

Leitlinien und Beispiele für Überwachungsfristen von Prüfeinrichtungen für Laboratorien in den Bereichen Gesundheitlicher Verbraucherschutz, Agrarsektor, Chemie und Umwelt sowie Veterinärmedizin und Arzneimittel

71 SD 4 027 | Revision: 1.2 | 25. Oktober 2017

Geltungsbereich:

Dieses Dokument wendet sich an Laboratorien in den Bereichen Gesundheitlicher Verbraucherschutz, Agrarsektor, Chemie und Umwelt sowie Veterinärmedizin und Arzneimittel. Es beinhaltet Leitlinien und Beispiele für ein eingeführtes Programm für die Überprüfungen bzw. Funktionskontrollen der Prüfeinrichtungen von Laboratorien wie es in der DIN EN ISO/IEC 17025 gefordert wird. Die angegebenen Fristen (Intervalle) stellen Erfahrungswerte dar und haben daher empfehlenden Charakter.

Datum der Bestätigung durch den Akkreditierungsbeirat: 10.06.2017

In diesem Dokument wird im Interesse der Lesbarkeit grundsätzlich die männliche Form von Funktionsbezeichnungen verwendet; dies schließt die weibliche Form ein.

Inhaltsverzeichnis

1	Zweck	3
2	Begriffe	5
3	Beschreibung.....	6
4	Mitgeltende Unterlagen	14

Das Dokument 71 SD 4 027 der Revision 1.1, bestätigt am 02.08.2014, wurde grundlegend überarbeitet. Aufgrund der umfassenden Änderungen und zur Wahrung der Lesbarkeit wurde auf die Hervorhebung der Änderungen verzichtet.

1 Zweck

In Prüflaboratorien der genannten Bereiche wird die Messunsicherheit üblicherweise über das Gesamtverfahren ermittelt. Betrachtet man den Anteil der Messunsicherheit, der aus der Kalibrierung in Bezug auf eine relevante Messgröße resultiert, kann in der Regel davon ausgegangen werden, dass dieser z.B. für Masse und Temperatur keinen signifikanten Beitrag zur Gesamtmessunsicherheit leistet. Für diesen Fall muss Rückführung nicht nachgewiesen werden (DIN EN ISO/IEC 17025, ILAC P 10). Das bedeutet, dass es für die Funktionskontrollen von Prüfeinrichtungen nicht notwendig ist, Kalibrierverfahren (im Sinne von 71 SD 0 005) anzuwenden.

Für die Funktionskontrollen werden in der Regel Normale verwendet. Ein Gebrauchsnormal (höchstwertiger Repräsentant der SI-Einheit im Prüflaboratorium) muss über einen Nachweis der metrologischen Rückführung (Rückführungsnachweis) verfügen, der die Anforderungen der Regel 71 SD 0 005 erfüllt. Das Laboratorium kann für eine Messgröße ggf. weitere Gebrauchsnormale durch Abgleich (ohne Anwendung eines Kalibrierverfahrens) mit dem Gebrauchsnormal, das über den Rückführungsnachweis verfügt, definieren/ableiten. Gebrauchsnormale verwendet es, um die Prüfeinrichtungen zu kontrollieren. Abbildung 1 verdeutlicht die Vorgehensweise.

Sollte in Ausnahmefällen der Beitrag der Kalibrierung zur Gesamtmessunsicherheit nicht vernachlässigbar sein, darf die Regel 71 SD 0 005 nicht nur auf das Gebrauchsnormal angewendet werden. In solchen Fällen müssen für die Funktionskontrollen Kalibrierverfahren angewendet werden.

Die Entscheidung über Intervalle, die zur Beschaffung von Rückführungsnachweisen von Gebrauchsnormalen festgelegt werden, liegt in der Verantwortung der Laboratorien und wird nicht in diesen Leitlinien behandelt. Ebenso werden die in der DIN EN ISO/IEC 17025 geforderten Überprüfungen von Prüfeinrichtungen vor Erstnutzungen in diesen Leitlinien nicht behandelt.

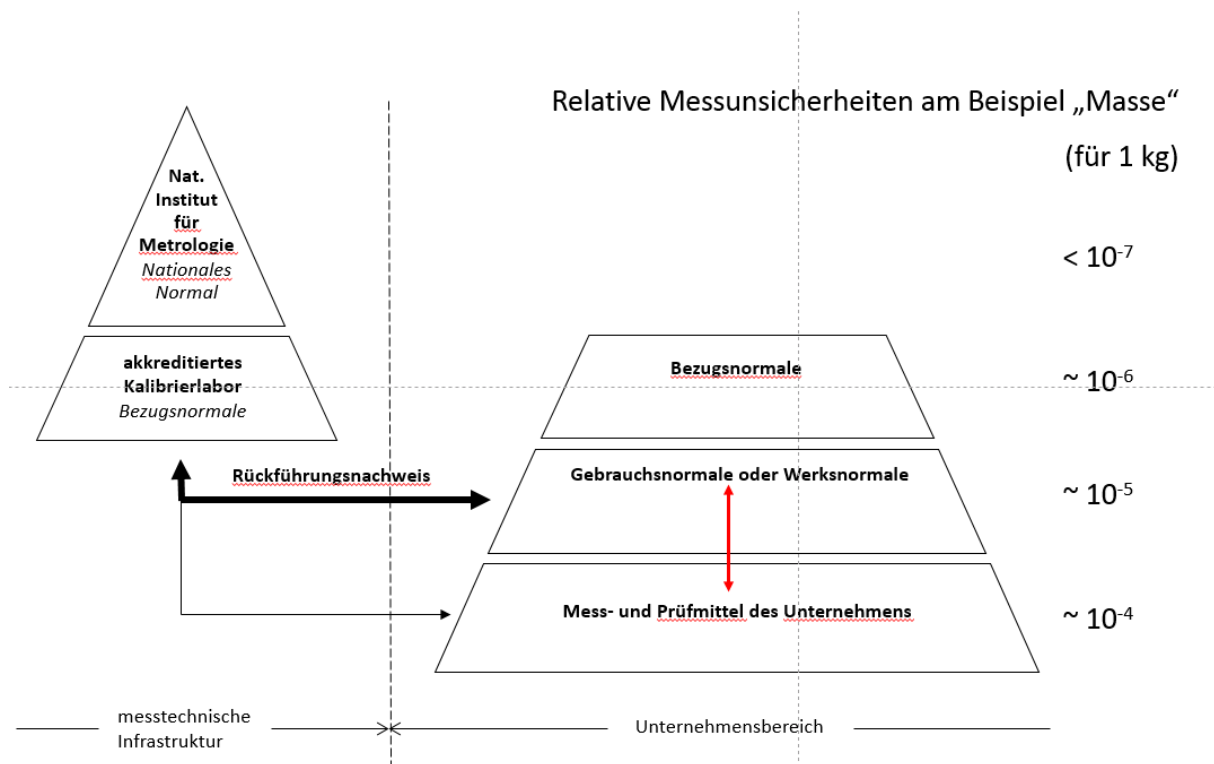


Abbildung 1 Kalibrierhierarchie (71 SD 0 006; in Anlehnung VIM 2012)

Werden Referenzmaterialien eingesetzt, ist die Ausweisung von deren Messunsicherheit von entscheidender Bedeutung. Dieser Beitrag ist in der Gesamtmessunsicherheit nicht zu vernachlässigen. Wo immer möglich, sollten Laboratorien auf zertifizierte Referenzmaterialien von kompetenten Herstellern zurückgreifen.

In der DIN EN ISO/IEC 17025 ist gefordert, dass das Laboratorium über ein eingeführtes und dokumentiertes Programm für die Überprüfung/Funktionskontrolle seiner Einrichtungen verfügen muss. Dieses Programm muss

- das jeweilige Verfahren,
- Toleranzen und
- die Häufigkeit der Überprüfung/Funktionskontrolle

beschreiben. Diese Verfahren müssen unmissverständliche Vorgaben für den Fall vorsehen, in dem das kontrollierte Gerät außerhalb der Toleranzgrenze anzeigt.

In der nachfolgenden Tabelle sind Beispiele für Maßnahmen und Häufigkeiten aufgeführt, die in einem solchen Programm enthalten sein können. Sie erheben weder den Anspruch auf Vollständigkeit noch beinhalten sie alle ggf. in Normen oder normähnlichen Dokumenten (z. B. AQS-Merkblätter; VDI) festgelegte Anforderungen für die Überwachung von Prüfeinrichtungen. Ergeben sich aus dem Tätigkeitsfeld des Laboratoriums weitere/zusätzliche Anforderungen, hat es diese einzuhalten (z.B.

Leitlinien und Beispiele für Überwachungsfristen von Prüfeinrichtungen für Laboratorien in den Bereichen Gesundheitlicher Verbraucherschutz, Agrarsektor, Chemie und Umwelt sowie Veterinärmedizin und Arzneimittel

Anforderungen der GLP oder GMP für die Untersuchungen von Arzneimitteln oder pharmazeutisch aktiven Substanzen). Die in diesen Leitlinien angegebenen Häufigkeiten (Fristen, Intervalle) stellen Erfahrungswerte dar. Die durch das Laboratorium festzulegenden Häufigkeiten variieren je nach Nutzungshäufigkeit, Nutzungsbedingungen, Aufstellcharakteristika usw. **Die Festlegung liegt allein in der Verantwortung des Laboratoriums.**

Für alle erstmalig im Laboratorium eingesetzten Einrichtungen muss vor ihrer Inbetriebnahme eine angemessene Eingangsprüfung erfolgen.

2 Begriffe

Normal	Realisierung der Definition einer Größe, mit angegebenem Größenwert und beigeordneter Messunsicherheit, benutzt als Referenz (Internationales Wörterbuch der Metrologie, VIM 2012, 5.1)
Bezugsnormal	Normal zur Kalibrierung anderer Normale für eine Größenart in einer Organisation oder an einem Ort (VIM 2012, 5.6)
Gebrauchsnormal	Normal, das routinemäßig benutzt wird, um Messgeräte oder Messsysteme zu kalibrieren oder zu verifizieren (VIM 2012, 5.7)
Referenzmaterial	Material, das in Bezug auf eine oder mehrere festgelegte Merkmale ausreichend homogen und stabil ist und für welches bestimmt wurde, dass es für die beabsichtigte Verwendung im Rahmen eines Messprozesses geeignet ist (DIN EN ISO 17034:2017)
Zertifiziertes Referenzmaterial	Referenzmaterial, charakterisiert durch ein metrologisch gültiges Verfahren für eines oder mehrere festgelegte Merkmale, versehen mit einem Referenzmaterialzertifikat, welches den Wert des festgelegten Merkmals, die zugeordnete Unsicherheit und eine Aussage zur metrologischen Rückführbarkeit umfasst (DIN EN ISO 17034:2017)
Referenz	Material, Substanz, Gegenstand oder Mikroorganismus mit bekannten Merkmalen, gegen die die Erfüllung einer Anforderung an eine Prüfeinrichtung im <u>Sinne dieses Dokuments</u> geprüft wird

3 Beschreibung

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
1.a	Masse	Waagen	Auflegen eines Gebrauchsnormals bekannter und unveränderlicher Masse Kontrolle mit höherwertigen Gebrauchsnormal in verschiedenen Wägebereichen, alternativ: Wartung durch den Hersteller oder Dienstleister	nutzungstäglich jährlich
1.b	Masse	Prüfgewichte (Gebrauchsnormale: Massesatz, geeignete Massestücke)	Vergleich mit einem geeigneten Gebrauchsnormal	jährlich
1.c	Masse oder Vo- lumen	Kolbenhubpipetten digitale Büretten Dispenser; Dilutoren	Gravimetrische Prüfung	halbjährlich
1.d	Masse oder Vo- lumen	Pipettierautomaten einschließlich Microtiter- platten-Pipettierautoma- ten	Kontrolle durch Hersteller oder Dienstleister oder nach Vorgaben des Herstellers	halbjährlich

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
2.a	Temperatur	Thermometer (Flüssigkeitsglas –Thermometer inkl. Min/Max, Elektronische Thermometer, Temperatur-Logger, Temperaturfühler, Display-Thermometer)	Kontrolle durch Vergleich mit geeignetem Gebrauchsnorm	2 Jahre
2.b	Temperatur	Trockenschränke Wärmeschränke Wasserbäder mit Thermometer	Ist-Temperatur/Temperaturkontrolle	nutzungstäglich
2.c	Temperatur	Kühlschränke/-räume Tiefkühlschränke/-räume; Ultratiefkühlschränke	Ist-Temperatur/Temperaturkontrolle, je nach Nutzungszweck	nutzungstäglich bis wöchentlich
2.d	Temperatur und Feuchte	Klimaräume/-kammern Emissionsprüfkammern	Ist-Temperatur/Temperaturkontrolle und Ist-Luftfeuchtekontrolle	nutzungstäglich
2.e	Temperatur	Brutschränke/-räume Inkubatoren	Ist-Temperatur/Temperaturkontrolle zusätzlich bei Anaerobbrutschränken: Prüfung der Anaerobbedingungen	kontinuierlich über den Zeitraum der Bebrütung jede Prüfung
2.f	Temperatur	Glühöfen Muffelöfen	Kontrolle mittels einer geeigneten Referenz	jährlich

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
2.g	Temperatur und Referenz	Heißluftsterilisatoren	für Heißluftsterilisatoren geeignete Indikatoren bzw. T-Schreiber oder T-Logger Funktionskontrolle (Sterilkontrolle) mittels Bioindikatoren	je Charge halbjährlich
2.h	Temperatur und Referenz	Autoklaven	für Autoklaven geeignete Indikatoren bzw. Schreiber oder Logger für Druck, Temperatur und Zeit Funktionskontrolle (Sterilkontrolle) mittels Bioindikatoren	je Charge halbjährlich
2.i	Temperatur	Heizblöcke	Ist-Temperaturkontrolle	jährlich
2.j	Temperatur und Referenz	Thermocycler Blockcycler	Indirekte Funktionsprüfung z. B. durch Anwendung eines geeigneten Referenzstammes/ -materials	nutzungstäglich
2.k	Temperatur und Referenz	Real-Time-Cycler	bei Plattensystemen (z. B. 96-Well-Platte) Ausschluss von Randeffekten mittels homogen verteilter gleicher Probe über alle Kavitäten mit den Kanälen, die zur Diagnostik genutzt werden	jährlich
3.a	Volumen bzw. Dichte von Flüssigkeiten	Aräometer Butyrometer	visuell auf Beschädigung	nutzungstäglich
3.b	Volumen	Plattengießgeräte	Abfüllvolumen kontrollieren	halbjährlich
4	Dichte (Flüssigkeiten)	Dichtemessgeräte nach dem Schwingerprinzip (DIN EN ISO 15212-1)	Dichtebestimmung von Wasser oder einer anderen, üblicherweise verwendeten Matrix	nutzungstäglich

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
5	Druck	Barometer Manometer Hygrometer	Vergleich mit Gebrauchsnorm	3 Jahre
6	Zeit	mechanische Uhren mechanische Zeitmesser	Vergleich mit PTB-Zeit-Server (www.uhr.ptb.de)	jährlich
7	Gas- oder Wassermenge pro Zeit	Wasseruhren Gasuhren	Vergleich mit Gebrauchsnorm	jährlich
8.a	Länge	Raster-Elektronenmikroskopie (REM)	Vergleich mit einem Gebrauchsnorm	halbjährlich
8.b	Länge	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	Vergleich mit einem Gebrauchsnorm	halbjährlich
9	Viskosität	Viskosimeter	Prüföl mit Herstellerzertifikat	jährlich
10	Referenz	Photometer	Messung von unabhängiger Kontrolllösung Prüfung der Wellenlängengenauigkeit und der photometrischen Genauigkeit mit entsprechenden Referenzen (z.B. Filtern, Lösungen)	mit jeder Analysenserie jährlich
11	Referenz	Polarimeter	Kontrolle mit entsprechender Referenz (z.B. Saccharose-Konzentrations-Reihe)	jährlich

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
12	Referenz	ELISA-Reader	Einsatz einer gerätespezifischen Validierungsplatte	jährlich
13	Referenz	pH-Meter	Kontrolle innerhalb des zu erwartenden Bereichs mit pH-Puffern, ggf. Einstellung mit zwei pH-Puffern und Rückmessung mit drittem Puffer; die zur Kontrolle verwendeten Puffer müssen den gesamten Arbeitsbereich abdecken	nutzungstäglich
14	Referenz	Leitfähigkeitsmessgeräte	Kontrolle mit mindestens einem KCl-Standard im zu erwartenden Bereich unter Verwendung der Temperaturkompensation	nutzungstäglich
15	Länge oder Referenz	Prüfsiebe für die Korngrößenbestimmung bei Probenahme im Umweltbereich	Sichtprüfung und Siebung mit Normsand nach DIN 3310 (bei Prüfsieben, für die kein Normsand zur Verfügung steht: Prüfen mit Präzisionsdüsenlehre oder Verwendung eines Referenzsiebsatzes)	jährlich
16	Referenz	Flüssigkeitschromatographen allgemein LC-spezifisch: z. B. HPLC-MS, -FLD, -DAD; IC-CD, -UV; SFC	Messung von unabhängiger Kontrolllösung Kalibration im Arbeitsbereich Ermittlung Empfindlichkeit/Blindwert z. B. Kontrolle des Vakuums und des Massentunes (Transmission der Ionenoptik), der Flüsse und der Detektorsignalgröße, Temperaturkonstanz der Säulenöfen	mit jeder Analysenserie laboreigene Festlegung laboreigene Festlegung

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
17	Referenz	Gaschromatographen allgemein GC-spezifisch: z. B. GC-MS, -WLD, -ECD, -FID, -NPD, -PID; GC-Headspace, Purge & Trap	Messung von unabhängiger Kontrolllösung Kalibration im Arbeitsbereich Ermittlung Empfindlichkeit/Blindwert z. B. Kontrolle des Vakuums, der Gasflüsse und des Massentunes (Transmission der Ionenoptik), des Temperaturprogramms und der Detektorsignalgröße, Inkubator (z. B. Schüttelinkubator, Thermistor, Heizblock, o.ä.)	mit jeder Analysenserie laboreigene Festlegung laboreigene Festlegung
18	Referenz	Tragbarer FID/PID	Kontrolle mit Kalibriergas Nullabgleich	jährlich nutzungstäglich und bei Notwendigkeit im unbelasteten Bereich
19	Referenz	DC	Standards/Referenzsubstanzen im Untersuchungsgang	jeder Untersuchungsgang bzw. jede Sequenz
20	Referenz	AAS-allgemein AAS-spezifisch: z. B. Flammen-, Graphitrohr-, Hydrid-, Kaltdampf-AAS	Messung von unabhängiger Kontrolllösung, Kalibration im Arbeitsbereich Ermittlung Empfindlichkeit/Blindwert z. B. Gasflüsse, Temperatur, Dosierflüsse	mit jeder Analysenserie laboreigene Festlegung laboreigene Festlegung

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
21	Referenz	<p>ICP allgemein</p> <p>ICP-spezifisch: z. B. -OES, -MS</p>	<p>Messung von unabhängiger Kontrolllösung, Kalibration im Arbeitsbereich</p> <p>Kalibration im Arbeitsbereich</p> <p>Ermittlung Empfindlichkeit/Blindwert z. B. Kontrolle der Gasflüsse, des Vakuums, der Wellenlängengenauigkeit, des Massentunes (Transmission der Ionenoptik)</p>	<p>mit jeder Analysenserie</p> <p>laboreigene Festlegung</p> <p>laboreigene Festlegung</p>
22	Referenz	GDMS, GDOS, Funkenemissionsspektrometer	Funktionstest: Messung von Standards/Referenzsubstanzen	mit jeder Analysenserie
23	Referenz	Optische Spektrometer IR-, FT-IR-, RAMAN-Spektrometer	S/N bzw. Bandenintensität plus Wellenzahlengenauigkeit bzw. Bandenlage plus optische Auflösung bzw. Halbwertsbreite (Einsatz geeigneter Referenzen)	jährlich
24	Referenz	NMR-Spektrometer	Sensitivität, Linienform	vierteljährlich
25	Referenz	Röntgenfluoreszenz-Analysator (RFA)	Messung von Referenzsubstanzen	nutzungstäglich
26	Referenz	Röntgenbeugung (XRD)	Linienlage und Intensität	monatlich
27	Referenz	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)	Energieauflösung	halbjährlich

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
28	Referenz	Mikrosonden oder WDX-Systeme	pro Spektrometerkristall Linienlage anhand eines Kalibrierstandards	halbjährlich
29	Referenz	Elektronenspektroskopie-systeme (XPS, ESCA)	Energieauflösung und Linearität der Energieachse; Sputterrate	vierteljährlich
30	Referenz	Sekundärionenmassen-spektrometrie (SIMS)	Massenauflösung im relevanten Massenbereich und Ortsauflösung	vierteljährlich
31	Referenz	Hg-Porosimeter	Referenzmaterial zur Porenradienverteilung	vierteljährlich
32	Referenz	Gasadsorptionsmesssys-teme (z. B. BET)	Referenzmaterial (spezifische Oberfläche und Porenradienverteilung)	vierteljährlich
33	Referenz	Sterilwerkbänke	Mikrobiologische Kontrolle mittels Luftkeimplatten (Sedimentation)	wöchentlich
34	Referenz	Spiralplater	Dispensiervolumen prüfen Je nach Modell: Prüfung auf Verschleppung (z. B. durch Blindproben)	monatlich Empfehlung des Herstellers
35	Referenz	Luftkeimsammler	Kontrolle des Ansaugvolumens/Zeiteinheit	jährlich
36	Referenz	Elektrophoresegeräte	Kontrolle des Nivellements	nutzungstäglich
37	Referenz	Koloniezählgeräte	Plausibilitätscheck	nutzungstäglich
38	Referenz	Nukleinsäure-Isolations-und Aufreinigungssystem mit automatischer PCR Probenvorbereitung (Ro-boter)	Kontrolle durch Herstellertestkits bzw. Referenzstamm/-material	Umfang und Zeitintervall gem. Herstellerangaben

Nr.	zu betrachten	Geräteart/Objekt	Maßnahmen	empfohlene Frist
39	Referenz	Next Generation Sequencing und SNP Typisierungsplattformen	Eine Überwachung der Instrumente kann durch entsprechende Monitoring-Programme (z.B. Auswertung der Leselängen, Qualitätsparameter der Datenanalysesoftware, Bestätigung der Analysedaten durch andere Methoden, wenn diese Daten sowieso generiert werden) geschehen. Auch die Ergebnisse regelmäßig analysierter Kontrollproben können zur Geräteüberwachung herangezogen werden.	laboreigene Festlegungen
40	Referenz	Sauerstoffmessgeräte bei Probenahme im Umweltbereich	Kontrolle gegen zu 100% luftgesättigtem Messmedium, alternativ – bei der Wasseranalytik – Überprüfung in wasserdampfgesättigter Luft	nutzungstäglich
41	Referenz	Gasmessgeräte für Permanentgase	Kontrolle mit Kalibriergas	jährlich
42	Referenz	Metalldetektoren	Funktionsprüfung	nutzungstäglich
43	Referenz	Redoxmessgeräte	Kontrolle innerhalb des Bereiches mit Redox-Puffer	nutzungstäglich

4 Mitgeltende Unterlagen

71 SD 0 005 Merkblatt zur messtechnischen Rückführung im Rahmen von Akkreditierungsverfahren

71 SD 0 006 Rückführung von Mess- und Prüfmitteln auf nationale Normale