

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen <i>der Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA) für die Qualitätssicherung bei Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen</i>	05
-----------------	---	-----------

– AQS –
ANALYTISCHE QUALITÄTSSICHERUNG

**Rahmenempfehlungen
der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA)
für Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen**

**Herausgegeben von der
Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA)**

**3. Auflage
(Stand 28.9.2021)**

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Ersteller der Rahmenempfehlungen:

Ländervertreter:

Land	Name
Baden-Württemberg	Diane Fügel
Bayern	Dr. Martin Schmid
Berlin/Brandenburg	Dr. Carsten Schiller
Hamburg	Dr. Ines Holz
Hessen	Christina Sack
Mecklenburg-Vorpommern	Dr. Kathrin Stein
Niedersachsen	Dipl.-Ing. Susanne Dießner
Nordrhein-Westfalen	Dr. Klaus Sielex
Rheinland-Pfalz	Dr. Heinrich Lauterwald
Saarland	Dr. Stephan Schmidt
Sachsen	Dipl.-Chem. Annette Simon
Sachsen-Anhalt	Dr. Tom Schillings
Schleswig-Holstein	Dr. Gerda Rüniger
Thüringen	Dr. Sabine Geiß

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

Vorwort zur 1. Auflage:

Der Bürger hat in der Vergangenheit gelernt, kritisch zu sein gegenüber der Wissenschaft, der Politik, den Medien, der Werbung und allem, was die eigene Meinung beeinflussen könnte. In Umweltfragen verlässt er sich lieber auf das eigene Urteil, gestützt auf unangreifbare Messwerte und Fakten. Im Labor exakt ermittelte Messwerte der Natur sind zu einem bedeutenden Stützpfiler umweltpolitischer Entscheidungen geworden. Vergleiche mit zulässigen Grenz- und Höchstwerten sind heute jedermann vertraut. – Doch dieser Stützpfiler, diese letzte sichere Basis eigener Meinungsbildung, wankt. Ringversuche machen deutlich, dass eine häufig zum methodisch-apparativen Selbstzweck gesteigerte Analytik auch bei Standarduntersuchungen in den Ergebnissen unzulässig breit streut. Die Umweltanalytik ist eine Ware geworden, die auf dem freien Markt gehandelt wird und von den jeweiligen Auftraggebern und Medien ohne Möglichkeit einer Qualitätskontrolle kritiklos konsumiert wird; doch hat auch dieser Markt seine schwarzen Schafe.

Dieser Problematik hat sich die Länderarbeitsgemeinschaft Wasser angenommen und Rahmenempfehlungen für die Qualitätssicherung von Wasser, Abwasser- und Schlammuntersuchungen erarbeitet. Um das Geschäft mit den Messwerten seriöser und die Messwerte vergleichbarer zu machen, hat die LAWA den Ländern empfohlen, diese Rahmenempfehlungen verbindlich für alle Laboratorien, die im wasserrechtlichen Vollzug tätig sind, einzuführen.

Durch die nun vorliegende Veröffentlichung sollen diese Empfehlungen gleichzeitig einem breiten Kreis zugänglich gemacht werden.

Kiel, im Dezember 1988

Länderarbeitsgemeinschaft Wasser

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Vorwort zur 2. Auflage:

Im Jahr 1988 hat die LAWA erstmals eine Rahmenempfehlung für Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen veröffentlicht. Die Erfahrungen mit dieser ersten Auflage zeigen, dass der Qualitätskontrolle im umweltanalytischen Bereich eine sehr hohe Stellung zukommt. Die Rahmenempfehlung hat sich bei den Anwender/Innen etabliert und ist ein fester Bestandteil der Labore geworden. Inzwischen ist viel Zeit vergangen, in der neue Anforderungen an die Analytik formuliert und gesetzlich festgehalten wurden. Die technische Entwicklung ist vorangeschritten und bringt hoch entwickelte Geräte auf den Markt, die das „Unmögliche“ aus den 80er Jahren möglich gemacht haben. Neben den staatlichen Laboren sind viele kommerzielle gegründet worden. Sie dienen sowohl den privaten als auch den öffentlichen Bereich. In beiden Fällen müssen die Messergebnisse qualitätsgesichert sein. Nicht zuletzt müssen sie auch für einen grenzüberschreitenden Vergleich verlässlich sein.

Diese Veränderungen waren für die Länderarbeitsgemeinschaft Wasser ein Anlass dafür, eine Aktualisierung und Anpassung der ersten Auflage vorzunehmen. Es wird den Ländern empfohlen, die Rahmenempfehlung verbindlich für alle Laboratorien, die im wasserrechtlichen Vollzug tätig sind oder im Auftrag des öffentlichen Bereiches die Untersuchungen durchführen, einzusetzen.

Düsseldorf, im August 2005

Länderarbeitsgemeinschaft Wasser

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

Vorwort zur 3. Auflage:

Die zweite Auflage der Rahmenempfehlungen ist 2005 erschienen. Seither haben sich die nationalen und internationalen Systeme zur Qualitätssicherung von Analysenverfahren stets verbessert und sind erfreulicherweise fest etabliert.

Vertrauenswürdige, valide Daten sind gerade in Zeiten einer schnellen Informationsverbreitung immer wichtiger geworden. Viele Auftraggeber analytischer Dienstleistungen tragen dem Rechnung und legen Wert darauf, dass ihre Auftragnehmer ein Qualitätssicherungssystem nach DIN EN ISO/IEC 17025 aufgebaut haben und sich auch der Kompetenzüberprüfung durch die nationale Akkreditierungsstelle DAkkS unterziehen. Die einer Akkreditierung zu Grund liegende Norm kann jedoch nicht auf spezielle Ansprüche für jeglichen Einsatzbereich eingehen. Moderne Qualitätssicherungsnormen überlassen den verantwortlichen und handelnden Personen Freiheiten in eigener Verantwortung. Als Basis für einen bundesweit gültigen Verwaltungsakt wie eine Notifizierung mit dem Ziel, rechtssichere, vergleichbare und vertrauenswürdige Daten im gesetzlich geregelten Umweltbereich zu gewährleisten, sind die Vorgaben nicht ausreichend präzise. Ein bundesweit einheitlicher Vollzug erfordert in einem höheren Detaillierungsgrad vereinheitlichte Qualitätssicherungsvorgaben.

Für gesetzliche Untersuchungsaufgaben im Bereich der Wasser-, Sediment-, Schwebstoff- sowie Schlammuntersuchungen sind diese im Fachmodul Wasser festgelegt. In weiteren Merkblättern werden normative Vorgaben für gesetzliche Untersuchungsaufgaben präzisiert und erforderliche zusätzliche Maßnahmen und Qualitätskenngrößen ergänzt.

Diese Rahmenempfehlung geben kurz in einer gut lesbaren Fassung die wesentlichen Inhalte und Voraussetzungen für die Einhaltung dieser ergänzenden Qualitätssicherungsansprüche wieder.

Neumünster, im April 2021

Länderarbeitsgemeinschaft Wasser

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	7
2	Geltungsbereich	9
3	Verpflichtung der Untersuchungsstelle.....	9
4	Personelle, organisatorische, infrastrukturelle und apparative Voraussetzungen der Untersuchungsstelle	9
4.1	Personelle Voraussetzungen.....	9
4.2	Organisatorische Voraussetzungen	10
4.3	Infrastrukturelle und apparative Voraussetzungen (inklusive Aspekte der Arbeits- sicherheit)..	10
5.	Qualitätssicherung bei der Untersuchung von Proben	10
5.1	Vorbereitungsphase.....	11
5.1.1	Auswahl von Verfahren und deren Validierung	11
5.1.2	Eindeutige Beschreibung der angewandten Probenahme- und Untersuchungsverfahren.....	11
5.1.3	Abschätzung der Verfahrenskenndaten.....	13
5.1.4	Besondere Maßnahmen bei Biotests	13
5.2	Interne Qualitätssicherung in der laufenden Anwendung	13
5.2.1	Prüfung der aktuell gegebenen Voraussetzungen bezüglich Personal, Probenahme, Labor, Geräte, Instrumente und Analysenverfahren.....	13
5.2.2	Durchführung einer problemorientierten Kalibrierung.....	13
5.2.3	Prüfung der Richtigkeit des Verfahrens	13
5.2.4	Prüfung der Präzision des Verfahrens.....	13
5.2.5	Plausibilitätskontrollen.....	14
5.2.6	Dokumentation der internen Qualitätssicherung.....	14
5.3	Externe Qualitätssicherung	14
5.4	Auswertung und Dokumentation	14
6.	Weiterführende Literatur.....	15

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

1 Einleitung

Wesentliche Entscheidungen und Maßnahmen auf dem Gebiet des Umweltschutzes und der Umweltpolitik stützen sich auf Messergebnisse, die durch chemische, physikalische und biologische Analyseverfahren gewonnen werden. Valide Messergebnisse sind in Zeiten schneller Informationsverbreitung für alle Entscheidungsebenen wichtiger denn je. Die Erfahrung jedoch zeigt, dass die Durchführung eines beliebigen, auch genormten Untersuchungsverfahrens nicht zu ausreichend abgesicherten und in ihrer Qualität beschreibbaren Ergebnissen führt, wenn dies nicht unter kontrollierten Bedingungen geschieht. Dies gilt insbesondere hinsichtlich:

- Verfahrensauswahl,
- personelle Voraussetzungen,
- Laborbedingungen,
- Verfahrensanwendung,
- Ergebnisauswertung und Ergebnisdarstellung.

Hieraus ergibt sich für das Gebiet der Wasseranalytik die Notwendigkeit für eine qualifizierte ANALYTISCHE QUALITÄTSSICHERUNG (AQS). Diese ist aus Gründen einheitlicher Anforderungen an die Messergebnisse und an den Messaufwand sowie im Hinblick auf eine gute Vergleichbarkeit der Untersuchungsergebnisse und der Transparenz bei der Auftragsvergabe auf einer einheitlichen Grundlage durchzuführen.

Bereits 1988 führte die Länderarbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA) Rahmenempfehlungen für die Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung ein, die nicht nur mit der vorliegenden Überarbeitung den heutigen Anforderungen angepasst wurden.

Die hiermit verbundenen Empfehlungen gelten für alle Laboratorien, die Untersuchungen im Vollzug wasserrechtlicher Gesetze und Verordnungen durchführen. Darüber hinaus sollen diese Empfehlungen für sonstige Routineuntersuchungen und Forschungsprogramme auf dem Gebiet der Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung angewandt werden.

Diese Empfehlungen stellen einen Rahmen für eine Reihe von Merkblättern dar, die in loser Folge herausgegeben werden und mit deren Hilfe eine Präzisierung vorliegender normierter Verfahren erfolgt. Die Veröffentlichung dieser Merkblätter sowie dieser Rahmenempfehlung erfolgt auf der Homepage der Länderarbeitsgemeinschaft Wasser. Sie stehen kostenlos als Download zur Verfügung. Mit der Veröffentlichung im Internet als kostenloser Download ab 2020 geht eine Verpflichtung der Anwendenden einher, sich selber aktiv regelmäßig über die Aktualität der angewendeten Merkblätter zu informieren und ggf. Aktualisierungen im eigenen Betrieb zu verteilen.

Die Merkblätter untergliedern sich in A-Merkblätter und P-Merkblätter. Während die A-Merkblätter übergreifenden Charakter haben, beziehen sich die P-Merkblätter auf die Analyseverfahren. Anforderungen aus den A-Merkblättern stehen über den Anforderungen aus den P-Merkblättern.

Im Sinne dieser Empfehlungen ist die

QUALITÄTSSICHERUNG

ein Sammelbegriff für alle Maßnahmen, die vorgenommen werden, um Aussagen über die Qualität von Untersuchungsbefunden zu ermöglichen. Dazu gehören alle Tätigkeiten bei den Probenahmen und im analytischen Labor, um valide Messergebnisse sicherzustellen.

Die ANALYTISCHE QUALITÄTSSICHERUNG (AQS) umfasst sämtliche Schritte des analytischen Untersuchungsverfahrens.

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Die Hauptschritte sind:

- Planung,
- Probenahme,
- Probenkonservierung,
- Probentransport/Probenlagerung,
- Probenvorbereitung/Probenaufbereitung,
- Messung,
- Auswertung/(Erst-)bewertung/Ergebnisberichterstattung,

mit ihren hier nicht näher benannten, z. T. verfahrensabhängigen, Untergliederungen.

Die genannten Schritte bilden bezüglich der Qualitätssicherung eine Einheit. Die Durchführung der AQS sollte deswegen von zentraler Stelle koordiniert werden (z. B. durch einen QM-Beauftragten).

Nicht in die **analytische** Qualitätssicherung eingeschlossen sind sonstige mögliche Schritte und Aspekte eines Untersuchungsablaufes, wie die Probenahmestrategie und -planung, sofern nicht analytische Probleme hiermit verbunden sind, sowie weiterführende Beurteilungen und Maßnahmen unter Verwendung der analytischen Ergebnisse.

Es ist das Ziel der analytischen Qualitätssicherung, Beurteilungs- und Entscheidungsgrundlagen auf objektiver Basis zu liefern. Daher stützen sich die hier vorliegenden Rahmenempfehlungen so weit wie möglich auf die Verfahren der statistischen Qualitätskontrolle. In der täglichen umweltanalytischen Praxis jedoch liegen aus folgenden Gründen häufig keine ausreichend großen oder nicht ausreichend vergleichbaren Datenkollektive für die statistische Auswertung vor:

- stark wechselnde Matrices, mit z. T. nicht vorhersehbarer Beeinflussung der Messergebnisse,
- stark wechselnde Konzentrationen der Messgrößen,
- Kontaminationsgefahren im Spuren- und Ultraspurenbereich,
- ständige Erweiterung des Messumfangs,
- ständige Weiterentwicklung und Verbesserung der verwendeten Messverfahren,
- Vorliegen von singulären Aufgabenstellungen außerhalb der täglichen Routine.

In den Rahmenempfehlungen wird diesem Umstand Rechnung getragen, indem sie ein zusätzliches Kontroll- und Sicherungsinstrumentarium für das gesamte Untersuchungsverfahren von der Probenahme bis zur Auswertung einschließen, die über die Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 hinausgehen. Dies kann in allen von der Norm behandelten Bereichen sein:

- personelle Voraussetzungen
- labormäßige Voraussetzungen
- Eignung des Untersuchungsverfahrens (wenn nicht rechtlich vorgegeben)
- Plausibilität der Befunde und Messergebnisse

Die Einhaltung zusätzlicher Maßnahmen ist wie im QM-System nach DIN EN ISO/IEC 17025 bereits bewährte Praxis durch regelmäßige interne wie auch externe Begutachtungen (Audits) sicherzustellen.

Die Durchführung einer qualifizierten Qualitätssicherung bindet einen erheblichen Anteil der jeweiligen Laborkapazität.

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

2 Geltungsbereich

Die Empfehlungen sind insbesondere bei Untersuchungsaufgaben im gesetzlich geregelten Bereich der Wasser-, Abwasser-, Sediment-, Schwebstoff- sowie Schlammuntersuchungen anzuwenden.

Hinsichtlich der Analytik sind die Rahmenempfehlungen anzuwenden auf:

- das GESAMTE ANALYTISCHE VERFAHREN, einschließlich Probenahme, Auswertung und Ergebnisbericht.

Das vorliegende Konzept ist von Laboratorien aller Art bei dem Vollzug der oben genannten Messaufgaben anzuwenden, dies gilt für

- staatliche und öffentlich-rechtliche Laboratorien, die auf dem Gebiet der amtlichen Gewässer- und Einleiterkontrolle tätig sind,
- sonstige Laboratorien bei der Erfüllung eines entsprechenden gesetzlichen Auftrages.

In Fällen, in denen noch keine detaillierte Anweisung in Merkblattform existiert, sind die Grundsätze der Rahmenempfehlungen sinngemäß und unter Berücksichtigung des aktuellen Standes der Qualitätssicherung anzuwenden.

3 Verpflichtung der Untersuchungsstelle

Die Untersuchungsstelle ist verpflichtet:

- die dem Stand der Analysetechnik angepassten Voraussetzungen für die einwandfreie Durchführung einer Untersuchung und ihrer Qualitätssicherung zu schaffen,
- alle erforderlichen bzw. vorgeschriebenen Maßnahmen der internen und externen analytischen Qualitätssicherung durchzuführen.

4 Personelle, organisatorische, infrastrukturelle und apparative Voraussetzungen der Untersuchungsstelle

4.1 Personelle Voraussetzungen

Die Untersuchungsstelle muss von einer fachlich qualifizierten Person hauptberuflich geleitet werden. Die fachliche Eignung erfordert durch ein abgeschlossenes Studium der Chemie oder Lebensmittelchemie, ggf. auch anderer Fachrichtungen, sofern sie chemisch-analytische Schwerpunkte beinhalten. Eine weitere Voraussetzung für die Leitungstätigkeit ist eine mindestens dreijährige Berufserfahrung in der quantitativen Analytik.

Für die Laborleitung muss eine ausreichend qualifizierte Vertretung vorhanden sein. Die Laborleitung oder deren Stellvertretung muss die Entscheidungsfähigkeit zu den Fragen der konkreten analytischen Qualitätssicherung in den Betriebszeiten des Labors sicherstellen können. Darüber hinaus sind je nach Aufgabenstellung ausreichend ausgebildete Fachkräfte (z. B. Chemiker/innen mit Diplom-, Master- oder Bachelorabschluss, Chemieingenieure/innen, Chemotechniker/innen, Chemisch-Technische-Assistenten/innen, Chemielaboranten/innen oder entsprechende Fachkräfte der o.g. vergleichbaren Ausbildungsrichtungen) einzusetzen. Für die Probenahme soll ausreichend ausgebildetes und durch Fortbildung qualifiziertes Personal eingesetzt werden.

Bei ausländischen Ausbildungsabschlüssen ist die Gleichwertigkeit durch die Untersuchungsstelle nachzuweisen.

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Die Zahl der mit den Untersuchungen beschäftigten Mitarbeitern/innen richtet sich nach Aufgabengebiet und Probendurchsatz. In kleineren Untersuchungsstellen mit eingegrenztem Aufgabengebiet und geringem Analysendurchsatz sollen mindestens drei Mitarbeiter/innen (einschließlich Laborleitung) hauptberuflich beschäftigt sein.

Die Untersuchungsstelle hat sicherzustellen, dass das Personal regelmäßig und systematisch seinen Aufgaben entsprechend weitergebildet wird.

4.2 Organisatorische Voraussetzungen

Die Untersuchungsstelle muss so organisiert sein, dass alle Beteiligten Umfang und Grenzen des eigenen Verantwortungsbereiches kennen. Hierzu ist das Personal in seine Aufgaben und Pflichten, insbesondere auch im Hinblick auf die Qualitätssicherung, in angemessener Form einzuweisen. Die Mitarbeiter/innen müssen angehalten werden, neue Untersuchungsverfahren in angemessenem Umfang zu erproben und im Untersuchungsfall alle notwendigen Maßnahmen für eine ausreichende Qualitätssicherung auszuführen. Von der Untersuchungsstelle sind darüber hinaus eine oder mehrere Personen zu benennen, die für die Durchführung und Überwachung der Qualitätssicherungsmaßnahmen verantwortlich sind.

Die Untersuchungsstelle ist verpflichtet, schriftliche Unterlagen über die Organisation und Zuständigkeiten zu erstellen und diese ständig aktuell und für das Personal verfügbar zu halten.

4.3 Infrastrukturelle und apparative Voraussetzungen (inklusive Aspekte der Arbeitssicherheit)

Die Untersuchungsstelle muss neben einer allgemeinen Grundausstattung eine gerätetechnische Ausstattung vorhalten, die eine einwandfreie Durchführung der Probenahme und der jeweiligen speziellen wasseranalytischen Untersuchungsaufgaben unter Einschluss einer geeigneten Qualitätssicherung ermöglicht.

Die strikte Einhaltung der einschlägigen sicherheitstechnischen Gesetze und Regeln bei der Probenahme und im Laborbetrieb wird als selbstverständliche Grundlage für einwandfreies Arbeiten angesehen.

Für biologische Testverfahren müssen neben den labor- und den gerätetechnischen Voraussetzungen auch die entsprechenden gesetzlichen Zulassungsvoraussetzungen gewährleistet sein.

5. Qualitätssicherung bei der Untersuchung von Proben

Die Untersuchungsstelle hat ein ihrem Aufgabenumfang angemessenes Qualitätsmanagementsystem nach DIN EN ISO/IEC 17025 zu führen und dieses zu dokumentieren.

Die DIN 38402-60 „Analytische Qualitätssicherung für die chemische und physikalisch-chemische Wasseruntersuchung“ ist insbesondere zu beachten.

Die grundlegenden Abschnitte der verfahrensbezogenen Qualitätssicherung sind:

- I. Vorbereitungsphase
- II. Interne Qualitätssicherung in der Routine
- III. Externe Qualitätssicherung
- IV. Auswertung und Dokumentation

Eine Übersicht wird durch die Abb. 1 gegeben. Die einzelnen Abschnitte werden unter den Punkten 5.1 bis 5.4 erläutert.

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

5.1 Vorbereitungsphase

Vor der Durchführung der Messungen hat die Untersuchungsstelle die Voraussetzungen für die qualitätsgerechte Ausführung von ggf. Probenahme und Analytik inkl. Auswertung und Berichterstattung zu schaffen.

Hierzu gehören die folgenden Schritte:

5.1.1 Auswahl von Verfahren und deren Validierung

Das Laboratorium muss Verfahren verwenden, die die Erfordernisse der Auftraggeber erfüllen. Jedes neue Analysenverfahren muss vor seiner Anwendung auf seine allgemeine Eignung für den Untersuchungszweck geprüft werden (Basisvalidierung). Bei genormten Analysenverfahren ist diese schon im Rahmen der Normung geschehen und der Anwender kann auf diesen Schritt verzichten.

Es ist u.a. erforderlich, die vom Auftraggeber tolerierbare Unsicherheit (Gesamtheit der zufälligen und systematischen Fehler) der Ergebnisse zu erfragen. Das analytische Verfahren ist entsprechend des erforderlichen Anwendungsbereiches und der tolerierbaren Unsicherheit auszuwählen. Vorzugsweise ist auf genormte Verfahren zurückzugreifen. Diese Vorschriften sind ggf. nach dem Stand der Technik zu ergänzen, wenn in ihnen für bestimmte Verfahrensschritte keine ausreichenden Festlegungen getroffen sind. Abweichungen oder Ergänzungen in der Anwendung eines genormten Verfahrens sind zu validieren. Einschlägige rechtliche und/oder behördlichen Regelungen und Festlegungen sind zu beachten.

In das Untersuchungsverfahren sind hier und im Folgenden alle Schritte eingeschlossen, die Einfluss auf das Untersuchungsergebnis haben können, von der Probenahme bis zur Ergebnisberichterstattung. Für den Fall der Ausklammerung bestimmter Schritte aus der Erarbeitung von Kenngrößen ist dies kenntlich zu machen.

Dieser Schritt des AQS-Konzeptes schließt eine qualifizierte Erprobung des Verfahrens, unter Berücksichtigung der Einflüsse der Probenmatrix, der Kalibrierung, des Blindwertes, der Ermittlung der Wiederfindung und der Präzision, sowie der Festlegung der für die regelmäßige Ausführung der Analysen speziell erforderlichen Qualitätssicherungsmaßnahmen ein!

5.1.2 Eindeutige Beschreibung der angewandten Probenahme- und Untersuchungsverfahren

Grundsätzlich können in Normen beschriebene Probenahme- und Untersuchungsverfahren eine Basis für die Erfüllung aller Anforderung darstellen. Die Praxis zeigt jedoch, dass

- in Normen z. T. die Beschreibung bestimmter Verfahrensabschnitte zwangsläufig unvollständig ist oder Alternativen zugelassen werden,
- aus fachlichen Gründen verschiedener Art Abweichungen von Literaturvorschriften erforderlich sind.

Es ist daher die Verpflichtung der Untersuchungsstelle, das angewandte Probenahme- und Untersuchungsverfahren in der Weise und in allen Teilen so zu beschreiben, wie es tatsächlich zum Einsatz kommt, welche Einrichtungen benutzt werden und welche Maßnahmen der Qualitätssicherung zur Grundlage gemacht werden.

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

Vorbereitungsphase

1. Auswahl und Benennung des verantwortlichen Personenkreises
2. Festlegung der Qualitätsziele
3. Auswahl geeigneter Untersuchungsverfahren
4. Eindeutige Beschreibung der angewandten Untersuchungsverfahren
5. Bestimmung von (internen) Verfahrenskennwerten, insbesondere von Präzision und Richtigkeit

Interne Qualitätssicherung in der laufenden Anwendung

1. Prüfung der aktuell gegebenen Voraussetzungen bezüglich Personal, Probenahme, Labor, Geräte, Instrumente und Analysenverfahren
2. Durchführung einer problemorientierten Kalibrierung
3. Überprüfung des Blindwerts
4. Überprüfung der Wiederfindung
5. Kontrolle mit zertifizierten Standards
6. Führung von Kontrollkarten
7. Mehrfachbestimmungen
8. Plausibilitätskontrollen
9. Regelmäßige Verifizierung der Bestimmungsgrenzen

Externe Qualitätssicherung

1. Ringversuche vorzugsweise mit problemorientierten und/oder dem realen Untersuchungsfall angepassten Proben
2. Vergleichsuntersuchungen, mit eingeschränkter statistischer Aussagekraft, im Falle besonderer Problemstellungen

Auswertung und Dokumentation

1. Nachvollziehbare Auswertung
2. Angabe des vollständigen Untersuchungsergebnisses
3. Vollständige Dokumentation

Abb. 1: Abschnitte der verfahrensbezogenen Qualitätssicherung

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

5.1.3 Abschätzung der Verfahrenskenndaten

Die Verfahrenskenndaten, wie z. B. Schätzung der Messunsicherheit, Nachweisgrenze und Bestimmungsgrenze sind zu ermitteln.

5.1.4 Besondere Maßnahmen bei Biotests

Grundsätzlich finden die bei 5.2.1 bis 5.2.4 aufgeführten Strategien und Vorgehensweisen so weit wie möglich auch bei Biotests Anwendung. Ggf. sind andere oder darüberhinausgehende Kontrollmaßnahmen erforderlich. Dies ist entsprechend zu prüfen und festzulegen. Hierbei sind die gesetzlichen Vorschriften zum Schutze von Tieren und Pflanzen zu beachten.

5.2 Interne Qualitätssicherung in der laufenden Anwendung

Die interne Qualitätssicherung stellt sicher, dass der in der Vorbereitungsphase (5.1) erzielte Leistungsstandard auch in der regelmäßigen Anwendung aufrechterhalten bleibt. Die interne Qualitätssicherung ist integraler Bestandteil des gesamten Untersuchungsverfahrens. Sie ist in dem erforderlichen Maße regelmäßig durchzuführen und schließt die folgenden Schritte ein:

5.2.1 Prüfung der aktuell gegebenen Voraussetzungen bezüglich Personal, Probenahme, Labor, Geräte, Instrumente und Analysenverfahren

Hierbei ist eine regelmäßige Prüfung mit Hilfe von Prüflisten/Checklisten im Rahmen von Audits zu empfehlen.

5.2.2 Durchführung einer problemorientierten Kalibrierung

Die Kalibrierung des Untersuchungsverfahrens ist regelmäßig in festgelegten Schritten zu überprüfen. Ggf. ist eine Justierung durchzuführen. Je nach Festlegung und je nach aktuellen Erfordernissen haben diese Maßnahmen bezogen auf das gesamte Untersuchungsverfahren oder bezüglich kritischer Verfahrensteilschritte und unter Berücksichtigung spezieller Probenmatrices zu erfolgen.

5.2.3 Prüfung der Richtigkeit des Verfahrens

Eine regelmäßige Richtigkeitskontrolle ist möglichst mit zertifizierten Referenzmaterialien oder unabhängigen Kontrollproben durchzuführen. Aussagen zur Richtigkeit geben auch die folgenden Prüfungen:

- Mit Hilfe von Blindwertkontrollen können verfahrensbezogene systematische Messabweichungen festgestellt werden.
- Mit Hilfe von Wiederfindungskontrollen und Standardaddition können proportional-systematische Messabweichungen festgestellt werden.
- Mittelwertkontrollkarten erlauben Aussagen über durchschnittliche Messabweichungen in einem definierten Zeitraum.

5.2.4 Prüfung der Präzision des Verfahrens

In der regelmäßigen Analytik kann die Präzision eines Verfahrens vorzugsweise mit Hilfe der Spannweitenkontrollen abgeschätzt werden. Beim Fehlen matrixbedingter Probleme/Einflüsse kann auch die Mittelwertkontrolle Aussagen zur Präzision zulassen. Die Präzision eines Verfahrens lässt sich außerdem durch Mehrfachbestimmungen abschätzen.

05	Rahmenempfehlungen	Oktober 2021
-----------	---------------------------	-----------------

5.2.5 Plausibilitätskontrollen

Die Arbeiten sind, sowohl hinsichtlich der abschließenden Untersuchungsergebnisse, als auch hinsichtlich der Ergebnisse aus Teilschritten des Verfahrens, mit regelmäßigen und gezielten Plausibilitätskontrollen zu überprüfen.

Hierzu dienen z. B. Vergleiche von Messwerten mit Vor- oder Erwartungswerten, mit Ergebnissen aus analytisch unabhängigen Verfahren oder durch Vergleich mit anderen, an die jeweiligen Untersuchungsparameter gekoppelte Messgrößen (z. B. die Ionenbilanz).

5.2.6 Dokumentation der internen Qualitätssicherung

Alle Maßnahmen und Ergebnisse der internen Qualitätssicherung sind sorgfältig zu dokumentieren, übersichtlich darzustellen, laufend fortzuschreiben und im Bedarfsfall verfügbar zu machen. Dies gilt auch bezüglich einer einwandfreien und ausführlichen Beschreibung des tatsächlichen Untersuchungsverfahrens (siehe. 5.4).

5.3 Externe Qualitätssicherung

Die Untersuchungsstelle hat sich regelmäßig an vereinbarten, vorgeschriebenen oder anderen geeigneten angebotenen Maßnahmen der externen Qualitätssicherung zu beteiligen. Maßnahmen dieser Art sind:

- Ringversuche mit problemorientierten und/oder dem realen Untersuchungsfall angepassten Proben,
- Ringversuche mit Standardlösungen insbes. zur Überprüfung des Grundverfahrens und/oder der richtigen Kalibrierung,
- Vergleichsuntersuchungen mit eingeschränkter statistischer Aussagekraft im Falle besonderer Problemstellungen.

Die Rohdaten und Ergebnisse der Untersuchungen im Rahmen der externen Qualitätssicherung sind vollständig zu dokumentieren (vergl. hierzu auch 5.4) ebenso wie die laborinterne Beurteilung der Ergebnisse der externen Qualitätssicherung sowie ggf. der daraus abgeleiteten getroffenen Maßnahmen.

5.4 Auswertung und Dokumentation

Die Auswertung der aus den einzelnen Schritten eines Untersuchungsverfahrens erhaltenen Rohdaten hat entsprechend einer dokumentierten Arbeitsanweisung nach 5.1.2 zu erfolgen. Die Vorgehensweise muss überprüfbar sein.

Die Angabe eines Untersuchungsergebnisses muss vollständig erfolgen. Zur Ergebnisangabe gehören:

- (falls gefordert) die Angabe der Messunsicherheit oder der erweiterten Messunsicherheit,
- die Information über das angewandte Untersuchungsverfahren und ggf. über erforderliche Abweichungen von dem zugrundeliegenden Normverfahren sowie über spezielle ergebnisbeeinflussende Umstände.

Die Rohdaten von Untersuchungen, alle sonstigen relevanten Daten und Informationen zum Untersuchungsablauf, die Messergebnisse und die Daten, Darstellungen sowie Schlussfolgerungen aus den Maßnahmen der Qualitätssicherung sind entsprechend aufzuzeichnen und zu archivieren. Diese Unterlagen sind, unbeschadet sonstiger Auflagen, von der Untersuchungsstelle für die Dauer von mindestens 3 Jahren verfügbar zu halten.

Oktober 2021	Rahmenempfehlungen	05
-----------------	---------------------------	-----------

6. Weiterführende Literatur

- [1] <https://www.lawa.de/Publikationen-363-AQS-Merkblaetter.html>
- [2] DIN EN ISO/IEC 17025, Ausgabe:2018 Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2017); Zweisprachige Fassung EN ISO/IEC17025:2017)
- [3] Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (DEV), Loseblattsammlung, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Beuth Verlag (bis 2021, 113 Lieferungen)
- [4] W. Funk, V. Dammann, C. Vonderheid und G. Oehlmann: Statistische Methoden in der Wasseranalytik; VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1985
- [5] Funk, W., V. Dammann, G. Donnevert, Qualitätssicherung in der analytischen Chemie, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1992