

Raad voor Accreditatie (RvA)

Eerstelijnscontrole

Document code: RvA-T022

Datum vaststelling: 22 december 2010

Een RvA-Toelichting beschrijft het beleid en/of de werkwijze van de RvA met betrekking tot een specifiek accreditatieonderwerp. Indien het beleid en/of de werkwijze betreffende een accreditatieonderwerp, dat in een RvA-Toelichting is beschreven, in een EA, ILAC of IAF-document wordt vastgelegd, zal de RvA haar beleid en werkwijze in overeenstemming brengen met dit EA, ILAC of IAF-document.
Een actuele versie van de Toelichtingen is via de website van de RvA (www.rva.nl) te verkrijgen.

Inhoud

1	Inleiding _____	4
2	Accreditatiecriteria m.b.t. kwaliteitscontroles _____	4
3	RvA Toelichting _____	5
4	Wijzigingen ten opzichte van de vorige versie _____	7

1 Inleiding

Bij beoordelingen van de RvA bij testlaboratoria, is gebleken dat er verschillen van inzicht bestaan ten aanzien van de interpretatie van de eisen die betrekking hebben op de uitvoering van de interne kwaliteitscontrole (criterium 5.9 uit ISO/IEC 17025).

De interpretatie heeft concreet betrekking op de uitvoering van relevante interne controles en dan met name de controles die de uitvoerende zelf uitvoert om aan te tonen dat zijn/haar werkzaamheden aan de gestelde eisen voldoen, de zogenaamde eerstelijnscontroles.

Door middel van deze toelichting tracht de RvA duidelijkheid te verschaffen over de wijze waarop criterium 5.9 uit ISO/IEC 17025, m.b.t. de uitvoering van eerstelijnscontroles, moet worden gehanteerd.

Deze toelichting is tot stand gekomen op basis van een advies van een daartoe samengestelde werkgroep; in deze werkgroep hadden vertegenwoordigers van laboratoria, deskundigen die namens de RvA beoordelingen uitvoeren en medewerkers van de RvA zitting.

Het advies van de werkgroep heeft, na behandeling door de AccreditatieAdviesCommissie-testLaboratoria en AccreditatieBeleidsCommissie destijds geleid tot de totstandkoming van dit toelichtend document

2 Accreditatiecriteria m.b.t. kwaliteitscontroles

In de Nederlandse vertaling van ISO/IEC 17025, NEN-EN-ISO/IEC 17025, staat bij criterium 5.9:

Het laboratorium moet beschikken over procedures voor kwaliteitsbeheersing om de validiteit van de uitgevoerde beproevingen en kalibraties te bewaken. De resulterende gegevens moeten zo worden geregistreerd dat trends worden opgemerkt en dat voor zover praktisch mogelijk, statistische methoden worden toegepast voor de beoordeling van de resultaten.

In 'Accreditation for chemical Laboratories' (EURACHEM Guidance Document no1, WELAC Guidance Document No. WGD 2 (één van de toelichtende documenten van de EA) staat onder 13.1:

Quality control (QC): The operational techniques and activities that are used to fulfill requirements for quality (ISO 9000, 3.4).

Onder 13.2 van datzelfde document staat:

As part of their quality systems, and to monitor day-to-day and batch-to-batch analytical performance, laboratories should operate systematic internal quality control (QC) checks and participate wherever possible in proficiency testing schemes (external QC). These measures should be clearly defined in the quality manual. The level and type of QC will depend on criticality, nature of the analyses, frequency of analyses, batch size, degree of automation, and test difficulty and reliability.

3 RvA Toelichting

Deze toelichting van de RvA heeft betrekking op de volgende onderwerpen:

1. doel eerstelijnscontrole;
2. keuze eerstelijnscontrolemonster(s);
3. frequentie eerstelijnscontrole.

3.1 Doel eerstelijnscontrole

Met behulp van de eerstelijnscontroles dient de uitvoerende analist(e) te bepalen of zijn of haar werkzaamheden voldoen aan de gestelde eisen. Dit betekent dat deze op basis van de resultaten van de controles de te rapporteren testresultaten vrijgeeft voor verdere verwerking. Ook kan de eerstelijnscontrole de analist ondersteunen bij het vaststellen van oorzaken van onbeheerste kwaliteit. De eerstelijnscontroles dienen daarnaast de analist als middel om vroegtijdig mogelijke afwijkingen te onderkennen (preventieve maatregelen).

De eerstelijnscontrole voor een test moet, om aan bovengenoemde doelstellingen tegemoet te komen, zodanig zijn ingericht dat potentiële foutenbronnen in het proces worden gesignaleerd zodat in gevallen van onbeheerste kwaliteit testen kunnen worden herhaald. De keuze van controlemonsters en frequentie is hierbij van groot belang.

3.2 Keuze eerstelijnscontrolemonster

Het laboratorium dient de eerstelijnscontroles zodanig in te richten dat ze effectief zijn. Hiermee wordt bedoeld dat fouten die mogelijk in het proces kunnen optreden en een effect hebben op het resultaat van de test, daadwerkelijk aan het licht komen bij de eerstelijnscontroles. De fouten die bij de uitvoering van een test (van begin tot eind) kunnen optreden en niet op een andere wijze tot uiting komen dan door het gebruik van de eerstelijnscontroles, moeten door het laboratorium worden geïdentificeerd.

- Als uit het validatieonderzoek blijkt, of als er in de genormaliseerde methode of algemeen geaccepteerde literatuur nadrukkelijk wordt gesteld dat de analysemethode niet gevoelig is voor matrixinvloeden, kan volstaan worden met een controlemonster welke bereid is in een "eenvoudige matrix" (hierbij valt bij analyses in de diverse soorten water te denken aan leidingwater, gedemineraliseerd water, "milli-Q-water", buffers, andere matrix, etc.).
- Als uit het validatieonderzoek blijkt, of als er in de genormaliseerde methode of algemeen geaccepteerde literatuur nadrukkelijk wordt gesteld, dat de analysemethode wel gevoelig is voor matrixinvloeden, dan dient de eerstelijnscontrole zodanig ingericht te zijn dat op de kritische punten afdoende controlestappen ingebouwd worden. Dat kan inhouden dat er met een goed gekozen controlemonster gewerkt wordt (een monster met "relevante componenten", een "relevante matrix", etc.), maar het kan ook inhouden dat er met andere goed gekozen borgingsstappen gewerkt wordt (controle op destructie-, destillatie- en/of extractierendement, (gelabelde) interne standaarden, inter-element correcties, etc.).

Enkele voorbeelden m.b.t. matrixinvloeden:

De matrix van een monster met een hoog zoutgehalte heeft bijvoorbeeld veel invloed op een metaalbepaling, maar heeft geen invloed op bijvoorbeeld een PAK- of minerale olie-bepaling. Zo heeft de matrix van een monster met een hoog zwavelgehalte veel invloed op de bepaling van bestrijdingsmiddelen met GC-ECD, maar heeft veelal weinig invloed wanneer GC-MS wordt toegepast.

Enkele voorbeelden m.b.t. het kiezen van controlemonster en borgingsstappen:

- bij een EOX-bepaling bijvoorbeeld twee componenten toevoegen welke de extractie bij de twee pH's borgt;
- bij de ICP-AES-bepaling bijvoorbeeld de invloed van ijzer op cadmium controleren;
- bij de minerale olie bepaling bijvoorbeeld door het kiezen van een "humuszuren bevattend monster" om de clean-up-stap te borgen;
- bij ICP-MS kan bijvoorbeeld de storing van chloride op arseen bepaald (en gecorrigeerd) worden aan de hand van een synthetisch bereid monster met bekende extreme matrixinvloeden;
- bij de MS bepalingen kunnen bijvoorbeeld matrixafwijkingen in een monster worden beoordeeld met behulp van meting van verschillende massa's/massa fragmenten.

Eén en ander kan inhouden dat er meerdere controlemonsters nodig zijn.

- Als uit validatieonderzoek blijkt, of als er in de genormaliseerde methode of algemeen geaccepteerde literatuur nadrukkelijk wordt gesteld, dat de analysemethode wel gevoelig is voor matrixinvloeden, en het is niet mogelijk een zodanig controlemonster te kiezen of anderszins de eerstelijnscontrole zodanig in te richten dat op de kritische punten afdoende controlestappen ingebouwd worden en het is ook niet mogelijk om met behulp van een (aan elk monster toegevoegde) interne standaard de matrixinvloeden te borgen, dan dient op elk monster "standaard-additie" toegepast te worden.
- Bij testen zoals BZV, pH-meting, EC-meting, etc. is de (bijna altijd aanwezige) invloed van de matrix op het analyseresultaat niet van belang en kan volstaan worden met een controlemonster welke bereid is in een "eenvoudige matrix".

3.3 Frequentie uitvoering eerstelijnscontrole

In het eerder genoemde Eurachem-document staat vermeld dat de frequentie "day-to-day" en "batch-to-batch" is. Doel is om de meetserie op kritische punten te borgen.

Het laboratorium moet bij de keuze van de frequenties de volgende overwegingen in beschouwing nemen:

1. In welke mate zijn er variabelen die tijdens de uitvoering van een reeks of meerdere reeksen testen kunnen leiden tot onbeheerste kwaliteit.
2. Is een controlemonster "dekkend" voor alle monsters die eraan vooraf gingen of erna komen.

Voorbeelden

1. Door het meenemen van een controlemonster in elke carrousel bij een magnetron-ontsluiting ten behoeve van testen op gehalte aan metalen wordt de variabele "werking van de magnetron" gecontroleerd; of het opnieuw meenemen van een controlemonster indien er een nieuwe batch chemicaliën gebruikt wordt om de variabele "kwaliteit van de chemicaliën" te controleren.
2. Bij ICP-AES-testen zal op basis van alleen een controlemonster aan het begin van een serie geen uitspraak gedaan kunnen worden over de monsters aan het eind van de serie. Ditzelfde geldt voor bijvoorbeeld seriematige nat-chemische analyses waarbij gebruik wordt gemaakt van doorstroomanalyse-apparatuur. Hierbij dient bovendien opgemerkt te worden dat een serie veelal geborgd kan worden door te beginnen en af te sluiten met een kalibratiestandaard en eisen te stellen aan het verschil tussen de analytische respons van deze standaarden.

4 Wijzigingen ten opzichte van de vorige versie

In de vorige versie van april 2003 werd de indruk gewekt dat alleen volstaan kon worden met een "eerstelijnscontrole in de matrix".

In de huidige versie is weergegeven dat de eerstelijnscontrole zodanig ingericht moet zijn dat op de kritische punten afdoende controlestappen ingebouwd zijn; voorbeelden hieromtrent zijn vermeld.