

Was kann der Kunde von einem Labor erwarten ? *

• Kundenaudits • Messergebnisse • Prüflabore • Qualitätssicherung • Ringversuche

Gemäß den „Allgemeinen Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“ (DIN/ISO 17025) muss ein Labor mit dem Kunden so weit zusammenarbeiten, dass dieser seinen Auftrag erläutern und die Leistung in Bezug auf die durchzuführende Arbeit übersehen kann (1). Neben dem, vom Kunden erwarteten, ordnungsgemäßen Bearbeiten einer Probe mit anschließender Prüfberichtserstellung sind eine Reihe von administrativen und qualitätssichernden Maßnahmen notwendig, die auf den ersten Blick nicht offensichtlich sind. Diese Maßnahmen sind Bestandteil eines umfangreichen Qualitätsmanagementsystems, das sämtliche Vorgänge innerhalb eines Labors umfasst und die Qualität der Prüfergebnisse sichert. Beschrieben werden diese Vorgänge im Qualitätssicherungshandbuch eines akkreditierten Labors, das die Verantwortung der Bereiche Geschäftsleitung, technische Leitung, Administration und Qualitätssicherung regelt, sowie alle Abläufe festlegt, die zur Durchführung von Prüfungen gehören (2). Anhand des Weges einer Probe durch ein akkreditiertes Prüflaboratorium sollen diese Vorgänge und Leistungen verdeutlicht werden, die ein Kunde erwarten und abrufen kann.

VON DER PROBENANNAHME ZUM PRÜFBERICHT

Probenannahme

Unmittelbar nach Erhalt wird der Probe eine eindeutige Codierung, bestehend aus Auftragsnummer, Auftragsjahr und Probennummer vorgegeben. Auftrags- und Probennummer werden auf dem Probengefäß sowie sämtlichen Begleitpapieren und allen mit der Probe in Verbindung stehenden Aufzeichnungen notiert.

Es werden alle erkennbaren Identifizierungsmerkmale in einer dafür eingerichteten Auftragsdatenbank abgespeichert. Darunter fallen auch Angaben zur Deklaration, Verpackungsart und Probenmenge. Diese Vorgehensweise dient der eindeutigen Rückverfolgbarkeit der Probe während des Prüfablaufes, der Erstellung des Prüfberichtes sowie der Archivierung von Rohdaten, Prüfberichten und Rückstellproben.

Der Umfang der durchzuführenden Prüfungen wird durch die technische Leitung gegebenenfalls nach Rücksprache mit dem Auftraggeber festgelegt, und die dafür erforderlichen Analysen in der Auftragsdatenbank der vorgegebenen Probencodierung zugeordnet.

*) Vortrag am 11. April 2002 anlässlich der 42. Internationalen Fruchtsaft-Woche 2002, Leipzig

Jetzt verlässt die Probe die „Mühlen“ der Administration und wird in die Laborräume zur weiteren Bearbeitung überstellt.

Bearbeitung im Labor

Die erste, im Labor, durchzuführende Maßnahme ist zugleich eine der wichtigsten: die Aufteilung in Arbeits- und Rückstellmuster. Die Probe wird in geeignete Gefäße gefüllt und jeweils mit Auftrags- und Probennummer, sowie mit einem „A“ für Arbeitsprobe bzw. „R“ für Rückstellprobe gekennzeichnet. Um die Unversehrtheit der Rückstellproben (ca. 100g) zu gewährleisten, werden diese anschließend eingefroren und bei -18°C mindestens sechs Monate gelagert. Bei der Durchführung der Prüfungen werden nur solche Methoden angewendet, die vorher von der technischen Leitung mit Datum und Unterschrift freigegeben wurden. Das sind in der Regel genormte Verfahren (ASU, IFU, AOAC, DFG, CEN u.a.), aber auch sonstige publizierte und verifizierte Methoden werden exakt beschrieben und am Arbeitsplatz archiviert. Über die Notwendigkeit, Methoden intern („in house“) zu validieren und die daraus resultierende Vorgehensweise, später mehr. Bei der Durchführung der Analysen müssen alle Mitarbeiter die freigegebenen Methoden heranziehen, die darin beschriebenen Analysenschritte exakt befolgen und dies bestätigen. Nur so ist ein fehlerfreies Arbeiten möglich und das Zustandekommen eines Messresultates nachvollziehbar.

Kontrolle der Messergebnisse

Um Fehlermöglichkeiten zu reduzieren, durchlaufen Messergebnisse die folgenden Kontrollstufen:

1. Mitarbeiter
2. Qualitätssicherung
3. Eingabe der Ergebnisse in das Labordatensystem
4. Technische Leitung
5. Geschäftsleitung/ Prüfbericht/ Unterschrift

Zunächst ist jeder Mitarbeiter dafür verantwortlich, die erzielten Messergebnisse bzw. Rohdaten in dafür vorgesehene Ergebnisbögen exakt zu übertragen und zu unterschreiben. Sind während der Analyse Besonderheiten bzw. Abweichungen festgestellt worden, sind diese ebenfalls zu vermerken.

Anschließend erfolgt die Kontrolle der Ergebnisbögen durch die Qualitätssicherung. Sie entscheidet über die Plausibilität der Ergebnisse so z.B. richtiger Messbereich, erzielte Extinktionsdifferenz oder Wägedifferenzen zu groß oder zu klein, oder liegen die Resultate mitanalytischer Standards in den vorgegebenen Grenzen.

Mit Unterschrift der Qualitätssicherung werden die Analysenergebnisse zur Eintragung in das Labordatensystem freigegeben.

```

Declaration      : sample no.: 8910

RSK - VERGLEICH
-----
Interne Codenummer : 9999/2002      Sample : 1
Produkt           : APPLE-JUICE
Customer          : XXXX
-----
                                                    RSK
-----
COLOR              : gold-yellow, clear
AROMA              : intensive fruitaroma
FLAVOUR            : fruity-harmonious
DENSITY            :
                    1.0474
TOT.ACID PH7 TART.A. :
                    6.0           g/l      <-36>
L-MALIC ACID      :
                    6.40          g/l
SUCROSE            :
                    16.3           g/l      < +8>
GLUCOSE            :
                    22.8           g/l      <-40>
FRUCTOSE           :
                    64.7           g/l      < -3>
SORBITOL           :
                    3.57           g/l      <-21>
LOW_GC             :
                    1              <+99>
POTASSIUM          :
                    1.14           g/l      <-20>
SODIUM             :
                    18             mg/l     <+60>
NITRATE            :
                    9              mg/l      5
FORMOL NUMBER      :
                    4.6            ml.lnOH/l < +5>
PATULIN            :
                    0              ug/l     < 0>
RATIO              :
                    23.6
SOLUBLE SOLIDS     :
                    122.9           g/l     <-38>
TOTAL SUGAR        :
                    103.8           g/l
SUGARFREE EXTRACT :
                    19.1            g/l     <-72>
%_SUCROSE          :
                    15.7           <+71>
GLUCOSE/FRUCTOSE  :
                    0.35           <-47>
ASH CALCULATED     :
                    2.51            g/l
%-PHOSPHATE I.ASH :
                    8.9
%-POTASSIUM I.ASH :
                    45.5           -0.5

DEVIATIONS FROM AIJN CoP
NITRATE            :
                    9.00            mg/l     4.00
    
```

Abb. 1: Rohbefund mit automatischem RSK-Vergleich

(Bild: GfL)

Das geschieht in der Administration, einem weiteren Kontrollpunkt. Die Ergebnisse werden probenspezifisch tabellarisch zusammengestellt, innere Relationen berechnet (z.B. Ratio, Citronensäure/ Isocitronensäure- Verhältnis) und mit vorgegebenen Prüfkriterien (z.B. RSK-Werte, AIJN, eigene Daten) verglichen. Das Resultat ist ein Rohbefund (Abbildung 1), der von der technischen Leitung geprüft wird und Grundlage für die Beurteilung der Probe ist.

Sind die von der technischen Leitung veranlassten Absicherungen und Wiederholungen durchgeführt, wird der Prüfbericht erstellt. Eine abschließende Prüfung kann nun mit der Beurteilung der Messergebnisse und der Unterzeichnung des Prüfberichtes erfolgen. Da ein Messergebnis wie beschrieben 5x kontrolliert wird, ist ein hohes Maß an Ergebnissicherheit gewährleistet.

Qualitätssichernde Maßnahmen im Routinebetrieb

Die Aufgaben der Qualitätssicherung gehen weit über das Prüfen von Ergebnisbögen hinaus. Bei der Durchführung von Analysen werden eine Reihe von qualitätssichernden Maßnahmen veranlasst, die sicherstellen sollen, dass die erzielten Ergebnisse über einen längeren Zeitraum präzise und richtig sind. Dazu werden in jeder Messreihe bei jeder Methode Kontrollproben vermessen.

- Methodenüberprüfung

Die Methodenüberprüfung erfolgt durch:

1. Standardsubstanzen in reinem Lösungsmittel
Diese Standardlösungen werden immer mitanalysiert, um die Genauigkeit des verwendeten Messsystems zu prüfen.
2. Referenzmuster
Sie sind intern, oder durch Laborvergleiche geprüfte Proben, über die bereits eine große Datenmenge verfügbar ist. Hierbei wird die Richtigkeit der Messergebnisse unter Berücksichtigung von Probenvorbereitung, Matrixeinflüssen etc. beurteilt.
3. Dotierung von Proben mit den interessierenden Analyten, um so eine Wiederfindungsrate zu ermitteln.

4. Einsatz von zertifiziertem Referenzmaterial. Der Hersteller garantiert per Zertifikat einen Vertrauensbereich einschliesslich Mittelwert in einer charakteristischen Matrix, an dem sich das erzielte Messergebnis orientieren muss. Zertifizierte Referenzmaterialien werden z.B. in der Mycotoxinanalytik eingesetzt.

- Regelkarten

Als Folge der ständig mitanalysierten Kontrollproben entstehen große Datenmengen, die methodenspezifisch in Form von Regelkarten (Kontrollkarten) ständig aktualisiert werden. Der Vorteil von Regelkarten liegt in der graphischen Darstellung von Ergebnissen, so dass Tendenzen und Ausreißer erkannt werden können. Lineal und Millimeterpapier sind dabei nicht erforderlich. Das Labordatensystem übernimmt alle Standard- und Referenzmusterergebnisse und stellt so, quasi auf Knopfdruck, jederzeit aktuelle Regelkarten zur Verfügung. (Abbildung 2)

Im Idealfall bleiben die Kontrollergebnisse über einen langen Zeitraum hinweg innerhalb der von der Qualitätssicherung festgesetzten Grenzen stabil. Mögliche Ursachen für sich im Laufe der Zeit verändernde Werte können z.B. in der nachlassenden Trennleistung einer Chromatographie-Säule, in nachlassenden Enzymaktivitäten oder auch in der Alterung von verwendeten Reagenzien oder von Standardsubstanzen begründet sein.

- Geräteüberprüfung

Aber nicht nur Kontrollproben, sondern auch die verwendeten Labor- und Messgeräte, werden regelmäßig überprüft. Für jedes Messgerät an seinem Standort steht ein Geräteordner mit gehöriger Betriebsanleitung zur Verfügung, in dem die erforderlichen Kalibrierdaten, wie z.B. Responsefaktoren, Retentionszeiten u.a. eingetragen werden. Zusätzlich werden auftretende Störungen, Abweichungen bzw. Fehlermeldungen und deren Beseitigung dokumentiert und archiviert.

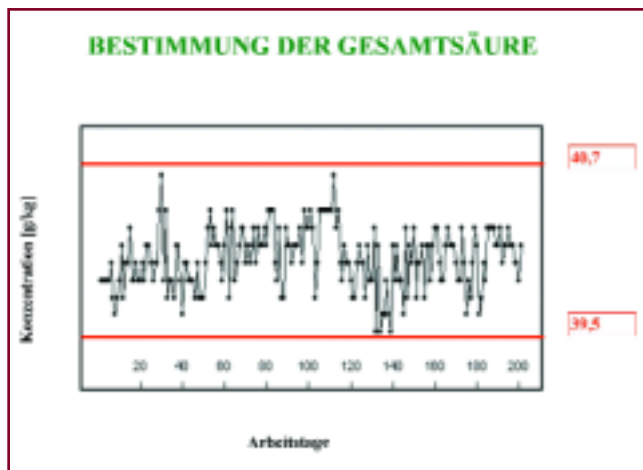


Abb. 2: Regelkarte mit Gesamtsäureergebnissen (Bild: GfL)

Ebenfalls aufgezeichnet werden Temperaturverläufe von Kühl- und Gefrierschränken, Wasserbädern, Trockenschränken und Muffelöfen sowie die Volumina von eingesetzten mechanischen Pipetten und Dispensern. Die zu eichenden Laborgeräte wie Waagen, Überdruckmessgerät, Eichgewichte und Thermometer werden entsprechend den gesetzlichen Bestimmungen amtlich geeicht.

- Chemikalienverwaltung

Besondere Aufmerksamkeit im Prüflabor nimmt die Handhabung von verwendeten Chemikalien ein. Die vom Fachhandel bezogenen Lieferungen werden nach Erhalt mit dem Eingangsdatum gekennzeichnet und in eine Chemikaliendatenbank eingetragen. Selbst hergestellte Reagenzien sind exakt nach den Vorgaben eines Formblattes herzustellen und mit Bezeichnung, Sicherheitshinweisen, Herstellungsdatum und Mindesthaltbarkeitsdatum zu beschriften. Die einzelnen Herstellungsschritte, z.B. Einwaagen, Verdünnungen sowie die Chargennummer der Ausgangschemikalien sind in einem Formblatt einzutragen und mit Datum und Unterschrift zu versehen. Alle Formblätter werden chronologisch und alphabetisch abgelegt. Lagerungsbedingungen und Haltbarkeit von selbst hergestellten Reagenzien sind in den schon angesprochenen Formblättern festgelegt.

- Korrekturmaßnahmen

Sollte es trotz strikter Einhaltung der beschriebenen Qualitätssicherungsmaßnahmen zu fehlerhaften Ergebnissen kommen, werden Korrekturmaßnahmen eingeleitet. Unter der Verantwortung der technischen Leitung wird in Zusammenarbeit mit der Qualitätssicherung eine Ursachenanalyse durchgeführt. Hierbei wird festgestellt, ob es einen Einfluß auf bisherige Messungen gibt und geeignete Maßnahmen zur Mängelbeseitigung festgelegt. Ebenfalls bestimmt werden Verantwortungen und Termine für die Durchführung von Korrekturmaßnahmen.

Ist die Fehlerursache gefunden und beseitigt, werden alle betroffenen Mitarbeiter entsprechend informiert, um zukünftig ähnliche Fehler vermeiden zu können. Alle Unterlagen bezüglich der Fehlermeldung, Fehlerursache, Korrekturmaßnahme und Kontrolle über ihre Durchführung und Wirksamkeit werden bei der Qualitätssicherung archiviert.

Qualitätssichernde Aktivitäten ausserhalb des Routinebetriebes

- Ringversuche

Ein wichtiges und geeignetes Mittel zur Überprüfung von Richtigkeit und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse eines Labors ist die regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen. Ringversuche betreffen alle Bereiche der Analytik, von der Farbmessung in Buntsaften, über die Fettbestimmung in der Leberwurst bis hin zum Pestizidgehalt in Kopfsalat, um hier nur einige Beispiele zu nen-

nen. Der Bereich Rückstandsanalytik sei hier deshalb besonders erwähnt, da nicht nur ein paar Leitsubstanzen im Screening-Verfahren erfasst werden, sondern ca. 250 einzelne Wirkstoffe getrennt voneinander nachgewiesen und quantifiziert werden.

Dazu ist ein sehr umfangreiches Qualitätssicherungskonzept notwendig, das alle Schritte der Probenextraktion, Aufreinigung, Fraktionierung sowie der Gaschromatographie und Massenspektrometrie umfasst.

Die Ergebnisse der Ringversuche werden von der Qualitätssicherung ausgewertet und archiviert. Ergeben sich große Abweichungen bei den Ringversuchsergebnissen, die außerhalb des Erwartungsbereiches liegen, werden sofort die schon eben angesprochenen Korrekturmaßnahmen durchgeführt. Aus Rückstellmustern der Ringversuchsproben werden die entsprechenden Analysen wiederholt, um die Ursache für die Abweichung zu ermitteln.

- Interne Audits

Die Akkreditierung ist kein einmaliger Vorgang, sondern muß fortlaufend bestätigt bzw. mit Leben erfüllt werden. Dazu werden seitens der Akkreditierungsstelle in bestimmten Abständen Überwachungsaudits mit dem Ziel durchgeführt, das gesamte QS-System zu testen. Um die Aufrechterhaltung der Akkreditierung bzw. eine Neuakkreditierung zu erreichen, sind weitere Aktivitäten notwendig, die über den Routinebetrieb in einem Labor hinausgehen. In regelmäßigen Abständen (mindestens einmal im Jahr) werden interne Audits durchgeführt. Von der Geschäftsleitung werden Auditpläne und verantwortliche Auditoren genannt, die anhand einer vorbereiteten Checkliste alle Elemente des Qualitätssicherungssystems prüfen:

- Organisation und Personal
- Technische Voraussetzungen
- Verwaltung und Pflege der Geräte
- Methoden (Prüfanweisungen)
- Durchführung von Prüfungen
- Verwaltung und Archivierung von Prüfergebnissen
- Probenverwaltung
- Ergebnisse von Eichungen, Kalibrierungen, Ringversuchen
- Verwaltung und Kennzeichnung von Chemikalien

Die Ergebnisse dieser internen Überprüfung werden schriftlich festgehalten und in einem Auditbericht zusammengefaßt. Auf der Basis des Berichtes wird das gesamte Qualitätsmanagementsystem von der Geschäftsleitung bewertet, die Ergebnisse der Bewertung protokolliert und der Akkreditierungsstelle übermittelt. Sollten Mängel bei der Wirksamkeit und Einhaltung des QS-Systems festgestellt worden sein, veranlasst die Geschäftsleitung, und dieses Begriff ist schon einige Male gefallen, Korrekturmaßnahmen.

- Kundenaudits

Verstärkt nutzen auch Kunden selbst die Möglichkeit, ein Prüflabor zu auditieren, damit ihre eigenen Vorstellungen von Qualitätsmanagement optimal umgesetzt werden. Diese Entwicklung ist sehr zu begrüßen, da Kundenaudits eine gute Basis für eine vertrauensvolle und transparente Zusammenarbeit bilden.

- Weiterbildung und Schulung

Weiterhin wird großen Wert auf Schulungs- und Weiterbildungsmaßnahmen gelegt, um sicherzustellen, dass das technische Personal die für die Tätigkeit erforderlichen Qualifikationen und Erfahrungen aufweist. Dazu gehören regelmäßige Schulungen über Laborsicherheit, detaillierte und individuell abgestimmte Einarbeitungspläne für neue Mitarbeiter sowie die Teilnahme an Fach-

REPORT	

General Description	

Reference:	PINEAPPLE-JUICE-CONCENTRATE
Customer_____:	XXX
Order	special analysis
Declaration_____:	pineapple juice concentrate
	company: XYZ
	origin: Indonesia
	1234
	AAAA 11111
Receipt	21.12.2001
Taking	handed in by Customer
Packing	aseptic bag
Cond. of sample	impeccable
Quantity	ca. 500 ml
GfL-Number	9999/2002 Sample : 1
Analyt. Extent (F)_:	BX+GS+N
Beginning of an._:	27.12.2001
End of analysis	12.03.2002

verwendeten Methode angegeben, gegebenenfalls mit Anmerkungen über Abweichungen oder Modifikationen. Es macht z.B. wenig Sinn, in einem Prüfbericht das Ergebnis HMF: 10 mg/l anzugeben, wenn das Zustandekommen des Resultates nicht nachvollzogen werden kann, weil die Methode nicht genannt wird. Ebenfalls problematisch ist die Aussage: nicht nachweisbar, ohne die zusätzliche Nennung der Bestimmungsgrenzen. Unter Bestimmungsgrenze versteht man die Menge eines Analyten, die mit einer vorgegebenen Richtigkeit und Präzision quantitativ erfasst werden kann.

Sollten einzelne Analysen im eigenen Labor nicht durchgeführt werden, wählt die Geschäftsleitung geeignete Unterauftragnehmer aus. Es versteht sich von selbst, dass dabei nur akkreditierte Prüflaboratorien in Frage kommen. Prüfergebnisse, die extern ermittelt werden, z.B. von mikrobiologischen Untersuchungen oder Radioaktivitätsmessungen, sind im Prüfbericht ausdrücklich als „extern“ gekennzeichnet. Die Gesamtverantwortung für die Prüfberichterstellung und die Beurteilung einer Probe bleibt in den Händen des Labors, zu dem die Probe geschickt wurde. Das ist sinnvoll, da der Kunde es weiterhin nur mit einem statt mit vielen Ansprechpartnern zu tun hat.

Abb. 4: Informationen des Prüfberichtes, Seite 2

(Bild: GfL)

veranstaltungen, Tagungen und Fachmessen wie z.B. der Internationalen Fruchtsaft-Woche.

Die Informationen des Prüfberichtes

Zurück zu unserer Probe, die alle relevanten Stationen im Labor einschließlich qualitätssichernder Maßnahmen durchlaufen hat. Die Prüfergebnisse sind kontrolliert, abgesichert und in die EDV eingegeben. Nun wird der Prüfbericht erstellt. Im Folgenden geht es um die Informationen, die ein Kunde aus dem Prüfbericht entnehmen kann und die von der Akkreditierungsstelle gefordert werden. (Abbildung 3, 4)

Zunächst werden die Seiten des Prüfberichtes durchnummeriert und jeweils oben links mit der Probennummer gekennzeichnet. Das klingt banal, hilft aber, spätere Manipulationen zu vermeiden. Bei einem vierseitigen Prüfbericht werden die Seiten mit 1 von 4, 2 von 4 usw. versehen, um das spätere Einfügen bzw. Weglassen von Seiten zu verhindern.

Neben der eingangs erwähnten Probenkodierung und dem Erstellungsdatum des Prüfberichtes werden alle probenspezifischen Angaben aufgeführt. Dazu zählen die Probenbezeichnung, der Auftraggeber mit Name und Anschrift, die vollständige Deklaration, Angaben über Menge, Zustand, Art der Verpackung und Zustellungsart der Probe. Weiterhin werden der Umfang der durchgeführten Prüfungen bezeichnet sowie Untersuchungsbeginn und Untersuchungsende genannt. Ergänzt werden diese Angaben durch zusätzliche, vom Kunden gewünschte Informationen. Sie betreffen z.B. Kostenstellen, Ansprechpartner etc..

Der zweite wichtige Bereich umfaßt die Auflistung der erzielten Prüfergebnisse. Diese werden unter genauer Bezeichnung der

den Komplex Gutachten, Beurteilung oder Kommentierung der Prüfergebnisse.

Wie schon erwähnt, gibt es die Möglichkeit, Prüfergebnisse mit vorgegebenen Spezifikationen zu vergleichen. Gleichzeitig bestehen umfangreiche Datenbanken, die geordnet nach Fruchtsaftarten und deren Herkunft, Hilfestellung bei der Plausibilitätsprüfung von Messergebnissen leisten. Unverzichtbar für die Bewertung von Proben bleibt jedoch die gutachterliche Kompetenz und das „know how“ der zuständigen Mitarbeiter. Voraussetzung dafür ist eine langjährige Erfahrung, ein ständiger Informationsaustausch mit Kollegen, das Engagement in nationalen und internationalen Organisationen und ehrenamtliche Tätigkeiten in Verbänden, Fachgremien und Arbeitsgruppen.

Diese Tätigkeiten gewährleisten im Zusammenhang mit intensiven Kontakten zu anderen Prüflaboratorien der Lebensmittelwirtschaft einen ständig erweiterten Wissenshorizont sowie eine gleichbleibend hohe Qualität bei der Beurteilung von Prüfergebnissen. „Last but not least“ findet sich im unteren Bereich des Prüfberichtes die Bestätigung der Kompetenz eines Prüflaboratoriums: Der Name des Akkreditierungsinstitutes und die dazugehörige Akkreditierungsnummer.

Der fertige Original-Prüfbericht wird unterschrieben, gestempelt und ausschließlich mit der Post versandt. Eventuell geforderte Vorabinformationen werden auch per Telefon, Fax oder e-mail gegeben.

Archivierung

Die letzte administrative Tätigkeit bei der Bearbeitung einer Probe ist die Archivierung sämtlicher Dokumente. Dazu gehören Kopien des Originalprüfberichtes, Begleitpapiere und Deklaration der Probe sowie alle Rohdaten, die zum Zustandekommen eines Prüfberichtes beigetragen haben.

Chemical physical Report				
Brix (IFU Nr.8)		60.5		
Brix, corrected (GfL-2052)		61.0		
		calculated to juice of 12.84 Brix -----		
Titration acid (pH 7 tart.a.) (IFU Nr.3)	: 29.8	g/kg	6.6	g/l
Titration acid (pH 8,1 cit.a.) (IFU Nr.3)	: 26.6	g/kg	5.9	g/l
D-lactic acid (IFU No.53)	: 100	mg/kg	22	mg/l
L-lactic acid (IFU No.53)	: 165	mg/kg	38	mg/l
Total-lactic acid (calculated)	: 265	mg/kg	59	mg/l
Sodium (IFU No.33)	: 9	mg/kg	2	mg/l
Nitrate (IFU No.48)	: 8	mg/kg	2	mg/l
COMMENT :				
The sample does not show any peculiarities				

Abb3. : Informationen des Prüfberichtes, Seite 1

(Bild: GfL)

WEITERGEHENDE ANFORDERUNGEN AN EIN PRÜFLABOR

„In-house“ Validierung

In Zusammenhang mit der Durchführung von Analysen wurde bereits darauf hingewiesen, dass nur die Methoden zur Anwendung kommen, die komplett validiert sind, d.h. sie waren Bestandteil von Ringversuchen bzw. umfangreichen Laborvergleichsuntersuchungen. Es kommt jedoch immer wieder zu Situationen, z.B. bei speziellen Kundenanforderungen, bei denen solche Methoden nicht zur Verfügung stehen. In diesem Fall muß ein Labor in der Lage sein, eigene Methoden, sogenannte „Hausmethoden“, zu entwickeln und vor Ort („in-house“) zu validieren. Dazu müssen gemäß des Komitees für Analysenmethoden und Probenahme (CCMAS) der Codex Alimentarius Commission (3) folgende Kriterien erfüllt sein:

Kriterien für die „in-house“ Validierung:

1. Die Methodvalidierung erfolgt unter Bezugnahme auf ein international anerkanntes Protokoll (DIN/ ISO, AOAC, IUPAC, CEN ...)
2. Die Verwendung der Methode ist eingebettet in ein Qualitätssicherungssystem in Verbindung mit einer Akkreditierung.
3. Der externe Bezug wird hergestellt, indem sich das Labor systematisch an Leistungsnachweisen in Form von Vergleichsuntersuchungen betätigt.

Wenn man sich mit der Fachliteratur (4,5) wie auch mit der Akkreditierungsrichtlinie DIN/ ISO 17025 zum Thema Validierung auseinandersetzt, werden immer die gleichen Parameter genannt, die bei der praktischen Durchführung abgearbeitet werden müssen.

Dazu gehören:

- Linearität zur Festlegung des Messbereiches und zum Testen des gewählten Messsystems,
- Spezifität und - Selektivität zur Untersuchung von Matrixeffekten und zur Bestimmung der Wiederfindungsrate,
- Präzision und Richtigkeit, um Aussagen über zufällige und systematische Fehler zu treffen, sowie die Ergebnisse über Laborabgleiche abzusichern
- Berechnung von Nachweisgrenze/ Erfassungsgrenze/ Bestimmungsgrenze
- Robustheit, da oft sehr unterschiedliche Matrices untersucht werden bzw. neue Analyten in einem schon bestehenden Prüfverfahren mitanalysiert werden müssen
- Messunsicherheit

Zu Beginn einer Validierung wird das Ziel definiert und der Umfang der durchzuführenden Bestimmungen festgelegt. Nach Abschluss der Messungen wird mit Hilfe einer geeigneten Validierungssoftware ein Protokoll erstellt, dass alle relevanten Daten enthält, fester Bestandteil der Methode wird und von den Kunden eingesehen werden kann.

Wer wirbt, gewinnt ...

... Aufmerksamkeit, Interesse und vor allem neue Kunden!

Wir beraten Sie gerne zu allen Details der Anzeigenwerbung. Sie erreichen den Anzeigenservice unter fon 02634 9235-14 oder -15, fax 02634 9235-35, anzeigen@fluessiges-obst.de.

Messunsicherheit

Prüflaboratorien müssen in der Lage sein, ihre Ergebnisse in Verbindung mit einer Messunsicherheit anzugeben. Die Messunsicherheit (measurement uncertainty) ist ein Parameter, der eine nachvollziehbare Streuung der Resultate charakterisiert, die auf die Bedingungen in einem Labor zurückzuführen sind (6). Identifizierte Unsicherheiten kommen zustande durch:

- Messgeräte
- Standardsubstanzen
- Mitarbeiter
- Messvorgang
- Probenahme
- Umgebungsbedingungen

Um möglichen Missverständnissen vorzubeugen: Die Angabe einer Messunsicherheit bedeutet nicht das Eingeständnis eines Messfehlers. Der Messfehler ist eine Differenz zwischen dem bekannten „wahren“ und dem gemessenen Wert, während die Messunsicherheit ein Intervall, ausgedrückt mit plus/minus bedeutet, wenn der wahre Wert nicht bekannt ist.

Für die Bestimmung der Messunsicherheit muss ein Labor auf Daten der eigenen Qualitätskontrolle zurückgreifen. Da ist es hilfreich, wenn im Zuge der schon ausgesprochenen qualitätssichernden Maßnahmen, bereits große Datenmengen für jede Methode zur Verfügung stehen. Über die laborinterne Reproduzierbarkeit, das bedeutet, daß verschiedene Mitarbeiter zu unterschiedlichen Zeiten eine bestimmte Analyse durchführen, und die dazugehörige Standardabweichung kann für jeden Konzentrationsbereich eine Messunsicherheit berechnet werden. Die Messunsicherheit ist nicht auf andere Labore übertragbar, sondern nur Ausdruck für den laboreigenen zufälligen Fehler.

Man kann darüber diskutieren, ob ein Analysenergebnis ohne zugehörige Messunsicherheit vollständig ist. In manchen Fällen, z.B. wo es um die Einhaltung und Überwachung von Grenzwerten und Höchstmengen geht, ist bei der Beurteilung eines Resultates die Messunsicherheit heranzuziehen.

ZUSAMMENFASSUNG

Alle beschriebenen Maßnahmen dienen einer vertrauensvollen Zusammenarbeit zwischen Kunde und Labor. So sind die hier beschriebenen qualitätssichernden Aktivitäten wie Regelkarten und

Ringversuchsergebnisse keine geheime Verschluss-Sache, sondern werden auf Wunsch dem Kunden zugänglich gemacht. Vertrauen in erzielte Analysenergebnisse ist besonders wichtig in Zeiten, in denen häufig über Schlampereien von privaten Laboratorien, die BSE- Krise betreffend, geredet und geschrieben wird. Der Tenor: staatliche Untersuchungen sind einwandfrei während private Labors unzuverlässig sind, kann nicht hingenommen werden. Entscheidend ist nicht der Unterschied zwischen staatlich und privat, sondern der Unterschied zwischen Kompetenz und Inkompetenz. Der Kunde kann mit seiner Entscheidung für ein akkreditiertes Prüflaboratorium davon ausgehen, dass sein Anliegen mit einem Höchstmaß an Leistungsfähigkeit, Ergebnisicherheit und Transparenz in den „richtigen Händen“ liegt.

Literatur:

- (1) DIN Deutsches Institut für Normung e.V.: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien, EN ISO/ IEC 17025, 1999
- (2) GfL: Qualitätssicherungshandbuch der GfL – Gesellschaft für Lebensmittel-Forschung mbH, Stand 2001
- (3) Codex Alimentarius Commission,; In-house method validation, 23. Session, 2001.
- (4) St. Kromidas,; Validierung in der Analytik, Wiley-VCH, 1999.
- (5) Nordic Committee on Food Analysis,; Validation of chemical analytical methods, NMKL Procedure No. 4, 1996
- (6) R. Wood, A. Nilsson, H. Wallin,; Quality in the food analysis laboratory, The Royal Society of Chemistry, 1998.



Autoren:

Dr. H.-J. Hofsommer, Geschäftsführer, U. Trenn (ohne Bild), Gesellschaft für Lebensmittelforschung mbH, D-10787 Berlin, Email: gfl.berlin@t-online.de

Ihr Partner für innovative Flaschenausstattungen



- q Für Kaltleim-, Heißleim- und Selbstklebeetikettierung
- q Flexible Etikettierung auf unterschiedliche Flaschenformate
- q Kombinationsmöglichkeit der verschiedenen Etikettiersysteme
- q Spezielle Flaschenausrüstungen nachrüstbar
- q In Segmente unterteilte Flaschentischkurve
- q Vielfältige Zusatzausrüstungen z.B. mechanische oder fotoelektronische Ausrichtungen, Codier- und Kontrollsysteme

Wir beraten Sie gerne! Besuchen Sie uns:

BRAU Beviiale 2002 13. - 15.11.2002 Nürnberg Halle 7, Stand 220
EMBALLAGE 2002 18. - 22.11.2002 Paris Halle 5a, Stand C 120



GERNEP GmbH
 Benzstr. 6
 93092 Barbing
 Tel: 0 94 01 / 92 13 - 0
 Fax: 0 94 01 / 92 13 - 29
 www.gernep.de + e-mail: info@gernep.de