

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Referenzmaterialien

1. Fassung 20. Juni 2006 (aktualisiert: April 2010)

Inhalt

1	Referenzmaterialprogramm der BAM	2
1.1	Allgemeines	2
1.2	Zertifizierte Referenzmaterialien	2
1.3	Ringversuchsproben / Qualitätskontrollproben	3
2	Allgemeine Regelungen	3
3	Ablauf eines ZRM-Projekts	3
4	Planung und Vorbereitung	4
4.1	Eingangsbewertung	4
4.2	Festlegung der Anforderungen an das ZRM	5
4.3	Machbarkeitsprüfung	5
4.4	Durchführungsplanung	5
4.5	Auswahl von Partnern	6
4.6	Vorstellung beim Zertifizierungskomitee	6
4.7	Entscheidung: BAM-ZRM oder ERM	6
4.8	Genehmigung	7
5	Durchführung	7
5.1	Herstellung / Beschaffung des Ausgangsmaterials	7
5.2	Aufbereitung und Konfektionierung	7
5.3	Homogenitätsprüfung	8
5.4	Stabilitätsprüfung	9
5.5	Zertifizierungsmessungen	11
5.6	Auswertung der Messergebnisse	12
6	Dokumentation und Freigabe	12
6.1	Zertifizierungsbericht	12
6.2	Zertifikat	13
6.3	Behandlung im Zertifizierungskomitee	13
6.4	Freigabe des ZRM	13
6.5	Etikett / Aufkleber	13
6.6	Metrologische Verwertung (CMC-Einträge)	13
7	Lagerung und Vertrieb	14
7.1	Lagerung	14
7.2	Stabilitätsüberwachung	14
7.3	Beratung und Vertrieb	15
	Mitgeltende Dokumente	15
	Sonstige Dokumente	15
	Hintergrundinformationen	15
	Anhang A: Abkürzungen	16
	Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts	17
	Anhang C: Muster für die Gliederung von Zertifizierungsberichten	22

Leitfaden für die Entwicklung von BAM-Referenzmaterialien

Dieser Leitfaden beschreibt die allgemeine Vorgehensweise bei der Entwicklung von Referenzmaterialien an der BAM. Er untersetzt die allgemeinen Regelungen im Richtlinienband der BAM (RLB-3.5).

Der Leitfaden und weitere Dokumente zu übergreifenden Aspekten bei der Entwicklung von Referenzmaterialien stehen im Intranet auf der Seite des AK „Referenzmaterialien“. Fachbereichsspezifische Regelungen und Verfahrensanweisungen werden in den betreffenden OE festgelegt und dokumentiert.

1 Referenzmaterialprogramm der BAM

1.1 Allgemeines

Im Rahmen ihres gesetzlichen Auftrages (siehe Sprengstoffgesetz §§ 44, 45) ist die BAM zuständig für die Durchführung und Auswertung physikalischer und chemischer Prüfungen von Stoffen und Anlagen einschließlich der Bereitstellung von *Referenzmaterialien* und Referenzverfahren.

An der BAM werden in erster Linie zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM) entwickelt und vertrieben (siehe Abschnitt 1.2). Daneben werden für Eignungsprüfungen Ringversuchsproben entwickelt. Soweit bei den Ringversuchen nicht aufgebraucht, werden ausgewählte Ringversuchsproben als Qualitätskontrollproben vertrieben (siehe Abschnitt 1.3).

Die Entwicklung zertifizierter Referenzmaterialien erfolgt teilweise allein durch die BAM, teilweise in Kooperation mit externen Partnern. Ringversuchsproben werden im Regelfall allein durch die BAM entwickelt.

1.2 Zertifizierte Referenzmaterialien

An der BAM werden zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM) folgender Kategorien entwickelt:

Reinstoffe, Lösungen und synthetische Gemische

Kenngrößen: Reinheit, chemische Zusammensetzung

- Anorganische Reinstoffe
- Organische Kalibrierstandards
- Gasgemische
- Isotopenstandards

Nahrungsmittel und Verwandtes

Kenngrößen: Gehalte von Spuren und Nebenbestandteilen

- Organische Schadstoffe in verschiedenen Matrices

Umweltrelevante Materialien

Kenngrößen: Gehalte von Spuren und Nebenbestandteilen

- Organische Schadstoffe in verschiedenen Matrices
- Anorganische Schadstoffe in verschiedenen Matrices

Industrielle Materialien

Kenngrößen: chemische Zusammensetzung

- Eisen, Stahl und Nebenprodukte (EURONORM-ZRM)
- Nichteisenmetalle und -legierungen
- Sonderwerkstoffe, spezielle Materialien

Materialien für physikalische Eigenschaften

Kenngrößen: physikalische Eigenschaften

- Poröse Materialien (div. Kenngrößen der Porosimetrie)
- Elastomermaterialien (Rauheit, Elektrostatik, Abrieb)
- Polymermaterialien (Molekulargewicht)
- Oberflächen- und Schichtmaterialien
- Optische Materialien, Röntgenfilme
- Fluoreszenzstandards

Eine vollständige Zusammenstellung der lieferbaren zertifizierten Referenzmaterialien wird im Internet (www.bam.de > Fachthemen > Referenzmaterialien / www.bam.de > Service > Webshop) und in einem gedruckten Katalog veröffentlicht. Dort sind u.a. auch Ansprechpartner zu den einzelnen Materialien genannt.

1.3 Ringversuchsproben / Qualitätskontrollproben

Die BAM führt regelmäßig Ringversuche zur Eignungsprüfung (Proficiency Testing) von Laboratorien in verschiedenen Bereichen der Umweltanalytik durch (siehe www.bam.de > Fachthemen > Ringversuche). Überschüssige Ringversuchsproben für die anorganisch-chemische Bodenanalytik werden als Qualitätskontrollproben vertrieben. Eine Liste der lieferbaren Ringversuchsproben wird im Internet (www.bam.de > Fachthemen > Referenzmaterialien) veröffentlicht (Ansprechpartner: Dr. H. Scharf, Fachgruppe I.1)

2 Allgemeine Regelungen

Die allgemeinen Regelungen für die Entwicklung zertifizierter Referenzmaterialien sind im Richtlinienband der BAM in dem Schriftstück RLB-3.5 festgelegt.

Die Verfahrensweise bei der ZRM-Entwicklung entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 34 und folgt im Wesentlichen den Empfehlungen des ISO Guide 35. Bei der Behandlung der Stabilität werden neben der im ISO Guide 35 empfohlenen Strategie auch technisch gleichwertige Alternativstrategien eingesetzt, siehe Abschnitt 5.4.

Die Angaben in den Referenzmaterialzertifikaten entsprechen den Empfehlungen des ISO Guide 31.

Das Qualitätsmanagement bei der ZRM-Entwicklung entspricht den Anforderungen des ISO Guide 34.

Verfahrensweise und Qualitätsmanagement bei der Entwicklung von Ringversuchsproben entsprechen den Empfehlungen des ISO/IEC Guide 43-1 und orientieren sich darüber hinaus an denen für die Entwicklung zertifizierter Referenzmaterialien.

ZRM für analytisch-chemische Kenngrößen können für die Darstellung der Messfähigkeit der BAM in der internationalen Datenbank des BIPM (CMC-Einträge – siehe RLB-3.7) verwendet werden. Die besonderen Anforderungen für diesen Zweck sind in Abschnitt 6.6 beschrieben.

3 Ablauf eines ZRM-Projekts

Ein ZRM-Projekt im Sinne dieses Leitfadens ist ein Vorhaben zur Entwicklung eines ZRM oder einer Serie ähnlicher ZRM. Der Ablauf eines ZRM-Projekts ist in mehrere Phasen gegliedert:

A – Planung und Vorbereitung

- Eingangsbewertung
- Festlegung der Anforderungen an das ZRM

- Machbarkeitsprüfung
- Durchführungsplanung
- Auswahl von Partnern
- Vorstellung beim Zertifizierungskomitee
- Entscheidung: BAM-ZRM oder ERM
- Genehmigung

B – Durchführung

- Herstellung / Beschaffung des Ausgangsmaterials
- Aufbereitung und Konfektionierung
- Homogenitätsprüfung
- Stabilitätsprüfung
- Zertifizierungsmessungen
- Auswertung der Messergebnisse

C – Dokumentation und Freigabe

- Zertifizierungsbericht
- Zertifikat
- Behandlung im Zertifizierungskomitee
- Freigabe
- Etikett / Aufkleber
- Metrologische Verwertung (CMC-Einträge)

D – Lagerung und Vertrieb

- Lagerung
- Stabilitätsüberwachung
- Beratung und Vertrieb

Das Flussdiagramm im Anhang B gibt eine Übersicht über den Ablauf von ZRM-Projekten.

4 Planung und Vorbereitung

4.1 Eingangsbewertung

Bei der Entscheidung über die Entwicklung eines ZRM (bzw. einer Serie von ZRM) sind folgende Gesichtspunkte zu berücksichtigen.

Bedarf

- Regelungsrelevanz
- Zielgruppen (Kundenwünsche)
- Kooperationspartner (nationale und internationale Verpflichtungen)
- Marktanforderungen

Bedeutung / Nutzen

- strategische Bedeutung
- wirtschaftliche Bedeutung
- Bedeutung für Normung und pränormative Forschung
- Bedeutung für die Durchführung von Ringversuchen
- Bedeutung für die Validierung von Prüfverfahren
- Verfügbarkeit vergleichbarer Referenzmaterialien

Relevante Gesichtspunkte

- Kompetenz und Erfahrung
- gesetzliche Aufgaben
- internationale Verpflichtungen

- metrologische Einbindung
- interdisziplinäre Projekte
- Aufträge der Wirtschaft

Kosten

- Mittelaufwand
- Personalaufwand
- erwarteter Umsatz

4.2 Festlegung der Anforderungen an das ZRM

Die Anforderungen an das ZRM ergeben sich im Einzelnen aus den geplanten Anwendungen. Häufig sind folgende Punkte relevant:

- die Matrix, d.h. die Art des Materials
- die zu zertifizierenden Kennwerte
- die zulässigen Unsicherheiten bzw. Toleranzen der zertifizierten Kennwerte
- Einsatzgebiet des ZRM
- Anwendungsform des ZRM

4.3 Machbarkeitsprüfung

Die Machbarkeitsprüfung beinhaltet eine Bewertung der materiellen, technischen und organisatorischen Voraussetzungen für die Durchführung eines ZRM-Projekts. Dabei sind neben den in Abschnitt 4.2 betrachteten Anforderungen an das ZRM folgende Fragen zu berücksichtigen:

- Ist geeignetes Rohmaterial beschaffbar?
- Ist geeignete Messkapazität in der BAM verfügbar?
- Sollen Kooperationspartner einbezogen werden?

4.4 Durchführungsplanung

An die Machbarkeitsprüfung schließt sich die Detailplanung für die einzelnen Schritte der technischen Durchführung des ZRM-Projekts an:

Herstellung / Beschaffung des Ausgangsmaterials

- Hersteller / Lieferanten
- Prüfung auf Eignung des Materials
- Beschaffung
- Lagerung

Aufbereitung und Konfektionierung

- Aufbereitung des Ausgangsmaterials
- Festlegung der Verpackungseinheiten und Behälter
- Homogenisierung und Probenteilung
- Verpackung und Kennzeichnung

Homogenitätsprüfung

- Ist die Prüfung erforderlich?
- Welche Probengröße ist relevant?
- Welche Präzision ist erforderlich?
- Wer führt die Prüfung durch?
- Wie wird die Prüfung durchgeführt?

Stabilitätsprüfung

- Ist die Prüfung erforderlich?
- Welche Einflussfaktoren sind zu berücksichtigen?
- Welche Lagerungsbedingungen kommen in Betracht?

- Wer führt die Prüfung durch?
- Wie wird die Prüfung durchgeführt?

Zertifizierungsmessungen

- Festlegung des Zertifizierungsverfahrens
 - (a) BAM-interne Zertifizierung an einem Messplatz
 - (b) BAM-interne Zertifizierung an mehreren Messplätzen
 - (c) Zertifizierung im Ringversuch mit externen Partnern
- ggf. Festlegung der zulässigen Messverfahren

Auswertung der Messergebnisse

- Wer führt die Auswertung durch?
- Welches Auswertungsverfahren wird verwendet?
- Welche Software wird verwendet?

Weiterhin sind zu planen:

Lagerung und Vertrieb

- Lagerung (Bedingungen, Kapazität)
- Stabilitätsüberwachung
- Beratung und Vertrieb

4.5 Auswahl von Partnern

Werden an einem ZRM-Projekt andere Laboratorien / Institute oder andere Fachgruppen der BAM beteiligt, und sind deren Beiträge für die Qualität des/der ZRM von maßgeblicher Bedeutung, so muss die Kompetenz der Partner sichergestellt und nachgewiesen werden.

Als Beiträge von maßgeblicher Bedeutung kommen in Betracht:

- Beteiligung an der Homogenitätsprüfung
- Beteiligung an der Stabilitätsprüfung
- Beteiligung an den Zertifizierungsmessungen

Soweit möglich, werden als Partner Laboratorien erprobter Kompetenz ausgewählt. Andernfalls müssen entsprechende Vergleichsmessungen durchgeführt werden (z.B. ein Qualifizierungsringversuch). Weitere Hinweise: RLB-3.5, Abschnitt 5.2.

Der Projektleiter (in der Regel der für die betreffende ZRM-Kategorie festgelegte Ansprechpartner) führt eine Liste der Partner mit Angaben zur Kompetenz.

4.6 Vorstellung beim Zertifizierungskomitee

Geplante ZRM-Projekte werden dem Zertifizierungskomitee vorgestellt (siehe RLB 3.5, Anlage 1). Hierzu wird ein ZRM-Planungsblatt nach Muster RLB-3.5, Anlage 3 verwendet. Das Zertifizierungskomitee registriert das geplante Projekt und gibt ggf. Empfehlungen zur Durchführung.

Bei der Planung weiterer ZRM aus einer Serie genügt eine Kurzfassung des Planungsblatts mit Verweis auf eine vorangegangene ausführliche Beschreibung.

4.7 Entscheidung: BAM-ZRM oder ERM

Die BAM ist Gründungsmitglied der ERM-Initiative, in der führende europäische Referenzmaterialhersteller ausgewählte ZRM gemeinsam unter dem Label „European Reference Materials (ERM)“ vermarkten. Nähere Informationen: www.erm-crm.org.

ZRM, die als ERM vermarktet werden sollen, werden von den anderen Partnern (z.Z. IRMM und LGC) einer ausführlichen Begutachtung unterzogen. Für die Dokumentation (Planung,

Zertifizierungsbericht, Zertifikat) gelten einheitliche Maßgaben, siehe Intranetseite des AK „Referenzmaterialien“. Ansprechpartner für ERM: Dr. J. Vogl, Fachgruppe I.5.

4.8 Genehmigung

ZRM-Projekte werden vom zuständigen Fachgruppenleiter genehmigt. Die Genehmigung kann widerruflich für alle ZRM-Projekte einer Arbeitsgruppe erteilt werden.

5 Durchführung

5.1 Herstellung / Beschaffung des Ausgangsmaterials

Herstellung und Beschaffung des Ausgangsmaterials unterscheiden sich in erheblichem Umfang je nachdem, um was für einen Typ von ZRM es sich handelt:

- sog. Matrixmaterialien, d.h. natürliche oder industrielle Materialien mit anwendungstypischen Werten relevanter Kenngrößen, z.B. kontaminierte Böden mit zertifizierten Schwermetallgehalten in der Umgebung gesetzlicher Grenzwerte
- synthetische Materialien, die für den speziellen Zweck hergestellt werden, z.B. Kalibrierlösungen oder Gasgemische
- reine Stoffe, deren Reinheit sowie ggf. relevante Verunreinigungen zertifiziert werden
- Misch- und Sonderformen, z.B. Präparationen von Matrixmaterialien durch Dotierung mit reinen Stoffen

Sind Matrix-ZRM geplant, so müssen Ausgangsmaterialien mit geeigneten Kennwerten in ausreichender Menge beschafft werden.

Die Ausgangsmaterialien müssen auf Eignung für die Herstellung der geplanten ZRM geprüft werden. Zu prüfen sind u.a.

- die Werte der zu zertifizierenden Kenngrößen und anderer relevanter Eigenschaften
- Lagerfähigkeit und voraussichtliche Stabilität
- Aufbereitbarkeit

5.2 Aufbereitung und Konfektionierung

Wesentlicher Zweck der Aufbereitung des Rohmaterials (z.B. Trocknen, Zerkleinern, Sieben, Sterilisieren o. ä.) ist die Erzeugung einer homogenen Charge eines stabilen Materials, dessen Kennwerte den Vorgaben entsprechen. Des Weiteren ist zu beachten, dass die Beschaffenheit so weit wie möglich derjenigen der Proben entspricht, die üblicherweise mit den Prüfverfahren, deren Qualität mit dem ZRM gesichert werden soll, untersucht werden.

Die Konfektionierung umfasst die Schritte

- Festlegung der Verpackungseinheiten und Gefäße
- Aufteilung der Charge entsprechend den Verpackungseinheiten
- Abfüllung in die vorgesehenen Gefäße
- Kennzeichnung

Bei der Aufteilung der Charge muss die Homogenität zwischen den Verpackungseinheiten sichergestellt werden. Dazu sind ggf. besondere Maßnahmen (z.B. Probenteilung mittels „Cross-riffling“) erforderlich.

Die Anforderungen an die Gefäße richten sich nach der Art des Referenzmaterials.

Allgemeine Maßgaben sind:

- Die Gefäße müssen so beschaffen sein, dass das Referenzmaterial vor abträglichen Umgebungseinflüssen (Luftfeuchte, Luftsauerstoff, Licht o.ä.) geschützt ist.
- Das Referenzmaterial muss inert sein gegenüber der inneren Oberfläche der Gefäße.

Für die Lagerung des konfektionierten Materials müssen die Lagerbedingungen festgelegt und entsprechende Lagerkapazität bereitgestellt werden. Die Lagerbedingungen richten sich

nach den vorliegenden Informationen über stabilitätsrelevante Faktoren sowie ggf. den Gefährlichkeitsmerkmalen des Referenzmaterials nach Gefahrstoffrecht.

Neben den Lagerbedingungen müssen für den Vertrieb auch die Transportbedingungen im Hinblick auf die Sicherstellung der Stabilität und ggf. unter Beachtung der Gefährlichkeitsmerkmale nach Gefahrgutrecht festgelegt werden. Dabei sind die Ergebnisse der Stabilitätsprüfung (siehe Abschnitt 5.4) zu berücksichtigen.

5.3 Homogenitätsprüfung

Bei einem ZRM muss sichergestellt sein, dass die zertifizierten Werte für alle Verpackungseinheiten gelten. Des Weiteren müssen die zertifizierten Werte für alle (vorschriftsmäßig entnommenen und behandelten) Proben aus einer Verpackungseinheit gelten.

Dementsprechend wird unterschieden zwischen

- Homogenität zwischen den Verpackungseinheiten und
- Homogenität innerhalb der Verpackungseinheiten.

Bei der Homogenitätsprüfung wird das Ausmaß der nach der Aufbereitung / Konfektionierung verbleibenden Inhomogenität festgestellt. Des Weiteren werden entsprechende Beiträge für das Unsicherheitsbudget der zertifizierten Kennwerte ermittelt.

Die Vorgehensweise bei der Homogenitätsprüfung und der Ermittlung der entsprechenden Unsicherheitsbeiträge entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 35.

Im ISO Guide 35 ist als Regelfall die sog. Batchzertifizierung vorgesehen: das aufbereitete Material wird auf mehrere Verpackungseinheiten aufgeteilt, und die zertifizierten Werte (einschließlich Unsicherheit) werden so festgelegt, dass sie für alle Verpackungseinheiten gelten. Hierfür sieht die empfohlene Vorgehensweise eine Untersuchung der Homogenität *zwischen den Verpackungseinheiten* und einen ausgewiesenen Unsicherheitsbeitrag (u_{bb}) für die nach Aufbereitung und Konfektionierung verbleibende (oder nicht auszuschließende) Inhomogenität vor. Insbesondere wird empfohlen, selbst wenn bei der Untersuchung keine Inhomogenität festgestellt wurde, einen Unsicherheitsbeitrag entsprechend der begrenzten Empfindlichkeit des verwendeten Messverfahrens für Unterschiede zwischen verschiedenen Proben zu berücksichtigen.

Für die Homogenität *innerhalb der Verpackungseinheiten* ist nach ISO Guide 35 eine Prüfung nicht zwingend erforderlich, ebensowenig die Berücksichtigung mit einem gesonderten Unsicherheitsbeitrag, da diese Inhomogenität im Regelfall bereits in anderen Unsicherheitsbeiträgen erfasst wird. Stattdessen müssen geeignete Bedingungen für die Entnahme und Behandlung von ZRM-Proben (Mindestprobengröße, Maßnahmen vor der Entnahme, Maßnahmen nach der Entnahme) festgelegt werden, um sicherzustellen, dass die zertifizierten Werte für alle (vorschriftsmäßig entnommenen und behandelten) Proben aus einer Verpackungseinheit gelten.

Anmerkung: Inhomogenität innerhalb der Verpackungseinheiten ist nur bei festen Referenzmaterialien relevant. Gasförmige und flüssige Referenzmaterialien sind in der Regel homogen.

Daraus ergeben sich folgende Konsequenzen:

- Gasförmige Referenzmaterialien werden an der BAM ausschließlich in Einzelfertigung hergestellt (d.h. keine Aufteilung auf mehrere Verpackungseinheiten). Deshalb ist keine Homogenitätsprüfung erforderlich.
- Flüssige Referenzmaterialien werden an der BAM sowohl in Einzelfertigung als auch in Batchfertigung (Aufteilung auf mehrere Verpackungseinheiten, z.B. Ampullen) hergestellt. Bei Batchfertigung sind Homogenitätsprüfung und ausgewiesener Unsicherheitsbeitrag (u_{bb}) erforderlich.

- Feste Referenzmaterialien (Pulver, Späne, Granulat o.ä.) werden an der BAM ausschließlich in Batchfertigung hergestellt. Deshalb sind Homogenitätsprüfung und ausgewiesener Unsicherheitsbeitrag (u_{bb}) in jedem Fall erforderlich.

Kompakte Materialien stellen Sonderfälle dar, die eine besondere Vorgehensweise, abhängig von der Definition der Proben, die bei einer Prüfung zum Einsatz kommen, erfordern. Bei der Homogenitätsuntersuchung wird für die inhomogenitätsbedingten Unterschiede zwischen den Kennwerten verschiedener Proben entweder ein Unsicherheitsbeitrag oder ein Trend (quantitative Abhängigkeit von der Beprobungsstelle) ermittelt.

Bei der Auswahl des Messverfahrens für die Homogenitätsprüfung ist zu berücksichtigen, dass hierbei die Präzision die entscheidende Kenngröße ist, während die Richtigkeit des Messverfahrens nur untergeordnete Bedeutung hat.

Der ISO Guide 35 enthält allgemeine Empfehlungen zur Durchführung und Auswertung von Homogenitätsprüfungen. Hinweise zur Interpretation und Umsetzung dieser Empfehlungen sind in dem Dokument „Durchführung und Auswertung von Homogenitätsuntersuchungen nach ISO Guide 35“ enthalten. Weitergehende Verfahrensanweisungen werden – soweit erforderlich – in der QM-Dokumentation der betreffenden OE festgelegt.

5.4 Stabilitätsprüfung

Bei einem ZRM muss sichergestellt sein, dass die zertifizierten Werte bis zum Ablauf der im Zertifikat angegebenen Verwendungsfrist („Haltbarkeitsdatum“) gelten. Diese Gültigkeit bezieht sich auf ungeöffnete Verpackungseinheiten bei sachgerechter Lagerung; nach Öffnung besteht keine Gewährleistung für die Stabilität.

Bei der Stabilitätsprüfung wird die zeitliche Änderung der zertifizierten Kennwerte über angemessene Zeiträume – ggf. in Abhängigkeit von stabilitätsrelevanten Parametern wie der Lagertemperatur – untersucht. Im Ergebnis der Messdatenauswertung wird/werden

- festgestellt, ob und in welchem Ausmaß das Material Instabilität aufweist
- die Bedingungen für Lagerung und Versand festgelegt
- ein (vorläufiges oder endgültiges) Haltbarkeitsdatum festgelegt

Die Vorgehensweise bei der Stabilitätsprüfung entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 35 und geht teilweise erheblich über diese Empfehlungen hinaus.

Abweichend von den Empfehlungen des ISO Guide 35 wird die Unsicherheit der Stabilitätsmessungen in der Regel nicht als zusätzlicher Unsicherheitsbeitrag (u_{lts} / u_{sts}) in die Unsicherheit der zertifizierten Werte eingerechnet sondern bei der Festlegung des Haltbarkeitsdatums berücksichtigt.

Ebenfalls abweichend von den Empfehlungen des ISO Guide 35 werden Materialien, die signifikante Instabilität aufweisen, nicht zwangsläufig verworfen. Sofern die Instabilität kontrollierbar ist, d.h. wenn über einen vernünftigen Zeitraum eine hinreichend genaue Prognose der zeitlichen Änderung der zertifizierten Werte gegeben ist, können auch solche Materialien zertifiziert werden.

Eine ausführliche Begründung und Beschreibung der Vorgehensweise wird in dem Dokument „CRM stability testing policies scrutinised“ und in der Publikation „Stability testing in an integrated scheme“ gegeben.

Hinsichtlich der Stabilität wird folgende Fallunterscheidung zugrunde gelegt:

- Stabilitätsklasse 1: Materialien, deren Stabilität (hinsichtlich der zertifizierten Kennwerte) unter den vorgesehenen Lager- und Beförderungsbedingungen über den vorgesehenen Verwendungszeitraum nach Expertenauffassung evident ist.

- Stabilitätsklasse 2: Materialien, für deren Stabilität keine Evidenz besteht, bei denen jedoch keine signifikante Instabilität festgestellt wurde.
- Stabilitätsklasse 3: Materialien, bei denen eine signifikante Instabilität festgestellt wurde, wobei jedoch die Kinetik (Einflussfaktoren, Zeitgesetz) ungeklärt ist.
- Stabilitätsklasse 4: Materialien, bei denen eine signifikante Instabilität festgestellt wurde, und bei denen die Kinetik (Einflussfaktoren, Zeitgesetz) geklärt ist.

Bei Materialien der Stabilitätsklasse 1 wird in der Regel keine Stabilitätsprüfung durchgeführt.

Bei Materialien der Stabilitätsklasse 4 werden die betreffenden zertifizierten Werte als Funktion der Zeit angegeben.

Materialien der Stabilitätsklassen 2 und 3 werden in gleicher Weise behandelt, d.h. es wird kein grundsätzlicher Unterschied gemacht, ob die bei der Stabilitätsprüfung festgestellten zeitlichen Änderungen signifikant oder nicht signifikant sind. In jedem Fall wird der ermittelte Trend (zeitliche Änderung) einschließlich des betreffenden Vertrauensintervalls (einseitig, Vertrauensniveau 95 %) auf das Haltbarkeitsdatum hochgerechnet. Das Mindesthaltbarkeitsdatum ergibt sich aus der Forderung, dass die hochgerechnete Abweichung von einem zertifizierten Wert höchstens gleich der erweiterten Unsicherheit des zertifizierten Wertes sein darf. In der Regel wird bei der Festlegung des Haltbarkeitsdatums ein Sicherheitszuschlag eingerechnet.

Die Stabilitätsprüfung gliedert sich in zwei Phasen:

- umfassende Stabilitätsuntersuchung im Vorfeld der Zertifizierungsmessungen
- ergänzende Stabilitätsuntersuchungen bis zur Freigabe des ZRM

Zusätzlich erfolgt eine laufende Stabilitätsüberwachung (nur bei Materialien der Klassen 2 und 3) bis zum vollständigen Verkauf des ZRM.

Bei der umfassenden Stabilitätsuntersuchung werden die in Betracht kommenden Degradationsmechanismen und die betreffenden Einflussfaktoren (insbes. die Lagertemperatur) berücksichtigt. Bei voraussichtlichem Temperatureinfluss auf die Stabilität werden Proben bei unterschiedlichen Temperaturen gelagert, und der Temperatureinfluss wird mit Hilfe eines geeigneten Modells abgeschätzt (modellbasierte Auswertung).

Bei den ergänzenden Stabilitätsuntersuchungen werden Proben nach weiterer Lagerung untersucht, um die Gültigkeit der aus der umfassenden Untersuchung abgeleiteten Prognosen zu prüfen. Ggf. werden die vorläufig festgelegten Haltbarkeitsdaten revidiert.

Die laufende Stabilitätsüberwachung bis zum vollständigen Verkauf des ZRM wird in Abschnitt 7.2 behandelt.

Bei der Planung und Durchführung der Stabilitätsuntersuchungen muss die Vergleichbarkeit der Messergebnisse an Proben unterschiedlicher Lagerdauer sichergestellt werden.

Geeignete Maßnahmen sind u.a.:

- isochrone Versuchsdurchführung
- Driftkontrolle und ggf. Driftkorrektur der Messungen

Anmerkung: Isochrone Versuchsdurchführung bedeutet, dass alle bei unterschiedlichen Bedingungen über teilweise unterschiedliche Zeiträume gelagerten Proben gemeinsam in einer Messreihe unter Wiederholbedingungen untersucht / analysiert werden (siehe ISO Guide 35 und die dort zitierte Literatur).

Für die Aussagekraft der Stabilitätsuntersuchung sind die Stabilität und die Präzision des Messverfahrens von entscheidender Bedeutung, während die Richtigkeit nur untergeordnete Bedeutung hat.

Der ISO Guide 35 enthält allgemeine Empfehlungen zur Durchführung und Auswertung von Stabilitätsprüfungen. Hinweise zur Interpretation und Umsetzung dieser Empfehlungen sind in dem Dokument „CRM stability testing policies scrutinised“ und in der Publikation „Stability testing in an integrated scheme“ enthalten. Weitergehende Verfahrensanweisungen werden – soweit erforderlich – in der QM-Dokumentation der betreffenden OE festgelegt.

5.5 Zertifizierungsmessungen

Die Vorgehensweise bei der Durchführung der Zertifizierungsmessungen entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 35.

Für die Ermittlung der zertifizierten Kennwerte kommen folgende Strategien in Betracht:

- (a) BAM-interne Zertifizierung an einem Messplatz
- (b) BAM-interne Zertifizierung an mehreren Messplätzen
- (c) Zertifizierung im Ringversuch mit externen Partnern

Anmerkung: Auch bei der gezielten Herstellung von ZRM mit definierten Kennwerten resultieren die zertifizierten Kennwerte in der Regel aus Messungen (z.B. aus Wägungen). Deshalb lassen sich solche Strategien unter Punkt (a) einordnen.

Für Zertifizierungsmessungen dürfen nur validierte Messverfahren eingesetzt werden. Von Sonderfällen abgesehen, ist die Richtigkeit die entscheidende Verfahrenskenngröße. Darüber hinaus gelten für die eingesetzten Messverfahren folgende allgemeine Anforderungen:

- (a) BAM-interne Zertifizierung an einem Messplatz:
 - vollständige messtechnische Rückführung
 - vollständiges Messunsicherheitsbudget
 - erfolgreiche Teilnahme an Vergleichsmessungen mit anderen Instituten
- (b) BAM-interne Zertifizierung an mehreren Messplätzen:
 - vollständige messtechnische Rückführung
 - vollständiges Messunsicherheitsbudget
- (c) Zertifizierung im Ringversuch mit externen Partnern:
 - vollständige messtechnische Rückführung

Abgesehen von der Zertifizierung an einem einzigen Messplatz (vorzugsweise mit einem sog. „primären Messverfahren“) sollten mehrere, möglichst unabhängige Messverfahren verwendet werden, um ggf. systematische Messabweichungen zu erkennen und auszugleichen.

Bei der Zertifizierung von verfahrensspezifischen Kenngrößen wird ein vorab festgelegtes, in der Regel genormtes Messverfahren eingesetzt. In diesem Fall ist die Kenngröße durch das Messverfahren definiert, und Rückführung auf die Prüfnorm ersetzt die messtechnische Rückführung. Das bedeutet: alle Teilnehmer an der Zertifizierung müssen strikt nach der betreffenden Norm arbeiten.

Der ISO Guide 35 enthält allgemeine Empfehlungen zur Versuchsplanung und Durchführung von Zertifizierungsmessungen. Weitergehende Verfahrensanweisungen werden – soweit erforderlich – in der QM-Dokumentation der betreffenden OE festgelegt.

5.6 Auswertung der Messergebnisse

Die Vorgehensweise bei der Auswertung der Zertifizierungsmessungen entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 35. Ein zentraler Punkt ist die GUM-konforme Ermittlung und Angabe der Unsicherheit der zertifizierten Werte.

Zertifizierungsmessungen werden in der Regel in der BAM ausgewertet. In Sonderfällen werden externe Experten herangezogen.

BAM-interne Zertifizierungsmessungen werden unter Verwendung der Auswertungsmodelle und Unsicherheitsbudgets der jeweiligen Messungen ausgewertet. Bei Verwendung mehrerer Messverfahren erfordert das eine Zusammenführung der verschiedenen Auswertungsmodelle und Unsicherheitsbudgets. Grundlage für die Auswertung ist die modellbasierte Vorgehensweise des GUM.

Zertifizierungsmessungen im Ringversuch werden in der Regel mit einschlägigen statistischen Methoden unter Verwendung entsprechender Computerprogramme ausgewertet [z.B. SoftCRM V. 1.2.2 (Nachfolger des früheren BCR-Programms) und SYSTAT V. 8.0 (SPSS Inc. 1998)].

Bei Batchzertifizierungen ist bei der Ermittlung der Unsicherheit der zertifizierten Kennwerte ein Beitrag der Inhomogenität zwischen den Verpackungseinheiten (u_{bb}) einzurechnen.

Der ISO Guide 35 enthält allgemeine Empfehlungen zur Auswertung von Zertifizierungsmessungen. Weitergehende Verfahrensanweisungen werden – soweit erforderlich – in der QM-Dokumentation der betreffenden OE festgelegt.

6 Dokumentation und Freigabe

6.1 Zertifizierungsbericht

Die Entwicklung eines ZRM wird in einem Zertifizierungsbericht umfassend dokumentiert. Dabei sind mindestens folgende Punkte zu behandeln:

- Herstellung und Konfektionierung
einschließlich Angaben zur Verwendung und Lagerung
- Homogenitätsprüfung
einschließlich betreffender Unsicherheitsabschätzung und Ermittlung der Mindestprobengröße
- Stabilitätsprüfung
einschließlich Bestimmung des Haltbarkeitsdatums und Festlegung der Lager- und Transportbedingungen
- Zertifizierungsmessungen
einschließlich Teilnehmer, Messverfahren und Messergebnisse
- Auswertung der Zertifizierungsmessungen
einschließlich Ermittlung der zertifizierten Werte und ihrer Unsicherheit
- Rückführung der zertifizierten Werte

Anhang C enthält ein Muster für die Gliederung von Zertifizierungsberichten.

Bei ZRM, die gemeinsam mit Partnern herausgegeben werden (z.B. EURONORM-ZRM oder ERM), sind die Vereinbarungen zu den Angaben in Zertifizierungsberichten zu berücksichtigen.

Zertifizierungsberichte werden Kunden für die betreffenden ZRM auf Anfrage zur Verfügung gestellt. Für ausgewählte ZRM werden die Zertifizierungsberichte auch ins Internet gestellt.

6.2 Zertifikat

Die Angaben im Zertifikat entsprechen den Empfehlungen des ISO Guide 31. Die Richtlinie RLB-3.5 enthält Hinweise zur Gestaltung von Zertifikaten (Anlage 2) und zur Kennzeichnung von ZRM (Anlage 4).

Bei ZRM, die gemeinsam mit Partnern herausgegeben werden (z.B. EURONORM-ZRM oder ERM), sind die Vereinbarungen zu den Angaben in Zertifikaten zu berücksichtigen.

Zertifikate werden in das Internet gestellt.

6.3 Behandlung im Zertifizierungskomitee

Entwürfe von Zertifikaten und Zertifizierungsberichten werden dem Zertifizierungskomitee zur Stellungnahme vorgelegt. Die Beratung erfolgt auf einer Sitzung, zu der der Leiter des ZRM-Projekts eingeladen wird.

Bei geringfügigem Änderungsbedarf werden die Entwürfe mit entsprechenden Korrekturaufgaben verabschiedet und die Freigabe des ZRM (Unterzeichnung des Zertifikats) empfohlen.

Bei erheblichem Änderungsbedarf wird eine umfassende Überarbeitung der Entwürfe und Wiedervorlage vereinbart.

Bei Feststellung technischer Mängel, die die Gültigkeit der zertifizierten Kennwerte in Frage stellen, werden Maßnahmen für das weitere Vorgehen (z.B. ergänzende Untersuchungen) empfohlen.

Anmerkung: Das Zertifizierungskomitee kann auch zu jedem früheren Zeitpunkt um fachlichen Rat gebeten werden. Damit lassen sich ggf. umfangreiche Nachuntersuchungen vermeiden.

6.4 Freigabe des ZRM

Die Endfassungen von Zertifikaten und Zertifizierungsberichten werden dem betreffenden Abteilungsleiter zusammen mit der Empfehlung des Zertifizierungskomitees vorgelegt.

Die Freigabe erfolgt durch Unterzeichnung des Zertifikats.

6.5 Etikett / Aufkleber

Die Mindestangaben auf Etiketten oder Aufklebern sind in der Richtlinie RLB-3.5, Anlage 2 festgelegt.

6.6 Metrologische Verwertung (CMC-Einträge)

Zertifizierte Referenzmaterialien sind eines der wesentlichen Mittel für die Weitergabe der Messfähigkeit der BAM an Prüflaboratorien und können dort für die messtechnische Rückführung von Prüfergebnissen verwandt werden. Auf dem Gebiet der chemischen Analytik wird diese metrologische Funktion der BAM-ZRM durch Aufnahme entsprechender Einträge in die internationale CMC-Datenbank beim BIPM unterstützt (siehe RLB-3.7).

Für CMC-Einträge kommen nur ZRM in Betracht, die folgende Bedingungen erfüllen:

(1) Die zertifizierten Kenngrößen müssen zu den vom CCQM betreuten Messgrößen gehören (siehe <http://kcdb.bipm.org> – Appendix C, Sachgebiet Amount of Substance), d.h. sich direkt oder indirekt auf die Messung von Stoffmengen beziehen. CMC-Einträge für andere Kenngrößen sind ggf. in Abstimmung mit der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt möglich.

(2) Die zertifizierten Werte müssen im Wesentlichen auf der Messfähigkeit der BAM beruhen. Das bedeutet:

- Die Homogenitätsprüfung (soweit erforderlich) wurde von der BAM oder unter wesentlicher Beteiligung der BAM durchgeführt.
- Die Stabilitätsprüfung (soweit erforderlich) wurde von der BAM oder unter wesentlicher Beteiligung der BAM durchgeführt.
- Die Zertifizierungsmessungen wurden entweder vollständig an der BAM durchgeführt, oder (bei Zertifizierung im Ringversuch) die BAM hat am Zertifizierungsringversuch teilgenommen, und die Ergebnisse der BAM stimmen mit den zertifizierten Werten im Rahmen der jeweiligen Messunsicherheiten überein.
- Die Zertifizierungsmessungen wurden an der BAM oder nach Maßgabe der BAM ausgewertet.

(3) Für die seitens der BAM eingesetzte(n) Messkapazität (Messverfahren) muss die erfolgreiche Teilnahme an internationalen Vergleichsmessungen (vorzugsweise Ringversuchen des CCQM) nachgewiesen werden.

Vorschläge für entsprechende CMC-Einträge werden dem CCQM-Arbeitskreis der BAM („CCQM-Spiegel“) unterbreitet. Das weitere Vorgehen wird in der Richtlinie RLB-3.7 sowie im QM-Handbuch der Abteilung I (QMH-I-12.0) beschrieben.

7 Lagerung und Vertrieb

Die Vorgehensweise bei Lagerung und Vertrieb von Referenzmaterialien entspricht den Empfehlungen des ISO Guide 34.

7.1 Lagerung

Referenzmaterialien sind – getrennt von Untersuchungsmaterial und Laborchemikalien – so aufzubewahren, dass eine Beeinträchtigung ihrer Qualität sowie Missbrauch oder Verlust ausgeschlossen sind.

Sind besondere Lagerungsbedingungen (z.B. Kühlung) festgelegt, so muss deren Einhaltung überwacht und dokumentiert werden.

Die ggf. erforderlichen Maßnahmen für den Arbeits- und Umweltschutz richten sich nach den Gefährlichkeitsmerkmalen (giftig, brennbar, explosionsgefährlich, radioaktiv etc.).

Regelungen für den Zugang zu Räumen und Einrichtungen, in denen ZRM gelagert werden, sowie für die Entnahme von ZRM werden in den Fachgruppen getroffen und dokumentiert.

7.2 Stabilitätsüberwachung

Bei Referenzmaterialien der Stabilitätsklassen 2 und 3 (siehe Abschnitt 5.4) wird die Langzeitstabilität bis zum vollständigen Verkauf überwacht. Bei ZRM aus Batchzertifizierung werden für diese Überwachung in größeren Zeitabständen Verpackungseinheiten aus dem Vorrat entnommen und untersucht. ZRM aus Einzelzertifizierung erfordern ggf. besondere Maßnahmen.

Werden bei der Stabilitätsüberwachung signifikante Abweichungen von zertifizierten Werten festgestellt, so wird das betreffende ZRM für den Verkauf gesperrt und die bisherigen Käufer des ZRM informiert.

Werden bei der Stabilitätsüberwachung erheblich größere Abweichungen festgestellt als auf Grundlage der Stabilitätsprüfung prognostiziert (jedoch noch innerhalb des zertifizierten Unsicherheitsbereichs), so besteht die folgende Alternative:

- Weiterverkauf mit eingeschränkter Verwendungsfrist oder
- Sperrung des ZRM für den Verkauf.

In jedem Fall werden die bisherigen Käufer des ZRM informiert und die Information per Internet bekannt gemacht.

Werden bei der Stabilitätsüberwachung erheblich kleinere Abweichungen festgestellt als auf Grundlage der Stabilitätsprüfung prognostiziert, so kann die Verwendungsfrist verlängert werden. Auch hierüber werden ggf. die bisherigen Käufer des ZRM informiert und die Information per Internet bekannt gemacht.

7.3 Beratung und Vertrieb

Anfragen zu einzelnen Referenzmaterialien werden vorzugsweise vom Leiter des betreffenden ZRM-Projekts bzw. dem im Internet genannten Ansprechpartner beantwortet.

Beschwerden über ein Referenzmaterial werden vom Leiter des ZRM-Projekts bzw. dem im Internet genannten Ansprechpartner in Abstimmung mit dem betreffenden Fachgruppenleiter beantwortet. Über derartige Beschwerden sind Aufzeichnungen zu führen.

Die Gewährleistungsbedingungen für Referenzmaterialien stehen im Internet (www.bam.de > Service > Webshop > AGB).

Beim Versand von Referenzmaterialien sind die Gefährlichkeitsmerkmale nach Gefahrgutrecht zu berücksichtigen.

Beim Vertrieb von Referenzmaterialien über einen Dritten (autorisierter Händler) sind die diesbezüglichen Forderungen des ISO Guide 34 (Lager- und Versandbedingungen, Kundenlisten) zu berücksichtigen.

Mitgeltende Dokumente

- RLB-3.5, *Herstellung und Zertifizierung von Referenzmaterialien*
- RLB-3.7, *Wahrnehmung metrologischer Staatsaufgaben*
- ISO Guide 31, *Reference materials – Contents of certificates and labels* (Ausgabe 2000)
- ISO Guide 34, *General requirements for the competence of reference material producers* (Ausgabe 2009)
- ISO Guide 35, *Reference materials – General and statistical principles for certification* (Ausgabe 2006)
- ISO/IEC Guide 43-1, *Proficiency testing by interlaboratory comparison – Part 1: Development and operation of proficiency testing schemes* (Ausgabe 1997)

Sonstige Dokumente

- *Durchführung und Auswertung von Homogenitätsuntersuchungen nach ISO Guide 35* (2006, Noack)
- *CRM stability testing policies scrutinised* – Diskussionspapier für den AK-RM (2006, Bremser)
- W. Bremser, R. Becker, H. Kipphardt, P. Lehnik-Habrink, A. Töpfer, *Stability testing in an integrated scheme*, Accreditation and Quality Assurance, 2006, Vol.11, p. 489 - 495

Hintergrundinformationen

- *Referenzmaterialien in der BAM* – Strategiedokument der BAM (2010, S. Recknagel, M. Hedrich, U. Panne), Fundstelle: www.bam.de > Fachthemen > Referenzmaterialien
- BAM-Forschungsbericht 267 *Metrologie in der Chemie an der BAM – Aktivitäten im Rahmen der Meterkonvention* (2004, W. Hässelbarth, Th. Steiger), Fundstelle: www.bam.de > Service > Publikationen > Forschungsberichte (Online-Version)

Autoren: W. Hässelbarth, Th. Steiger, Abt. I

Beratung AG „Umsetzung des ISO Guide 34“: 26.01.2006, 28.03.2006

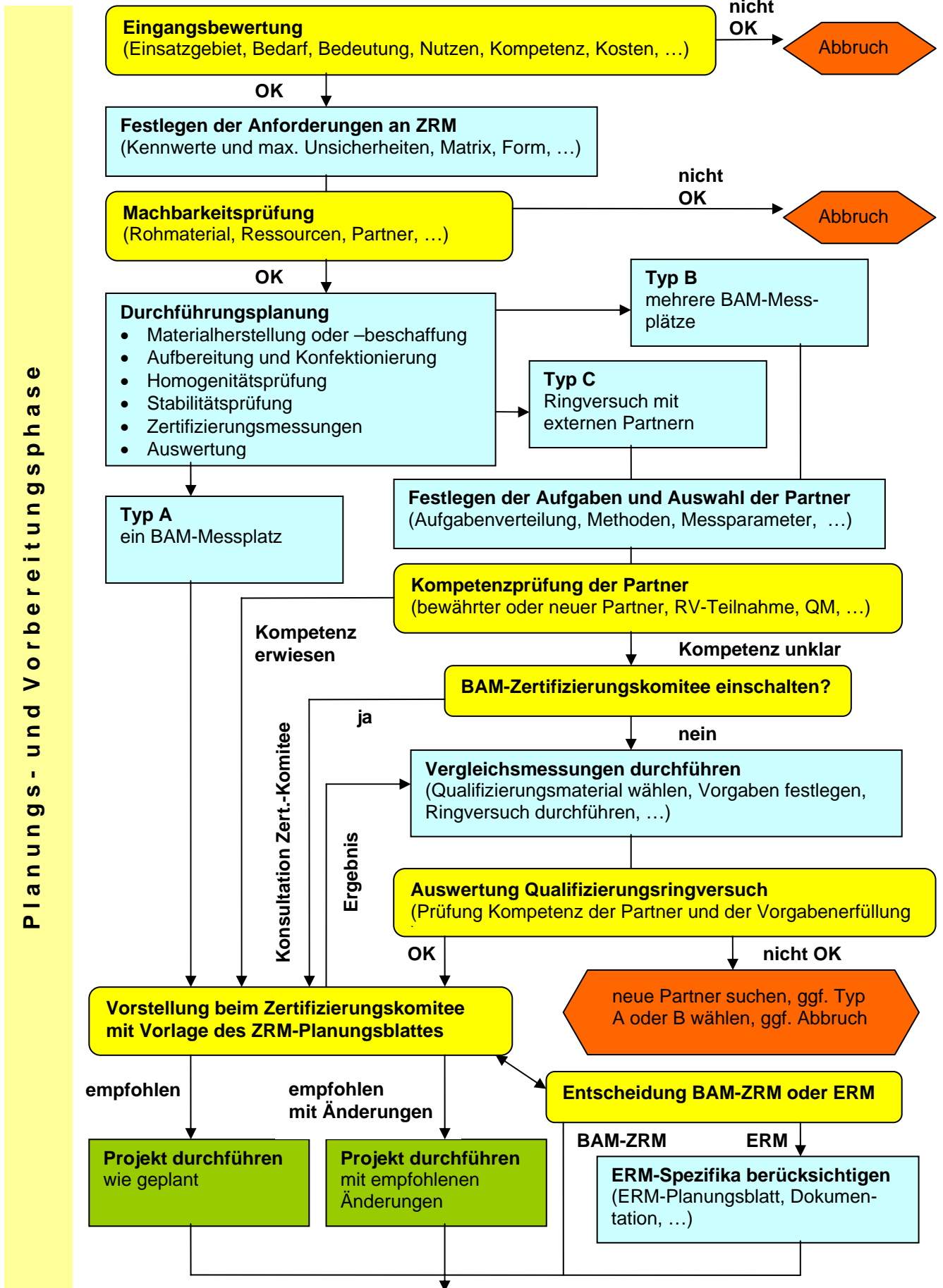
Beratung AK „Referenzmaterialien“: 14.02.2006

Freigabe AK „Referenzmaterialien“: 20.06.2006

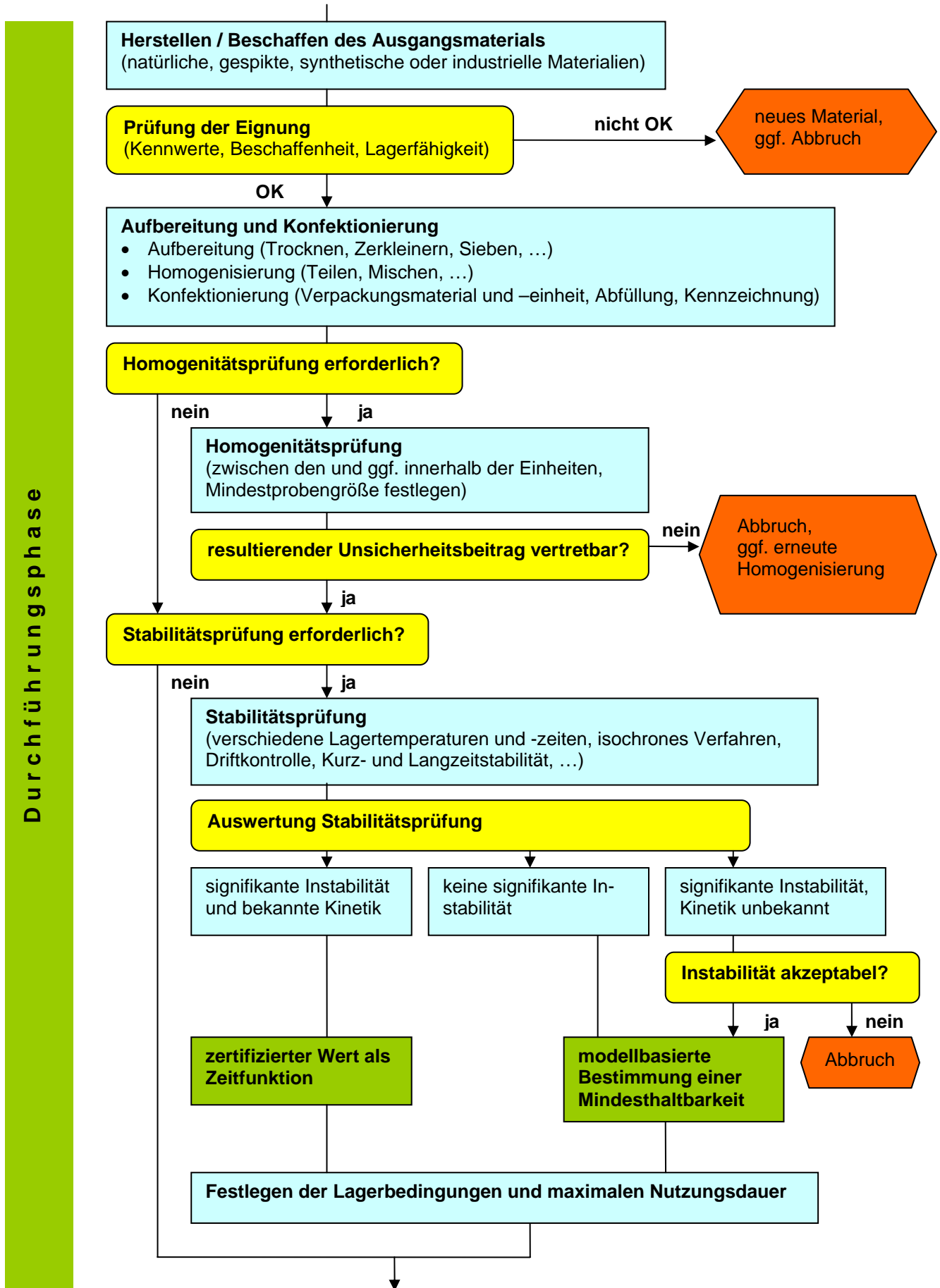
Anhang A: Abkürzungen

AGB	Allgemeine Geschäftsbedingungen
BCR	vormalige Einrichtung der Europäischen Kommission für die Entwicklung von Referenzmaterialien (<u>B</u> ureau <u>C</u> ommunautaire de <u>R</u> éférence)
BIPM	Internationales Büro für Maß und Gewicht (<u>B</u> ureau <u>I</u> nternational des <u>P</u> oids et <u>M</u> esures)
CCQM	Beratendes Komitee der Meterkonvention für Metrologie in der Chemie (<u>C</u> omité <u>C</u> onsultatif pour la <u>Q</u> uantité de <u>M</u> atière)
CIPM	Internationales Komitee für Maß und Gewicht (<u>C</u> omité <u>I</u> nternational des <u>P</u> oids et <u>M</u> esures)
CIPM MRA	Multilaterales Abkommen zwischen den Mitgliedsstaaten der Meterkonvention zur gegenseitigen Anerkennung von nationalen Normalen, Kalibrier- und Messzertifikaten nationaler Metrologieinstitute (<u>M</u> utual <u>R</u> ecognition <u>A</u> rrangement)
CMC	Kalibrier- und Messfähigkeit (<u>C</u> alibration and <u>M</u> easurement <u>C</u> apability, siehe Anhang C des CIPM MRA)
CRM	Zertifiziertes Referenzmaterial (<u>C</u> ertified <u>R</u> eference <u>M</u> aterial)
ERM	Eingetragenes Warenzeichen der ERM-Gruppe (BAM, IRMM, LGC) (<u>E</u> uropean <u>R</u> eference <u>M</u> aterial)
EURAMET	Dachorganisation der europäischen Metrologieinstitute (<u>E</u> uropean <u>A</u> ssociation of National <u>M</u> etrology <u>I</u> nstitutes)
EURONORM	Arbeitsgemeinschaft des Europäischen Komitees für Eisen- und Stahlnormung
GUM	Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen (<u>G</u> uide to the Expression of <u>U</u> ncertainty in <u>M</u> easurement)
IEC	Internationale Elektrotechnische Kommission (<u>I</u> nternational <u>E</u> lectrotechnical <u>C</u> ommission)
IRMM	Forschungsinstitut der Europäischen Kommission in Geel (Belgien) (<u>I</u> nstitute for <u>R</u> eference <u>M</u> aterials and <u>M</u> easurements)
ISO	Internationale Organisation für Normung (<u>I</u> nternational <u>O</u> rganization for <u>S</u> tandardization)
LGC	Forschungsinstitut des Vereinigten Königreichs in Teddington (vormals <u>L</u> aboratory of the <u>G</u> overnment <u>C</u> hemist)
OE	Organisationseinheit (der BAM)
QM	Qualitätsmanagement
RLB	Richtlinienband (der BAM)
ZRM	Zertifiziertes Referenzmaterial

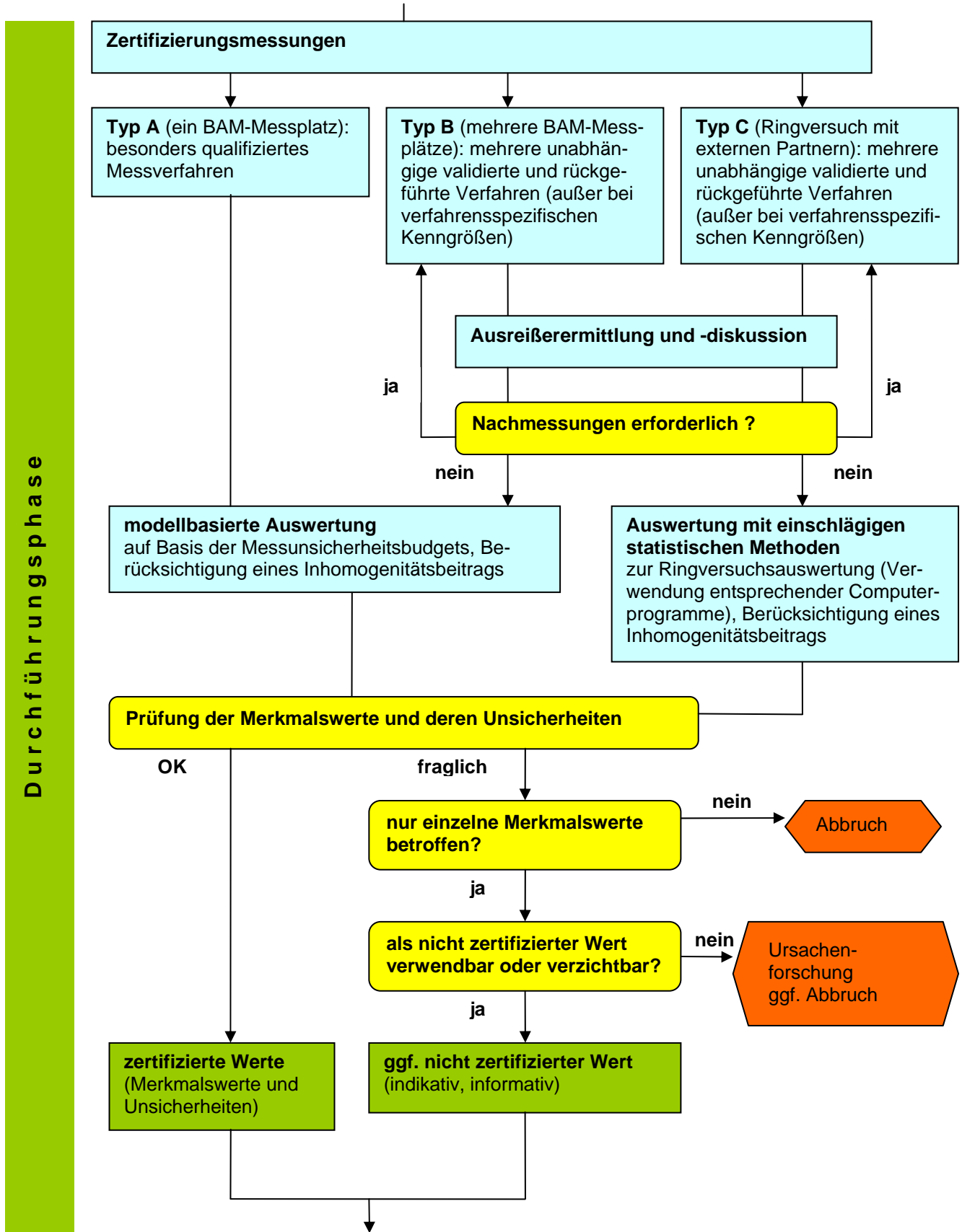
Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts (Teil I)



Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts (Teil II)

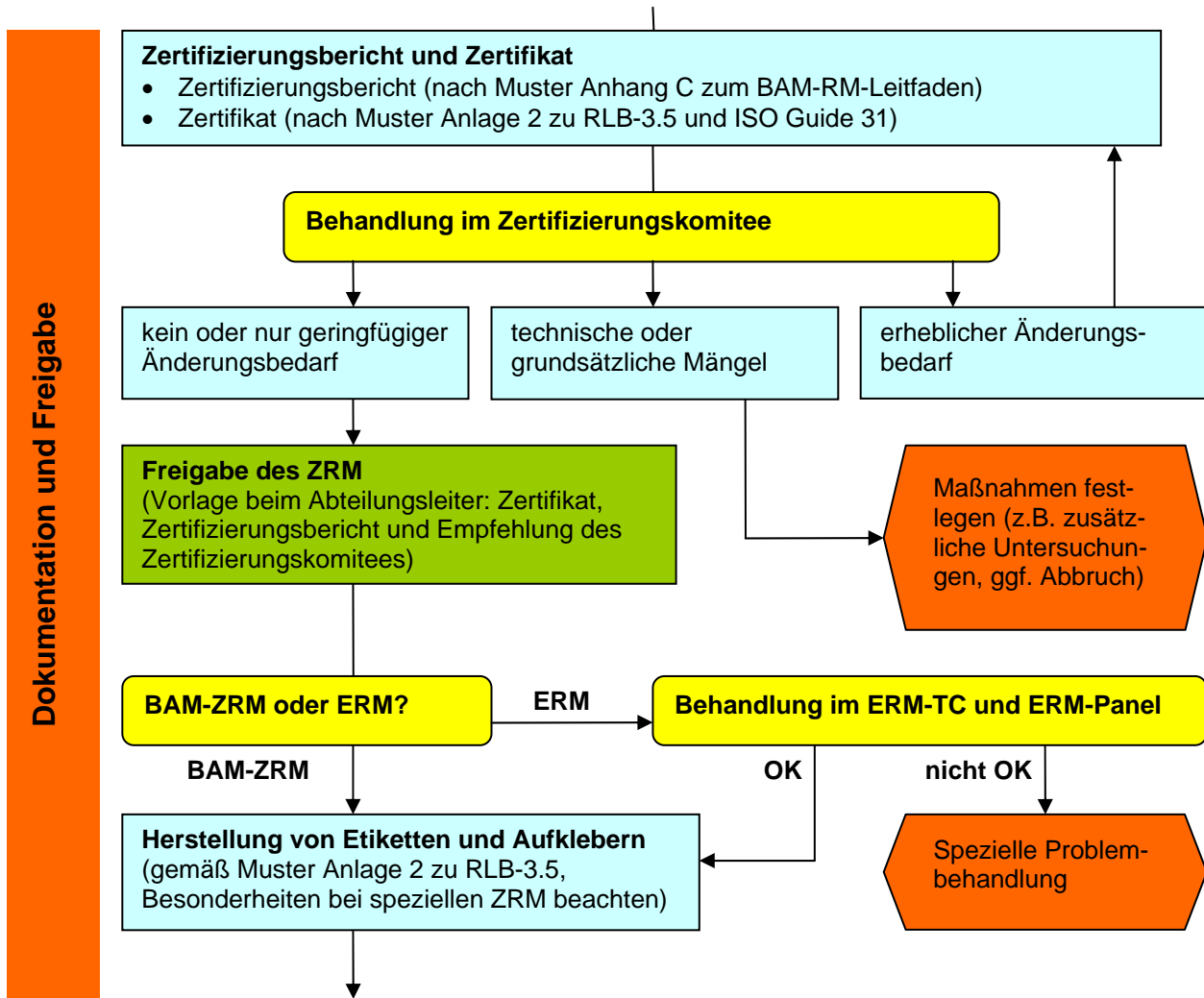


Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts (Teil III)

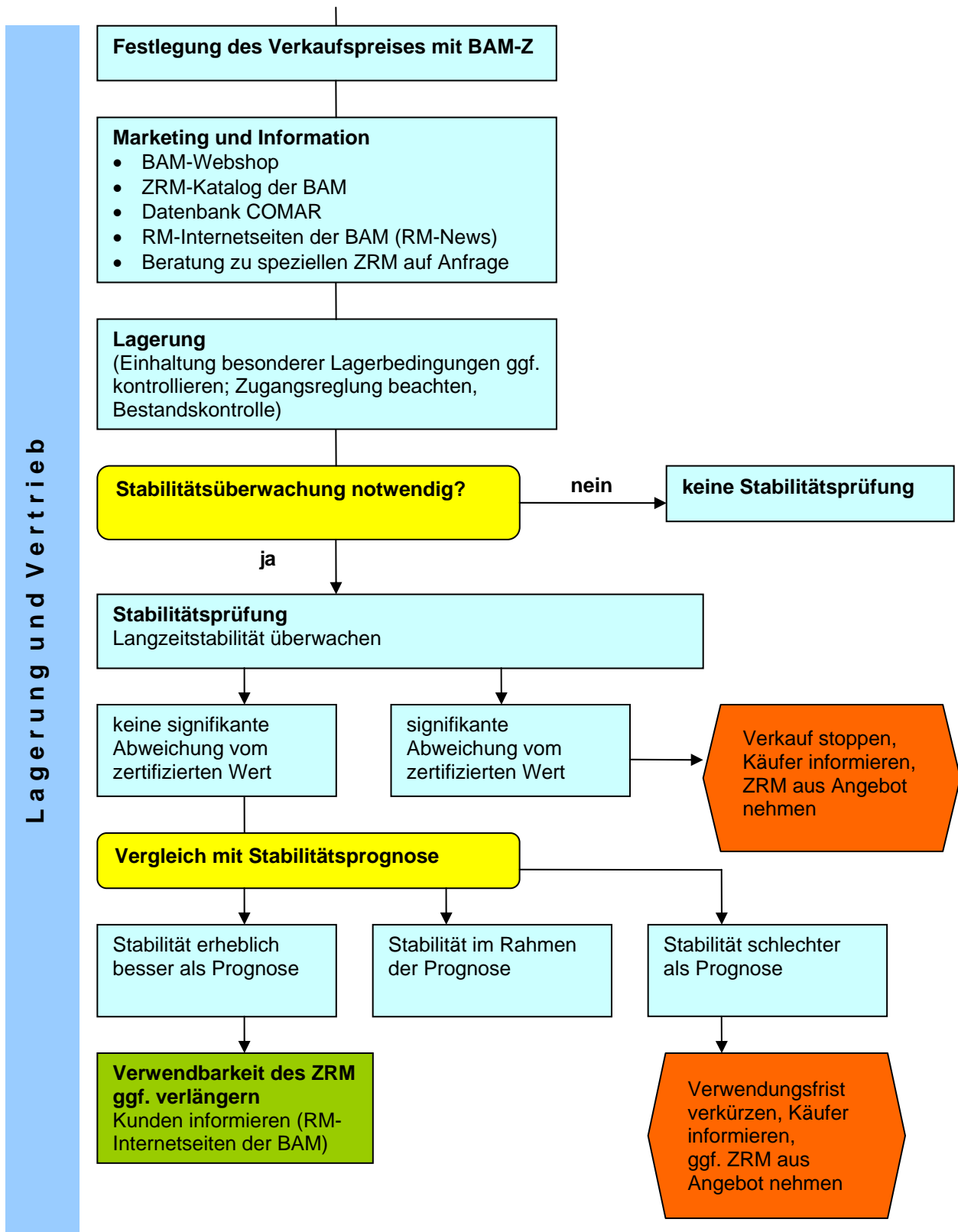


Durchführungsphase

Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts (Teil IV)



Anhang B: Flussdiagramm zum Ablauf eines ZRM-Projekts (Teil V)



Anhang C: Muster für die Gliederung von Zertifizierungsberichten

Zusammenfassung

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungen und Symbole

Einleitung

 Bedarf

 Auswahl des Materials

 Zertifizierungsprozedur

Beteiligte Laboratorien

ggf. Vorstudien

Herstellung und Konfektionierung des Materials

Homogenitätsprüfung

Stabilitätsprüfung

Zertifizierungsmessungen

 Verfahrensbeschreibung

 Messergebnisse

Datenanalyse und Akzeptanzdiskussion

 Homogenität

 Stabilität

 Zertifizierungsmessungen

Berechnung der zertifizierten Werte und ihrer Unsicherheit

Rückführung der zertifizierten Werte

Ggf. Angaben zu nicht zertifizierten Werten

Abschließende Bewertung

Hinweise zum korrekten Gebrauch des Materials

Sicherheitshinweise

Literaturhinweise

ggf. Anhänge