



DAR-4-EM-03

Leitfaden zur Rückführung im Prüfwesen

(Anm: Grundlegende inhaltliche und sprachliche Überarbeitung sowie Einarbeitung des Dokumentes DAR-4-EM-02 [ehemals DAR-EM10] unter Berücksichtigung der DIN EN ISO/IEC 17025:2005 und ILAC P10:2002; Anpassung des Titels)

1 Ziel dieses Leitfadens

Der hier vorliegende Leitfaden dient der Verständigung zwischen den Laboratorien und Akkreditierungsstellen hinsichtlich der Interpretation der Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025:2005, Abschnitt 5.6 nach messtechnischer Rückführung im Prüfwesen. Der Leitfaden steht in Übereinstimmung mit dem ILAC-Dokument "ILAC Policy on Traceability of Measurement Results" (ILAC P10:2002) und gibt weiterführende Erläuterungen.

Um Methoden/Instrumente der messtechnischen Rückführung verständlicher darzulegen, die über die messtechnische Rückführung auf SI-Einheiten hinausgehen, wurde eine Tabelle erarbeitet, die die Vorgehensweise in diesen Fällen beispielhaft darstellt. In der Tabelle sind ausschließlich solche Verfahren aufgelistet, die z.Z. in Deutschland gängige Praxis sind und im Sinne der Norm als anerkannt gelten können.

2 Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025:2005

Die Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025:2005 bzgl. der Rückführung von Kalibrierungen und Prüfungen sind in Abschnitt 5.6 dargelegt. Der Abschnitt ist in der deutschen Übersetzung mit "Messtechnische Rückführung" (Originalüberschrift: "Measurement traceability") überschrieben. Der Abschnitt behandelt aber nicht nur die im strengen Sinn messtechnische Rückführung auf SI-Einheiten, sondern auch andere Möglichkeiten wie z.B. die Verwendung von Referenzmaterialien oder Naturkonstanten oder auf Konvention beruhende Verfahren.

Allgemein gilt nach Abschnitt 5.6.1 der Norm:

Alle Einrichtungen, die für Prüfungen, Messungen und/oder Kalibrierungen verwendet werden, einschließlich Einrichtungen für Hilfsmessungen (z. B. für Umgebungsbedingungen), die einen signifikanten Einfluss auf die Genauigkeit und Gültigkeit des Ergebnisses der Prüfung, Messung oder Kalibrierung haben können, müssen vor ihrer Inbetriebnahme kalibriert (und damit rückgeführt) werden. Dabei muss die messtechnische Rückführung durch die Nutzung von externen Kalibrierdiensten oder durch entsprechende Kalibrierung in eigener Verantwortung sichergestellt werden. Wenn dafür externe Kalibrierdienste in Anspruch genommen werden, muss die messtechnische Rückführung durch die Nutzung solcher Kalibrierdienste sichergestellt sein, die Kompetenz, Messfähigkeit und Rückführung nachweisen können (zusammenfassend auch als "kompetentes Laboratorium" bezeichnet). Ausgestellte Kalibrier- oder Prüfscheine müssen den Forderungen der Norm in den Abschnitten 5.10.2 und 5.10.4 genügen.

3 Instrumente der Rückführung im Prüfwesen

Kompetenznachweis:

Kompetenz, Messfähigkeit und Rückführung eines Laboratoriums, welches Kalibrierungen kompetent ausführen kann, werden in der Regel durch eine Akkreditierung nach DIN EN ISO/IEC 17025:2005 nachgewiesen. Die Akkreditierung ist ohne weitere Begutachtung anzuerkennen, wenn die Akkreditierstelle Unterzeichner des Multilateralen Abkommens der ILAC bzw. EA ist.

International anerkannte metrologische Staatsinstitute wie z.B. die PTB gelten ohne besonderen Nachweis als kompetent im Sinne der Norm.

Anderweitige Nachweise bzgl. Kompetenz, Messfähigkeit und Rückführung werden nur dann anerkannt, wenn sie als ausreichend und äquivalent zu den Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025:2005 beurteilt werden. Die Anerkennung ist nachvollziehbar im Begutachtungsbericht zu begründen.

Bei unvollständigem, nicht eindeutigem oder fehlendem Nachweis muss sich der Begutachter durch eine vollständige oder teilweise Begutachtung des Laboratoriums, welches die Kalibrierung vorgenommen hat, von der Kompetenz, Messfähigkeit und Rückführung überzeugen. Im Hinblick auf den Umfang der Begutachtung besteht kein Unterschied zwischen einem firmeninternen und einem externen Laboratorium. Falls (z.B. für verschiedenartige Messgrößen) Kalibrierscheine unterschiedlicher Laboratorien vorliegen, müssen alle in die Begutachtung einbezogen werden. Der Begutachter muss über eine ausreichende Fachkenntnis verfügen, die Kalibrierung kompetent zu begutachten. Ggf. ist ein weiterer Fachbegutachter hinzuzuziehen. Das begutachtete Laboratorium, welches die Kalibrierung vorgenommen hat, erhält keine formale Kompetenzbestätigung im Sinne der DIN EN ISO/IEC 17025:2005.

Festlegung von Messunsicherheiten und Rekalibrierfristen:

Es liegt in der alleinigen Verantwortung des Betreibers des Prüflaboratoriums festzulegen, welche Messunsicherheit bei der Kalibrierung der einzelnen Mess- und Prüfeinrichtungen nicht überschritten werden darf und wann eine erneute Kalibrierung notwendig ist. Dies gilt ebenso für bei der Kalibrierung verwendete Bezugsnormale. Dabei ist zu berücksichtigen:

- Anforderungen aus den Prüfspezifikationen (z.B. Normen)
- bauart- und verfahrensbedingte Stabilität sowie Robustheit
- die kleinste erreichbare Messunsicherheit
- die Häufigkeit des Gebrauchs und der Einsatzbelastung
- Wartungsvorschriften und -maßnahmen
- Umgebungsbedingungen im Labor oder vor Ort
- Verfügbarkeit von mehr als einem Bezugsnormal der gleichen Art, so dass interne Vergleichsmessungen und gegenseitige Überprüfungen möglich sind.

Alle Festlegungen müssen vom Begutachter überprüft werden, ob sie sinnvoll sind und eingehalten wurden.

3.1 Messtechnische Rückführung auf SI-Einheiten

Danach können die entsprechenden Forderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 als erfüllt gelten, wenn

- 3.1.1 die verwendeten Mess- und Prüfeinrichtungen durch Nutzung der Kalibrierdienste eines kompetenten Laboratoriums außerhalb oder innerhalb des Prüflaboratoriums auf SI-Einheiten rückgeführt sind (z.B. dokumentiert durch den Kalibrierschein eines akkreditierten Laboratoriums oder anerkannten metrologischen Staatsinstituts);
- 3.1.2 Eich- oder Prüfscheine deutscher Eichbehörden vorliegen, sofern sie den Forderungen der Norm in den Abschnitten 5.10.2 und 5.10.4 genügen und auf Grundlage der „Richtlinie für die Erstellung von Bescheinigungen“ vom 28.12.2000 ausgefertigt worden sind. Feststellungen zur Einhaltung von Fehlergrenzen ohne Angabe der Messunsicherheit werden als ausreichend angesehen, sofern die maximal zulässige Abweichung für den beabsichtigten Zweck des Normals oder Messgerätes hinreichend klein ist;
- 3.1.3 ein Kalibrier- oder Prüfschein vom Hersteller der Mess- oder Prüfeinrichtung vorliegt, welcher die Kalibrierung und die Rückführung auf SI-Einheiten mittels dokumentiert rückgeführter Bezugsnormale im Sinne des Punktes 3.1.5 und unter Nutzung allgemein anerkannter Verfahren darlegt bzw. die Kalibrierung und die Rückführung auf SI-Einheiten durch ein kompetentes Kalibrierlaboratorium darlegt;
- 3.1.4 auf SI-Einheiten rückgeführte Messwerte einer Größe mit einer hinreichend kleinen Unsicherheit direkt empfangen oder bei einer kompetenten Stelle erfragt werden können;
- 3.1.5 die Kalibrierung im Prüflaboratorium mittels allgemein anerkannter und festgelegter Verfahren erfolgt und dafür geeignete Bezugsnormale, die durch ein kompetentes Kalibrierlaboratorium außerhalb oder innerhalb des Prüflaboratoriums rückführbar kalibriert wurden, zur Verfügung stehen;
- 3.1.6 die Kalibrierung im Prüflaboratorium mittels allgemein anerkannter und ausreichend validierter Verfahren erfolgt, die auf einem direkten Zusammenhang zwischen der Messgröße und Naturkonstanten beruhen;
- 3.1.7 die Kalibrierung im Prüflaboratorium mittels allgemein anerkannter und ausreichend charakterisierter Verfahren erfolgt, die auf einem direkten Zusammenhang zwischen der Messgröße und anderen rückgeführten Messgrößen beruhen. Diese Verfahren sind zu validieren.

Grundsätzlich ohne weitere Begutachtung werden Dokumente gemäß der Abschnitte 3.1.1 und 3.1.2 anerkannt, sofern keine begründeten Zweifel an ihrer Richtigkeit bestehen.

3.2 Verwendung von Referenzmaterialien (RM)

Der Einsatz von Referenzmaterialien (inkl. Referenzobjekten) zur Rückführung von Prüfergebnissen ist am bekanntesten in der chemischen Prüfung, doch wird dieses Verfahren auch in vielen anderen Bereichen angewendet. Im Gebrauch sind:

- 3.2.1 Zertifizierte Referenzmaterialien (ZRM)
- 3.2.2 Referenzmaterialien (RM), die in einem Referenzlabor bzw. mit Referenzverfahren oder im Ringversuch charakterisiert wurden
- 3.2.3 Referenzmaterialien (RM) mit Herstellerangaben
- 3.2.4 Interne Referenzmaterialien (RM), die durch eine Norm definiert sind
- 3.2.5 Interne Referenzmaterialien, die nach einer definierten Vorschrift selbst hergestellt wurden.

Man beachte die unterschiedliche Wertigkeit der genannten Referenzmaterialien. Referenzmaterialien müssen, wenn möglich, auf SI-Einheiten oder auf zertifizierte Referenzmaterialien rückführbar sein (DIN EN ISO/IEC 17025 Abschnitt 5.6.3.2).

Eine einheitliche Bewertung und einheitliche Anwendungsempfehlungen von Referenzmaterialien werden international angestrebt. Ein entsprechender Leitfaden wird sowohl national als auch international z.Z. vorbereitet [1]. Eine eingehende Behandlung dieser Fragen ist deswegen hier nicht angebracht, und es werden nur in der nachfolgenden Tabelle einige Beispiele für die Verwendung von Referenzmaterialien angegeben.

3.3 Verwendung von Konventionen

Da die Rückführung von Prüfergebnissen kein Selbstzweck sein sollte, sondern der Vergleichbarkeit der Ergebnisse im Interesse eines fairen Wettbewerbs dient, sind zusätzlich Vergleichsversuche und Konventionsverfahren etablierte Methoden, wenn eine messtechnische Rückführung und eine Rückführung über Referenzmaterialien nicht möglich sind.

3.3.1 Vergleichsprüfungen mit anderen Prüflaboratorien (Ringversuche)

Die Prüfergebnisse eines Prüflabors können bzgl. ihrer Genauigkeit oder Korrelation mit denen aus anderen gleichartigen Prüflaboratorien direkt überprüft und verglichen werden [2]. Somit wird ein angemessenes und realitätsnahes Bild über die Richtigkeit und Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse der beteiligten Prüflaboratorien gewonnen.

Im Rahmen eines europäischen Projekts wurde unter Leitung der BAM ein Ringversuchs-Informationssystem aufgebaut, das im Internet kostenlos zur Verfügung steht [<http://www.eptis.bam.de>].

3.3.2 Vergleichsversuche mit Referenzlaboratorien

Für ausgewählte Prüfverfahren kann ein Labor per Konvention bzw. Festlegung dazu bestimmt werden, dass sich andere Prüflaboratorien auf dessen Prüfergebnisse aus den betreffenden Prüfverfahren beziehen. Die Rückführung ist in solchen Fällen gewährleistet, wenn alle betroffenen Prüflaboratorien ihre Prüfergebnisse **nachweislich** mit denen des Referenzlabors korrelieren.

Die **Ernennung zum Referenzlabor** kann

- auf einer gesetzlichen Grundlage (z.B. BAM als Referenzlabor für Explosivstoffe im Rahmen des Sprengstoffgesetzes)

oder

- auf einer privaten Vereinbarung (z.B. in Normen oder von Gütegemeinschaften festgelegte Laboratorien)

beruhen.

- Ein Labor kann auch von sich aus Dienste als Referenzlabor anbieten, wenn es eine nach dem Stand der Technik relativ kleine **nachweisbare** quantitative Messunsicherheit im betreffenden Prüfverfahren deklariert.

Die Referenzlaboratorien haben außerdem eine wesentliche Rolle bei der Charakterisierung von Referenzmaterialien im Prüf- und Kalibrierwesen, die zur Rückführung von Prüf- und Messergebnissen dienen.

3.3.3 Konventionsverfahren

Diese Methoden beruhen auf lang erprobten und bewährten Erfahrungen, die zu festgelegten und schriftlich niedergelegten Prüfvorschriften führten. In diesen Prüfvorschriften wird jeder einzelne Schritt der Vorgehensweise bei der Durchführung der Prüfung und der Auswertung der daraus entstandenen Prüfergebnisse angegeben. Häufig werden Konventionsverfahren auch verwendet, um nur eine relative Aussage bzw. eine Klassifizierung der Reproduzierbarkeit des Prüfergebnisses zu erhalten. Die Klassifizierung kann erfolgen

3.3.3.1 durch Benutzung veröffentlichter Referenzobjekte

oder

3.3.3.2 durch Benutzung vorgegebener Prüfvorschriften, die aufgrund der Erfahrung entstanden sind.

Anmerkungen:

1. Durch die Nummerierung der einzelnen Methoden für die Verwendung von Referenzmaterial ist, wie bei der Kalibrierung, eine leichtere Zuordnung der Instrumente zu den Verfahren möglich. Konsequenterweise ist dann auch eine weitergehende Unterteilung der beiden letztgenannten Kategorien von Konventionsverfahren sinnvoll.
2. Die Wiederholung von Prüfungen, am selben Prüfobjekt oder unter sonstigen definierten Bedingungen kann eine relative Aussage zur Konstanz des Prüfverfahrens erlauben und daher ein Verfahren zur Rückführung darstellen.

3. Anhand dieser Prüfvorschriften wird eine, gemessen an den Anforderungen, ausreichende Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse gesichert.

4 Beispiele als Orientierungshilfe

In der Anlage liegt eine Tabelle vor, die grundsätzliche Vorgehensweisen bei der Rückführung im Prüfwesen nach den o.g. Punkten 3.1-3.3 strukturiert.

Sie beansprucht keine Vollständigkeit, sondern zeigt als Orientierungshilfe beispielhaft, mit welchen Verfahren, die die Erfahrung in der Materialprüfung in Deutschland widerspiegeln, den Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025:2005 genügt werden kann.

Die Beispiele nennen teilweise sehr einfache Methoden, die mit größeren Mess- bzw. Messunsicherheiten verknüpft sind. In jedem Fall ist eine Beschreibung der Vorgehensweise erforderlich.

Literatur

- [1] in der EAL-EUROLAB-EURACHEM-Task Force "Selection and Use of Reference Materials" und in der gemeinsamen Arbeitsgruppe DEE-RM "Referenzmaterialien"
- [2] "Einsatz von Eignungsprüfungen als Instrument zur Akkreditierung im Prüfwesen" DAR-3-EM-12
- [3] <http://www.eptis.bam.de>
- [4] „Richtlinie für die Erstellung von Bescheinigungen“ vom 28.12.2000, von den deutschen Eichbehörden in Kraft gesetzt
- [5] DIN EN ISO/IEC 17025:2005 „Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien“
- [6] ILAC P10:2002 "ILAC Policy on Traceability of Measurement results"

DAR-4-EM-03 Leitfaden zur Rückführung im Prüfwesen

Instrument der Rückführung	Größe	Messobjekt oder -verfahren	Bezugsnormal	Verwendete technische Spezifikationen oder Vorgehensweisen
Nr. 3.1.1 Nr. 3.1.2	Dichte	Biegeschwinger-Dichtemessgeräte	Normalproben der Dichte	DIN EN ISO 15212-1:1999
	Masse	Waagen	Normalproben der Masse	DIN EN 45501:1994; OIML R 76-1; Herstelleranweisungen; Merkblätter
	Spannung, Frequenz	Oszilloskope, Frequenzzähler	Spannungs- und Frequenznormale	DKD-R-1-2:1994; Technische Spezifikationen des Geräteherstellers; allgemein zugängliche technische Informationen VDI/VDE/DGQ/DKD 2622 Blatt 1:2001, 4:1998 und 7:2004
Nr. 3.1.3	Stoffmenge	Messgeräte, für die Eichpflicht besteht, z.B. Abgasmessgeräte	-	Eichvorschriften und -anweisungen; PTB-Prüfregeln
Nr. 3.1.4	Zeit	Stoppuhren	Normal der Zeit	Abfrage öffentlich zugänglicher Zeitzeichen
	Druck	Luftdruckmessgeräte	Drucknormal	Abfrage bei meteorologischem Institut
Nr. 3.1.5	Spannung, Strom	Strom- und Spannungswandler	Normalstrom- und Normalspannungswandler	PTB-Prüfregel Bd. 12 PTB-EO-20-2
	Länge	Endmaßprüfgeräte	Endmaße	DKD-R-4-1 (2004)
	Kraft, Länge	Werkstoffprüfmaschinen	Kraftmessdosen; Längenänderungsmesseinrichtungen	DIN EN ISO 7500-1:2004; ersetzt durch DIN 51302-2:2000
Nr. 3.1.6	Volumen	Volumenmessgeräte	Flüssigkeiten bekannter Dichte, z.B. Wasser	ISO 4787:1984
	Dichte	Dichtemessgeräte für Flüssigkeiten und Gase	Reinstflüssigkeiten und Gase bekannter Dichte, z.B. Sauerstoff, n-Nonan	DIN EN ISO 15212-1:1999; Hausverfahren
	Temperatur	Temperaturmessgeräte	Charakteristische Umwandlungstemperaturen von Stoffen, z.B. Schmelzpunkt von Gold, Curietemperatur von Nickel	DIN 51730:1998, DIN 51006:2005
	Länge	Spektrometer zur Spektralanalyse	Kommerzielle Spektrallampen mit bekannten Linienlagen (z.B. Hg-Cd); Filter mit definierter Extinktion	Kalibrierung der Anzeige (i.d.R. Extinktion) des Spektrometers anhand charakteristischer Wellenlängen der Spektrallampen
	Länge	Längenmesstaster für Wegmessung	Laser-Interferometer	hausintern festgelegte Kalibrieranweisung der BAM: StAA-S. 11-1
Nr. 3.1.7	Kraft, Zeit	Messgeräte zur Ermittlung der Schlagwirkung	Kraftaufnehmer, Normal der Zeit	DIN EN 10045-2:1993
	Kraft, Länge	Maschinen	Drehmomentaufnehmer	DIN 51309:2005

Art des Referenzmaterials als Instrument der Rückführung	Geprüfte Eigenschaft	Prüfobjekt oder -verfahren, das rückgeführt wird	Verwendetes Referenzmaterial	Verwendete technische Spezifikation oder Vorgehensweise
Nr. 3.2.1	Härte	Härteprüfung metallischer Werkstoffe	Härtevergleichsplatte	DIN EN ISO 6508-2:1999
	Farbe	Weißstandard für Farbmessung und Photometrie	Normale zur Prüfung der spektralen Reflexion	DIN 5033-9:2005
	Retroflexion	Retroflektierende Materialien für die Verkehrssicherheit	Normale für Oberflächeneigenschaften	DIN 67520-1:1994
	Chemische Zusammensetzung	Analyse von Stahl- und Eisenwerkstoffen	EURONORM-ZRM; z.B. EZRM 020-2; unlegierter Stahl	Handbücher der Stahl- und Eisenindustrie
	Bakteriengehalt	Nachweis bestimmter Bakterien in Lebensmitteln	Zertifizierte, mit Bakterien beimpfte Proben	Hausverfahren
Nr. 3.2.2	Fläche	Spezifische Oberfläche von Feststoffen mit Stickstoffadsorption	Stoffe mit konstanter Oberfläche, z.B. Aktivkohle, Graphit	DIN 66132-2:1989
	Mineralogische Zusammensetzung	Röntgendiffraktometrie	Stoffe mit bekannter mineralogischer Zusammensetzung	Hausverfahren
Nr. 3.2.3	Fläche	Spezifische Oberfläche von Feststoffen nach Blaine	Oberflächenstandards	DIN 66126:1989
	Stoffliche Zusammensetzung	Gas- und Flüssigkeitschromatographie	Käufliche Referenzgase und -flüssigkeiten	sehr unterschiedlich, nicht genormt
Nr. 3.2.4	Dichte, Volumen	Dichte- und Volumenbestimmung	Reine Stoffe aus eigener Herstellung, z.B. Reinstwasser aus Bidestillation	ISO 4787:1984; DIN EN ISO 15212-1:1999; Hausverfahren
	Chemische Zusammensetzung	Röntgenfluoreszenz-Analyse	Nach Rezept hergestellte Proben aus definierten Komponenten	DIN 51001:2003

Art der Konventionsverfahren als Instrument der Rückführung	Geprüfte Eigenschaft	Prüfverfahren, das rückgeführt wird	Vorgehensweise	Verwendete Referenzen oder Prüfvorschriften
Nr. 3.3.1	-	siehe Referenz [2]	siehe Referenz [2]	siehe Referenz [2]
	Stoffliche Zusammensetzung	Deutsche Einheitsverfahren (DEV) zur Untersuchung von Wasser	Ringversuche, organisiert durch DIN/NAWI WA	DIN-Normen (DEV)
Nr. 3.3.2	Festigkeit	Druckfestigkeit von Zement	Nutzung von CEN-Normsand	DIN EN 196-1:2005
	-	Medizinisch-klinische Parameter	Ringversuche, organisiert durch Instand e.V. im Rahmen der RiLi-Bäk	DIN-Normen und andere
Nr. 3.3.3.1	Stoffliche Zusammensetzung	Vergleichsprüfung von Stoffsystemen	Vergleich der Prüfergebnisse mit Tabellenwerten mit angegebenen Genauigkeiten	ZTV-ING (2003)
	-	Zerstörungsfreie Prüfung mit Röntgen- und Gammastrahlen	Vergleich der Erkennbarkeit des Referenzobjektes mit vorgegebenen Werten	Reihe DIN EN 462
	Stoffliche Zusammensetzung	NIR-Spektroskopie	Vergleich mit Referenzspektren	Spektrendatenbanken
Nr. 3.3.3.2	Sprengwirkung	Untersuchung von explosionsgefährlichen Stoffen	Vergleich des Zustands nach Explosion des untersuchten Objekts mit der Beschreibung in der Prüfvorschrift	Sprenghülsenverfahren nach dem Sprengstoffgesetz Anlage I
	Keimbelastung	Keimbelastungstest durch Beimpfung eines Produktes (z.B. Lebensmittel, Kosmetika) unter Verwendung von standardisierten Keimstämmen	Ja/nein-Ergebnis über erfolgtes Wachstum nach vorgegebenen Zeitabständen	DAB Anlage IX
	Brandverhalten	Prüfung des Brandverhaltens	Erhitzen eines Gegenstandes bzw. eines Materials im Rahmen einer Bauartprüfung	DIN EN 12101-3:2002; DIN V ENV 1187:2002