

Labor-Photometrie braucht interne Qualitätskontrolle (IQK) nach DWA-A 704



Die Photometrie ist ein für Kläranlagen einfach durchzuführendes Analyseverfahren, welches jedoch umfangreiche Kenntnisse und Fähigkeiten des Anwenders voraussetzt, um zu richtigen Messergebnissen zu kommen. Um mögliche Fehlerquellen sicher zu erkennen und zu beseitigen, hilft nur eine interne Qualitätskontrolle (IQK) nach Arbeitsblatt DWA-A 704. Die IQK unterstützt dabei insbesondere Anwender, die neben vielen anderen Tätigkeiten auf der Kläranlage nur gelegentlich eine Messung durchzuführen haben, ihre mangelnde Erfahrung durch eine standardisierte und objektive Qualitätssicherung auszugleichen.

Genauere Messung braucht mehr als genaue Küvetten und Photometer

Die photometrische Wasseranalytik stellt heute auf Kläranlagen die gängigste Betriebsmethode zur Bestimmung von Laborproben dar. Photometrische Analyseergebnisse können gesetzlich anerkannt werden, jedoch nur in Verbindung mit Maßnahmen der Internen Qualitätskontrolle (IQK). Auch wenn das photometrische Analysensystem (Labor-Photometer, Küvette) eine zuverlässige und genaue Ermittlung von Messwerten gewährleistet, bedeutet das allerdings noch nicht, dass jeder erzeugte Messwert automatisch richtig ist. Oft verursachen die der Messung vorgelagerten Schritte weitaus mehr und größere Fehler als die eigentliche Auswertung der Küvette im Labor-Photometer.

Mögliche Fehlerquellen

Ein richtiges Messergebnis wird unter anderem beeinflusst durch:

1. Ort der Probenahme
2. Art der Probenahme
3. Aufbewahrung Konservierung sowie Transport der Probe
4. Probenvorbereitung (Homogenisierung, Aufschluss, pH-Wert-Korrektur)
5. Durchführung des photometrischen Tests



Maßnahmen	IQK-Karten-Nr.	Umsetzung	Mindesthäufigkeit	Zulässige Abweichung
Mehrfachbestimmungen	3	Mehrfachbestimmungen einer Probe	1x monatlich	Streuung: $\leq \pm 10\%$
Messungen von Standards	4	Messung von Standardlösungen	Nach jeder 10. Probe, mindestens monatlich	Innerhalb Vertrauensbereich Küvetten
Plausibilitätsprüfungen	5	Aufstockung mit Standards	bei unplausiblen Messergebnissen	$\leq \pm 20\%$
			Bei Veränderung der Probenmatrix	
		1 x monatlich		
		Ansetzen von Verdünnungsreihen	bei unplausiblen Messergebnissen	
Bei Veränderung der Probenmatrix	1 x monatlich			
Vergleichsmessungen bzw. Ringversuche	6	Teilnahme an Ringversuchen	1 x jährlich	$\leq \pm 20\%$
Parallelmessungen	7	DIN-Labor	1 x jährlich	$\leq \pm 20\%$
Überprüfung Pipetten	9	Volumenkontrolle durch Auswiegen	4 x jährlich	Pipetten 100 ~ 1000 µl: $\leq \pm 2\%$
				Pipetten > 1000 µl: $\leq \pm 1\%$
Überprüfung Heizgerät/Thermoblock	9	Überprüfung mit (geeichtem) Präzisionsthermometer	1 x jährlich	$\leq \pm 3^\circ\text{C}$
Überprüfung Photometer	9	Wartung durch Externe, Prüfsatz Photometer	Nach Herstellerangaben	Nach Herstellerangaben
Fortbildung Betriebspersonal	10	Teilnahme an Seminaren und Schulungen	1 x jährlich (empfohlen)	-

Interne Qualitätskontrolle nach Arbeitsblatt DWA-A 704

Die praktischen Erfahrungen belegen eindeutig, dass die meisten Fehler in der individuellen Arbeitsweise des Anwenders zu suchen sind. So führen ungenaue Pipetten, die mehrmalige Benutzung von Pipettenspitzen und Fehler in der Probenahme und Probenvorbereitung zu den meisten Fehlmessungen. Abweichungen von weit über $\pm 20\%$ vom eigentlichen Messwert sind dann keine Seltenheit.

Ferner können erhebliche Messfehler bei schwieriger Probenmatrix, gleichzeitiger Anwesenheit von störenden Inhaltsstoffen, Trübungen und Färbungen oder bei starker Pufferung der Abwasserprobe auftreten, wenn diese vom Anwender nicht erkannt werden. Um dennoch einen hinreichend genauen Messwert zu erhalten, muss der Anwender in der Lage sein, mögliche Ursachen von Fehlmessungen zu erkennen und Gegenmaßnahmen ergreifen zu können.

Höhere Genauigkeit durch interne Qualitätskontrolle

Die Richtigkeit eines Messergebnisses kann daher nur durch den Einsatz mehrerer Kontrollmaßnahmen im Rahmen der IQK abgesichert werden. Welche Maßnahmen auf einer Kläranlage durchzuführen und welche Qualitätsziele zu erreichen sind, bestimmt sich nach dem Arbeitsblatt DWA-A 704 und den dort aufgeführten "IQK-Karten". Die vom A 704 vorgegebenen Maßnahmen und ihre Umsetzung, Häufigkeiten, qualitativen und quantitativen Ziele sind in Tabelle 1 dargestellt. Hierzu zählen u. a. Mehrfachbestimmungen derselben Probe (IQK-Karte 3), die Messung von Standardlösungen (IQK-

Bei den in der Tabelle 1 beschriebenen Qualitätssicherungsmaßnahmen handelt es sich jedoch nicht etwa um verschiedene Maßnahmen, aus denen der Anwender beliebig eine oder mehrere zum Zwecke seiner IQK auswählen kann, sondern es müssen gemäß A 704 alle aufgelisteten Maßnahmen durchgeführt und – was oft versäumt wird – auch dokumentiert werden.

Zusammenfassung

Die häufigsten und größten Fehlerquellen bei der Labor-Photometrie liegen nicht in der Küvette und dem Photometer, sondern in fehlerhaften und/oder fehlenden Handhabungsschritten oder Hilfsmitteln (Pipetten,

Karte 4), Aufstockungs- und Verdünnungsreihen einer realen Probe (IQK-Karte 5), Vergleichsmessungen einer identischen Probe mit Externen und die Teilnahme an Ringversuchen (IQK-Karte 6 bzw. 7). In der IQK 9 ist die Überprüfung bzw. die zulässigen Abweichungen der Pipetten und Thermoblock sowie des Photometers geregelt. Die regelmäßige Fortbildung des Betriebspersonals bestimmt sich nach IQK 10.

Thermoblock). Eine interne Qualitätskontrolle (IQK) nach Arbeitsblatt DWA A 704 soll Anwender auf Kläranlagen dabei unterstützen, dass die ermittelten Messwerte innerhalb der geforderten Toleranz von $\pm 20\%$ vom eigentlich "richtigen" Messwert liegen.

Autor:
Dipl.-Päd. Hartmut Franke
Macherey-Nagel GmbH & Co. KG
Neumann-Neander-Strasse 6-8
52355 Düren
Tel./Fax: +49 (0) 2421-969-138/-199
em@il: hfranke@mn-net.com
Internet: www.mn-net.com