

Beamex

Calibration White Paper

www.beamex.com
info@beamex.com



Rückführbare
und effiziente
Kalibrierung in der
Prozessindustrie

Rückführbare und effiziente Kalibrierung in der Prozessindustrie

1. Einleitung

Moderne Prozessanlagen, Produktionsprozesse und Qualitätssicherung stellen heutzutage neue und strenge Anforderungen an die Prozesskontrolle und somit an die Messgenauigkeit von Prozessinstrumenten.

Qualitätssysteme wie ISO9000 und ISO14000 aber auch cGMP zur Sicherung von Qualitätsstandards etwa, benötigen systematische und gut dokumentierte Kalibrierungen hinsichtlich Messgenauigkeit, Wiederholbarkeit, Messunsicherheit, Aussagewahrscheinlichkeit etc.

Das bedeutet jedoch nicht, dass der Instrumententechniker oder Anlagenführer zwangsläufig Kalibrierexperte sein muss. Dennoch wird diesem Thema sicherlich eine zunehmende Bedeutung zugemessen. Glücklicherweise erleichtern die modernen Kalibriertechniken und Kalibriersysteme die Erfüllung der bestehenden Anforderungen an

.....

Moderne Kalibriertechniken und Kalibriersysteme vereinfachen die Erfüllung bestehender Anforderungen, an Instrumentenkalibrierung und Instandhaltung, auch in produktiver Hinsicht.

.....

Instrumentenkalibrierung und Instandhaltung auch in produktiver Hinsicht.

Um aber den Internationalen Qualitätssystemen zu entsprechen, ist zumindest ein gewisses Verständnis für die Techniken, Terminologien und Methoden der Kalibrierung eine zwingende Voraussetzung.

2. Was ist Kalibrierung und warum ist sie notwendig

Kurz gesagt, ist Kalibrierung ein Vorgang, bei dem ein zu prüfendes Instrument mit einem bekannten Referenzwert – z.B. dem Kalibrator – verglichen wird. Die Schlüsselwörter hierbei sind “bekannter Referenzwert”, was bedeutet, dass der Kalibrator, als sog. Referenz, ein gültiges rückführbares

Kalibrierzertifikat besitzen sollte.

Um die Frage warum kalibriert wird, beantworten zu können, müssen wir zunächst festlegen, was eine Messung ist und warum diese notwendig ist.

WAS IST EINE MESSUNG?

Im Bereich technischer Standards wurde der Begriff Messung folgendermaßen definiert:

“Eine Reihe experimenteller Vorgänge zum Zweck der Festlegung eines Größenwerts.”

Aber was ist ein Größenwert? Angelehnt an die Standards ist ein echter Größenwert:

“Der Wert, der eine Größe präzise unter den Bedingungen beschreibt, die im Moment der Beobachtung des Werts, vorherrschen. Anmerkung: Ein echter Größenwert ist ein Idealzustand und ist grundsätzlich nicht bekannt.”

Daraus abgeleitet zeigen alle instrumentenanzeigen falsche Werte!

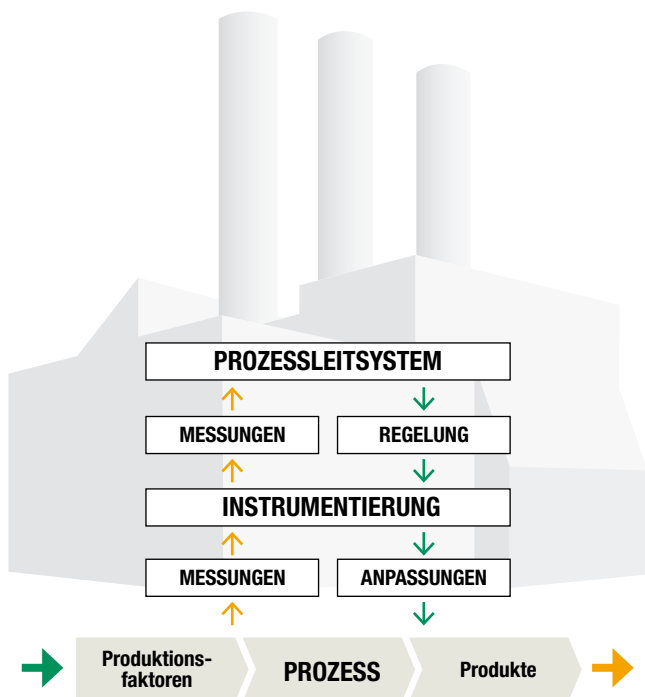


3. Warum messen?

Prozessanlagen verfolgen den Zweck Rohmaterialien, Energie, Arbeitskraft und Kapital in bestmöglicher Art und Weise in ein Produkt zu transformieren. Diese Transformation beinhaltet einen stetigen Verbesserungsprozess, der einen Vorteil gegenüber der Konkurrenz bringt. In der Praxis wird diese Optimierung durch Prozessautomatisierung erreicht. Und unabhängig davon, wie fortschrittlich das Automatisierungssystem ist, steht die damit einhergehende Kontrolle immer in direkter Abhängigkeit von der Qualität der Messungen im Prozess.

Der Zweck von Prozessanlagen liegt in der bestmöglichen Umwandlung von Rohmaterialien, Energie, Arbeitskraft und Kapital in Produkte.

ALLES BASIERT AUF MESSUNGEN



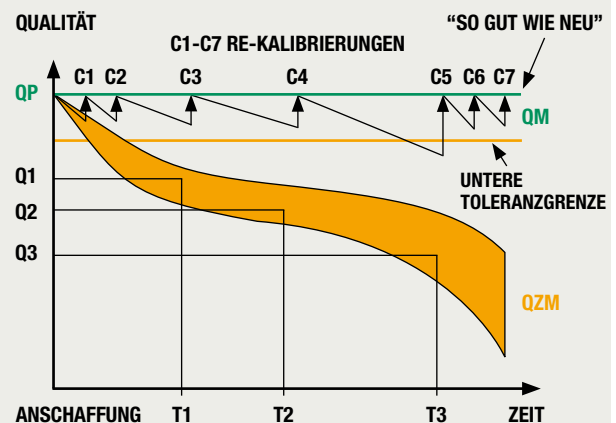
4. Warum kalibrieren?

Der wichtigste Grund für eine Kalibrierung basiert auf der Tatsache, dass es selbst den besten Messinstrumenten an absoluter Messbeständigkeit mangelt, d.h. sie driften und verlieren so die Fähigkeit präzise Messergebnisse zu liefern. Diese Abweichung (Drift) macht eine Rekalibrierung notwendig.

Umwelteinflüsse, Einsatzzeit und Einsatzart können Auswirkung auf die Messbeständigkeit eines Instruments haben. Selbst gleiche Instrumente desselben Herstellers aus derselben Baureihe können unterschiedliche Ergebnisse liefern. Ein Instrument kann Ergebnisse mit hoher Messbeständigkeit anzeigen, während das andere abweichende Ergebnisse liefert. Weitere gute Gründe zur Kalibrierung sind:

- Die Glaubwürdigkeit von Messungen aufrecht zu erhalten
- Die Qualität von Prozessinstrumenten auf einem neuwertigen Level zu halten
- Sicherheits- und Umweltauflagen
- ISO9000 und andere Qualitätssysteme sowie Bestimmungen

QUALITÄTSSICHERUNG



QP – QUALITÄT BEI ANSCHAFUNG

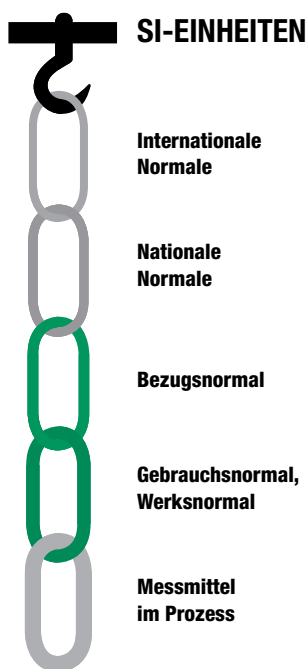
QZM – QUALITÄT OHNE SICHERUNGSMASSNAHMEN

QM – QUALITÄT MIT SICHERUNGSMASSNAHMEN

ISO9000 und ISO14000 können die Durchführung regelmäßiger und systematischer Kalibrierungen unterstützen, was zu einheitlicher Qualität und einer Minimierung von negativen Einflüssen auf die Umwelt führt.

5. Rückführbarkeit

Kalibrierungen müssen nachvollziehbar also rückführbar sein. Die Rückführbarkeit ist die Bekanntgabe darüber, mit welchem nationalen Standard ein bestimmtes Instrument letztlich verglichen wurde.



6. Regulierungsanforderungen für Kalibrierung

6.1 ISO9001: 2000

Die Organisation bestimmt sowohl die Beobachtung und die Messungen, die durchgeführt werden sollen, wie auch die Messinstrumente, die benötigt werden, um eine den festgelegten Standards entsprechende Produktkonformität nachweisen zu können.

Die Organisation etabliert die Prozesse zur Sicherstellung

der Durchführung von Messungen und Beobachtungen. Dabei müssen diese so durchgeführt werden, dass sie den Anforderungen für Messungen und Beobachtungen entsprechen.

Bei der Notwendigkeit nach validen Ergebnissen wird die Messausrüstung

- a) auf Basis national oder international nachvollziehbarer Messstandards nach festgelegten Intervallen kalibriert oder geprüft. Sollten diese Standards nicht existieren, wird die Basis der Kalibrierung oder Prüfung festgehalten;
- b) je nach Bedarf kalibriert und ggf. justiert;
- c) für die Festlegung des Kalibrierungsstatus bestimmt;
- d) gegen Justierungen abgesichert, die einen Einfluss auf die Messresultate haben;
- e) vor Schaden durch Handhabung, Bereitstellung und Lagerung geschützt.

Zusätzlich prüft und dokumentiert die Organisation die Werthaltigkeit der vorangegangenen Messungen, falls sich herausstellt, dass die Messausrüstung nicht mehr den Anforderungen entspricht. Die Organisation ergreift daraufhin alle notwendigen Maßnahmen in Bezug auf Ausrüstung und beeinflusste Produkte. Die Dokumentationen der Kalibrier- und Prüfergebnisse werden anschließend bereitgestellt.

Der Einsatz von Computersoftware zur Durchführung bestimmter Anwendungen ist erlaubt, wenn sie der Beobachtung und Messung innerhalb spezifizierter Anforderungen dient. Dies geschieht bereits vor der erstmaligen Anwendungen und wird bei Bedarf bestätigt.

Anmerkung: Siehe ISO 10012 für weitere Informationen.

6.2 PHARMAZIE (FDA, US Bundesbehörde zur Überwachung von Nahrungs- und Arzneimitteln)

Jedes pharmazeutische Unternehmen, das Produkte in den USA verkauft, muss den Bestimmungen der FDA entsprechen; unabhängig vom Herstellungsort.

- Kalibrieraufzeichnungen müssen bereitgestellt werden.
- Kalibrierungen müssen gemäß festgelegten und freigegebenen Prozeduren erfolgen.

- Jedes Instrument ist mit einem Master Vergangenheitsbericht ausgestattet.
- Alle Instrumente haben eine eindeutige ID; alle Produkte, Prozesse und Sicherheitsinstrumente werden damit physisch gekennzeichnet.
- Für jedes Instrument ist ein Kalibrierintervall und eine maximale Fehlergrenze zu definieren.
- Standards sollten auf nationale und internationale Standards rückführbar sein.
- Standards müssen präziser sein als die erforderliche Messgenauigkeit der Messinstrumente die kalibriert werden.
- Alle im Gebrauch befindlichen Instrumente müssen einsatzbereit sein.
- Es muss nachgewiesen werden, dass die in dem Kalibrierprozess eingebundenen Mitarbeiter geschult und kompetent sind.
- Die Dokumentation zum Change Management System muss vorliegen.
- Alle elektronischen Systeme müssen den FDA Regularien 21 CFR Teil 11 entsprechen.
- Alle obengenannten Angaben müssen gemäß folgender Bestimmungen implementiert sein:
 - 21 CFR Part 211 – "Current Good Manufacturing Practice for Finished Pharmaceuticals"
 - 21 CFR Part 11 – "Electronic Records; Electronic Signatures"

Softwaresysteme benötigen Funktionen, wie elektronische Unterschriften, Audit Trail, Benutzermanagement und Sicherheitssysteme, um den Bestimmungen zu entsprechen.

In einem solchen System ist die elektronische Signatur der handschriftlichen gleichgesetzt. Der Benutzer muss sich dabei über die Verantwortung im Gebrauch seiner elektronischen Signatur bewusst sein. Die Protokolle werden im Bezug auf das Change Management benötigt. Die Protokollierung muss dabei sämtliche Modifikationen, die

ein Hinzufügen, Verändern oder Löschen von Datensätzen zur Folge haben, dokumentieren.

7. DEFINITION MESSTECHNISCHER TERMINOLOGIE

Im Folgenden werden einige messtechnische Terminologien in Verbindung mit dem Begriff der Kalibrierung beschrieben. Die meisten dieser Begriffe werden auch in den Spezifikationsblättern von Prozesskalibratoren verwendet. Beachten Sie, dass die angeführten Definitionen vereinfacht wurden.

Kalibrierung

Ein unbekanntes Messsignal wird mit einem bekannten Referenzsignal verglichen.

Validierung

Die Validierung von Messverfahren und Prüfmethoden (Prozeduren) ist notwendig, um die Eignung einer gewählten Prozedur für die jeweilige Anwendung sicher zu stellen.

Nichtlinearität

Nichtlinearität ist die maximale Abweichung des Messumformerausgangs von einer definierten geraden Linie. Die Nichtlinearität wird durch Festpunkteinstellung oder Ausgleichsgerade spezifiziert.

Auflösung

Auflösung ist das kleinste Intervall zwischen zwei Messwerten.

Empfindlichkeit

Empfindlichkeit ist die kleinste Veränderung im Messeingang, die am Ausgang wahrgenommen werden kann. Um die Empfindlichkeit zu erkennen ist eine entsprechend hohe Auflösung notwendig.

Hysterese

Die Abweichung der Anzeige bei steigendem und fallendem Messwert, an irgendeinem Punkt im Messbereich des Instruments.

Wiederholbarkeit

Wiederholbarkeit ist die Fähigkeit eines Instruments dieselbe Anzeige, bei sich wiederholender Einstellung des Messwertes, über eine Zeitperiode hinweg darzustellen. Wiederholbarkeit wird oftmals auch als Standardabweichung beschrieben.

Temperaturkoeffizient

Die Änderung in der Messgenauigkeit, z.B. eines Prozesskalibrators durch eine Änderung in der Umgebungstemperatur. Der Temperaturkoeffizient wird üblicherweise mit % EW/°C oder % MW/°C beschrieben. (EW = Endwert; MW = Messwert)

Stabilität

Wird oft auch als Messgerätedrift bezeichnet. Die Stabilität drückt die Veränderung im kalibrierten Ausgang eines Instruments über einen bestimmten Zeitraum in Prozent aus. Üblicherweise beläuft sich der Zeitraum auf 90 Tage bis 12 Monate unter normalen Arbeitsbedingungen.

Messgenauigkeit

Im Allgemeinen legen Messgenauigkeitskennzahlen die Nähe eines Messwerts zu einem bekannten Referenzwert dar. Die Messgenauigkeit des Referenzwerts selber ist in diesen Kennzahlen meist nicht enthalten. Deshalb muss überprüft werden, ob weitere Fehlerquellen wie Nichtlinearität, Hysterese, Temperatureffekte etc. ebenfalls in den bereitgestellten Messgenauigkeitskennzahlen berücksichtigt wurden.

Messgenauigkeit wird ausgedrückt in % EW (Endwert) oder % MW (Messwert).

Die Differenz zwischen diesen beiden Ausdrucksweisen ist groß.

Der einzige Weg Messgenauigkeit unterschiedlicher Darstellung zu vergleichen, ist durch die Ermittlung des Gesamtfehlers an einem bestimmten Zustand.

Messunsicherheit

Messunsicherheit ist eine Bewertung der Grenzbereiche, bei gegebenen Vertrauensbereich (oder Aussagewahrscheinlichkeit z.B. $k=2$), die einen wahren Wert enthält.

Die Messunsicherheit setzt sich aus "Typ A" und "Typ B" Bestandteilen zusammen. Typ A bezieht die statistische Analyse einer Messreihe ein. In diesem Fall wird die Messunsicherheit durch Typ A-Unsicherheiten bestimmt, z.B. die Auswirkungen der jeweiligen Bestandteile mit Messfehlern, die in Stärke und Wert unvorhersehbar schwanken können. Typ B hingegen bezieht sich auf systematische Fehler. Diese Fehler oder Effekte sind während der Messung konstant. Beispiele für systematische Effekte beinhalten Fehler in den Referenzwerten, des Messaufbaus, den Umgebungsbedingungen etc. Typ B-Unsicherheiten kommen zum Tragen, wenn die Unsicherheit einer einzelnen Messung ausgedrückt werden soll.

Allgemein sollte festgehalten werden, dass Fehler, die durch den Bediener verursacht werden nicht der Messunsicherheit anzurechnen sind. Beispiele für solche Fehler sind: Fehler bei der Dokumentation, Rechenfehler oder die Benutzung ungeeigneter Messtechnik.

Typ A Messunsicherheit

Die Typ A-Berechnungsmethode kann bei mehreren unterschiedlichen Messungen, die unter denselben Bedingungen durchgeführt wurden, angewandt werden. Mit einer hinreichenden Auflösung des Messbereichs kann ein erkennbarer Unterschied in den Messwerten dargestellt werden.

Hierbei wird die Standardabweichung, für eine Messreihe unter gleichbleibenden Bedingungen angewandt. Die Standardabweichung wird zur Messung der Streuung von Werten benutzt.

Typ B Messunsicherheit

Die Berechnung von Typ B Messunsicherheit verlangt die Nutzung anderer Hilfsmittel als die die Anwendung statistischer Analysen bei Messreihen.

Hierbei wird vielmehr die Bewertung anhand eines wissenschaftlichen Urteils, das sich auf alle verfügbaren Informationen hinsichtlich möglicher Variablen stützt, zu Grunde gelegt. Werte dieser Kategorie werden abgeleitet aus:

- Allgemeines oder Erfahrungswissen hinsichtlich Verhalten und Eigenschaften relevanter Materialien und Instrumente
- Umgebungstemperatur
- Feuchte
- Lokale Anziehungskraft
- Atmosphärischer Druck
- Messunsicherheit des Kalibriernormals
- Kalibrierprozeduren
- Angewandte Methoden zur Aufzeichnung der Kalibrierergebnisse
- Angewandte Methoden zur Aufbereitung der Kalibrierergebnisse

Die richtige Nutzung aller verfügbaren Informationen verlangt umfangreiches allgemeines und Erfahrungswissen im Bereich der Kalibrierung. Eine Fähigkeit, die über die Praxis und entsprechende Übung erlernt werden kann. Eine schlüssige Typ B-Bewertung einer Unsicherheit kann ebenso verlässlich sein wie die Berechnung einer Typ A-Messunsicherheit. Besonders in einer Messsituation, in der sich die Typ A-Berechnung lediglich auf eine vergleichsweise geringe Anzahl statistisch unabhängiger Messungen bezieht.

Erweiterte Messunsicherheit

Kalibrierlaboratorien, die durch Mitglieder der EA zertifiziert wurden, sind in der Lage eine erweiterte Messunsicherheit durch die Multiplikation mit einem Erweiterungsfaktor k zu bestimmen. Im Fall einer Gauß'schen Normalverteilung kann angenommen werden, dass der Standard- Erweiterungsfaktor mit $k = 2$ angewandt werden soll. Die erweiterte Messunsicherheit korrespondiert mit der Überdeckungswahrscheinlichkeit (oder Aussagewahrscheinlichkeit) von ca. 95%.

Für spezifische Messunsicherheit wird ein eindeutiges Statement zur Überdeckungswahrscheinlichkeit oder Aussagewahrscheinlichkeit verlangt. Normalerweise werden die folgenden Aussagewahrscheinlichkeiten benutzt:

1 s = 68 % 2 s = 95 % 3 s = 99 %

8. KALIBRIER-MANAGEMENT

Viele Unternehmen messen dem Kalibrier-Management keine ausreichende Bedeutung zu, obwohl es eine Anforderung, z.B. der ISO9001: 2001, ist. Das ERP-System gibt vor, wann eine Kalibrierung notwendig wird und erstellt einen Arbeitsauftrag. Ist der Job erledigt wird der Arbeitsauftrag geschlossen und das ERP-System registriert die Ausführung.

Unglücklicherweise werden die Geschehnisse zwischen Eröffnung und Schließung eines Arbeitsauftrags nur selten dokumentiert. Was dokumentiert wird, passiert üblicherweise in Form einer handschriftlichen Notiz, die anschließend archiviert wird. Soll das Kalibrierergebnis zu einem späteren Zeitpunkt überprüft werden, ist dies meist mit einem unverhältnismäßig großen Aufwand verbunden.

Die Auswahl professioneller Hilfsmittel zur Bereitstellung von Kalibrierergebnissen und Durchführung von Kalibrierungen kann eine Menge Zeit, Aufwand und Geld einsparen. Ein effizientes Kalibrier-Management-System besteht aus einer Kalibrier-Management-Software und dokumentierenden Prozesskalibratoren.

Moderne Kalibrier-Management-Software wird dabei zu einem Werkzeug, das sämtliche Kalibrierarbeiten auf allen Ebenen automatisiert und vor allem vereinfacht. Sie erstellt automatisch eine Liste von Instrumenten die in der nächsten Zeit kalibriert werden müssen. Wenn die Software über eine Schnittstelle zu einem ERP-System verfügt, kann dies auch direkt daraus erstellt werden. Das ERP-System überträgt dann die Arbeitsaufträge direkt in die Kalibrier-Management-Software.

Ein Techniker, der ein Instrument kalibrieren möchte, kann somit ganz einfach die Instrumentendaten aus der Kalibrier-Management-Software auf den dokumentierenden Kalibrator laden. Ohne Ausdruck! Start- und Endergebnisse werden im Kalibrator gespeichert ohne das etwas niedergeschrieben werden müsste.

Der Instrumentenmessbereich und die Fehlergrenzen werden über die Software definiert und auf den Kalibrator gespeichert. Dadurch ist der Kalibrator in der Lage zu identifizieren, ob die Kalibrierung bestanden oder fehlgeschlagen ist – unmittelbar nachdem der letzte Kalibrierpunkt aufgezeichnet wurde. Es gibt keinen Grund mehr für verzwickte manuelle Berechnungen.

All dies sorgt dafür, dass ein Großteil der zuvor aufgewendeten Zeit eingespart werden kann und der

Benutzer vor der Entstehung von Fehlern bewahrt wird. Der Anstieg der Arbeitsproduktivität erlaubt somit die Durchführung von deutlich mehr Kalibrierungen in derselben Zeit als zuvor. Abhängig von der Regelgröße die kalibriert wird und wie viele Kalibrierpunkte aufgezeichnet werden, ist die Anwendung von automatisierten Lösungen 5 bis 10 mal schneller als die manuelle Methode.

Während die Kalibrierergebnisse in die Datenbank geladen wurden ermittelt die Software automatisch den beutzten Kalibrator und die Rückverfolgbarkeit. Die Rückführbarkeit ist somit ohne Zutun des Anwenders gewährleistet.

In der Datenbank werden neben den Kalibrierergebnissen auch die Kalibrierhistorien aller Instrumente gespeichert; vorangegangene Ergebnisse sind also ohne Schwierigkeiten und Verzögerungen abrufbar. Wurde ein Instrument mehrere male kalibriert, so zeigt die Software darüber hinaus eine Trendentwicklung, die eine entscheidende Grundlage für die Anpassung der Kalibrierintervalle liefert.

Der gegenwärtige Trend tendiert zum papierlosen Büro. Wenn die Kalibrier-Management-Software die richtigen Werkzeuge bereithält, ist die Verwaltung der Kalibrierergebnisse per Computer ohne den Einsatz von Papier möglich. Werden Ausdrucke bevorzugt, ist die Bereitstellung von Papierdokumenten natürlich möglich. Sind alle Daten in der Kalibrierdatenbank hinterlegt, kann die Software natürlich auch Kalibrierbezogene Reports und Dokumente erzeugen.

Die heutigen dokumentierenden Kalibratoren sind in der Lage die verschiedensten Prozesssignale zu verarbeiten. So ist die Kalibrierung von Druck, Temperatur und elektrischen Signalen inklusive Frequenz und Puls mit einem einzigen Gerät keine Seltenheit. Zusätzlich zum konventionellen mA-Ausgangssignal, können moderne Kalibratoren auch die digitalen Ausgangssignalformen HART, Foundation Fieldbus und Profibus eines Transmitters verarbeiten und gleichzeitig dazu benutzt werden, "Smart"-Transmitter zu konfigurieren.

Die Implementierung eines modernen Kalibrier-Management-Systems unterstützt jeden, der im Bereich der Mess- und Regeltechnik beschäftigt ist. Beispielsweise kann ein Instandhaltungsmanager die Kalibrierplanung darüber steuern und hat eine Entscheidungshilfe hinsichtlich der Nachverfolgung und dem Management aller relevanten Aufgaben im Bereich Kalibrierung.

Im Fall eines Qualitätsaudits wird die Qualitätssicherung ein Kalibrier-Management als äußerst sinnvoll bewerten.

Die angefragten Kalibrierergebnisse können mit wenigen Mausklicks dirket auf den Bildschirm sichtbar gemacht werden. Sollte ein Kalibrator von seinen Spezifikationen abweichen, ist es möglich einen rückwärtigen Rückführbarkeitsreport zu erstellen. So entsteht eine Liste aller Instrumente die mit dem entsprechenden Kalibrator kalibriert wurden.

Gute Kalibrierwerkzeuge helfen den Technikern effizienter und genauer zu arbeiten. Hat der Systemanbieter auf gute Bedienbarkeit geachtet, ist das System schnell und leicht zu erlernen, Umso mehr Aufgaben automatisiert werden, desto besser kann sich der Anwender auf seine eigentliche Arbeit konzentrieren.

Die Umstellung auf ein neues Kalibriersystem klingt möglicherweise nach einer umfangreichen und aufwendigen Aufgabe, was es auch durchaus sein kann. Wahrscheinlich müssen tausende Instrumentendaten in die Datenbank eingepflegt werden und dabei alle Details überprüft sowie verifiziert werden, bevor das gesamte System läuft. Aber obwohl eine Vielzahl an Daten eingebunden werden müssen, ist die Aufgabe durchaus lösbar.

Heutzutage speichern die meisten Unternehmen ihre Messdaten in elektronischen Formaten: Excel-Tabellen, ERP-Datenbanken etc. Die Anbieter von Kalibriersystemen sind in der Lage einen Großteil der existierenden Daten unmittelbar in der Kalibrierdatenbank zu importieren und so monatelange Arbeit zu ersparen.

SCHLUSSFOLGERUNG

Ein gutes und automatisiertes Kalibriersystem verringert das Arbeitsaufkommen enorm. Aufgaben werden schneller, genauer und mit besseren Resultaten abwickelt als es mit einem manuellen System möglich wäre. Es wird weiterhin gewährleistet, dass die Kalibrierarbeiten immer gleich durchgeführt werden und somit die Ergebnisse besser untereinander verglichen werden können. Zudem unterstützt ein automatisiertes Kalibriersystem die Dokumentation, Terminierung, Planung sowie Analyse und optimiert letztlich so alle Kalibrieraufgaben.

Referenzen

- [1] ISO9001: 2000 "Quality Management Systems. Requirements"
- [2] 21 CFR Part 11: "Electronic Records; Electronic Signatures"
- [3] 21 CFR Part 211: "Current Good Manufacturing Practice for Finished Pharmaceuticals"