

Qualität im analytischen Labor

Als Basis für Entscheidungen kommt der Qualität chemischer Messungen eine große Bedeutung zu

Analysische Daten sind häufig die Grundlagen für weitreichende Entscheidungen. Daher ist die Sicherung der Qualität dieser Analysenwerte von hoher Wichtigkeit. Dies beinhaltet die interne Kontrolle und Sicherung der Qualität durch die Anwendung geeigneter Qualitätsmanagementwerkzeuge, aber auch die Kompetenzprüfung durch unabhängige Dritte im Rahmen von Akkreditierungen.

In den letzten Jahren hat das Qualitätsmanagement (QM) im Labor eine immer größere Bedeutung gewonnen. Organisationen wie Eurachem, EuroLab oder die GDCh, aber auch Normungsorganisationen wie ISO, CEN und DIN bemühen sich, diese Konzepte einem großen Kreis von Betroffenen in den Laboratorien und deren Kunden nahe zu bringen. Leider findet dieser Bereich aber in der Ausbildung an den Universitäten nicht den notwendigen Rückhalt, weshalb Kenntnisse häufig als „Training on the Job“ vermittelt werden. Im Folgenden sollen die wichtigsten Aspekte kurz beleuchtet werden.

Begriffe und ihr korrektes Verständnis

Die Verwendung der richtigen Begriffe und ihr korrektes Verständnis ist in jedem Bereich die Basis für ein Verständnis der Beteiligten. Dies ist im Bereich der Messwissenschaften häufig ein schwieriges Problem, da die Begriffe teilweise fachbereichsspezifisch unterschiedlich verwendet werden. Das Wörterbuch der Metrologie, herausgegeben vom „Internationalen Büro für Maß und Gewicht“ (BIPM) gemeinsam mit der ISO sollte hierbei die Leitlinie sein. Auch Eurachem hat sich hier mit einer Richtlinie für die Terminologie analytischer Messungen Verdienste erworben.

Externe Anforderungen an das QM-System

Aufgrund der großen Bedeutung der chemischen Analytik wurden in den letzten Jahrzehnten verschiedenen Systeme der externen Kontrolle von Qualitätsmanagementprozessen im Labor installiert. Im Bereich



Dr. Michael Koch,
Universität Stuttgart

der Chemikaliensicherheit und der Produktion von Arzneimitteln und Wirkstoffen, aber auch Lebens- und Futtermittel sowie Kosmetika sind die Verfahren der Good Laboratory Practice (GLP) und der Good Manufacturing Practice (GMP) besonders wichtig und ihre Einhaltung durch Hersteller und Laboratorien unabdingbar. Die Akkreditierung von Laboratorien nach DIN EN ISO/IEC 17025, bzw. im medizinischen Bereich nach DIN EN ISO 15189 darüber noch hinaus. Sie prüft und bescheinigt die Kompetenz, bestimmte Prüfungen durchzuführen. Neben der Eignung der Räumlichkeiten und Geräte gehören dazu ganz wesentlich die Kompetenz des beteiligten Personals sowie ein funktionierendes Qualitätsmanagementsystem mit den dazugehörigen Qualitätssicherungs- und Qualitätskontrollverfahren.

Messtechnische Rückführung

Analytische Messergebnisse sind nur dann miteinander vergleichbar, wenn Sie unabhängig von Zeit und Ort auf dieselbe Referenz zurückgeführt werden können. Vereinfacht gesagt bedeutet dies, dass bspw. ein Kilogramm in jedem Labor auf der ganzen Welt zu jedem Zeitpunkt die gleiche Masse ausdrückt. Dazu müssen die verwendeten Waagen alle durch eine ununterbrochene Kette von Kalibrierungen auf die Masse des Internationalen Kilogramm-

prototyps, dem Urkilogramm, das in Paris beim Internationalen Büro für Maß und Gewicht liegt, zurückgeführt werden. Für chemische Bestimmungen ist das ungleich schwieriger. Aufgrund mehrstufiger Probenvorbereitungsschritte ist häufig eine messtechnische Rückführung über die Rückführung der Waagen und Thermometer nicht mehr ausreichend und zertifizierte Referenzmaterialien müssen zum Nachweis der Rückführung eingesetzt werden. Die Auswahl geeigneter Referenzmaterialien ist dabei oft nicht trivial. Anforderungen an die Herstellung und die Hersteller solcher Materialien wurden in einer internationalen Norm (DIN EN ISO 17034) und einer ISO Richtlinie (ISO Guide 35) festgeschrieben und in einer weiteren ISO Richtlinie (ISO Guide 33) werden Hinweise für den Einsatz solcher Materialien gegeben.

Interne Qualitätskontrolle

Ein weit verbreitetes Werkzeug der internen Kontrolle der Qualität chemischer Analysen ist die Verwendung von Qualitätsregelkarten. Dabei wird anhand der Analyse von Qualitätskontrollproben die Qualität der Analytik grafisch dargestellt. Je nach Typ der verwendeten Regelkarten kann der Fokus dabei auf der Präzision unter verschiedenen Bedingungen (Wiederholbedingungen oder Zwischenbedingungen) oder auch auf der Richtigkeit der Analytik liegen. Dazu bedarf es der Erstellung eines schlüssigen Konzepts, dessen Rahmenbedingungen von den Anforderungen an die Analytik definiert werden. Hier spielen selbstverständlich die Genauigkeitsanforderungen des Kunden die zentrale Rolle, die wiederum aus einer Risikoanalyse der Folgen ungenauer Analysenergebnisse resultieren sollten. Da Kunden von Laboratorien häufig nicht in der Lage sind, solcher Anforderungen sachgerecht zu definieren, ist auch hier das Labor gefragt, entsprechenden Rat anzubieten.

Ringversuche

Trotz aller Bemühungen und installierter Qualitätssicherungsverfahren können Fehler in der Analytik niemals ausgeschlossen werden. Um eine unabhängige Überprüfung durch Dritte zu ermöglichen und damit auch einen unabhängigen Nachweis zu bekommen, ist es



notwendig, sich über die internen Maßnahmen hinaus auch an Ringversuchen zu beteiligen. Hierbei werden gleiche oder ähnliche Proben meist gleichzeitig an möglichst viele Laboratorien verteilt und dort analysiert. Die Ringversuchsveranstalter bewerten dann die Leistung und Eignung der Laboratorien. Eine erfolgreiche Teilnahme an einem Ringversuch ist damit ein wichtiger Nachweis der Leistungsfähigkeit des Labors, ein Fehler im Ringversuch ermöglicht durch entsprechende Korrekturmaßnahmen die kontinuierliche Verbesserung der Arbeit des Labors.

Messunsicherheit

Die Messunsicherheit eines Analysenergebnisses quantifiziert seine Genauigkeit. Immer wenn Analysenergebnisse als Grundlage für Entscheidungen genutzt werden,

ist es wichtig, eine Vorstellung davon zu haben, wie genau das Ergebnis ist. Die Abschätzung dieser Messunsicherheit durch das Labor wird deshalb auch bei der Akkreditierung von Laboratorien gefordert. Es hat sich herausgestellt, dass die Abschätzung der Messunsicherheit, wie sie bei physikalischen Messungen üblich ist, für chemische Analysen aufgrund der Komplexität dieser Messverfahren häufig nicht praktikabel ist. Es war daher notwendig, einfachere und integrale Methoden zu entwickeln. Eine solche ist bspw. in ISO 11352 beschrieben, die separat die Richtigkeit und die Präzision der Messung und durch Kombination dieser beiden Beiträge die Messunsicherheit abschätzt.

Ausbildung im Qualitätsmanagement

Wie anfangs bereits erwähnt, kommt dieses Thema in der universitären

Ausbildung häufig zu kurz. Dankenswerterweise hat sich neben einigen kommerziellen Anbietern von diesbezüglichen Schulungen auch die GDCh in Zusammenarbeit mit EuroLab-D dieses Themas angenommen, um die Qualität der Analytik auch weiterhin auf hohem Niveau zu halten und das Vertrauen der Kunden in die Analytik zu stärken.

Dr. Michael Koch, Arbeitsbereichsleiter Hydrochemie und Analytische Qualitätssicherung, Wissenschaftlicher Leiter AQS Baden-Württemberg Institut für Siedlungswasserbau, Wassergüte- und Abfallwirtschaft, Universität Stuttgart, Stuttgart

■ michael.koch@iswa.uni-stuttgart.de
■ www.aqsbw.de

GDCh-Kurs

Qualitätsmanagement im analytischen Labor

23. und 24. November 2017,
Frankfurt am Main
GDCh-Kurs: 517/17
Leitung: Dr. Michael Koch

Weitere Informationen und Anmeldung über:
Gesellschaft Deutscher Chemiker (GDCh), Fortbildung
Tel.: +49 69 7917 291
oder +49 69 7917 364
fb@gdch.de
www.gdch.de/fortbildung

Dem Spektrometer neues Leben einhauchen

GC-MS Labore, die ihre Referenz-Datenbanken nicht aktualisieren, lähmen ihre Produktivität

Untersuchungen durch Gaschromatographie mit Massenspektrometrie-Kopplung (GC-MS) sind ohne Referenzspektralen-Datenbanken nutzlos. Ohne Vergleich mit zuverlässigen Referenzspektralen können selbst Spezialisten die exakte Struktur von chemischen Verbindungen nur erraten. Aus diesem Grund werden GC-MS-Geräte von Herstellern mit vorinstallierten Datenbanken verkauft. Wiley Registry (ein Register von Massenspektraldaten) und die NIST-Massenspektralbibliothek werden als „Must-Have“-Datenbanken angesehen und finden am häufigsten auf neuen Geräten Verwendung.

Meistens entstehen Komplikationen ein oder zwei Jahre nach dem Kauf des Instruments. Beispielsweise



Simone Dress,
Wiley



Dr. Tim Adams,
Wiley

es muss das Labor möglicherweise neue Problemstellungen lösen, was dazu führen kann, dass die dann zu identifizierenden Verbindungen nicht detektiert werden können, da sie noch nicht in der Datenbank vorhanden sind.

Oder es kommen neue Verbindungen in Umlauf, die nicht in der veralteten Datenbank erfasst sind. Diese können dann auch nicht im Labor nachgewiesen werden. Dies gilt insbesondere in der Toxikologie, wo die Laboratorien einen täglichen Kampf austragen, um mit aufkommenden illegalen Substanzen Schritt zu halten; Designer-Drogen sind ein extremes Beispiel.

Vermeidung von stetig sinkender Produktivität

Im Laufe der Zeit verbringen die Gerätenutzer mehr und mehr Zeit damit, die Identität von Verbindungen zu erraten, weil sie keine guten Übereinstimmungen in der Datenbank finden. Die Geräte (und damit



die Referenzspektralen) werden nicht erneuert, so dass die Produktivität stetig sinkt.

Datenwissenschaftler bei Wiley arbeiten in Partnerschaft mit renommierten analytischen Laboren

kontinuierlich an der Aktualisierung von Industriestandard-Datenbanken und geben aktualisierte Versionen heraus, die neue Verbindungen enthalten, welche in Laborproben auftreten. Spezielle Datenbanken zur Unterstützung spezifischer Workflows wie klinisches Screening und Toxikologie werden ebenfalls entwickelt und ständig verbessert.

Wiley Registry ist eine Allzweck-Referenzspektralen-Datenbank, die essentiell für die Identifizierung von Verbindungen mit GC-MS ist. Sie wurde intensiv über mehrere Jahrzehnte entwickelt. Die neueste Ausgabe von 2016 enthält mehr als dreimal so viele Verbindungen wie vor zehn Jahren.

Fortsetzung auf Seite 17 ►