% (behalve 13C-8:2 diPAP en 13C-PFHxDA: 10%-200%)
VOC (WAC/IV/A/016)	IS 50%-150% (berekend tov gemiddelde van de kalibratiestandaarden)
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%
Ftalaten (WAC/IV/A/008)	IS: 50%-150% (behalve D4-DMP: 10-50%)
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 dubbelde 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 monsterverzuivering 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

Methode	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
PFAS (WAC/IV/A/025)	7 (PFBA, PFOA lineair, PFHxDA, PFBS, PFOS lineair, 6:2 FTS en EtFOSAA)
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 en WAC/IV/A/008)	3
Nonyfenol (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
Aromatische amines (WAC/IV/A/024)	6

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 %	+ - 30 %
>20% - 50%	+ - 15 %	+ - 30 %
>10% - 20%	+ - 20 %	+ - 30 %
<10%	+ - 50 %	+ - 50 %