



Anerkannte Ergebnisse durch Analytische Qualitätssicherung (AQS)

Einleitung

Die Analytik und die Qualitätssicherung sind untrennbar miteinander verbunden. Die Qualität der Messergebnisse ist bei weitem nicht nur eine Frage des verwendeten **Analyseverfahrens** (Standard/Norm vs. Betriebsanalytik). Die Sorgfalt bei den einzelnen Arbeitsschritten und die eingesetzten **Qualitäts-sicherungsmaßnahmen** sind von weit größerer Bedeutung. Hach® übernimmt für die Anwender von LCK Küvetten-Tests einen erheblichen Teil der Qualitätssicherungsmaßnahmen. Die relevanten **Qualitäts- und Chargenzertifikate** sind deshalb stets verfügbar, z.B. auf der Hach Website. Auch bei der Durchführung einzelner Qualitätssicherungsmaßnahmen wird der Anwender unterstützt.

Weshalb ist Qualitätskontrolle notwendig?

Die Qualität von Waren und Dienstleistungen ist heute von entscheidender Bedeutung. Käufer und Anwender erwarten mittlerweile hohe Qualitätsstandards von Zulieferern und Herstellern. Deshalb wird die Qualität der angebotenen Dienstleistungen und Produkte mehrfach überprüft und dokumentiert (z.B. nach ISO 9001:2000).

Die Ergebnisse von Analysen können ebenfalls als Waren angesehen werden, und man muss ihre Qualität nachweisen können. Für die resultierenden Daten ist der Anwender selbst bzw. sein Vorgesetzter verantwortlich. Daher haften beide für eine fehlerhafte Auswertung und für Entscheidungen, die infolge falscher Analyseergebnisse getroffen werden. Die Einbeziehung geeigneter Maßnahmen zur Qualitätskontrolle an den relevanten Punkten des Analyseprozesses sorgt für zuverlässige Analysen und minimiert das Haftungsrisiko.

Die Organisation der Qualitätssicherung im Labor

Die Organisation und Durchführung der Analytischen Qualitätssicherung im Labor erfordert den Umgang mit verschiedenen internationalen und nationalen Normen. Die Kernpunkte sind:

- Festlegung der Maßnahmen, die aufgrund der anwendbaren Normen zu implementieren sind
- Interne und externe Qualitätssicherungsmaßnahmen
- Analytische Ausrüstung (Überwachung und Wartung)
- Laborpersonal (Kompetenz und Schulung)
- Dokumentation der implementierten Maßnahmen

Im Wesentlichen geht es darum, einheitliche Qualitätsstandards für betriebsanalytische Messergebnisse festzulegen. Sowohl für die Betriebsmethoden als auch für die Hersteller von Geräten und Reagenzien sowie für die Anwender werden grundlegende Anforderungen aufgestellt. Die Anforderungen gelten für alle Branchen und kommunalen Bereiche.

Bausteine der Qualitätskontrolle

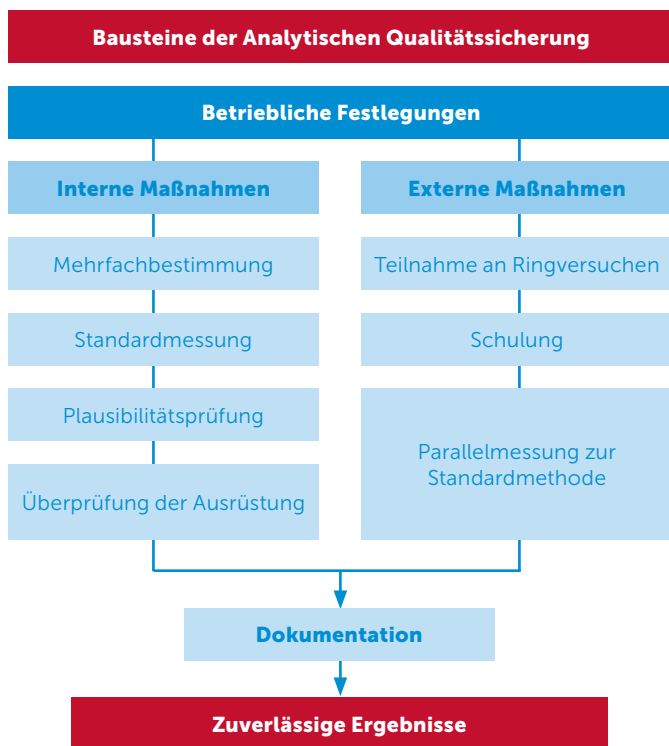
Die AQS lässt sich in zwei Bereiche aufteilen:

- 1. Interne Qualitätssicherung** – diese wird vom Anwender selbst durchgeführt.
- 2. Externe Qualitätssicherung** – diese resultiert beispielsweise aus der Zusammenarbeit zwischen Anwender und Gerätehersteller oder zwischen verschiedenen Laboratorien.

Die betrieblichen Festlegungen (Festlegung von Maßnahmen, Häufigkeit und Zielen der Qualitätskontrolle) dienen der Anpassung der einzelnen Maßnahmen an die Anforderungen des jeweiligen Betriebs.

Produktqualität

- + Qualität der Arbeitsabläufe
- + Qualitätssicherungsmaßnahmen
- = **Qualitätsergebnisse**



Interne und externe Qualitätssicherungsmaßnahmen

AQS-Glossar

Interne Maßnahmen

Mehrfachbestimmung

Mehrfachbestimmungen von Proben bzw. die Wiederholung einzelner Analyseschritte (z.B. der Probenahme) erhöhen die Zuverlässigkeit der einzelnen Messergebnisse. Durch Mehrfachbestimmungen werden grobe Ausreißer sofort erkannt. Durch Mittelwertbildung der Messwerte werden deutlich präzisere Ergebnisse erzielt. Doppelbestimmungen sollten in der Analytik unabhängig vom verwendeten Analyseverfahren zum Alltag gehören.

Standardmessung

Jeder Qualitätssicherungsprozess basiert auf der regelmäßigen Analyse einer Standardlösung. Dies geschieht durch die Analyse von Lösungen mit bekanntem Gehalt und die Dokumentation der Messwerte in einer Standardkontrollkarte. Liegen die Messwerte innerhalb eines vorgegebenen Vertrauensbereichs (zulässige Streuung um den Sollwert), so bestätigt dies die ordnungsgemäße Funktion der verwendeten Ausrüstung, beispielsweise des Photometers, des Küvetten-Tests und der Pipetten, sowie die korrekte Durchführung der Analyse.

Mit Addista hat Hach die einzelnen Bausteine der Analytischen Qualitätssicherung zu einem praxisgerechten System für die Betriebsanalytik zusammengeführt. Addista enthält eine Standard-/Aufstocklösung für die LCK Küvetten-Tests und zwei Ringversuchslösungen.

Plausibilitätsprüfung

Proben können Substanzen enthalten, die eine Analyse verfälschen. Dies gilt beispielsweise für eine hohe CSB-Konzentration bei der Bestimmung von Nitrat. Diese können durch eine Verdünnung oder eine Aufstockung geprüft werden.

Verdünnung: Die Probe wird zum Beispiel 1:10 verdünnt, d.h. 1 mL Probe + 9 mL destilliertes Wasser, und dann nach dem Arbeitsverfahren analysiert. Das ermittelte Ergebnis muss bei Berücksichtigung des Verdünnungsfaktors mit dem Messergebnis der Originalprobe vergleichbar sein. Hier ist darauf hinzuweisen, dass die Einhaltung der Messbereichsgrenzen bei der Wahl der Verdünnungsstufe wichtig ist. Liegt das Messergebnis der Originalprobe bereits im unteren Messbereich des Küvetten-Tests, sollte eine Aufstockung der Probe erfolgen.

Aufstockung: Hierbei wird die Probe mit der Aufstocklösung gemischt und dann mit dem entsprechenden Küvetten-Test gemessen (E1). Parallel dazu wird die Probe ohne Aufstocklösung gemessen (E2). Die Aufstockrate wird wie folgt berechnet: $\text{Aufstockrate} = E1 - E2/2$

Die so ermittelte Aufstockrate sollte innerhalb des vorgegebenen Vertrauensbereichs liegen. Liegt sie außerhalb dieses Intervalls, enthält die Probe störende Ionen. In diesem Fall muss sie vor der Analyse vorbereitet werden: Mit einer geeigneten Methode (Verdünnung, Aufschluss o.Ä., je nach Art der Probe) wird die Konzentration der störenden Substanzen gesenkt.

AQS – Empfehlungen zu Häufigkeit und Qualitätszielen

MESSUNG	ZIEL/NUTZEN	MINDESTHÄUFIGKEIT	QUALITÄTSZIEL ³
LABORANALYTIK	Mehrfachbestimmung	Einmal pro Monat ¹ pro Anwender und Matrix	Differenz ≤10 %
	Standardmessung	Bei jeder 10. Probe; mindestens einmal pro Monat ¹ pro Anwender	Einhaltung des Vertrauensbereichs
	Plausibilitätsprüfung	Bei unplausiblen Ergebnissen oder Matrixveränderungen; mindestens einmal vierteljährlich ¹	Differenz ≤20 %
	Ringversuche/vergleichende Messungen (mit Betriebsmethoden)	Ein- bis zweimal pro Jahr pro Anwender	Differenz ≤20 %
	Parallelmessung (mit Referenzmethode)	Einmal pro Jahr pro Küvetten-Test	Differenz ≤20 %
	Pipetten (Volumenprüfung)	Zweimal pro Jahr	Differenz ≤1 %
	pH-Messgerät	Einmal pro Monat	Differenz ≤0,2 pH
	Thermostat	Einmal pro Jahr	Differenz ≤3 °C
	Photometer	Einmal pro Jahr	Gemäß Herstellerspezifikation
	Standardmessung	Einmal pro Monat	Einhaltung des Vertrauensbereichs
PROZESS	Plausibilitätsprüfung	Bei unplausiblen Ergebnissen oder Matrixveränderungen	Differenz ≤20 %
	Vergleichende Messung mit Labor	Einmal pro Woche	Differenz ≤20 %

¹ Auch bei wichtigen Untersuchungen (z.B. Vergleich mit behördlichen Überwachungsmethoden)

² Z.B. pro Prüffiltersatz oder bei der Gerätewartung

³ Es kann sinnvoll sein, die erlaubte Differenz in mg/L statt in Prozent anzugeben, z.B. bei Werten im sehr niedrigen Konzentrationsbereich.

Überprüfung der Ausrüstung

Eine häufige Fehlerquelle sind falsch abgemessene Volumina, z.B. durch verstellte Pipetten oder falsche Handhabung von Pipetten. Bei regelmäßiger Überprüfung können diese Fehlerquellen schnell erkannt und behoben werden.

Für Photometer sind Prüffiltersätze zur Überprüfung des Streulichts und der photometrischen Genauigkeit erhältlich. Damit kann der Anwender seine Geräte schnell und einfach selbst überprüfen. Die ermittelten Daten werden in einem Prüfprotokoll dokumentiert. Die Hach Service-Programme bieten eine weitere Möglichkeit, die Zuverlässigkeit der Geräte sicherzustellen.

Externe Maßnahmen

Teilnahme an Ringversuchen

Der Ringversuch ist ein wichtiges Element der externen Qualitätssicherung. Dahinter steht das Prinzip, dass identische Proben unabhängig voneinander durch mehrere Teilnehmer unter vergleichbaren Bedingungen analysiert werden. Die Arbeit der einzelnen Teilnehmer kann anhand der jeweiligen Ergebnisse beurteilt werden. Außerdem erhält man auf diese Weise Informationen über die Präzision und Richtigkeit des Analyseverfahrens. Die Teilnahme an einem Ringversuch ist häufig Voraussetzung für die Anerkennung der Gleichwertigkeit betriebsanalytischer Verfahren.

Parallelmessung

Für fast alle üblichen Probenmatrizen liefern die betriebsanalytischen Verfahren Ergebnisse, die mit den Standardverfahren vergleichbar sind. Dennoch bleibt die wesentliche Frage nach der Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit der Referenzmethode. Deshalb wird bei der behördlichen Überwachung empfohlen, die Probe zu teilen und unter Einbeziehung der erforderlichen Qualitätssicherungsmaßnahmen parallel mit dem Küvetten-Test zu analysieren.

Schulung

Durch die regelmäßige Teilnahme an Schulungsseminaren bleibt das analytische Wissen aktuell. Das Verständnis analytischer Zusammenhänge, das Erkennen möglicher Fehlerquellen und das Durchführen von Analysen in der Gruppe erhöhen die Fähigkeit, die Betriebsanalyse bestmöglich zu nutzen und die Ergebnisse richtig auszuwerten.

Dokumentation

Die Analytische Qualitätssicherung dient der Verifizierung der Ergebnisse und dokumentiert den korrekten Gebrauch des Messsystems. Dies beginnt mit der Probenahme und endet mit dem Analysebericht im Labor- oder Betriebstagebuch. Die Dokumentation muss exakt und klar strukturiert sein. Es muss erkennbar sein, von wem die jeweiligen Analysedaten stammen und wann sie ermittelt wurden. Sämtliche Messergebnisse im Rahmen der Qualitätssicherung müssen in die entsprechenden Kontrollkarten eingetragen werden.

Folgendes ist zu beachten:

- Alle Messergebnisse sollten innerhalb des Vertrauensbereichs liegen.
- Es wird angestrebt, die Arbeitsmethoden durch einen engeren Vertrauensbereich zu verbessern.
- Trends werden beobachtet.

Auch Erfahrungswerte spielen bei der Beurteilung der Ergebnisse eine wichtige Rolle. Veränderungen in der Konzentration von Substanzen lassen sich auf eine ganze Reihe von Faktoren zurückführen, beispielsweise auf die Gesamtwassermenge, die Verweildauer in der Anlage oder den pH-Wert. Außerdem müssen Analysewerte und Erfahrungswerte zusammenpassen.

Schlussfolgerung

Die regelmäßige Anwendung der AQS gewährleistet:

- dass die Analyseergebnisse nachvollziehbar sind.
- dass der ordnungsgemäße Zustand des Analysesystems dokumentiert wird.
- dass Handhabungsfehler sofort erkannt werden.
- dass der Vergleich von Messergebnissen möglich ist.
- dass die Analyseergebnisse anerkannt werden.