

## Prüfmittelüberwachung

### 1 Einleitung

Die in einem Laboratorium eingesetzten Prüf- und Messmittel müssen einer nachprüfbaren Qualitätssicherung unterliegen, mit der die Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025 erfüllt werden (vgl. Technische Anforderungen der Norm, Abschnitt 5.5 [1]). Um verlässliche Prüf- und Messergebnisse sowie Messunsicherheitsabschätzungen zu erhalten, sind im Labor Messeinrichtungen, d. h. alle Prüfgeräte und Messgeräte, Normale, Referenzmaterialien und Chemikalien, aber auch alle Hilfsmittel, die zur Durchführung von Prüfungen und Kalibrierungen dienen, funktionsfähig vorzuhalten.

Über Prüf- und Messmittel sind Aufzeichnungen in Form von Gerätehandbüchern zu führen, die jederzeit Auskunft über den aktuellen Wartungszustand und ggf. über aufgetretene Abweichungen vom Normalzustand geben. Sie müssen eindeutig gekennzeichnet sein.

Im vorliegenden Merkblatt werden Hinweise zur Überwachung von Prüfmitteln gegeben, die selbst zwar kein analytisches Ergebnis erzeugen, deren Beitrag dazu aber von entscheidender Bedeutung sein kann. Grundsätzlich richtet sich der Umfang der Prüfmittelüberwachung nach dem Verwendungszweck der Prüfmittel.

### 2 Erläuterung der Begriffe

**Prüfmittel:** Im Sinne dieses Merkblatts ist ein Laborgerät oder eine Einrichtung ein Prüfmittel, das bei der Durchführung einer Analyse eingesetzt wird, einen Einfluss auf die Qualität 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.*

**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“.

**Anmerkung 3:** *Die beim Kalibrieren festgestellten Messabweichungen eines Prüfmittels werden durch Justieren auf ein Minimum gebracht.*

**Eichen:** Eichen ist ein amtlicher Vorgang, bei dem die zuständige Eichbehörde nach den gesetzlichen Vorschriften eine Prüfung durchführt, ob das Messgerät die vorgeschriebenen Fehlergrenzen einhält oder den festgelegten Anforderungen entspricht. Dies wird mit einem amtlichen Eichschein bestätigt.

Das Wort "Eichen" darf nur in diesem Sinne verwendet werden und nicht, wie vielfach im allgemeinen Sprachgebrauch der Technik üblich, für „Justieren“ oder „Kalibrieren“.

**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 Mol 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. Ein derartiges Gerätehandbuch ist für jedes Prüf- und Messmittel anzulegen und zu führen.

### 3 Prüfmittel

Zur Durchführung von Prüfungen sind neben den eigentlichen Analysengeräten auch Waagen mit unterschiedlicher Belastung und Genauigkeit, Volumenmessgeräte, temperaturgeregelte Trockenschränke, Kühltische, Muffelöfen, Brutschränke, Luftdruck- und Feuchtemessgeräte usw. vorzuhalten. In einigen Fällen – insbesondere bei längerem oder nach unsachgemäßem Gebrauch der Prüfmittel – könnte sich eine systematische Messabweichung einstellen, die ungeprüft nicht erkannt wird. Eine systematische Prüfung der verwendeten relevanten Prüfmittel mit Hilfe von Messnormalen, z.B. kalibrierte/geeichte Gewichtsstücke, kalibrierte/geeichte Prüfthermometer, usw. ist in regelmäßigen Zeitabständen erforderlich. Diese Prüfungen sind in Gerätehandbüchern zu dokumentieren.

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

Das Gerätehandbuch enthält folgende Angaben:

- Herstellername, Typenbezeichnung, Seriennummer
- ggf. Inventarnummer oder vergleichbare Kennzeichnung
- Falls relevant: Angabe der eingesetzten Software, einschließlich Versionsnummer
- Geräteverantwortliche/r
- Standort des Gerätes
- Datum der Beschaffung und Inbetriebnahme
- Beschaffenheitszustand bei Inbetriebnahme (Neugerät, Gebrauchtgerät)

- Angaben über regelmäßige Kontrollen und Wartungen einschließlich der jeweils erforderlichen Soll- und Toleranzwerte
- Angaben über Schäden, Reparaturen, Funktionsstörungen, Umbauten.

Bei der Art und der Häufigkeit der bei den verschiedenen Prüfmitteln durchzuführenden Kontrollen und Wartungen werden folgende Kriterien berücksichtigt:

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

Vor jeder Inbetriebnahme eines Prüfmittels ist die Sauberkeit durch Sichtprüfung sowie die einwandfreie Funktion durch Prüfungen sicherzustellen. Wird ein Prüfmittel als fehlerhaft erkannt, ist es sofort vom Gebrauch auszuschließen und als defekt zu kennzeichnen.

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

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.

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 Luftfeuchtigkeitsmessgeräten in der Wasser- und Schlammanalytik nicht erforderlich, da diese Größen für die Abschätzung der Messunsicherheit meist vernachlässigbar sind.

### 3.1 Waagen

Die Kalibrierung der Waage erfolgt beim Gerätehersteller und kann beim Kauf durch einen Kalibrierschein bestätigt werden. Zur Prüfung von Analysenwaagen sind die, den jeweiligen Anforderungen an die Messgenauigkeit genügenden Gewichtssätze oder einzelnen Gewichtsstücke auszuwählen und einzusetzen. Die Richtigkeit der Gewichtsanzeige muss dennoch von Zeit zu Zeit durch Prüfung mit einem Kalibriergewicht sichergestellt werden. Die Genauigkeit einer Waage steigt nicht, wenn sie amtlich kalibriert/geeicht verkauft wird. Dem Anwender wird nur die Messunsicherheit dokumentiert und bestätigt.

Neben der im Gerätehandbuch festgelegten Wartung der Waagen durch den Firmenkundendienst kann eine Prüfung auch in regelmäßigen Abständen mit kalibrierten Gewichtsstücken im oberen und unteren Nutzungsbereich erfolgen. Einige Waagen enthalten intern bereits Kalibriergewichte und führen eine interne Justierung auf Anforderung aus. Bei großen Temperaturschwankungen, Erschütterungen, unsachgemäßer Behandlung oder bei Ortswechsel der Waage, ist die Ein- oder Mehrpunktprüfung mit kalibrierten Gewichtsstücken außerplanmäßig vorzunehmen.

Die Güte der kommerziell erhältlichen kalibrierten Massestücke ist nach der OIML-Richtlinie R111 (1994) [3] in sieben Genauigkeitsklassen eingeteilt. Die Klassen E1, E2, F1, F2, M1, M2 und M3 unterscheiden sich in der zertifizierten Messunsicherheit und damit im Preis. Zur Prüfung von Analysenwaagen sind Massesätze oder einzelne Massestücke mindestens der Genauigkeitsklasse F1 oder besser noch der Klasse E2 einzusetzen. Die Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen ist in der Richtlinie DKD-R 7-1 des Deutschen Kalibrierdienstes beschrieben [4].

Tabelle 1: Fehlergrenzen der Kalibriergewichte gemäß OIML-Richtlinie R 111, Angaben in  $\pm$  mg

Nennwert	E1	E2	F1	F2	M1	M2	M3
1 mg	0,002	0,006	0,020	0,06	0,20		
2 mg	0,002	0,006	0,020	0,06	0,20		
5 mg	0,002	0,006	0,020	0,06	0,20		
10 mg	0,002	0,008	0,025	0,08	0,25		
20 mg	0,002	0,010	0,03	0,10	0,3		
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4		
100 mg	0,005	0,015	0,05	0,15	0,5	1,5	
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	
1 g	0,010	0,03	0,10	0,3	1,0	3	10
2 g	0,012	0,04	0,12	0,4	1,2	4	12
5 g	0,015	0,05	0,15	0,5	1,5	5	15
10 g	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	6	20
20 g	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	8	25
50 g	0,030	0,10	0,3	1,0	3	10	30
100 g	0,05	0,15	0,5	1,5	5	15	50
200 g	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30	100
500 g	0,25	0,75	2,5	7,5	25	75	250
1 kg	0,5	1,5	5	15	50	150	500
5 kg	2,5	7,5	25	75	250	750	2500

Ein wichtiger Punkt der Qualitätskontrolle ist die arbeitstägliche 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. Man verwendet dazu einen geeigneten Prüfkörper mit bekanntem Gewicht (z.B. Wägeschiffchen, Quarzschale o.a.), der ständig an der Waage verbleibt. Falls Abweichungen vom Zielwert auftreten, ist die Waage mit dem internen Kalibriergewicht oder vom Kundendienst zu justieren. Der tägliche Einsatz der Rekalibrierung einer Waage mit internem Kalibriergewicht ergibt keine Information über eventuelle vorherige Abweichungen. Diese Verfahrensweise ist jedoch gängige Praxis und ist zur Einstellung der Waage geeignet.

### 3.2 Volumenmessgeräte

Volumenmessgeräte (Vollpipetten, Messkolben), die geeicht sind oder vorgegebene Qualitätsnormen erfüllen, sind nur in begründeten Ausnahmefällen zu überwachen. Andere Volumenmessgeräte, wie z.B. Kolbenhubpipetten mit Luftpolster, ggf. auch Mikroliterspritzen, müssen vor dem Ersteinsatz 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 zu prüfen und ggf. zu warten. Justieren der Kolbenhubpipetten erfolgt in der Regel durch den Kundendienst.

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 der Prüfung von Mikroliterspritzen sollte vorzugsweise das organische Lösungsmittel verwendet werden, das üblicherweise mit diesem Gerät dosiert werden soll.

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.

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:

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

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

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 2) sind, dann wird die Kolbenhubpipette weiter genutzt.

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

Nennvolumen in $\mu\text{L}$	Richtigkeit R [%]	absolut in $\pm\mu\text{l}$	Präzision VK [%]	absolut in $\pm\mu\text{l}$
1	5,0	0,05	5,0	0,05
2	4,0	0,08	2,0	0,04
5	2,5	0,125	1,5	0,075
10	1,2	0,12	0,8	0,08
20	1,0	0,2	0,5	0,1
50	1,0	0,5	0,4	0,2
100	0,8	0,8	0,3	0,3
200	0,8	1,6	0,3	0,6
500	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

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

**Anmerkung 4:** *Die Hersteller sichern teilweise geringere Toleranzen als in Tabelle 2 zu. Die Angaben in der Tabelle sind als Mindestanforderungen zu verstehen.*

Die Kolbenhubpipetten mit festem Volumen haben geringere Toleranzen, als die mit variabler Volumeneinstellung. Zur Konformitätsbewertung der variablen Kolbenhubpipetten ist das jeweilige Nennvolumen heranzuziehen und mit den Toleranzwerten der Tabelle 2 zu vergleichen. Es erfordert einige Übung und setzt die richtige Handhabung von Kolbenhubpipetten sowie einen abgeschirmten Wägeplatz voraus, um die angegebene Präzision zu erreichen.

Dilutoren und Dispenser sind je nach Erfordernis analog zu prüfen. Einige Hersteller bieten Arbeitsvorschriften oder Rechenprogramme für die Prüfung von Kolbenhubpipetten an. Im Anhang A sind Beispiele für Überwachungsprotokolle aufgeführt.

### 3.3 Thermometer

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

Um die Richtigkeit der Temperaturanzeige z.B. von Kühlschränken, Trockenschränken, BSB<sub>5</sub>-Apparaturen, Brutschränken, Wasserbädern usw. prüfen zu können sind geeichte/kalibrierte Prüfthermometer vorzuhalten. Im Temperaturbereich von 0 - 100 °C ist eine Auflösung und Genauigkeit von 0,1 °C ausreichend.

Das geeichte/kalibrierte Prüfthermometer dient im Wesentlichen zur Prüfung und Justierung anderer Arbeitsthermometer.

**Anmerkung 5:** *In speziellen Fällen, in denen die Temperatur wesentlichen Einfluss auf das Analyseergebnis hat, können auch geeichte/kalibrierte Prüfthermometer für andere Temperaturbereiche, z.B. 0 bis -70 °C oder Thermoelemente für die Bereiche 200 bis 800 °C oder 800 bis 1300 °C erforderlich sein.*

### 3.4 Thermostatisierte Geräte

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

Hier wird die Temperaturanzeige durch Vergleich mit einem geeichten/kalibrierten Prüfthermometer oder Thermoelement geprüft. Die Temperaturaufzeichnung kann kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgen. Die Regelkonstanz und das Überschwingverhalten ist bei Neuanschaffung und in regelmäßigen Abständen zu ermitteln. Zur Ermittlung des Überschwingverhaltens ist eine geeignete Solltemperatur einzustellen und die Temperatur in kurzen Zeitabständen aufzuzeichnen. Das Überschwingverhalten und die Temperaturkonstanz ergeben sich aus der Über- und Unterschreitung der Soll-Temperatur pro Zeiteinheit.

Die Regelkonstanz und damit die tolerierbare Temperaturabweichung sind zu prüfen. Für die Langzeitkontrolle haben sich Minimal-/Maximalthermometer bewährt. Tiefkühlschränke sind auf Vereisungen zu kontrollieren und ggf. abzutauen.

Liegt die abgelesene Temperatur nicht im geforderten Temperaturbereich, so wird der Kühl- oder Gefrierschrank eindeutig als „defekt“ gekennzeichnet. Ggf. werden die gelagerten Proben verworfen.

Einmal jährlich werden die Thermometer der Kühl- und Gefrierschränke mit einem geeichten/kalibrierten Thermometer abgeglichen. Abweichungen  $\leq 2$  °C werden toleriert. Bei Abweichungen  $> 2$  °C werden Korrekturmaßnahmen ergriffen.

**Anmerkung 6:** *Die Kontrolle erfolgt vor Arbeitsbeginn, da sonst durch wiederholtes Öffnen die Temperatur im Kühlraum beeinflusst wird. Durch Aufbewahren des Vergleichsthermometers in einer Flüssigkeit oder einem Sandbad können Störungen der Messung durch Öffnen der Tür minimiert werden.*

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

### 3.5 Analysensiebe

Bei Nutzungsbeginn erfolgt eine Sichtprüfung und ggf. Reinigung der Siebe. Zur Bestimmung der Korngrößenverteilung nach DIN 18123 [1] sind geeignete Analysensiebe nach DIN ISO 3310 [1] einzusetzen und zu prüfen. Die Güte der Siebe ist mit geeigneten zertifizierten Musterkörnungen zu prüfen (Bezugsquellen siehe Abschnitt 6) oder vom Hersteller kalibrieren zu lassen. Eine Vergleichsiebung 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.

### 3.7 Probenahmegeräte

Nicht automatische Probenahmegeräte:

Schöpfbecher mit oder ohne Klemmstange, Gefäße mit Ventilkappen usw. müssen vor jeder Benutzung einer Sichtprüfung hinsichtlich Reinheit und Dichtigkeit unterzogen werden.

Automatische Probenahmegeräte:

Hierbei ist zu unterscheiden, ob eine zeit- oder ereignisgesteuerte Probenahme erfolgt. Es sind Sicht- und Funktionsprüfungen auszuführen. Je nach Ereignis ist die Wassermenge, pH-Wert, Sauerstoffmessung und die Zeitsteuerung zu prüfen.

## 4 Tabellarische Zusammenstellung

Die in Tabelle 3 angegebenen Überwachungsfristen sind Empfehlungen, die je nach Intensität der Nutzung sowohl nach oben als auch nach unten abweichen können. Festlegungen dazu werden von der/dem verantwortlichen QM-Beauftragten getroffen und sind im Gerätehandbuch dokumentiert.

Tabelle 3: Überwachungsfristen für Prüfmittel

Prüfmittel	Überwachung, Kalibrierung, Justierung	Frist
Waagen	Nivellierung, Nullpunktabgleich, Prüfung mit Prüfkörper. Wartung durch Kundendienst	arbeitstäglich jährlich
Kolbenbüretten	gravimetrisch oder fotometrisch	halbjährlich
Kolbenhubpipetten ≥ 20 µl	gravimetrisch	halbjährlich
Kolbenhubpipetten ≤ 20 µl	gravimetrisch oder fotometrisch	halbjährlich
Mikroliterkolbenspritzen	gravimetrisch oder fotometrisch	halbjährlich
Glas-Flüssigkeits- thermometer	Vergleich mit geeichtem / zertifiziertem Prüfthermometer mit Skalierung kleiner als die des zu kalibrierenden Thermometers	jährlich
Elektrisches Thermometer	Vergleich mit geeichtem / zertifiziertem Prüfthermometer mit Skalierung kleiner als die des zu kalibrierenden Thermometers	jährlich
Trockenschränke, Brutschränke	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit Prüfthermometer	halbjährlich Bei Brutschränken kann eine arbeitstägliche Prüfung erforderlich sein
Muffelöfen	Ist- und Soll-Temperaturvergleich Laserstrahlthermometer oder kalibriertes Thermoelement  Temperaturverlauf einschließlich Bestimmung des Überschwingverhaltens	jährlich  bei Nutzungsbeginn



Prüfmittel	Überwachung, Kalibrierung, Justierung	Frist
Heizblockthermostate	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit Prüfthermometer Temperaturverlauf einschließlich Bestimmung des Überschwingverhaltens	halbjährlich bei Nutzungsbeginn
Thermostate mit Wasserbad	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit Prüfthermometer Temperaturverlauf einschließlich Bestimmung des Überschwingverhaltens	halbjährlich bei Nutzungsbeginn
Kühl- und Gefrierschrank	Ist- und Soll-Temperaturvergleich mit Prüfthermometer Ablesen der Ist-Temperatur im Kühlschrank und Gefrierschrank	jährlich wöchentlich
Analysensiebe	Prüfung mit Prüfsand (zertifizierte Musterkörnung) oder Kalibrierung durch den Hersteller oder Vergleichssiebung mit kalibrierten Prüfsieben	jährlich
Probenahmegeräte	Prüfung der Zeit- oder Mengensteuerung, Sichtprüfung	vor Gebrauch

## 5 Literatur

### [1] Normen

- DIN EN ISO/IEC 17025; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (August 2005)
- 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 2006)

- 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 18123; Baugrund – Untersuchung von Bodenproben – Bestimmung der Korngrößenverteilung November 1996)
- DIN ISO 3310; Analysensiebe – Technische Anforderungen und Prüfung – Teil 1: Analysensiebe mit Metallgewebe (ISO 3310-1:2000) (September 2001)

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

[3] Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) – Richtlinie R 111 (Klassifizierung von Gewichtsstücken), [www.oiml.org/publications/](http://www.oiml.org/publications/)

[4] Deutscher Kalibrierdienst, Richtlinie DKD-R 7-1, Blatt 1-3, Kalibrierung elektronischer nichtselbsttätiger Waagen, 11/1998,  
(Blatt 3: [www.dkd.eu/dokumente/Richtlinien/dkd\\_r\\_7\\_1\\_bl3.pdf](http://www.dkd.eu/dokumente/Richtlinien/dkd_r_7_1_bl3.pdf))

## 6 Bezugsquellen für Musterkörnungen (Beispiele)

- LGC Standards GmbH Wesel, [www.lgcstandards.com](http://www.lgcstandards.com)
- Whitehouse Scientific Ltd. Waverton, [www.whitehousescientific.com](http://www.whitehousescientific.com)

## Anhang A

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

<b>Gerät / Gerätetyp:</b>	
<b>Geräte-Nr.</b>	
<b>Inv.-Nr.:</b>	

<b>10. Festlegungen zu Funktionsprüfungen / Wartungen:</b>			
	<b>Funktionsprüfungen / Wartungen</b>	<b>Zeitraum</b>	
1.			
2.			
3.			
verantwortlicher Prüfleiter / Unterschrift: ..... Datum: .....			
<b>11. Durchgeführte Prüfungen / Wartungen / Störungen / Reparaturen:</b>			
<b>Datum</b>		<b>Unter- schrift</b>	<b>Freigabe Laborleiter</b>

**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:*****Dokumentation gemäß Anhang A*****13. Regelmäßige Kontrolle, Wartung, Justierung bzw. Kalibrierung:*****Dokumentation gemäß Anhang B*****Anmerkung: Mit Kalibrierung ist hier keine analytisch-chemische Kalibrierung sondern der Vergleich mit einem zertifizierten Prüfgerät/-material gemeint (z. B. zertifiziertes / geeichtes Prüfgewicht zur Prüfung von Waagen)**

**Anhang A** zum Musterformblatt „Allgemeine Prüfmittel“:

**Umbauten, Funktionsstörungen, Schäden, Reparaturen**

Datum	Beschreibung des Vorgangs	Bearbeiter	Geräteverantwortlicher

**Anhang B** zum Musterformblatt „Allgemeine Prüfmittel“:

**Regelmäßige Wartung, Justierung bzw. Kalibrierung**

Datum	Beschreibung des Vorgangs	Bearbeiter	Geräteverantwortlicher

**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:**

<b>Maximale Belastung</b>				
<b>Ablesbarkeit (d)</b>				

**12. Kontrollen:***entsprechend der Verfahrensanweisung: xxxxx, Überprüfung der elektronischen Waagen*

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

**Kontrolle der Waage**

Waage:

Inventarnummer:

**A) Kontrolle der Richtigkeit**

Monatlich, mit ..... g Gewicht der Klasse E2 Kalibrierschein Typ

Ser. Nr.

Tolerierte Abweichung:

Monat	Gewogen	Sollwert $\pm$ 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 $\pm$ 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					

**C) Reproduzierbarkeit**

Mit ..... g Gewicht der Klasse E2 Kalibrierschein Typ

Ser. Nr.

Vierteljährlich, jeweils im ersten Monat des jeweiligen Quartals durchzuführen

Tolerierte Abweichung:

Wiederhol- messung	I. Januar	II. April	III. Juli	IV. Oktober	zusätzlich
1					
2					
3					
4					
5					
6					
Standardab- weichung					
Sollwert: 1 digit					
Nicht bestanden					
Bemerkung					
Datum					
Unterschrift					



**Kontrolle der Waagen****Wartungen und Reparaturen**

Waage:

Inventarnummer:

Datum	Beschreibung des Vorgangs	Bearbeiter	Geräteverantwortlicher

**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:

<b>Volumenbereich [µl] :</b>			
<b>Tolerierte Abweichung [%]</b>			
<b>Richtigkeit</b>			
<b>Präzision</b>			

12. Kontrollen:

*entsprechend der Verfahrensanweisung: xxxxx, Funktionskontrolle der Kolbenhubpipetten*

- Sichtkontrolle
- Arbeitstäglische Schnellkontrolle
- Kalibrierung auf Richtigkeit und Präzision

**A) Kontrolle für die arbeitstägliche Schnellprüfung auf Richtigkeit.**

Pipette (Bezeichnung/Nummer):

**Ausschlussgrenzen:**

Sollwert für Temperatur : 20 –25 °C

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

**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			
<b>Richtigkeit bestanden</b>			
Standardabweichung, S Gleichung (5)			
Variationskoeffizient VK [%] festes Volumen Gleichung (6)			
Variationskoeffizient VK [%] variables Volumen Gleichung (7)			
Sollwert für die Präzision			
<b>Präzision bestanden</b>			
Bemerkung			
Maßnahmen bei negativer Prüfung			

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

mit  $V_m$  = Mittelwert von 10 Wägungen

**5. Kühlschrankprüfung, Musterformblatt**

<b>Gerät:</b>				<b>Inventar-Nr.:</b>				<b>Raum:</b>	
<b>Toleranzbereich der Temperatur:</b> _____ °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"/>									
<b>Messzyklus:</b> <input type="checkbox"/> täglich <input type="checkbox"/> monatlich <input type="checkbox"/> wöchentlich <input type="checkbox"/> _____								<b>Jahr:</b>	
<b>Monat:</b>					<b>Monat:</b>				
<b>Tag</b>	<b>Datum</b>	<b>Temp.</b> [°C]	<b>gepr.</b>	<b>Bemerkung</b>	<b>Datum</b>	<b>Temp.</b> [°C]	<b>gepr.</b>	<b>Bemerkung</b>	
1.									
2.									
3.									
4.									
...									