

April 2022	AQS - Merkblatt <i>zu den Rahmenempfehlungen der Bund/Länder-Arbeitsgemeinschaft Wasser (LAWA) für die Qualitätssicherung bei Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchungen</i>	A-8
---------------	--	------------

Prüfmittelüberwachung

1 Einleitung

In diesem Merkblatt werden Hinweise zur Überwachung von Prüfmitteln gegeben, welche selbst zwar kein analytisches Ergebnis erzeugen, deren Beitrag zu diesem aber von entscheidender Bedeutung sein kann.

Deshalb müssen die in einem Laboratorium eingesetzten Prüf- und Messmittel einer nachprüfaren Qualitätssicherung unterliegen, mit welcher die Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 [1] erfüllt werden (vgl. Anforderungen an Ressourcen – Einrichtungen, Abschnitt 6.4 [1]).

Um verlässliche Prüf- und Messergebnisse zu erhalten sowie eine Messunsicherheitsabschätzung vornehmen zu können, sind im Labor alle Messeinrichtungen, d.h. alle Prüfgeräte, Messgeräte, Normale, aber auch alle Hilfsmittel, welche zur Durchführung von Prüfungen und Kalibrierungen dienen, funktionsfähig zu halten. Grundsätzlich richtet sich der Umfang der Überwachung eines Prüfmittels nach dessen Verwendungszweck.

Alle o.g. Mittel sind eindeutig zu kennzeichnen und es sind zu diesen Aufzeichnungen zu führen, die jederzeit Auskunft über den aktuellen und zurückliegenden Zustand (Wartung, Pflege, Überprüfung, Reparatur etc.) und ggf. aufgetretene Abweichungen vom Sollzustand geben.

2 Erläuterung der Begriffe

Prüfmittel: Ein Prüfmittel im Sinne dieses Merkblatts ist ein Laborgerät oder eine Einrichtung, welche(s) bei der Durchführung einer Analyse eingesetzt wird, einen Einfluss auf die Qualität dieser haben kann, aber selbst nicht unmittelbar ein Analysenergebnis erzeugt.

Messmittel: Im Sinne dieses Merkblatts ist ein Messmittel ein Laborgerät, das zur Erzeugung von Messsignalen für analytische Ergebnisse verwendet wird (Analysengerät).

Anmerkung 1: *In der analytisch-chemischen Messtechnik können beide Begriffe auch auf ein Gerät anwendbar sein, z.B. die Waage. Die Beschreibung der Sicherstellung der Funktionsfähigkeit von Messmitteln ist nicht Gegenstand dieses Merkblatts. Diese ist nach Vorgaben von Standardarbeitsanweisungen oder Analysenvorschriften sicherzustellen.*

Kalibrieren: In der DIN 1319-1 [1] wird folgende Definition formuliert: „Das Kalibrieren eines Systems ist die Ermittlung und Festlegung eines funktionalen Zusammenhangs zwischen einer zähl- bzw. messbaren Größe und einer bestimmenden Konzentration (Objekteigenschaft) aus Daten, die im Allgemeinen mit zufälligen Abweichungen behaftet sind.“

Anmerkung 2: *Kalibrieren im Bereich der Messtechnik heißt, die Messabweichung am Messgerät festzustellen. Beim Kalibrieren erfolgt kein technischer Eingriff am Messgerät.*

Anmerkung 3: *Kalibrierungen werden durch eigens hierfür akkreditierte Kalibrierlaboratorien ausgeführt.*

Justieren: In der DIN 1319-1 [1] wird folgende Definition verwendet: „Justieren bedeutet, ein Messgerät so einzustellen oder abzugleichen, dass die Messabweichungen möglichst klein werden oder dass die Beträge der Messabweichungen die Fehlergrenze nicht überschreiten.“

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

Anmerkung 4: *Die beim Kalibrieren festgestellten Messabweichungen eines Prüfmittels werden durch Justieren auf ein Minimum gebracht.*

Rückverfolgbarkeit/Rückführbarkeit:

„Eigenschaft eines Messergebnisses oder des Wertes eines Normals, durch eine ununterbrochene Kette von Vergleichsmessungen mit angegebener Messunsicherheit auf geeignete Normale, im allgemeinen internationale oder nationale Normale, bezogen zu sein.“ [2]

Um Prüfungen auf der nationalen und internationalen Ebene vergleichbar zu machen, wurde der Begriff der messtechnischen Rückführung eingeführt. Damit sollen alle für chemische Prüfungen relevanten physikalischen SI-Größen wie Masse, Temperatur und Druck sowie eingeschränkt auch die Zeit auf nationale oder internationale Normale rückführbar sein. Die nationalen metrologischen Institutionen bilden jeweils das Ende der Rückführungskette.

Für sechs physikalische SI-Größen: Länge (m), Masse (kg), Zeit (s), Stromstärke (A), Temperatur (K) und Lichtstärke (cd) hält die Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB) nationale Normale (Maßverkörperungen) bereit, die international verglichen werden. Für die siebente SI-Größe, die Stoffmenge mit der Einheit mol, ist bisher weltweit kein Normal vorhanden.

Gerätehandbuch:

Hierbei handelt es sich um eine Dokumentation für ein Gerät, ein Prüf- oder Messmittel in dem alle Wartungs-, Kalibrier-, Justier- und Reparaturarbeiten dokumentiert werden. Es kann auch eine andere Bezeichnung, wie z.B. „Geräteloggbuch“ führen. Im Folgenden wird diese Art der Dokumentation als Gerätehandbuch bezeichnet.

3 Prüfmittel

3.1 Prüfmittelüberwachung und Gerätehandbücher

Vor jeder Inbetriebnahme eines Prüfmittels ist die Sauberkeit durch Sichtprüfung sowie die einwandfreie Funktion durch Prüfungen sicherzustellen. Wird ein Prüfmittel als fehlerhaft erkannt, müssen umgehend die Ursache ermittelt, die Ergebnisse dokumentiert und angemessene Maßnahmen ergriffen werden. Das Prüfmittel ist mit einem entsprechenden Hinweis zu kennzeichnen und ggf. sofort vom Gebrauch auszuschließen.

Analysendaten, die mit einem als fehlerhaft erkannten Prüfmittel erstellt wurden, sind zu prüfen und ggf. zu wiederholen oder zurückzuziehen.

In einigen Fällen – insbesondere bei längerem oder nach unsachgemäßem Gebrauch der Prüfmittel – könnte sich eine systematische Messabweichung einstellen, welche ungeprüft nicht erkannt wird. Eine systematische Prüfung der verwendeten relevanten Prüfmittel mit Hilfe von Messnormalen, z.B. rückgeführten Gewichtsstücken, rückgeführten Thermometern, ist in regelmäßigen Zeitabständen erforderlich. Diese Prüfungen sind z.B. in Gerätehandbüchern zu dokumentieren. Diese können sowohl digital als auch analog geführt werden.

Das Gerätehandbuch und die Bedienungsanleitung des Gerätes werden möglichst in unmittelbarer Nähe des Prüfmittels aufbewahrt.

Das Gerätehandbuch sollte folgende Angaben enthalten:

- Bezeichnung des Gerätes
- Hersteller, Typenbezeichnung oder Modell,

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

- Seriennummer ggf. Inventarnummer oder vergleichbare Kennzeichnung
- ggf. Angabe der eingesetzten Software, einschließlich Versionsnummer
- Geräteverantwortliche/r
- Standort des Gerätes
- Datum der Inbetriebnahme
- Beschaffenheitszustand bei Inbetriebnahme (Neugerät, Gebrauchtgerät)
- Angaben über regelmäßige Kontrollen und Wartungen einschließlich der jeweils erforderlichen Soll- und Toleranzwerte (kann alternativ auch z.B. in einer entsprechenden Arbeitsanweisung geregelt sein)
- Angaben über Schäden, Reparaturen, Funktionsstörungen, Umbauten.

Hinsichtlich Art und Häufigkeit der bei den verschiedenen Prüfmitteln durchzuführenden Kontrollen und Wartungen sollten die folgende Kriterien Berücksichtigung finden:

- Angaben des Herstellers
- Benutzungshäufigkeit
- Beanspruchung bei Benutzung
- Ergebnisse zurückliegender Prüfungen

Zur Durchführung von Prüfungen sind neben den eigentlichen Analysengeräten auch Waagen mit unterschiedlichen Wägebereichen, Volumenmessgeräte, temperaturgeregelter Trockenschränke, Kühlschränke, Muffelöfen, Brutschränke, Luftdruck- und Feuchtemessgeräte usw. vorzuhalten.

In der Wasser- und Schlammanalytik sind für die Zeitmessung handelsübliche Uhren ausreichend. Eine Prüfmittelüberwachung ist im Allgemeinen hierfür nicht erforderlich.

Desgleichen ist eine Überprüfung von Luftdruck- und Luftfeuchtemessgeräten in der Wasser- und Schlammanalytik nicht erforderlich, wenn diese Größen für die Abschätzung der Messunsicherheit vernachlässigt werden können.

Im Folgenden sollen die im Labor erforderlichen Überwachungsmaßnahmen und Prüfungen näher erläutert werden, um die Gebrauchsfähigkeit der Prüfmittel und Einrichtungen zu gewährleisten.

Konkrete Angaben und Fristen zu den jeweils erforderlichen Überwachungsmaßnahmen und Prüfungen sind der tabellarischen Zusammenstellung im Abschnitt 4 dieses Merkblatts zu entnehmen.

3.2 Waagen

Die Kalibrierung einer Waage erfolgt beim Gerätehersteller und kann beim Kauf durch einen Kalibrierschein bestätigt werden. Die Genauigkeit einer Waage steigt nicht, wenn sie amtlich geeicht verkauft wird. Dem Anwender wird zu diesem Zeitpunkt lediglich die Messunsicherheit dokumentiert und bestätigt.

Die Richtigkeit der Gewichtsanzeige muss dennoch sichergestellt werden. Dies geschieht anhand der nutzungstäglichen Prüfung der Funktionsfähigkeit der Waagen, da hier die Auswirkung auf das Analyseergebnis unmittelbar erfolgt. Es muss sichergestellt sein, dass eine Waage nicht fehlerhaft ist, bevor die Einwaage erfolgt. Dies kann z.B. durch Ausfall eines elektronischen oder mechanischen Bauteils der Fall sein. Hierzu ist ein geeigneter Prüfkörper mit bekanntem und unveränderlichem Gewicht zu verwenden (z.B. Wägeschiffchen, Gegenstand aus Edelstahl o.a.), welcher ständig an der Waage verbleibt. Falls Abweichungen vom Zielwert auftreten, ist die Waage mit einem internen Kalibriergewicht oder vom Kundendienst zu justieren.

Zur Prüfung von Analysenwaagen sind die den jeweiligen Anforderungen an die Messgenauigkeit genügenden Gewichtssätze oder einzelnen Gewichtsstücke auszuwählen und einzusetzen [3]. Bei Feinwaagen mit internen Prüfgewichten und der Möglichkeit der automatisierten Geräteüberprüfung

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

(„Autocal-Funktion“) kann diese ohne weitere Überprüfung mit externem Prüfgewicht genutzt werden.

Darüber hinaus muss die Waage jährlich rückgeführt werden, indem entsprechend rückgeführte Kalibriergewichte im oberen und unteren Nutzungsbereich aufgelegt werden oder hierfür eine externe Firma beauftragt wird. Ebenfalls jährlich ist eine Wartung durch eine externe Firma durchzuführen.

3.3 Volumenmessgeräte

Volumenmessgeräte (Vollpipetten, Messkolben), die vorgegebene Qualitätsnormen erfüllen, sind nur in begründeten Ausnahmefällen zu überwachen. Andere Volumenmessgeräte, wie z.B. Kolbenhubpipetten mit Luftpilster, müssen vor dem Ersteininsatz auf ihre Richtigkeit und Präzision geprüft werden. Auch nach einiger Zeit des Gebrauchs sind regelmäßige Prüfungen erforderlich, da diese nach Gebrauch, aber auch bei unsachgemäßer Handhabung Volumenänderungen aufweisen können. Die ermittelten Fehlertoleranzen dürfen dann die jeweilige Spezifikation nicht überschreiten, ansonsten ist das Volumenmessgerät von der Nutzung auszuschließen und als defekt zu kennzeichnen.

Technische Angaben und Fehlertoleranzen für Kolbenhubpipetten, Dilutoren und Dispenser sind in der Reihe DIN EN ISO 8655 Teil 1-5 [1] festgelegt.

Handlungsanweisungen für die gravimetrische Bestimmung der Messabweichung von Kolbenhubpipetten, Dilutoren und Dispenser sind in DIN EN ISO 8655 Teil 6 [1] und für nicht-gravimetrische Verfahren im Teil 7 [1] angegeben.

Jede Kolbenhubpipette ist unverwechselbar zu kennzeichnen und regelmäßig entsprechend den Vorgaben der Hersteller oder der Angaben im Gerätehandbuch/Arbeitsanweisung zu überprüfen und ggf. zu warten. Das Justieren der Kolbenhubpipetten kann im eigenen Labor oder durch den Kundendienst erfolgen.

Bei dem üblicherweise angewendeten gravimetrischen Verfahren werden Kolbenhubpipetten mit einem festen Volumen geprüft, indem wiederholt Wasser dosiert, gewogen und die Abweichungen bestimmt werden (mind. zehn Wägungen pro Kolbenhubpipette).

Bei Kolbenhubpipetten mit variabler Einstellmöglichkeit werden das niedrigste, das mittlere und das höchste einstellbare Volumen (Nennvolumen) geprüft. Wird die Kolbenhubpipette nur für die Dosierung eines festgelegten Volumens verwendet, wird nur dieses Volumen geprüft. Diese Kolbenhubpipette muss dann entsprechend gekennzeichnet werden.

Aus den mindestens zehn Wägewerten wird der Mittelwert (x_m) berechnet. Dieser wird mit der reziproken Dichte Z in [ml/g] in das mittlere Volumen (V_m) umgerechnet nach

$$V_m = x_m \cdot Z \quad (1)$$

Z ist für verschiedene Temperaturen tabelliert. Die Tabelle ist in DIN EN ISO 8655-6 [1] für den Gültigkeitsbereich von 950 hPa bis 1040 hPa und von 15°C bis 30°C enthalten. Bei geringeren Genauigkeitsanforderungen kann der Faktor Z unabhängig vom Luftdruck verwendet werden.

Berechnung der systematischen Messabweichung (Richtigkeit - R)

Die systematische Messabweichung wird nach der Gleichung

$$R = V_m - V_s \quad (2)$$

berechnet. Die relative systematische Messabweichung R [%] für Kolbenhubpipetten berechnet sich nach folgenden Gleichungen:

$$R[\%] = \frac{(V_m - V_s)}{V_s} \cdot 100 \quad (3) \quad \text{für Pipetten mit festem Volumen und}$$

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

$$R[\%] = \frac{(V_m - V_s)}{V_0} \cdot 100 \quad (4) \quad \text{für Pipetten mit variablem Volumen}$$

Hierbei ist V_s das Nennvolumen der Kolbenhubpipette mit festem Volumen; V_0 das maximale Volumen der variablen Pipette und V_m der Mittelwert der ermittelten zehn Volumina. Bei Kolbenhubpipetten mit festem Volumen ist Prüfvolumen V_s gleich dem Nennvolumen V_0 .

Berechnung der Präzision (VK%)

Als Präzision (zufällige Messabweichung) wird der Variationskoeffizient aus der Wiederholstandardabweichung s für die Kolbenhubpipette nach folgender Gleichung berechnet:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - V_m)^2}{n - 1}} \quad (5) \quad \text{daraus ergibt sich der Variationskoeffizient}$$

$$VK[\%] = \frac{s}{V_m} \cdot 100 \quad (6) \quad \text{für Pipetten mit festem Volumen und}$$

$$VK[\%] = \frac{s}{V_m} \cdot \frac{V_s}{V_0} \cdot 100 \quad (7) \quad \text{für Pipetten mit variablem Volumen}$$

Zulässige Fehlertoleranzen von Kolbenhubpipetten

Wenn die errechneten Werte R [%] und VK [%] kleiner oder gleich der Spezifikation in DIN EN ISO 8655-2 (vgl. Tabelle 1) sind, dann wird die Kolbenhubpipette weiter genutzt.

Tabelle 1: Toleranzen für Kolbenhubpipetten (Auszug aus DIN EN ISO 8655-2)

Nennvolumen in μl bzw. ml	Richtigkeit R [%]	absolut in $\pm \mu\text{l}$	Präzision VK [%]	absolut in $\pm \mu\text{l}$
1 μl	5,0	0,05	5,0	0,05
2 μl	4,0	0,08	2,0	0,04
5 μl	2,5	0,125	1,5	0,075
10 μl	1,2	0,12	0,8	0,08
20 μl	1,0	0,2	0,5	0,1
50 μl	1,0	0,5	0,4	0,2
100 μl	0,8	0,8	0,3	0,3
200 μl	0,8	1,6	0,3	0,6
500 μl	0,8	4,0	0,3	1,5
1,0 ml	0,8	8,0	0,3	3,0
2,0 ml	0,8	16	0,3	6,0
5,0 ml	0,8	40	0,3	15,0
10,0 ml	0,6	60	0,3	30,0

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

Abweichende Toleranzen sind möglich, wenn der Verwendungszweck des Prüfmittels dies zulässt.

Anmerkung 5: *Die Hersteller sichern teilweise geringere Toleranzen als in Tabelle 1 zu. Die Angaben in der Tabelle sind als Mindestanforderungen zu verstehen.*

Zur Konformitätsbewertung der variablen Kolbenhubpipetten ist das jeweilige Nennvolumen heranzuziehen und mit den Toleranzwerten der Tabelle 1 zu vergleichen.

Dilutoren und Dispenser sind je nach Erfordernis analog zu prüfen. Einige Hersteller bieten Arbeitsvorschriften oder Rechenprogramme für die Prüfung von Kolbenhubpipetten an.

Im Anhang sind Beispiele für Überwachungsprotokolle aufgeführt.

3.3 Thermometer zur Geräteüberprüfung

Temperaturgeregelte Laborgeräte sind in regelmäßigen Abständen hinsichtlich der Richtigkeit der Temperaturanzeige zu prüfen und ggf. zu justieren.

Um die Richtigkeit der Temperaturanzeige von z.B. Kühlschränken, Trockenschränken, BSB5-Apparaturen, Brutschränken, Wasserbädern, Temperaturdatenloggern usw. prüfen zu können, sind rückgeführte Prüfthermometer vorzuhalten. Im Temperaturbereich von 0-100 °C ist eine Auflösung und Genauigkeit von 0,1 °C ausreichend.

Dieses rückgeführte Prüfthermometer dient im Wesentlichen zur Prüfung und Justierung anderer Arbeitsthermometer.

Anmerkung 6: *In speziellen Fällen, in denen die Temperatur wesentlichen Einfluss auf das Analyseergebnis hat, können auch rückgeführte Prüfthermometer für andere Temperaturbereiche, z.B. 0-70 °C oder Thermoelemente für die Bereiche 200-800 °C oder 800-1300 °C erforderlich sein.*

Anmerkung 7: *Die Temperaturmessung mit Flüssigkeits-Laborthermometern ist abhängig von der Eintauchtiefe. Deshalb ist bei der Rückführung der Temperaturmessung die auf dem DKD-Zertifikat angegebene Eintauchtiefe zu beachten. Bei Quecksilberthermometern ist der Einfluss gering, bei anderen Fadenflüssigkeiten können die Abweichungen mehrere Kelvin betragen (Fadenkorrektur).*

3.4 Thermostatisierte Geräte

Hierzu gehören z.B. Trocken- und Brutschänke, Muffelöfen, Heizblock- oder Wasserbadthermostate sowie Kühlräume/-schränke und Gefrierschränke.

Bei diesen sollte die Temperaturanzeige durch Vergleich mit einem rückgeführten Prüfthermometer geprüft werden. Die Temperaturaufzeichnung kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen.

Bei Neuanschaffung sind die Funktionsfähigkeit und die Einhaltung der vorgegebenen Toleranzen zu überprüfen. Für die Langzeitkontrolle haben sich Minimal-/Maximalthermometer sowie Temperaturlogger bewährt. Tiefkühlschränke sind darüber hinaus auf Vereisungen zu kontrollieren und ggf. abzutauen.

Einmal jährlich werden die verwendeten Thermometer mit einem rückgeführten Thermometer abgeglichen. Entsprechende Toleranzen sind vom Labor festzulegen.

Anmerkung 8: *Die Kontrolle von Kühl- und Gefrierschränken erfolgt vor Arbeitsbeginn, da sonst durch wiederholtes Öffnen die Temperatur im Kühlraum beeinflusst wird. Durch Aufbewahren des Thermometers bzw. Temperatursensors in einer Flüssigkeit oder einem Sandbad können Störungen der Messung durch Öffnen der Tür minimiert werden.*

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

Für mikrobiologische Arbeiten gelten spezifische Anforderungen an die Regelkonstanz von Brutschränken.

3.5 Analysensiebe

Bei Nutzungsbeginn erfolgt eine Sichtprüfung und ggf. Reinigung der Siebe. Für bestimmte Prüfverfahren sind geeignete Analysensiebe nach DIN ISO 3310 [1] einzusetzen und zu prüfen. Die Güte der Siebe kann z.B. mit geeigneten zertifizierten Musterkörnungen geprüft (Bezugsquellen siehe Abschnitt 6) oder das Sieb vom Hersteller kalibriert werden. Eine Vergleichssiebung mit kalibrierten Prüfsieben, die ausschließlich nur für diesen Zweck vorgehalten werden, ist auch möglich und in der Praxis üblich.

3.6 Partikelmessgeräte

Partikelmessgeräte werden mit Hilfe geeigneter Referenzmaterialien kalibriert.

4 Tabellarische Zusammenstellung

Die in Tabelle 2 angegebenen Überwachungsfristen sind Empfehlungen, von denen in begründeten Fällen abgewichen werden kann.

Tabelle 2: Überwachungsfristen für Prüfmittel

Prüfmittel	Prüfung	Frist
Waagen	Funktionskontrolle	nutzungstäglich
	Wartung durch Kundendienst, Rückführung	jährlich
Kolbenbüretten / Dilutoren	gravimetrisch oder photometrisch	halbjährlich
Kolbenhubpipetten / Dispenser	gravimetrisch oder photometrisch	halbjährlich
Glas-Flüssigkeitsthermometer	Vergleich mit rückgeführtem Prüfthermometer mit Skalierung kleiner als die des zu kalibrierenden Thermometers	jährlich
Elektrisches Thermometer	Vergleich mit rückgeführtem Prüfthermometer mit Skalierung kleiner als die des zu kalibrierenden Thermometers	jährlich
Trockenschränke, Brutschränke, Klimaschränke	Ablezen der Ist-Temperatur	nutzungstäglich, bei Brutschränken kontinuierlich über den Zeitraum der Bebrütung
Muffelöfen	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit rückgeführtem Laserstrahlthermometer oder Thermoelement	jährlich
Heizblockthermostate	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit rückgeführtem Prüfthermometer	jährlich
Thermostate mit Wasserbad	Ablezen der Ist-Temperatur,	nutzungstäglich

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

Prüfmittel	Prüfung	Frist
Kühl- und Gefrierschränke	Registrierung der Ist-Temperatur im Kühlschrank und Gefrierschrank Verwendung von Temperaturloggern möglich	maximal wöchentlich
Analysensiebe	Prüfung mit Prüfsand (zertifizierte Musterkörnung), Kalibrierung durch den Hersteller, Vergleichssiebung mit kalibrierten Prüfsieben oder mikroskopische Prüfung und Messung der Maschenweite	jährlich

5 Literatur

[1] Normen

- DIN EN ISO/IEC 17025; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (März 2018)
- DIN 1319-1; Grundlagen der Messtechnik – Teil 1: Grundbegriffe (Januar 1995)
- DIN EN ISO 8655-1; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 1: Begriffe, allgemeine Anforderungen und Gebrauchsempfehlungen (ISO 8655-1:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-1:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-2; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 2: Kolbenhubpipetten (ISO 8655-2:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-2:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-3; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 3: Kolbenbüretten (ISO 8655-3:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-3:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-4; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 4: Dilutoren (ISO 8655-4:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-4:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-5; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 5: Dispenser (ISO 8655-5:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-5:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-6; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 6: Gravimetrische Prüfverfahren zur Bestimmung der Messabweichung (ISO 8655-6:2002); Deutsche Fassung EN ISO 8655-6:2002 (Dezember 2002)
- DIN EN ISO 8655-7; Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 7: Nicht gravimetrische Prüfverfahren zur Bestimmung der Messabweichung (ISO/DIS 8655-7:2005); Deutsche Fassung EN ISO 8655-7:2005 (Dezember 2005)
- DIN ISO 3310; Analysensiebe – Technische Anforderungen und Prüfung – Teil 1: Analysensiebe mit Metallgewebe (November 2017)

[2] Internationales Wörterbuch der Metrologie, Beuth Verlag, Berlin, 1994

[3] Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) – Richtlinie R 111 (Klassifizierung von Gewichtsstücken)

6 Bezugsquellen für Musterkörnungen (Beispiele)

- Normensand GmbH: <https://www.normensand.de/produkte/analysen-siebe-testsand/>
- Whitehouse Scientific Ltd. Waverton: <https://www.whitehousescientific.com>

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

Anhang

Beispiele für Formblätter zur Prüfmittelüberwachung

In den nachfolgenden Tabellen werden Beispiele für Formblätter aufgeführt, die sich in Laboratorien bewährt haben. Diese Beispiele sind nicht so zu verstehen, dass alle Angaben in jedem Laboratorium zu übernehmen sind. QM-Beauftragte können diese Beispiele als Orientierung nutzen, um eigene Formblätter nach dem jeweiligen Bedarf selbst zu entwickeln.

1. Gerätehandbuch, Musterformblatt

Gerätehandbuch

1.	Gerät / Gerätetyp:	
	(Zubehör):	
2.	Softwareversion:	
3.	Hersteller:	
4.	Geräte-Nr.:	
5.	Inventar-Nr.:	
6.	Anschaffungs-/Herstellungsjahr:	
	(Inbetriebnahme):	
	(Garantiezeitraum):	
7.	Standort:	
	(Anschluss- / Umgebungsparameter):	
	(Service-Betrieb):	
	Tel.:	E-Mail:
8.	Geräteverantwortlicher:	
	(Stellvertreter):	
9.	Zugehörige Unterlagen:	

Gerät / Gerätetyp:	
Geräte-Nr.:	

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

Inv.-Nr.:	
-----------	--

10. Festlegungen zu Funktionsprüfungen / Wartungen:			
	Funktionsprüfungen / Wartungen	Zeitraum	
1.			
2.			
3.			
verantwortlicher Prüfleiter / Unterschrift: Datum:			
11. Durchgeführte Prüfungen / Wartungen / Störungen / Reparaturen:			
Datum		Unter- schrift	Frei- gabe Labor- leiter

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

2. Allgemeine Prüfmittel, Musterformblatt

Prüfmittel:

1. Typ:

2. Seriennummer:

3. Hersteller:

4. Inventarnummer:

5. Abteilung/ Aufgabenbereich:

6. Geräteverantwortlicher:

Stellvertreter:

7. Standort:

Datum	Raum	Unterschrift

8. Datum der Beschaffung:

9. Datum der Inbetriebnahme:

10. Zustand bei Inbetriebnahme:

11. Bedienungsanleitung:

Anmerkung: Angabe über Standort der Bedienungsanweisung

12. Umbauten, Funktionsstörungen, Schäden, Reparaturen:

Datum	Beschreibung des Vorgangs	Bearbeiter	Gerätever-antwortlicher

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

13. Regelmäßige Kontrolle, Wartung, Justierung:

Datum	Beschreibung des Vorgangs	Bearbeiter	Gerätever- antwortlicher

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

3. Waagen, Musterformblatt

Gerät:

1. Typ:

2. Seriennummer:

3. Hersteller:

4. Inventarnummer:

5. Abteilung/ Dezernat:

6 Geräteverantwortlicher:

Stellvertreter:

7. Standort:

Datum	Raum	Unterschrift

8. Datum der Beschaffung:

9. Datum der Inbetriebnahme:

10. Zustand bei Inbetriebnahme

11. Ablesbarkeit:

Maximale Belastung				
Ablesbarkeit (d)				

12. Kontrollen:

entsprechend der Verfahrensanweisung: xxxxx, Überprüfung der elektronischen Waagen

- Sichtkontrolle
- Richtigkeitskontrolle
- Ecklastkontrolle
- Kontrolle der Reproduzierbarkeit
- Wartung durch Firma

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

Kontrolle der Waage

Waage:

Inventarnummer:

A.) Kontrolle der Richtigkeit

Monatlich, mit g Gewicht der Klasse E2 Kalibrierschein Typ

Ser. Nr.

Tolerierte Abweichung:

Monat	A) Gewogen	Sollwert ± Abw.	nicht bestanden	Bemerkung	Datum / Unterschrift
Januar					
Februar					
März					

B.) Kontrolle der Ecklast

Vierteljährlich, mit g Gewicht der Klasse E2

Kalibrierschein Typ:

Ser. Nr.

Tolerierte Abweichung:

Quartal/ Monat	Position	Gewogen	Sollwert ± Abw. (3s)	nicht bestanden	Bemerkung	Datum/ Unterschrift
I, März	Mitte Links vorn Links hinten Rechts vorn Rechts hinten					
II, Juni	Mitte Links vorn Links hinten Rechts vorn Rechts hinten					

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

4. Pipetten, Musterformblatt

Prüfmittel:

1. Typ:

2. Seriennummer:

3. Hersteller:

4. Inventarnummer:

5. Abteilung/ Aufgabenbereich:

6 Geräteverantwortlicher:

Stellvertreter:

7. Standort:

Datum	Raum	Unterschrift

8. Datum der Beschaffung:

9. Datum der Inbetriebnahme:

10. Zustand bei Inbetriebnahme

11. Technische Daten:

Volumenbereich [µl] :			
Tolerierte Abweichung [%]			
Richtigkeit			
Präzision			

12. Kontrollen:

entsprechend der Verfahrensanweisung: xxxxx, Funktionskontrolle der Kolbenhubpipetten

- Sichtkontrolle
- Nutzungstägliche Schnellkontrolle
- Überprüfung auf Richtigkeit und Präzision

A) Kontrolle für die nutzungstägliche Schnellprüfung auf Richtigkeit.

Pipette (Bezeichnung/Nummer):

Ausschlussgrenzen:

Sollwert für Temperatur : 20 – 25 °C

Datum	Temp. [°C]	Volumen [µl]	Wägewert [mg]	bestanden	Bemerkungen	Bearbeiter/in

April 2022	Prüfmittelüberwachung	A-8
---------------	------------------------------	------------

B) Kontrolle auf Richtigkeit und Präzision

Pipette (Bezeichnung/Nummer):

Grenzen für die Richtigkeit:

Grenzen für die Präzision:

Sollwert für Temperatur: 20 –25 °C

Wiederholungsmessungen	Wägewert (100%)	Wägewert (50%)	Wägewert (10%)
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9			
10			
Mittelwert x_m [g]			
Mittleres Volumen Gleichung (1)			
Richtigkeit R [%] Gleichung (3), festes Volumen Gleichung (4), variabl. Volumen			
Sollwert für die Richtigkeit			
Richtigkeit bestanden			
Standardabweichung, S Gleichung (5)			
Variationskoeffizient VK [%] fes- tes Volumen Gleichung (6)			
Variationskoeffizient VK [%] vari- ables Volumen Gleichung (7)			
Sollwert für die Präzision			
Präzision bestanden			
Bemerkung			
Maßnahmen bei negativer Prü- fung			

Standardabweichung $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - V_m)^2}{n-1}}$

mit V_m = Mittelwert von 10 Wägungen

A-8	Prüfmittelüberwachung	April 2022
------------	------------------------------	---------------

5. Kühlschrankprüfung, Musterformblatt

Gerät:				Inventar-Nr.:				Raum:	
Toleranzbereich der Temperatur: _____ °C Anzeige außen <input type="checkbox"/> innen <input type="checkbox"/> Anordnung Innenthermometer / Prüfthermometer:									
Differenz: Temperatur-Außenanzeige / Innenthermometer - Prüfthermometerwert: _____ °C (_____ °C an der Außenanzeige / am Innenthermometer entsprechen _____ °C Innenraumtemperatur) dokumentierte Temperaturwerte sind korrigiert <input type="checkbox"/> nicht korrigiert <input type="checkbox"/>									
Messzyklus: <input type="checkbox"/> täglich <input type="checkbox"/> wöchentlich <input type="checkbox"/> _____								Jahr:	
Monat:					Monat:				
Tag	Datum	Temp. [°C]	gepr.	Bemerkung	Datum	Temp. [°C]	gepr.	Bemerkung	
1.									
2.									
3.									
4.									
...									