

Photometrie Kompendium

In Kooperation mit

GIT LABOR-
FACHZEITSCHRIFT

AQS

Die analytische Qualitätssicherung

Nachweis der Messwert-Plausibilität

Um die Richtigkeit von Messergebnissen sicherzustellen und mögliche Fehlerquellen auszuschließen oder zu erkennen, stehen verschiedene Prüfmittel und Vorgehensweisen zur Verfügung. In der Wasseranalytik für Ab- und Trinkwasser sind diese teils in amtlichen Merkblättern (z.B. DWA) oder in Verordnungen für Eigenkontrolle und Selbstüberwachung von Ländern beschrieben. In der Industrie, Forschung und Entwicklung sind häufig spezifische Firmenprozedere (Standard Operation Procedure SOP) für die interne Qualitätskontrolle und Geräteüberwachung vorgegeben. Dazu gehören im Wesentlichen

- Inbetriebnahme
- Geräteüberprüfung
- Sicherung der Messwert-Plausibilität

1.) Inbetriebnahme

Dies ist meist ein firmenspezifischer Prozess und auch als „Installation Qualification“ (IQ) bekannt. Es soll sichergestellt werden, daß das Gerät für die Anforderungen geeignet ist und dazu über geeignete Spezifikationen verfügt. Oft geht dies einher mit einer entsprechenden „Operation Procedure“, die die wesentlichen Züge einer Bedienungsgrundschulung haben kann.

Installation Qualification photLab® 7600 VIS



a xylem brand

Installation Qualification (IQ) für WTW-Messsysteme

Einleitung

Beschreibung des Protokolls

Eine Installation Qualification (IQ) enthält Prüflisten, Prozeduren, Beschreibungen und Kriterien zur erfolgreichen Installation eines Messsystems. Dazu gehören im Einzelnen:

1. Die gelieferten Komponenten des Messsystems werden auf ihre Unversehrtheit, Vollständigkeit und Zusammengehörigkeit überprüft.
2. Das Messgerät wird entsprechend der vom Hersteller angegebenen Umgebungsbedingungen eingesetzt bzw. aufgestellt.
3. Jede einzelne Komponente des Messsystems (Gerätes) entspricht den Anforderungsspezifikationen.
4. Die für den Messplatz vom Anwender aufgestellten Arbeitsanweisungen sowie notwendiges Zubehör (z.B. Küvetten) liegen vor.

Kriterien zur Durchführung

Eine Installation Qualification (IQ) wird nur dann durchgeführt, wenn

1. das Messsystem (Gerät) entsprechend den Empfehlungen des Herstellers eingesetzt wird
2. die Installationsprozedur überwacht und dokumentiert wird
3. die Prüfpunkte der Installation Qualification mit den Spezifikationen des Prüfobjektes (Gerät, Messsystem) übereinstimmen.

Protokoll

Die Firma WTW GmbH, Weilheim, Deutschland, stellt ein Protokoll zur Verfügung, das für das jeweilige Gerät/Messsystem alle zur Installation Qualification notwendigen Schritte enthält. Grundlage sind die Anforderungen/Designqualifizierung des Anwenders und die von WTW herausgegebenen technischen Spezifikationen. Das Protokoll ist nach Vorschrift von einem qualifizierten Mitarbeiter von WTW oder einen durch WTW Beauftragten zu erstellen und dem Kunden bei erfolgreicher Installation auszuhändigen. Eine Kopie der Qualifizierung wird als Belegexemplar zurückbehalten.

Bestätigt:	Anwender oder QS-Beauftragter	WTW GmbH
Datum/Unterschrift		i.A.

©WTW GmbH (Status 06/2015)

Seite 1 von 5

Abb.1: Muster für eine IQ, Seite 1

2.) Geräteüberprüfung

Die meisten Geräte führen einen Selbsttest beim Einschalten durch: Dabei werden z.B. je nach Gerät die Lampe geprüft und eine Wellenlängenkalibrierung durchgeführt.

Für die zusätzliche Überprüfung der Geräte im täglichen Betrieb stehen unterschiedliche Hilfsmittel zur Verfügung, je nach Gerät und Geräteklasse: Zertifizierte Farblösungen wie der photoCheck® für die Filter- und Spektralphotometer der photoLab® und der tragbaren photoFlex®-Geräte sind komfortable und einfache Prüfmittel für viele Anwendungen. Der Check besteht aus 12 Farblösungen für den Test von 3 Wellenlängen mit je 4 Farblösungen von unterschiedlicher Extinktion. Sie dienen als Überprüfung der photometrischen Genauigkeit und der Wellenlängengenauigkeit.



Für Spektralphotometer stehen darüber hinaus zahlreiche Glas- und Flüssigfilter verschiedener Hersteller für Wellenlängengenauigkeit, Streulicht, Reproduzierbarkeit etc. zur Verfügung, die wie im Fall der photoLab® 7000 Serie über entsprechende Menüs unterstützt werden:

Abb.2:

Auswahl der AQS-Prüfmittel am Beispiel von photoLab® 7600 UV-VIS

AQS1 Einstellungen		28.05.15 13:36
PhotoCheck	Aktiv	
CertiPUR® UV-VIS 1	Inaktiv	
CertiPUR® UV-VIS 1A	Inaktiv	
CertiPUR® UV-VIS 2	Inaktiv	
CertiPUR® UV-VIS 3	Inaktiv	
CertiPUR® UV-VIS 6	Inaktiv	
User defined filter 1	Aktiv	
User defined filter 2	Inaktiv	
User defined filter 3	Inaktiv	
Lambda check 1	Inaktiv	
Lambda check 2	Inaktiv	
		Übernehmen

3.) Sicherung der Messwert-Plausibilität

a.) Benutzerverwaltung und zeitliche Prüfintervalle

Bei vielen Laborphotometern können die Intervalle zur Überprüfung mit unterschiedlichen Prüfmitteln und Prüfstufen eingestellt werden. Das bedeutet, daß z.B. Prüfintervalle für bestimmte Testmethoden eingegeben werden können, die dann eine Überprüfung mit Standards verlangen, oder aber eben auch Geräteüberprüfung mit definierten Prüfmitteln wie Glasfilter. Die Steuerung der Überprüfung in bestimmten Intervallen erfolgt in größeren Firmen häufig durch sogenannte Administratoren. Photometer wie die Spektralphotometer der photoLab® Serie können durch Einstellen von Administrator-, Benutzer- und Gastrechten unterschiedliche Bearbeitungslevel zulassen. Das sichert die firmenspezifischen Qualitätsdefinitionen.

Beispielausdruck:

Abb. 3:

Muster eines Prüfprotokolls von AQS mit photoCheck® bei dem Spektralphotometer photoLab® 6600 UV-VIS

photoLab 6600 UV-VIS 09130512 1.30-WTW-1.60	Administrator	
AQS1	OK	
Protokoll ID	9	
durchgeführt von:	Administrator	
durchgeführt	22.05.2007	
Gültig bis:	26.06.2007	
PhotoCheck	OC479094	OK
445-1	0.200 +- 100	0.192
445-2	0.500 +- 200	0.511
445-3	1.000 +- 200	1.006
445-4	1.500 +- 200	1.526
525-1	0.200 +- 200	0.247
.....
.....
(usw.)		

Ist das AQS System aktiviert, werden Messergebnisse je nach Gerät mit einer entsprechenden Kennung versehen und dokumentiert. Erlischt der Prüfintervall, kann je nach Einstellung entweder gar nicht mehr gemessen werden oder die Messung erfolgt ohne AQS-Kennung. Letzteres ist häufig der günstigere Zustand, da sonst das Gerät bis zur nächsten gültigen AQS-Eingabe durch den Administrator blockiert ist.

b.) Pipetten-Prüfung

Pipetten sollten pfleglich behandelt werden und durch korrekte Pipettierhaltung vor Verschmutzung im Pipetten-Innenraum geschützt werden, da man sonst durch sogenannte „Verschleppung“ Substanzen von einer Probe in eine andere einträgt.

Durch Wartung und regelmäßige Überprüfung des Pipettier-Volumens (Analysenwaage oder entsprechenden Pipetten-Prüfmittel wie z.B. PipeCheck®) schützt man sich vor Fehlern, die über das Pipettieren in das Messsystem einfließen und zu Minder- oder Überbefunden führen. Schlimmstenfalls stört eine verschleppte Fremdschubstanz die Reaktionsentwicklung komplett.

c.) Kontrollstandards

Kontrollstandards mit vorgegebenen Konzentrationen in einem definierten Toleranzbereich sind die einfachste Möglichkeit, parallel zur Probenbestimmung das photometrische System auf Messwert-Plausibilität zu prüfen: Findet man bei der Messung des Kontrollstandards den vorgegebenen Wert im Toleranzfenster, kann man davon ausgehen, daß Photometer und Testsatz in Ordnung sind. Für die Probenmessungen selbst sollte man zudem mindestens eine Doppelbestimmung machen, um Ausreißer zu erkennen.

Alle Ergebnisse von Kontrollstandard und Proben sind in ihrer Gesamtheit dann entweder ein guter Nachweis für die Richtigkeit der Ergebnisse oder weisen auf Messfehler im gesamten Messsystem hin und unterstützen bei der Suche nach der Fehlerquelle, wie z.B. mittels Aufstockung.

d.) Matrix Check = Aufstockung

Eine definierte Menge der Substanz wird zugegeben und muß gefunden werden: Wenn nicht, liegt in der Probenmatrix eine Störung vor, die zu falschen Messergebnissen führt.

4. Definition von Fehlern

Quelle: Ausschnitt aus der Bedienungsanleitung von photoLab S12, Teil 1 Allgemeine Hinweise (www.wtw.com)

Messergebnisse können grundsätzlich mit Fehlern behaftet sein. Das gilt gleichermaßen für genormte Analyseverfahren (Referenzverfahren) und für die Routineanalytik. Das Aufdecken und die Minimierung von Fehlern muss das Ziel sein. Man unterscheidet zwischen **systematischen und zufälligen Fehlern**.

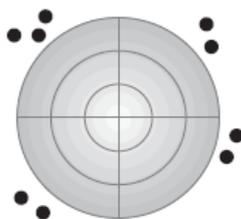
Systematische Fehler liegen dann vor, wenn alle Analysenergebnisse mit gleichem Vorzeichen von dem wahren Wert abweichen. Beispiele dafür sind: falsches Probenvolumen, falscher pH-Wert, falsche Reaktionszeit, Probenmatrixeinfluss usw.

- Systematische Fehler wirken sich somit auf die Richtigkeit des Analysenverfahrens aus
- Richtigkeit = Abweichung der gemessenen Konzentration von der tatsächlichen Konzentration

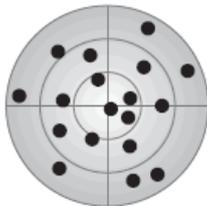
Zufällige Fehler äußern sich durch eine große Schwankungsbreite der Messwerte einer Probe. Diese lassen sich durch gute Arbeitstechnik und Mehrfachbestimmung mit Mittelwertbildung einer Doppel- oder Mehrfachbestimmung klein halten (s.o.). Zufällige Fehler machen das Analysenergebnis unsicher; sie beeinflussen die Präzision.

- Präzision = Streuung der Messwerte untereinander

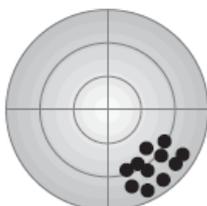
Die folgende Tabelle zeigt den Zusammenhang zwischen Richtigkeit und Präzision:



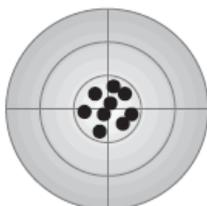
Richtigkeit: schlecht
Präzision: schlecht
Es liegen grobe Fehler vor!



Richtigkeit: gut
Präzision: schlecht
Durch Mittelwertbildung aus min. 3, besser mehr Parallelbestimmungen erhält man annähernd den wahren Wert.



Richtigkeit: schlecht
Präzision: gut
Durch hohe Präzision wird ein richtiger Wert vorgetäuscht!



Richtigkeit: gut
Präzision: gut
Angestrebter Zustand!