

AQS – ANALYTISCHE QUALITÄTSSICHERUNG

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

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

**2. Auflage
(Stand 01.06.2005)**

Ersteller der Rahmenempfehlungen:

Ländervertreter:

Land	Name
Baden-Württemberg	Dr. Claudia Hornung
Bayern	Dr. Wolfgang Leger
Berlin	Dr. Detlef Lück
Brandenburg	Dr. Ulrich Kühne
Hamburg	Dr. Harald Berger
Hessen	Prof. Dr. Günter Papke
Niedersachsen	Dr. Claus Schöneborn
Nordrhein-Westfalen	Dipl.-Ing. Günter Grubert
Rheinland Pfalz	Dr. Dieter Rinne
Saarland	Dr. Stephan Schmidt
Sachsen	Dipl.-Chem. Manfred Richter
Sachsen-Anhalt	Dipl.-Chem. Anneliese Rüttinger
Schleswig-Holstein	Dr. Gerda Rüniger
Thüringen	Dr. Sabine Geiß

Gäste und Bundesvertreter:

Institution	Name
Bundesanstalt für Gewässerkunde	Dr. Albrecht Müller
Umweltbundesamt Berlin	Dr. Michael Gluschke
Staatliche Umweltbetriebsgesellschaft, Dresden	Dipl.-Chem. Annette Simon

Auskünfte:

Günter Grubert
Postfach102 363
45023 Essen
Tel. 0211-15902 333

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

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

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

1 Einleitung

Wesentliche Entscheidungen und Maßnahmen auf dem Gebiet des Umweltschutzes und der Umweltpolitik stützen sich auf Messergebnisse, die durch chemische, physikalische und biologische Analysenverfahren gewonnen werden. Die Erfahrung zeigt, dass die Durchführung eines beliebigen, auch genormten Untersuchungsverfahrens zu keinen ausreichend abgesicherten und in ihrer Qualität beschreibbaren Ergebnissen führt, wenn diese 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 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 erfolgt.

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 auch alle Tätigkeiten bei den Probenahmen und im analytischen Labor, um Messergebnisse zuverlässiger zu gestalten.

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

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 QS-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 vergleichbare 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,
- Vorliegen von singulären Aufgabenstellungen außerhalb der täglichen Routine.

Zudem ist der Aufwand der statistischen Qualitätssicherung nur gerechtfertigt, wenn durch begleitende Maßnahmen, z.B. organisatorischer Art, sichergestellt ist, dass grobe Fehler erkannt und vermieden werden.

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:

- Prüfung der personellen Voraussetzungen
- Prüfung der labormäßigen Voraussetzungen
- Prüfung der Eignung des Untersuchungsverfahrens
- Prüfung der Plausibilität der Befunde und Messergebnisse

Die Einhaltung dieser Maßnahmen ist durch regelmäßige interne wie auch externe Begutachtungen (Audits) sicherzustellen.

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

2 Geltungsbereich

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

Hinsichtlich der Analytik sind die Rahmenempfehlungen anzuwenden auf:

- das GESAMTE ANALYTISCHE VERFAHREN, einschließlich Probenahme und Auswertung .

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 mit mindestens dreijähriger Berufserfahrung in der Wasser/Abwasseranalytik geleitet werden. Als fachliche Eignung zählt ein abgeschlossenes Hochschulstudium der Fachrichtung Chemie oder Lebensmittelchemie ggf. auch vergleichbarer Fachrichtungen wie z.B. Physik oder Biologie. Die Leitung kann auch einem/r besonders qualifiziertem/n Diplom-Ingenieur/in (FH) der einschlägigen Fachrichtungen übertragen werden.

Für die Leitung muss eine ausreichend qualifizierte Vertretung vorhanden sein. Die Leitung oder deren Vertretung muss ganztägig wahrgenommen werden. Darüber hinaus sind je nach Aufgabenstellung ausreichend ausgebildete Fachkräfte (z.B. Diplom-Chemiker/innen, Chemieingenieure/innen, Chemotechniker/innen, Chemielaboranten/innen oder entsprechende Fachkräfte der Ausbildungsrichtung Physik, Biologie oder Lebensmittelchemie) einzusetzen.

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

Für eine aufgaben- und verantwortungsgerechte Vergütung der personellen Arbeitsleistungen ist Sorge zu tragen.

Die Untersuchungsstelle hat sicherzustellen, dass das Personal regelmäßig und systematisch seinen Aufgaben entsprechend weitergebildet wird. Hierüber sind entsprechende Aufzeichnungen zu führen.

4.2 Organisatorische Voraussetzungen

Die Untersuchungsstelle muss so organisiert sein, dass jede/r Mitarbeiter/in Umfang und Grenzen des eigenen Verantwortungsbereiches kennt. 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 eine ausreichende Qualitätssicherung zu praktizieren. 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 Geräte sind regelmäßig zu warten und ggf. zu kalibrieren. Hierüber sind von der Untersuchungsstelle entsprechende Aufzeichnungen zu machen.

Neben der gerätetechnischen Ausstattung muss das Labor von seiner örtlichen Lage, seiner baulichen Substanz, seiner räumlichen Aufteilung sowie seiner haustechnischen Ausstattung geeignet sein, den besonderen Anforderungen an eine einwandfreie und gesicherte Analytik im Spuren- und Ultraspurenbereich zu genügen. Eine ordnungsgemäße Entsorgung der anfallenden festen und flüssigen Abfälle und Abwässer sowie Reinigung der Abluft muss jederzeit sichergestellt sein.

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 geräte-technischen Voraussetzungen auch die entsprechenden gesetzlichen Zulassungsvoraussetzungen gewährleistet sein.

5. Qualitätssicherung bei der Untersuchung von Proben

Die grundlegenden Abschnitte der verfahrensbezogenen Qualitätssicherung sind:

- (1) Vorbereitungsphase
- (2) Interne Qualitätssicherung in der Routine
- (3) Externe Qualitätssicherung
- (4) Auswertung und Dokumentation

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

5.1 Vorbereitungsphase

Vor der Durchführung der Messungen hat die Untersuchungsstelle die Voraussetzungen für die Ausführung von ggf. Probenahme und Analytik 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 bzw. die Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser und Schlammuntersuchung zurückzugreifen. Diese Vorschriften sind ggf. nach dem Stand der Technik zu ergänzen, wenn in ihnen für bestimmte Verfahrensschritte keine ausreichenden Festlegungen getroffen sind. Im Einzelfall sind die einschlägigen behördlichen Regelungen und Festlegungen 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 hierbei in der Routine 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 dieser 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.

5.1.3 Abschätzung der Verfahrenskenndaten

Die Verfahrenskenndaten, wie z. B. Verfahrensstandardabweichung, Nachweis- und Bestimmungsgrenze sind zu ermitteln.

5.1.4 Abschätzung der Messunsicherheit

Bei der Abschätzung der Messunsicherheit werden alle Unsicherheitskomponenten in vorgegebener Weise zu einer kombinierten Messunsicherheit zusammengefasst und die erweiterte Messunsicherheit mit den Messwerten angegeben.

5.1.5. 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 darüber hinausgehende Kontrollmaßnahmen erforderlich. Dies ist entsprechend zu prüfen und festzulegen. Hierbei sind die gesetzlichen Vorschriften zum Schutze von Tieren und Pflanzen zu beachten.

Vorbereitungsphase

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

Interne Qualitätssicherung in der Routine

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

Externe Qualitätssicherung

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

Auswertung und Dokumentation

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

Abb. 1

5.2 Interne Qualitätssicherung in der Routine

Die interne Qualitätssicherung stellt sicher, dass der in der Vorbereitungsphase (5.2) erzielte Leistungsstandard auf Dauer aufrechterhalten bleibt. Die interne Qualitätssicherung ist integraler Bestandteil des gesamten Untersuchungsverfahrens. Sie ist in dem erforderlichen Maße regelmäßig durchzuführen.

Die interne Qualitätssicherung 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 Routineanalytik kann die Präzision eines Verfahrens vorzugsweise mit Hilfe der Spannweitenkontrollkarte abgeschätzt werden. Beim Fehlen matrixbedingter Probleme/Einflüsse kann auch die Mittelwertkontrollkarte verwendet werden.

Die Präzision eines Verfahrens lässt sich außerdem durch Mehrfachbestimmungen abschätzen.

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, oder mit Ergebnissen aus analytisch unabhängigen Verfahren, bzw. 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. 5.5).

5.3 Externe Qualitätssicherung

Die Untersuchungsstelle hat sich regelmäßig an den angebotenen, vereinbarten oder vorgeschriebenen 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 bzw. 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 5.5 und 5.6) 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 (SOP) zu erfolgen. Die Vorgehensweise muss überprüft sein und einer regelmäßigen Kontrolle unterliegen.

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

- (falls gefordert) die Angabe der Messunsicherheit bzw. der erweiterten Messunsicherheit,
- die Information über das tatsächlich angewandte Untersuchungsverfahren bzw. ggf. über erforderliche Abweichungen von dem zugrunde liegenden Untersuchungsverfahren sowie über spezielle ergebnisbeeinflussende Umstände,

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

6 Hinweise zum erforderlichen Aufwand

Qualitätskosten sind alle Kosten, die durch Tätigkeiten der Fehlerverhütung, der planmäßigen Qualitätsprüfung sowie durch intern oder extern festgestellte Fehler verursacht werden:

Kosten der präventiven Qualitätssicherung	<ul style="list-style-type: none"> - Qualitätsplanung (z.B. Festlegung von Qualitätszielen) - Eignung von Personal- und Sachressourcen - Qualitätsförderung (z.B. Aus-, Fort-, Weiterbildung) - Qualitätsverbesserung (z.B. Methodenentwicklung)
Kosten der laufenden Qualitätskontrolle	<ul style="list-style-type: none"> - Präzisionsprüfung - Richtigkeitsprüfung
Kosten der Qualitätsabweichung	<ul style="list-style-type: none"> - Nacharbeit - Haftung - entgangener Markterfolg

Die für Fehlerverhütungskosten, Prüfkosten sowie interne und externe Fehlerbehebungskosten anzusetzenden Aufwendungen bedingen sich gegenseitig: hohe Aufwendungen für Fehlerverhütungskosten und Prüfkosten verringern die Fehlerbehebungskosten, geringe Aufwendungen für Fehlerverhütungskosten und Prüfkosten erhöhen die Fehlerbehebungskosten.

Die Durchführung einer qualifizierten Qualitätssicherung erfordert einen hohen Aufwand in zeitlicher, personeller, untersuchungstechnischer und letztendlich finanzieller Hinsicht.

Der Aufwand ist zu leisten

- für die interne Qualitätssicherung:
Organisation und Koordination der analytischen Qualitätssicherung, Zeit und Kapazität bezüglich der einwandfreien Vorbereitung von Messverfahren (präventive Qualitätssicherung) arbeitstägl. bzw. serienbezogene Kontrolle der Untersuchungen, ausführliche Ergebnisdarstellung und Dokumentation
- für die externe Qualitätssicherung:
Organisation und Koordination, regelmäßige Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen, deren Bewertung und Dokumentation

Je nach Aufgabenstellung kann der Anteil der notwendigen Qualitätssicherungsmaßnahmen sehr hoch werden. Diesem Aufwand stehen gegenüber:

- hohe Sicherheit (Zuverlässigkeit) der Analyseergebnisse
- Nachvollziehbarkeit (Rückverfolgbarkeit)
- höhere Akzeptanz im Rechtsstreit
- effiziente Gestaltung von Arbeitsabläufen (Produktivität)
- Kundenzufriedenheit (Wettbewerbsfähigkeit)

7 Literatur

- [1] DIN EN ISO/IEC 17025, Ausgabe:2000-04 Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999); Dreisprachige Fassung EN ISO/IEC17025:2000)
- [2] Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung (DEV), Loseblattsammlung, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Beuth Verlag (bis 2004 60 Lieferungen)
- [3] W. Funk, V. Dammann, C. Vonderheid und G. Oehlmann: Statistische Methoden in der Wasseranalytik; VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1985
- [4] Funk, W., V. Dammann, G. Donnevert, Qualitätssicherung in der analytischen Chemie, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1992
- [5] Strategien für die Wasseranalytik: Verfahrensentwicklung, Validierung und Qualitätssicherung in der Routine, in: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, 39. Lieferung, 1997
- [6] (Vornorm) DIN V ENV ISO 13530, Ausgabe:1999-10 (DEV A 60) Wasserbeschaffenheit - Richtlinie zur analytischen Qualitätssicherung in der Wasseranalytik (ISO/TR 13530:1997); Deutsche Fassung ENV ISO 13530:1998
- [7] EURACHEM/CITAC Leitfaden: Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen, zweite Auflage 2004, (Deutsche Fassung des EURACHEM Guides Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement, 2000, http://www.eurolab-d.bam.de/eurachem_dokumente/)
- [8] (Vornorm) DIN V ENV ISO 13843, Ausgabe:2001-12 (DEV K 2) Wasserbeschaffenheit - Richtlinie zur Validierung mikrobiologischer Verfahren (ISO/TR 13843:2000); Deutsche Fassung ENV ISO 13843:2001