

Validatie volgens NEN 7777:

**solide basis voor kwaliteit
of schijnzekerheid?**

Par. 5.5.2

Als monsters binnen het (deel)toepassingsgebied **beduidend** kunnen verschillen in standaardafwijking van verschillende monsters, neem dan zo veel mogelijk laboratoriummonsters en beperk het aantal herhalingen per monster (duploanalyse).

Het beperken van het aantal laboratoriummonsters tot $n = 1$ is toegelaten indien:

- verschillen in spreiding tussen de laboratoriummonsters op voorhand **onbeduidend** zijn;
- het aannemelijk is dat de spreiding voor het gekozen laboratoriummonster groter is dan of gelijk is aan de ‘gemiddelde’ spreiding voor laboratoriummonsters. De ‘gemiddelde’ spreiding wordt verkregen door de varianties voor alle laboratoriummonsters binnen het (deel)toepassingsgebied te middelen. Deze ‘gemiddelde’ spreiding is de spreiding voor het toepassingsgebied.

6.1.2 Hulpapparatuur en –materialen

Stel vast dat hulpapparatuur en -materialen voor het creëren van goede beproevingsomstandigheden en (referentie)materialen niet in substantiële mate bijdragen aan de vast te stellen waarde van het prestatiekenmerk.

Terminologie

Partij (meetobject)



Laboratoriummonster



Analysemonster



Analyseportie (test portion)



Meetoplossing

Milieulaboratoria

Weinig vaste matrices:

grond en (water)bodem

Water:

grond-, oppervlakte-, drink-,
zee,- zwem,-, regen- en
zeewater

NEN 6591 (1990) Regenwater.
Bepaling van de soortelijke
geleiding in een
doorstroomanalysestelsel

laboratoria voor levensmiddelen en diervoeders

Groot aantal sterk verschillende
matrices:

groenten en fruit

dranken, jams, etc.

vlees en vleeswaren

olie en vet

zuivel en eieren

snoep, chips, noten

complete maaltijden

brood en graanproducten

Samengestelde diervoeders

Knelpunten bij de validatie

Hoeveel matrices

Hoeveel concentratieniveaus

Voorbehandeling monsters

Concept van de moeilijkste matrix

Een monster in 8-voud of 8 monsters in duplo

IDF/ISO standaarden voor het bepalen vetgehalten

Referentiemethoden, Röse-Gottlieb

- 1D Melk
 - 009 Melkpoeder+weipoeder+karnemelkpoeder+gedroogd boterserum
 - 013 Evap+gezoete gecondenseerde melk
 - 016 Room
 - 022 Magere melk+wei+karnemelk
 - 059 Weikaas
 - 116 IJs+ijsmix
 - 123 Zuigelingenvoeding
-

Alternatieven, als R-G niet toepasbaar is

- 005 Kaas en smeltkaas (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)
- 124-1,2,3 Samengestelde producten met ei, zetmeel, vruchten etc.
(Weibull-Berntrop)

Standaarden voor analyse van levensmiddelen/diervoeders

NEN

ISO

EU

CEN

AOAC

GAFTA

Nationale standaarden

Ruime ervaring met een praktijkmonster voldoende als basis voor R_w ?

Moeilijkste matrix?

Voorbeeld: carbonaat (kalk) in kippenvoer

1e lijnscontrolemonster \longrightarrow $\text{rsd}_w \approx 5\%$

8 praktijkmonsters in duplo \longrightarrow $\text{rsd}_w \approx 10\%$

Eerste oorzaak van schijnzekerheid!

Terminologie

Partij (meetobject)



Laboratoriummonster



Analysemonster



Analyseportie (test portion)



Meetoplossing

Validatie *versus* eerstelijnscontrole

Twee verschillende domeinen of gekoppeld?

Tweede oorzaak van schijnzekerheid!

Aantal controlemonsters per verrichting

Milieulaboratoria: doorgaans 1

Levensmiddelen/diervoeders: 1 tot wel 4

Analyse verplicht in duplo

AP05 (dierlijke mest): alle monsters in duplo

AP04 SG: droge stof, lutum en organische stof alle monsters in duplo

Diervoeders volgens EU richtlijnen: voorheen alle monsters minimaal in duplo

Periodieke controle herhaalbaarheid

Niet nodig als s_w Shewhartkaart $<$ eis voor s_r ?

Argument: $s_w = (1,5 \text{ tot } 2)^* s_r$

**EERSTE RICHTLIJN VAN DE COMMISSIE van 15 juni 1971
betreffende de vaststelling van gemeenschappelijke analysemethoden voor
de officiële controle van veevoeders (71/250/EEG) (tot 26 augustus 2009)**

“Het in het analyserapport vermelde resultaat is de gemiddelde waarde uit ten minste twee, op aparte porties van het monster uitgevoerde bepalingen, met voldoende herhaalbaarheid.”

**VERORDENING (EG) Nr. 152/2009 VAN DE COMMISSIE van 27 januari
2009 tot vaststelling van de bemonsterings- en analysemethoden voor de
officiële controle van diervoeders vanaf (26 augustus 2009)**

VERORDENING (EG) Nr. 152/2009 VAN DE COMMISSIE van 27 januari 2009 tot vaststelling van de bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders (vanaf 26 augustus 2009)

“Het in het analyserapport vermelde resultaat is de gemiddelde waarde uit ten minste twee, op aparte porties van het monster uitgevoerde bepalingen, met voldoende herhaalbaarheid.

Als echter bij de analyse op ongewenste stoffen het resultaat van de eerste bepaling significant ($> 50\%$) onder de te controleren specificatie ligt, zijn verdere bepalingen niet nodig, mits adequate kwaliteitszorgprocedures zijn gevolgd.

Als bij de controle van het opgegeven gehalte van een stof of ingrediënt de uitslag van de eerste bepaling het opgegeven gehalte bevestigt, d.w.z. de uitslag ligt binnen de tolerantiegrenzen voor het opgegeven gehalte, zijn verdere bepalingen niet nodig, mits adequate kwaliteitszorgprocedures zijn gevolgd. In sommige gevallen zijn deze tolerantiegrenzen in wetgeving vastgelegd, bijvoorbeeld in Richtlijn 79/373/EEG van de Raad (1)”

**Validatie volgens NEN 7777:
solide basis voor kwaliteit of schijnzekerheid?**

Conclusie: ja, mits