



VITLAB®

Volumenmessgeräte

Prüfanweisung (SOP)
Standard Operating Procedure

VITLAB GmbH

Linus-Pauling-Str. 1

63762 Grossostheim

Germany

Telefon: +49 6026 97799-0

Fax: +49 6026 97799-30

E-mail: info@vitlab.com

Internet: www.vitlab.com

Inhalt

1. Einleitung	3
2. Vorbereitung auf die Prüfung	4
3. Visuelle Prüfung	5
4. Prüfgeräte und Messumgebung	6
5. Gravimetrische Prüfung	7
6. Auswertung	10
7. Tabellen	11

1. Einleitung

Der Aufbau und die Prüfung von Volumenmessgeräten werden in der Norm DIN EN ISO 4787 beschrieben. Diese Prüfanweisung ist die Übertragung dieser Norm in eine praxisgerechte Form.

Wir empfehlen, alle 1 - 3 Jahre (je nach Anwendung häufiger) eine wiederkehrende Überprüfung durchzuführen, da sich die Messgenauigkeit z. B. infolge der Verwendung aggressiver Chemikalien und Art und Häufigkeit der Reinigung verändern kann.

Diese Prüfanweisung kann als Grundlage zur Prüfmittelüberwachung nach DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 verwendet werden.

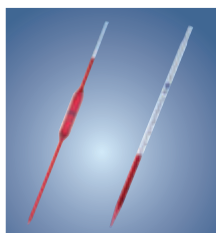
Volumenmessgeräte von VITLAB



Messkolben



Messzylinder



Voll- und Messpipetten



Büretten

Meniskuseinstellung

Konkaver Meniskus

Bei nach unten gekrümmtem Meniskus wird die tiefste Stelle des Flüssigkeitsspiegels abgelesen. Der tiefste Punkt muss die obere Kante des Teilstrichs bedecken.

Beispiel: Wässrige Lösung und Glaswand



Konvexer Meniskus

Bei nach oben gekrümmtem Meniskus wird das Flüssigkeitsvolumen an der höchsten Stelle des Flüssigkeitsspiegels abgelesen. Die höchste Stelle des Meniskus muss die obere Kante des Teilstrichs berühren.

Beispiel: Wässrige Lösung und Kunststoffwand



2. Vorbereitung auf die Prüfung

Bei allen VITLAB® Volumenmessgeräten sind Chargen-/Seriennummer, Nennvolumen und Fehlergrenzen auf das Gerät gedruckt.

- Die Prüfung beginnt mit einer eindeutigen Beschreibung des Volumenmessgerätes auf dem Prüfprotokoll.

2.1 Geräteidentifikation

Chargennummer ermitteln (bzw. individuelle Seriennummer bei Einzelzertifikat)

- Jedes Klasse A Volumenmessgerät von VITLAB trägt eine Chargennummer. Diese in das Prüfprotokoll eintragen.

Gerätetyp ermitteln

- In das Prüfprotokoll eintragen. Unterscheidung zwischen Geräten justiert auf Einguss „In“ wie Messkolben und Messzylinder und Geräten justiert auf Auslauf „Ex“ (Voll- und Messpipetten, Büretten und Titrierapparate).

Falls kundeneigene Kennzeichnung vorhanden

- Kennzeichnung in das Prüfprotokoll eintragen.

2.2 Nennvolumen und Fehlergrenzen

Nennvolumen und ggf. Teilung ermitteln

- In das Prüfprotokoll eintragen. Bei Volumenmessgeräten mit Skala auch die Teilung angeben, z. B. 20 : 0,1 ml

Fehlergrenzen ermitteln

- Die Fehlergrenzen vom Gerät ablesen und in das Prüfprotokoll eintragen.

2.3 Werkstoff

Werkstoff ermitteln

- Zum Beispiel:
Kunststoff: PFA, PMP, PP (Messkolben und Messzylinder)
Borosilikatglas 3.3 (Büretten, Titrierapparat)
Werkstoff in das Prüfprotokoll eintragen.

3. Visuelle Prüfung

3.1 Sauberkeit

Keine Medienreste

Fettfreie Oberfläche

- Zur Erzielung der angegebenen Volumengenauigkeit muss die Oberfläche sauber und fettfrei sein. Bleiben an der Gefäßwand Tropfen hängen oder bildet sich der Meniskus nicht sauber aus, so ist das Messgerät nicht fettfrei und es muss gereinigt werden. Anschließend mit Leitungswasser und dann mit destilliertem oder entionisiertem Wasser spülen.

3.2 Aufschriften auf Volumenmessgeräten

Auf die Lesbarkeit achten

- Kennzeichnungen wie z. B. DE-M Kennzeichnung, Genauigkeitsklasse A, Nennvolumen, Fehlergrenzen, Bezugstemperatur, Justierung In / Ex, Chargen- oder Seriennummer etc. sowie Volumenmarken müssen deutlich lesbar sein.

3.3 Beschädigungen

Allgemeine Beschädigungen

- Die Oberfläche darf keine markanten Beschädigungen wie Kratzer oder Ausbrüche zeigen.
- Bei Pipetten und Büretten darf insbesondere die Spitzenöffnung nicht beschädigt sein.
- Bürettenhähne müssen dicht, ruckfrei und leichtgängig schließen. Innerhalb von 60 Sekunden darf sich kein Tropfen an der Spitze bilden.

4. Prüfgeräte und Messumgebung

Prüfraum

Die Kalibrierung sollte in einem zugfreien Raum mit konstanter Temperatur- und Luftfeuchtigkeit durchgeführt werden.

Temperatur

Das zu prüfende Gerät und die Prüfflüssigkeit müssen ein Gleichgewicht mit den Raumbedingungen erreicht haben. Dafür Volumenmessgerät (unverpackt) und Flüssigkeit mindestens 1 Stunde im Prüfraum verweilen lassen und Temperaturveränderungen (z.B. durch Sonneneinstrahlung) vermeiden. Dann einen Abgleich der Geräte-, Flüssigkeits- und Raumtemperatur durchführen.

Prüfflüssigkeit

Destilliertes oder entionisiertes Wasser (Flasche min. 500 ml), mindestens Qualität 3 entsprechend ISO 3969. Abgleich der Wasser- und Raumtemperatur auf max. 0,5 °C.

Waage

Empfohlene Spezifikationen siehe Tabelle:

Gewähltes Volumen* des zu prüfenden Gerätes V	Auflösung der Waagenanzeige mg	Standardunsicherheit (Wiederholpräzision) mg	Linearität mg
100 µl < V ≤ 10 ml	0,1	0,2	0,2
10 ml < V ≤ 1000 ml	1	1	2
1000 ml < V ≤ 2000 ml	10	10	20
V > 2000 ml	100	100	200

*Aus praktischen Erwägungen darf das Nennvolumen zur Auswahl der Waage verwendet werden

Thermometer

Nur Thermometer mit einer maximalen Messabweichung von 0,1 °C verwenden.

Barometer

Zur Prüfung des Luftdrucks, mit der Genauigkeit von 1 kPa.

Wägegefäß

Gefäß (z.B. Erlenmeyerkolben) mit etwas Wasser füllen, so dass mindestens der Boden bedeckt ist.

Pipettierhelfer

z.B. VITLAB maneus®

Prüfaufbau

Zur Prüfung der auf „Ex“ justierten Pipetten und Büretten wird ein Stativ zum senkrechten Einspannen des Messgerätes benötigt.

Stoppuhr

Zur Einhaltung der Wartezeit, mit der Genauigkeit von ± 1 Sekunde.

Zellstoff

Fusselfrei, zum Abwischen.

Rückführung der Prüfung auf das nationale Normal

Durch die Verwendung von kalibrierten Prüfmitteln (Waage und Thermometer) wird die Forderung der DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 nach Rückführung der Prüfung auf das nationale Normal erfüllt. Das Kalibrieren der Waage kann z. B. durch DAkkS-Kalibrierung, eine direkte amtliche Eichung der Waage oder durch Kalibrieren der Waage mit entsprechend rückgeführten Gewichten (entsprechender Genauigkeit) erfolgen. Das Kalibrieren des Thermometers, Hygrometers und Barometers kann ebenso durch eine DAkkS-Kalibrierung, eine amtliche Eichung oder durch Vergleich mit entsprechend rückgeführten Thermometern (bei definierten Bedingungen) erfolgen.

5. Gravimetrische Prüfung

5.1 Volumenmessgeräte justiert auf Einguss „In“

Messkolben und Messzylinder (PFA, PMP, PP)

1. Temperatur der Prüfflüssigkeit bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
2. Leergewicht des trockenen Messgerätes (W1) bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
3. Messgerät etwa 5 mm über die Ringmarke mit der Prüfflüssigkeit füllen.
 - ▶ Oberhalb des Meniskus darf die Gefäßwand nicht benetzt sein. Ggf. mit Zellstoff trockenwischen.
4. Den Meniskus durch Flüssigkeitsentnahme mit einer Pipette exakt auf die Ringmarke einstellen.
 - ▶ Dabei soll der Meniskus a) bei konkaver Ausbildung mit dem tiefsten Punkt oder b) konvexer Ausbildung mit dem höchsten Punkt mit der Oberkante der Marke bei parallaxenfreier Ablesung in einer Ebene liegen.
5. Gewicht des gefüllten Messgerätes (W2) bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.

5.2 Volumenmessgeräte justiert auf Ausguss „Ex“

Voll- und Messpipetten

1. Temperatur der Prüfflüssigkeit bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
2. Gewicht des Wägegefäßes (W1) bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
3. Pipette senkrecht in ein Stativ spannen.
4. Pipette mit Hilfe eines Pipettierhelfers etwa 5 mm über die Ringmarke des Nennvolumens füllen.
5. Pipettenspitze außen mit Zellstoff abwischen.
6. Meniskus exakt durch Ablassen der Flüssigkeit einstellen.

Achtung: Zu diesem Zeitpunkt nicht in das Wägegefäß pipettieren.

- ▶ Dabei soll der Meniskus bei a) konkaver Ausbildung am tiefsten Punkt oder b) konvexer Ausbildung mit dem höchsten Punkt mit der Oberkante der Marke bei parallaxenfreier Ablesung in einer Ebene liegen.
 - ▶ Einen evtl. an der Spitze anhaftenden Tropfen abstreifen.
7. Dann die Flüssigkeit in das Wägegefäß ablaufen lassen, wobei die Pipettenspitze die geneigte Gefäßwand berührt.
 - ▶ Sobald der Meniskus in der Pipettenspitze zum Stillstand gekommen ist, beginnt die Wartezeit.
 - ▶ Einen evtl. an der Spitze anhaftenden Tropfen an der Innenseite des Wägegefäßes abstreifen.
 8. Gewicht des gefüllten Wägegefäßes (W2) ermitteln.
 - ▶ Messwert in das Prüfprotokoll eintragen.

Hinweis: Bei auf teilweisen Ablauf justierten Pipetten lässt man das Wasser bis etwa 10 mm oberhalb des untersten Teilstrichs ablaufen, wobei die Pipettenspitze die geneigte Gefäßwand des Wägegefäßes berührt. Nach der Wartezeit von 15 Sekunden stellt man exakt auf den Teilstrich ein.

Büretten und Titrierapparate

1. Temperatur der Prüfflüssigkeit bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
2. Gewicht des Wägegefäßes (W1) bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.
3. Bürette senkrecht in ein Stativ einspannen.
4. Bürette etwa 5 mm über die Nullmarke und zum Belüften des Bürettenhahns maximal bis zum Nennvolumen ablaufen lassen.
 - ▶ Nach dem ersten Füllen kann sich eine kleine Luftblase im Bürettenhahn befinden. Um die Blase zu entfernen, die Bürette schräg halten und mit dem Finger leicht gegen die Stelle klopfen, an der die Blase sitzt.
5. Bürette bis etwa 5 mm über die Nullmarke füllen.
 - ▶ Dabei darf die Gefäßwand oberhalb der Nullmarke nicht benetzt werden (evtl. mit Zellstoff trockenwischen).
6. Nullpunkt exakt durch Ablassen der Flüssigkeit einstellen.
 - ▶ Dabei soll der Meniskus bei a) konkaver Ausbildung mit dem tiefsten Punkt oder b) bei konvexer Ausbildung mit dem höchsten Punkt mit der Oberkante der Marke bei parallaxenfreier Ablesung in einer Ebene liegen.
 - ▶ Bei Büretten mit Schellbachstreifen soll der Berührungspunkt der beiden Pfeilspitzen mit der Nullmarke bei parallaxenfreier Ablesung in einer Ebene liegen.
7. Die Prüfflüssigkeit in das Wägegefäß bis etwa 5 mm oberhalb des unteren Teilstrichs frei ablaufen lassen.
 - ▶ Die Bürettenspitze darf die Gefäßwand nicht berühren.
8. Nach einer Wartezeit von 30 Sekunden (auf der Stoppuhr ablesen) den Meniskus exakt auf den Teilstrich des Nennvolumens einstellen.
 - ▶ Die Spitze an der Gefäßinnenwand abstreifen.
9. Erneut das Gewicht des Wägegefäßes (W2) bestimmen.
 - ▶ Wert in das Prüfprotokoll eintragen.

6. Auswertung

In der Regel reicht zumindest bei allen auf „In“ justierten Messgeräten, eine einmalige Prüfung aus. Bei auf „Ex“ justierten Messgeräten sollten zur Sicherheit 3 Messwerte ermittelt werden und der daraus resultierende Mittelwert verwendet werden. Der Streubereich der einzelnen Messwerte soll nicht größer als $\frac{1}{4}$ der zulässigen Fehlergrenze des jeweiligen Messgerätes sein.

Beispiel: Die zulässige Fehlergrenze einer 50 ml Bürette beträgt $\pm 0,10$ ml. Der Streubereich der Einzelwerte sollte also kleiner als $\pm 0,025$ ml sein. Wird dieser Wert überschritten, so ist das Prüfverfahren zu überprüfen und die Prüfung erneut durchzuführen.

In der Norm 4787 ist die Prüfung von Volumenmessgeräten beschrieben und folgende allgemeine Berechnungsformel angegeben:

$$V_{20} = (W_2 - W_1) \left(\frac{1}{\rho_W - \rho_L} \right) \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G} \right) (1 - \gamma (t - 20^\circ \text{C}))$$

Da diese Formel sehr aufwendig zu handhaben ist und eine Vielzahl von Tabellen nötig wäre, wurde die Berechnung durch die Einführung des Faktors z vereinfacht:

$$V_{20} = (W_2 - W_1) \cdot z$$

Dabei ist: V_{20} [ml]: Volumen des Messgerätes bei 20°C

W_1 [g]: Gewichtswert des leeren Messgerätes / bzw. vor der Volumenabgabe

W_2 [g]: Gewichtswert des befüllten Messgerätes / bzw. nach der Volumenabgabe

z [ml/g]: Faktor der zusammengefassten Prüfparameter (siehe Tabellen)

Zur weiteren Vereinfachung der Prüfmittel-Liste wird empfohlen, die DE-M gekennzeichneten Volumenmessgeräte mit Chargennummer oder individueller Seriennummer einzusetzen. Für zertifizierte Volumenmessgeräte kann die Erstprüfung entfallen, da die Prüfergebnisse bereits im Zertifikat bestätigt wurden.

Der Faktor „z“

Im Faktor z sind folgende Parameter enthalten:

Dichte des Justiergewichts der Waage (ρ_g):

- ▶ 8 g/ml (siehe Bedienungsanleitung des Waagenherstellers)

Dichte der Luft (ρ_l) in Abhängigkeit von Luftdruck, Temperatur und einer rel. Luftfeuchte von 40 - 90 %

- ▶ Für alle Volumenmessgeräte (ausgenommen Messkolben > 250 ml) ist der Einfluss des Luftdrucks relativ gering, bezogen auf die gegebenen Fehlergrenzen. Daher den Korrekturfaktor „z“ aus der Tabelle „mittlerer Luftdruckbereich“ entnehmen.
- ▶ Für Messkolben > 250 ml muss die entsprechende Tabelle des oberen, mittleren oder unteren Luftdruckbereichs gewählt werden. Zur Entscheidung den Luftdruck messen oder das örtliche Wetteramt anfragen.
- ▶ Die Luftdruckangabe, bezogen auf die Meereshöhe, ist auf die jeweilige Ortshöhe umzurechnen.

Dichte des Wassers (ρ_w) in Abhängigkeit von der Temperatur

Kubischer Ausdehnungskoeffizient (γ) in Abhängigkeit vom Werkstoff:

- ▶ Boro 3.3: $\gamma = 9,9 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
- ▶ Polypropylen: $\gamma = 450 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
(Herstellerangabe, Mittelwert aus $\gamma = 300 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ bis $\gamma = 600 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)
- ▶ Polymethylpenten: $\gamma = 351 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (Herstellerangabe, Mitsui)
- ▶ PFA: $\gamma = 330 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

7.1 Faktor z in [ml/g] für Borosilikatglas 3.3 und PFA

Temperatur °C	unterer Luftdruckbereich 980 bis 1000 hPa		mittlerer Luftdruckbereich 1000 bis 1020 hPa		oberer Luftdruckbereich 1020 bis 1040 hPa	
	Boro 3.3	PFA	Boro 3.3	PFA	Boro 3.3	PFA
15	1,00200	1,00360	1,00202	1,00362	1,00204	1,00365
15,5	1,00207	1,00351	1,00209	1,00353	1,00211	1,00356
16	1,00214	1,00343	1,00216	1,00345	1,00218	1,00347
16,5	1,00222	1,00334	1,00224	1,00336	1,00226	1,00338
17	1,00230	1,00326	1,00232	1,00328	1,00234	1,00330
17,5	1,00238	1,00318	1,00240	1,00320	1,00242	1,00322
18	1,00246	1,00311	1,00248	1,00313	1,00251	1,00315
18,5	1,00255	1,00303	1,00257	1,00305	1,00260	1,00308
19	1,00264	1,00296	1,00266	1,00298	1,00268	1,00301
19,5	1,00274	1,00290	1,00276	1,00292	1,00278	1,00294
20	1,00283	1,00283	1,00285	1,00285	1,00287	1,00287
20,5	1,00293	1,00277	1,00295	1,00279	1,00297	1,00281
21	1,00303	1,00271	1,00305	1,00273	1,00307	1,00275
21,5	1,00313	1,00265	1,00316	1,00267	1,00318	1,00269
22	1,00321	1,00260	1,00323	1,00262	1,00325	1,00264
22,5	1,00335	1,00255	1,00337	1,00257	1,00339	1,00259
23	1,00346	1,00250	1,00348	1,00252	1,00350	1,00254
23,5	1,00358	1,00245	1,00360	1,00247	1,00362	1,00249
24	1,00369	1,00240	1,00371	1,00243	1,00373	1,00245
24,5	1,00381	1,00236	1,00383	1,00238	1,00385	1,00240
25	1,00393	1,00232	1,00395	1,00234	1,00397	1,00234
25,5	1,00405	1,00229	1,00408		1,00410	1,00233
26	1,00418	1,00225	1,00420		1,00422	1,00229
26,5	1,00431	1,00222	1,00433		1,00435	1,00226
27	1,00444	1,00219	1,00446		1,00448	1,00223
27,5	1,00457	1,00216	1,00459		1,00461	1,00220
28	1,00471	1,00213	1,00473		1,00475	1,00218
28,5	1,00485	1,00211	1,00487		1,00489	1,00215
29	1,00499	1,00209	1,00501		1,00503	1,00213
29,5	1,00513	1,00207	1,00515		1,00517	1,00211
30	1,00527	1,00205	1,00529		1,00531	1,00210

7.2 Faktor z in [ml/g] für PMP und PP

Temperatur °C	unterer Luftdruckbereich 980 bis 1000 hPa		mittlerer Luftdruckbereich 1000 bis 1020 hPa		oberer Luftdruckbereich 1020 bis 1040 hPa	
	PMP	PP	PMP	PP	PMP	PP
15	1,00371	1,00420	1,00373	1,00423	1,00375	1,00425
15,5	1,00361	1,00406	1,00363	1,00408	1,00365	1,00410
16	1,00351	1,00391	1,00353	1,00393	1,00355	1,00395
16,5	1,00342	1,00376	1,00344	1,00379	1,00346	1,00381
17	1,00332	1,00362	1,00334	1,00364	1,00337	1,00366
17,5	1,00324	1,00348	1,00326	1,00351	1,00328	1,00353
18	1,00315	1,00335	1,00317	1,00337	1,00319	1,00339
18,5	1,00307	1,00322	1,00309	1,00324	1,00311	1,00326
19	1,00298	1,00308	1,00301	1,00310	1,00303	1,00313
19,5	1,00291	1,00296	1,00293	1,00298	1,00295	1,00300
20	1,00283	1,00283	1,00285	1,00285	1,00287	1,00287
20,5	1,00276	1,00271	1,00278	1,00273	1,00280	1,00275
21	1,00269	1,00259	1,00271	1,00261	1,00273	1,00263
21,5	1,00262	1,00247	1,00264	1,00249	1,00266	1,00251
22	1,00256	1,00232	1,00255	1,00235	1,00257	1,00237
22,5	1,00250	1,00225	1,00252	1,00227	1,00254	1,00229
23	1,00243	1,00214	1,00245	1,00216	1,00247	1,00218
23,5	1,00238	1,00203	1,00240	1,00205	1,00242	1,00207
24	1,00232	1,00192	1,00234	1,00194	1,00236	1,00196
24,5	1,00227	1,00182	1,00229	1,00184	1,00231	1,00186
25	1,00222	1,00172	1,00224	1,00174	1,00226	1,00176
25,5	1,00217	1,00162			1,00221	1,00167
26	1,00212	1,00153			1,00216	1,00157
26,5	1,00208	1,00144			1,00212	1,00148
27	1,00204	1,00134			1,00208	1,00139
27,5	1,00200	1,00126			1,00204	1,00130
28	1,00196	1,00117			1,00201	1,00121
28,5	1,00193	1,00109			1,00198	1,00113
29	1,00190	1,00100			1,00194	1,00104
29,5	1,00187	1,00093			1,00191	1,00097
30	1,00184	1,00085			1,00188	1,00089

Prüfprotokoll für Volumenmessgeräte

1. Volumenmessgerät, Klasse A / AS, DE-M gekennzeichnet

Seriennummer: _____

Lot-Nr.: _____

Justierung: ☐ „In“ ☐ „Ex“

Gerätetyp: _____

Nennvolumen : Teilung: _____

Fehlergrenzen _____

Werkstoff ☐ PFA
☐ PMP (Polymethylenpenten)
☐ PP (Polypropylen)
☐ Borosilikatglas 3.3
☐ _____

Kundeneigene Kennzeichnung: _____

2. Beschädigungen: ☐ keine
☐ Art der Beschädigung
.....
.....
.....

3. Prüfbedingungen:

Prüftemperatur:°C Luftdruck: ☐ unterer ☐ mittlerer ☐ oberer
Waage: Ger. - Nr.:
Thermometer: Ger. - Nr.:

4. Berechnung: $V_{20} = (W_2 - W_1) \cdot z$

5. Wägewerte und Auswertung der gravimetrischen Prüfung:

Wägewerte-Nr.	Wägewert W_2 [g]	Wägewert W_1 [g]	Faktor z [ml/g]	Volumen V_{20} [ml]
x_1				
x_2				
x_3				
Mittelwert:				

- ☐ Prüfung bestanden (innerhalb der Fehlergrenzen)
- ☐ Prüfung nicht bestanden (außerhalb der Fehlergrenzen)