Bijlage 10 – Testprotocol

1. Doel van applicatietest

Als onderdeel van kwalitatief subgunningscriterium 3 "Test kwaliteit monsteranalyse" voert de inschrijver een applicatietest uit op door AQUON aangeleverde monsters.
Het doel van de test is het aantonen van:

- De rapportagegrenzen van de methode;
- De herhaalbaarheid van de metingen;
- De juistheid van de resultaten;

2. Algemene Uitganspunten

2.1 Reactiegassen

De inschrijver mag gebruikmaken van onderstaande reactie- of collisiongassen, of gelijkwaardige alternatieven:

- O_2 (zuurstof)
- H_2 (waterstof)
- NH_3 (ammoniak)
- He (helium)
- N2O (lachgas)

2.2 Verantwoordelijkheden leverancier

De inschrijver is verantwoordelijk voor:

- Kalibratiestandaarden;
- Interne standaarden;
- Controlestandaarden;
- Methode-inrichting;
- Keuze van isotopen.

3. Meetcondities

Alle analyses worden uitgevoerd onder de volgende voorwaarden:

- Testen worden uitgevoerd met de aangeboden set up (ICP-TQ-MS, Auto dilution, Autosampler)
- 2 Methoden worden gecreëerd.
    - Aqua regia (16%);
    - HNO_3 methode (9%).
- Alle elementen worden bepaald binnen één multi-elementmethode.
- Het gerapporteerde resultaat is het gemiddelde van 3 replicates, in een monsterdoorvoer.
- Voor de lage-grenzen methode mag de maximale analysetijd afwijken van de eis.
- De gebruikte methodebeschrijving wordt met AQUON gedeeld.

4. Te analyseren elementen en rapportage grenzen.

De onderstaande elementen worden bepaald in µg/l. Dit is bestand te vinden als Bijlage 11 ”invulblad gebruikte massa en reactie”. Hierin de gerapporteerde massa en gebruikte gassen noteren per element noteren.

Element	Omschrijving	EIS (µg/l)	Gebruikt reactie gas	Gerapporteerde Massa
Ag	zilver	0,003		
Al	aluminium	1		
As	arseen	0,1		
B	boor	1		
Ba	barium	0,5		
Be	beryllium	0,03		
Bi	bismuth	0,5		
Ca	calcium	10		
Cd	cadmium	0,024		
Co	kobalt	0,0667		
Cr	chroom	0,1		
Cu	koper	0,1		
Fe	ijzer	5		
Hg	kwik	0,025		
La	lanthaan	0,1		
Li	lithium	1		
Mg	magnesium	1		
Mn	mangaan	0,1		
Mo	molybdeen	0,3		
Na	natrium	10		
Ni	nikkel	0,1		
Pb	lood	0,1		
Sb	antimoon	0,2		
Se	selenium	0,025		
Sn	tin	0.2		
Sr	strontium	0,3		
Te	telluur	2		
Th	thorium	0,1		
Tl	thallium	0,017		
U	uranium	0,06		
V	vanadium	0,1		
Zn	zink	1		

5. Beschrijving testmonsters

5.1 Overzicht monsters

In totaal worden zeven monsters aangeleverd.

Sample	Matrix
M0	**Aqua Regia**
M1	**Aqua Regia**
M2	**Aqua Regia**
M3	**Salpeterzuur**
H0	**Aqua Regia**
H1	**Salpeterzuur**
H2	**Salpeterzuur Trace**

5.2 Monsterkarakteristieken

- Monsters worden donker opgeslagen.
- Maximale conserveringstermijn bedraagt twee weken.
- Alle concentraties liggen beneden 100× de gestelde rapportagegrens.
- Monsters met dezelfde matrix mogen binnen één meetreeks worden geanalyseerd.

6. Uitvoering van de metingen
6.1 Juistheidsmetingen
Voor de monsters M1 t/m M3:

- Bepaal alle gevraagde elementen;
- Rapporteer de gemeten concentraties;
- De resultaten worden vergeleken met het gecertificeerde referentiemateriaal.

Monster M0 wordt uitsluitend gebruikt als procedure blanco en wordt niet beoordeeld.

6.2 Herhaalbaarheidsmetingen

Voor alle elementen dient de rapportagegrens te worden vastgesteld binnen de toegepaste multi-elementmethode. Hiervoor wordt van 10 herhaalde metingen (injecties) de standaarddeviatie bepaald.

Voor de monsters H0 t/m H2:

- Voer 10 onafhankelijke metingen uit;
- Bereken per element de standaarddeviatie van deze 10 metingen;
- Rapporteer uitsluitend de berekende standaarddeviatie in bijage 9.

De afzonderlijke metingen worden niet beoordeeld.

Voor acceptatie geldt:
Bij 1 van de 3 geleverde monsters moet voor elk element de Standaarddeviatie ≤ 1/10 van de gestelde rapportagegrens zijn.
AQUON verwerkt de vermenigvuldigingsfactor van 10 automatisch in Bijlage 9.

7 Rapportage

Resultaten worden ingevuld in Bijlage 9 -Aquon TestMonsters. Deze bijlage wordt gebruikt voor controle en het toekennen van punten.

- Het resultaat van M0 krijgt geen score aangezien dit een procedure blanco is met Aqua Regia.
- Resultaten M1-M3 worden ingevuld onder tabblad "Invoer Samples". Per monster worden de gemeten concentraties ingevoerd.

Voor de herhaalbaarheidsmetingen mag per element de isotoop worden gerapporteerd die de laagste standaarddeviatie oplevert. Van minimaal één van de drie herhaalbaarheidsmonsters wordt verwacht dat alle gestelde eisen worden gehaald.

Resultaten H0-H2 worden ingevuld onder tabblad "Invoer RG".

- Hiervan wordt verwacht dat van de 10 metingen van het individuele monster de standaarddeviatie wordt berekend en ingevoerd. Let op dat de ingevoerde waarde altijd groter is dan 0.

AQUON houdt voor de rapportage grens 10 maal de standaarddeviatie aan op een 10 maal herhaald gemeten blanco. De vastgestelde standaarddeviatie wordt getoetst op 1/10 van de eis. De inschrijver hoeft met deze factor geen rekening te houden. Deze is ingebouwd in bijlage 9.

7.2 Bevindingenrapport

De inschrijver rapporteert ook:

- Afwijkende resultaten;
- Opvallende waarnemingen;
- Mogelijke contaminaties;
- Oorzaken van eventuele overschrijdingen;
- Mogelijke corrigerende maatregelen;
- Algemene opmerkingen over de kwaliteit van de monsters;
- Gerapporteerd massa’s en gebruikte reactie-/collisiongassen;
- Gebruikte interne standaarden.

8. Beoordeling

De beoordeling vindt plaats op basis van:

Herhaalbaarheidsmonsters (H0-H2)

- Voldoen aan de gevraagde rapportagegrenzen;
- Behaalde standaarddeviaties ten opzichte van de eis.

Maximale score wordt toegekend wanneer:

Standaarddeviatie ≤ 50% van de gestelde rapportagegrens.

Standaarddeviatie tussen eis & 50 % van de eis worden incrementeel punten toegekend op basis van behaald percentage.

Juistheidsmonsters (M1-M3)

- Overeenkomst met gecertificeerde referentiewaarden. Het verschil mag maximaal 20% zijn met de referentiewaarde. De toegekende punten nemen incrementeel af naar 20%.

9. Planning
De volledige rapportage dient als onderdeel van de inschrijving te worden ingediend vóór de in de aanbestedingsdocumenten vermelde indieningsdeadline.