

PTB-Prüfregeln

Band 21

Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke



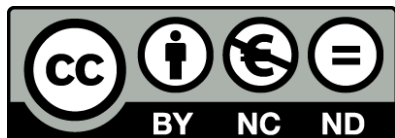
Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Braunschweig und Berlin

ISSN 0341-7964

Diese elektronische Version der PTB-Prüfregel Band 21 ist durch Digitalisierung der 1992 erschienenen Druckversion erzeugt worden. Die folgenden Seiten sind Bilddateien.

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC BY-NC-ND 4.0 (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).



Empfohlene Zitierweise:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt. Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke [online]. Bearbeitet von R. Belac und H. J. Groß. Braunschweig, © 1992, digitalisiert 2020. PTB-Prüfregeln, Band 21. ISSN 0341-7964.

Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7795/510.20200716N>

Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

ISNI: 0000 0001 2186 1887

Presse und Öffentlichkeitsarbeit

Bundesallee 100

38116 Braunschweig

Telefon:(05 31) 592-93 13

Telefax:(05 31) 592-92 92

www.ptb.de

PTB-Prüfregeln

Band 21

Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke

Bearbeitet von

R. Belac (Eichamt Wertheim) und H. J. Groß (Eichamt München)

unter Mitwirkung von H. Bettin und F. Spieweck (PTB)

Herausgegeben von der

Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB)

in Zusammenarbeit mit den Eichbehörden in Baden-Württemberg, Bayern, Hessen, Rheinland-Pfalz, Schleswig-Holstein und Thüringen sowie dem Normenausschuß Laborgeräte im DIN und dem Institut für Klinische Chemie I der Medizinischen Hochschule Hannover

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Braunschweig und Berlin

ISSN 0341-7964

<https://doi.org/10.7795/510.20200716N>

Die PTB-Prüfregeln sollen als Unterlage und Richtlinie für die Prüfung von Meßgeräten und Betriebsmitteln dienen. Den wesentlichen Teil einer Prüfregel bildet demnach die ausführliche Beschreibung der Prüfverfahren, der benötigten Normalgeräte und anderer Prüfmittel. Soweit es zum besseren Verständnis nützlich erscheint, wird auch auf die Ausführung der Gerätearten und auf Besonderheiten, die bei ihrer Anwendung zu beachten sind, eingegangen. Das Gebiet der PTB-Prüfregeln umfaßt nicht nur die eich- und beglaubigungsfähigen Meßgeräte, sondern auch Meßgeräte und Objekte anderer Art, die im Bereich der PTB geprüft werden. Die Prüfregeln wenden sich sowohl an die Eichbehörden, staatlich anerkannten Prüfstellen und Überwachungsorgane als auch an die Prüflaboratorien von Industrie und Wirtschaft. Sie werden ferner für die Einrichtung von Prüfstellen und Meßräumen sowie für Lehrzwecke von Nutzen sein.

Schriftleitung: Dipl.-Phys. H. Klages
 Physikalisch-Technische Bundesanstalt
 Bundesallee 100, D-3300 Braunschweig

PTB-Prüfregeln Band 21, 1992

Alle Rechte vorbehalten

Copyright © 1992 by Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

Printed in Germany 1992

Inhaltsverzeichnis

	Vorbemerkungen	
1	Allgemeine Grundlagen	1
1.1	Volumen	1
1.2	Maßraum und Nennvolumen	1
1.3	Justierung	2
1.4	Bezugstemperatur	2
1.5	Fehlergrenzen	3
2	Meßgerätearten	4
2.1	Allgemeines	4
2.2	Beschreibung der Meßgeräte	4
2.2.1	Meßkolben	5
2.2.2	Meßzylinder für ein Volumen	5
2.2.3	Meßzylinder mit Skale	5
2.2.4	Büretten für Flüssigkeiten	6
2.2.5	Pipetten mit einzelnen Marken	6
2.2.6	Pipetten mit einer Skale	9
2.2.7	Gasvolumetrische Meßgeräte	10
2.2.8	Volumenmeßgeräte mit Hubkolben	12
3	Fehlerquellen	17
3.1	Allgemeines	17
3.2	Prüffehler und Hinweise zu ihrer Vermeidung	17
4	Prüfeinrichtungen und Prüfmittel	21
4.1	Prüfräume	21
4.2	Normalgeräte	21
4.3	Prüfflüssigkeit	22
4.4	Hilfsmessgeräte	22
4.5	Hilfseinrichtungen	23

5	Prüfung und Prüfverfahren	25
5.1	Allgemeines	25
5.1.1	Prüfpunkte	25
5.1.2	Prüfungsniederschriften	26
5.1.3	Kennzeichnung	27
5.1.4	Bescheinigungen	27
5.2	Konformitätsprüfung	27
5.2.1	Beschaffenheitsprüfung	28
5.2.2	Meßtechnische Prüfung	29
5.3	Verfahren der Volumenermittlung	32
5.3.1	Gravimetrische Methode	34
5.3.2	Volumetrische Methode	37
5.4	Anforderungen an die Meßgeräte	38
5.4.1	Meßkolben	38
5.4.2	Meßzylinder	39
5.4.3	Büretten	39
5.4.4	Vollpipetten	40
5.4.5	Meßpipetten	41
5.4.6	Büretten und Meßröhren für Gase	44
5.4.7	Mikroazotometer	47
5.5	Auswertung der Prüfergebnisse	47
	Literatur	49
	Tabellenverzeichnis	50

Vorbemerkungen

Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke nach Anlage 12 der Eichordnung [1] sind häufig verwendete und bei sachgemäßer Anwendung größtenteils hochgenaue Meßgeräte.

Diese Prüfregel ist in Verbindung mit der Eichordnung (EO) vom 12. August 1988 [1] und den PTB-Anforderungen 12 (PTB-A 12) vom Dezember 1989 [2] als anerkannte Regeln der Technik die Grundlage zur Ausstellung der Konformitätsbescheinigung für diese Meßgeräte. Anerkannte Regeln der Technik sind außerdem die im „Verzeichnis der Vorschriften und anerkannten Regeln der Technik nach der Eichordnung“ [3] aufgelisteten Vorschriften und Normen in ihrer jeweils aktuellen Fassung.

Die Prüfregel ersetzt die „Richtlinien für das Verfahren bei der eichtechnischen Prüfung von Meßgeräten für wissenschaftliche und technische Untersuchungen (Abschnitt XII der Eichordnung)“ aus dem Jahr 1964 [4]. Sie befaßt sich mit der Ausstellung der Konformitätsbescheinigung der Geräte. Die Überwachung des Ausstellens von Konformitätsbescheinigungen ist nicht Bestandteil dieser Prüfregel, da die Überwachung bereits unter Nummer 3 der Richtlinien für die Überwachung von Konformitätsprüfungen, Wartungsdiensten und Qualitätssicherung in medizinischen Laboratorien durch die zuständigen Behörden (RL-KWQ) [5] vom 1. Februar 1990 beschrieben ist.

Darüber hinaus wendet sich diese Prüfregel auch an Hersteller, die selbst keine Konformitätsbescheinigungen ausstellen und an Verwender dieser Meßgeräte, denen sie Information und Hilfe sein will.

1 Allgemeine Grundlagen

1.1 Volumen

Die Prüfung der hier behandelten Meßgeräte erstreckt sich meßtechnisch auf die Bestimmung ihres Volumens sowie einzelner Meßwerte der Länge oder der Zeit, die die Genauigkeit der Meßgeräte beeinflussen können.

Mit Volumen bezeichnet man den Rauminhalt eines festen, flüssigen oder gasförmigen Körpers (Zeichen: V). Die abgeleitete SI-Einheit des Volumens ist das Kubikmeter (m^3) [6]. Verwendung bei den in dieser Prüfregele behandelten Meßgeräten finden aber auch

das Liter	(l)	für das Kubikdezimeter	(dm^3)
das Milliliter	(ml)	für das Kubikzentimeter	(cm^3)
das Mikroliter	(μl)	für das Kubikmillimeter	(mm^3).

Die Gleichsetzung dieser Volumenbezeichnungen ist zulässig durch einen Beschluß der 12. Generalkonferenz für Maß und Gewicht, 1964 in Paris. Die Verwendung wird ausdrücklich gestattet durch die Anlage 12 der Eichordnung [1].

1.2 Maßraum und Nennvolumen

Der Maßraum stellt das definierte Volumen eines Meßgerätes dar. Er wird begrenzt durch den Boden eines Meßgerätes, durch die selbsttätige Einstellung der Flüssigkeit in einer Ablaufspitze, durch einen Hahn oder durch den Flüssigkeitsmeniskus, der auf eine Marke eingestellt wird.

Das Nennvolumen ist bei Volumenmeßgeräten

- für einen Volumenwert, dieser Wert
- für mehrere Volumenwerte, der größte dieser Werte
- mit einer Skale, der Skalenendwert.

1.3 Justierung

Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke sind je nach Verwendungszweck

- entweder auf Einguß (In) justiert, d. h. die in das trockene Meßgerät eingefüllte und innerhalb der Maßraumbegrenzungen befindliche Flüssigkeit stellt das definierte Volumen dar
- oder auf Ablauf oder Ausguß (Ex) justiert, d. h. die zwischen zwei Maßraumbegrenzungen ausgeflossene oder ausgegossene Flüssigkeit stellt das definierte Volumen dar.

Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke werden in den meisten Fällen in Klassen unterteilt. Man unterscheidet die Klassen A, AS und B. Zur Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung sind – soweit die EO, Anlage 12 [1] ein Klassenzeichen vorschreibt – nur Geräte der Klassen A und AS zugelassen. Geräte auf Ex unterscheiden sich je nach Klasse in ihrer Ablaufzeit. Ablaufzeit ist die Zeit, innerhalb der der zusammenhängende Ablauf des Nennvolumens erfolgen muß.

Klasse A : längere Ablaufzeit als Klasse AS; keine Wartezeit, d. h. sofort nach Einstellung des gewünschten Volumens steht dieses zur Verfügung.

Klasse AS : kürzere Ablaufzeit als Klasse A plus Wartezeit. Die entsprechende Wartezeit muß auf dem Gerät angegeben sein z. B. in der Form „Ex + 15 s“, d. h. kurz vor Erreichen des gewünschten Volumens muß der Ablauf unterbrochen werden. Erst nach der vorgeschriebenen Wartezeit wird genau eingestellt.

Die während der Wartezeit von der Innenwand des Gerätes nachlaufende Flüssigkeit ist Bestandteil des Volumens.

Die Meßgeräte sind für Wasser justiert, wenn nicht durch eine Aufschrift auf ihnen auf eine bestimmte andere Flüssigkeit hingewiesen wird.

1.4 Bezugstemperatur

Das Volumen der Meßgeräte gilt für eine Bezugstemperatur von 20 °C, d. h. wenn Prüfraum, Prüfliquidität und Meßgerät eine Temperatur von 20 °C haben, beinhaltet ein fehlerfreies Meßgerät sein Nennvolumen (Justierung In) oder gibt es ab (Justierung Ex).

1.5 Fehlergrenzen

Die Fehlergrenzen sind die zulässigen Höchstbeträge für positive oder negative Abweichungen vom (richtigen) Nennwert.

Als richtig gilt der Wert des Normals oder der Normalmeßeinrichtung.

Die Fehlergrenzen der in dieser Prüffregel behandelten Meßgeräte sind in der Anlage 12 der Eichordnung [1] festgesetzt.

2 Meßgerätearten

2.1 Allgemeines

Die Meßgeräte, auf die sich diese Prüfregel bezieht, sind aufgeführt in

- a) der Eichordnung Anlage 12 [1]
- b) den PTB-Anforderungen „Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke“ (PTB-A 12) [2].

In PTB-A 12 sind alle Normen zitiert, die die in der EO Anl. 12 aufgeführten Meßgeräte behandeln. Sie enthalten die Bauanforderungen für die Meßgeräte und Hinweise für deren Benutzung. Diese Meßgeräte sind allgemein zur Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung zugelassen. Die Übereinstimmung der Meßgeräte mit der Zulassung wird vom Hersteller oder von der zuständigen Eichbehörde durch Anbringung des Konformitätszeichens bescheinigt (siehe Eichordnung § 5 [1]).

Das Konformitätszeichen hat die Form eines „H“ (Bild 1). Es enthält in seinem oberen Feld den Namen oder das Kennzeichen desjenigen, der die Übereinstimmung mit der Zulassung bescheinigt.

Das Kennzeichen der Eichbehörden ist das Eichzeichen – hier das Eichzeichen des Freistaates Bayern (Bild 2).

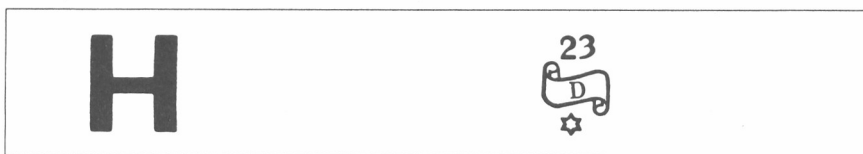


Bild 1: Konformitätszeichen

Bild 2: Eichzeichen

2.2 Beschreibung der Meßgeräte

Anmerkung: Bildliche Darstellungen der in dieser Prüfregel behandelten Meßgeräte finden sich außerdem noch in den betreffenden Normen.

2.2.1 Meßkolben nach DIN 12 664 Teil 1 und Teil 2

Meßkolben dienen zur Darstellung eines vorgegebenen Volumens.

Meßkolben sind nur auf Einguß (In) justiert.

Zur Prüfung von Fertigpackungen werden Meßkolben mit zusätzlichen Marken benötigt.

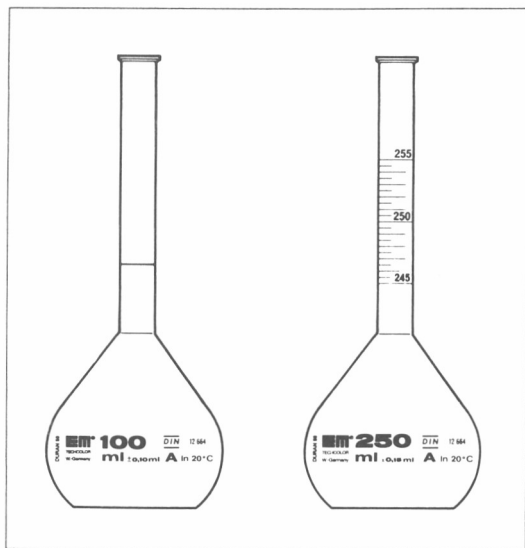


Bild 3 links: Meßkolben
rechts: Meßkolben mit zusätzlichen Marken

2.2.2 Meßzylinder für ein Volumen

Dafür gibt es keine eigene DIN-Norm; sinngemäß wird DIN 12 680 Teil 2 verwendet.

Meßzylinder für ein Volumen dürfen justiert sein

- a) für Volumen von weniger als 100 ml nur auf Einguß (In)
- b) für Volumen von 100 ml bis 2000 ml auf Einguß (In) oder Ausguß (Ex) oder zugleich auf In und auf Ex.

2.2.3 Meßzylinder (mit Skale) nach DIN 12 680 Teil 2 und 12 685 Teil 2

Meßzylinder sind mit Skale versehene Standzylinder, die auf Einguß (In) justiert sind.

Eine besondere Form ist der Mischzylinder, der einen Schliff besitzt und mit einem Stopfen verschlossen werden kann (DIN 12 685 Teil 2).

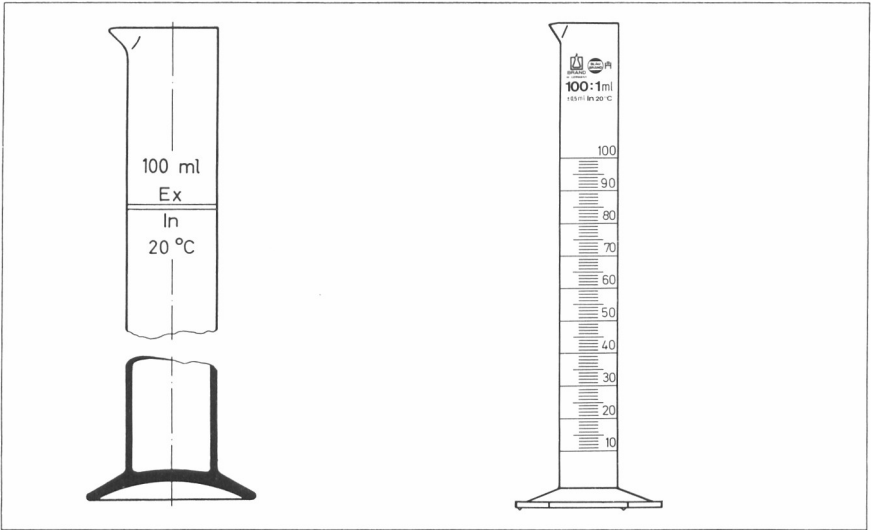


Bild 4: Meßzylinder für ein Volumen

Bild 5: Meßzylinder

2.2.4 Büretten für Flüssigkeiten nach DIN 12 700 Teil 1 bis Teil 6

Büretten für Flüssigkeiten sind Meßgeräte zur Abgabe eines variablen Volumens. Sie sind nur auf Ablauf (Ex) justiert und haben je nach Klasse A bzw. AS verschiedene Ablauf- und Wartezeiten (s. Norm).

Die Büretten nach Pellet besitzen eine selbsttätige Nullpunkteinstellung (s. DIN 12 700 Teil 5).

2.2.5 Pipetten mit einzelnen Marken (Vollpipetten) nach DIN 12 687, 12 688, 12 690, 12 691 und DIN ISO 7550

Vollpipetten sind Meßgeräte mit einer oder zwei Marken, die entweder auf Einguß (In) oder auf Ablauf (Ex) justiert sind. Vollpipetten auf Ex haben je nach Klasse A bzw. AS verschiedene Ablauf- und Wartezeiten (s. Normen). Vollpipetten dürfen eine Erweiterung haben.

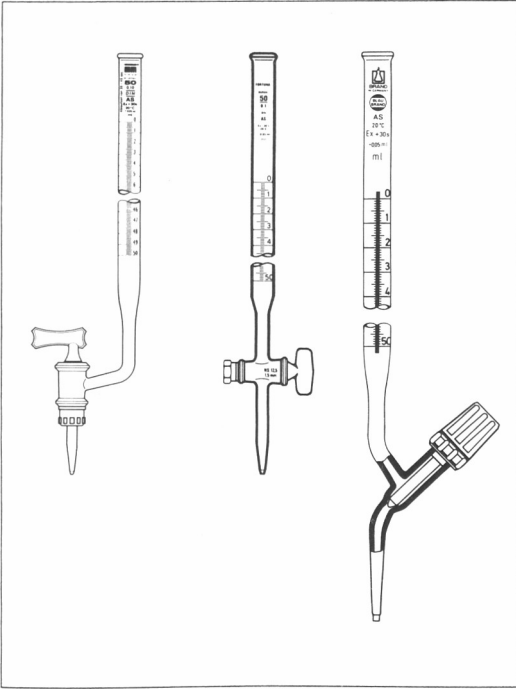


Bild 6: Büretten

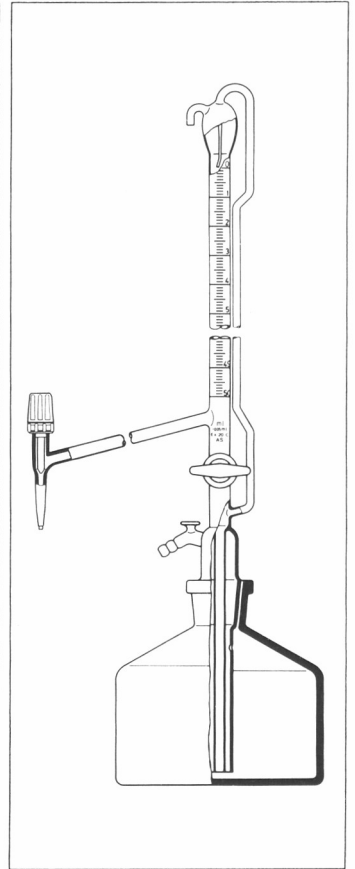


Bild 7: Pellet-Bürette mit Zwischenhahn

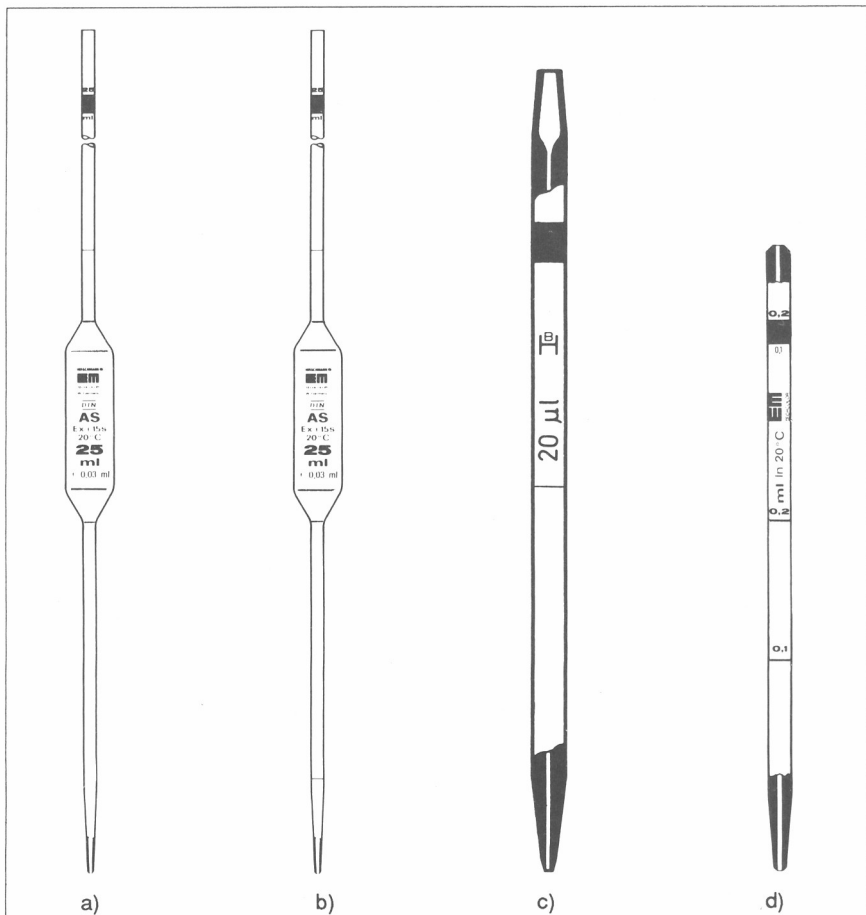


Bild 8: Vollpipetten auf

- a) Ablauf
- b) Ablauf
- c) Einguß
- d) Einguß

2.2.6 Pipetten mit einer Skale (Meßpipetten) nach DIN 12 689, 12 695, 12 696, 12 697 und 12 699

Meßpipetten sind Meßgeräte zur Aufnahme (Justierung Einguß (In)) oder zur Abgabe (Justierung Ablauf (Ex)) eines variablen Volumens. Die Ex-Geräte haben je nach Klasse A bzw. AS verschiedene Ablauf- und Wartezeiten (s. Normen).

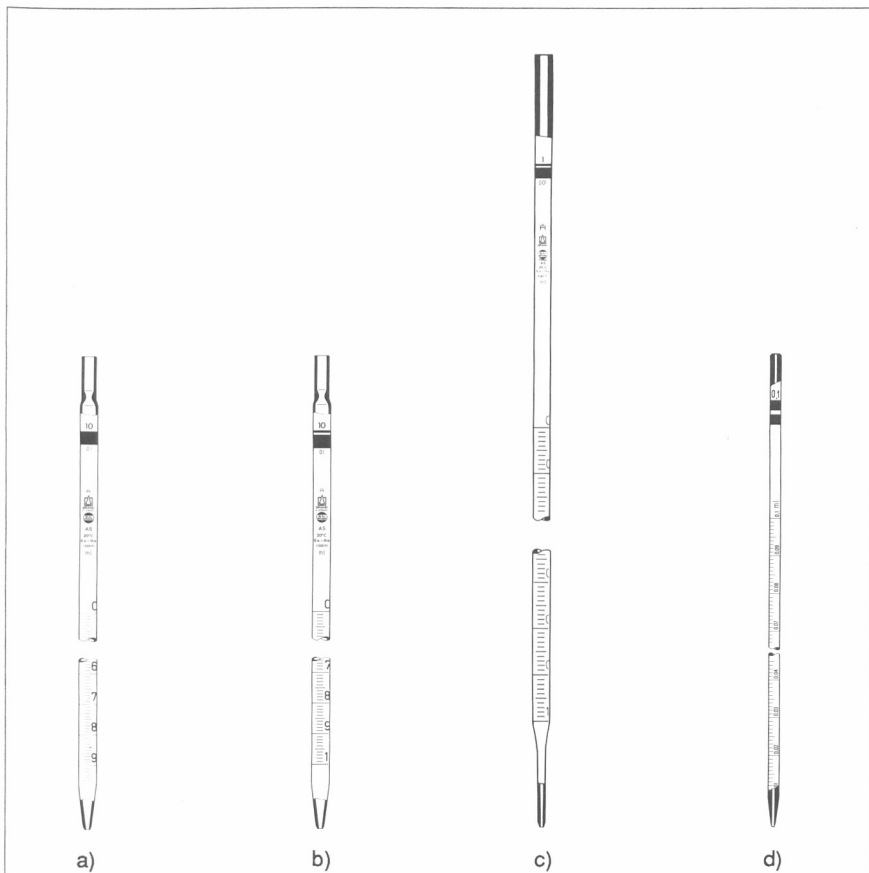


Bild 9: Meßpipetten auf
 a) völligen Ablauf
 b) teilweisen Ablauf
 c) teilweisen Ablauf, (Enzymtest – Meßpipette)
 d) Einguß

2.2.7 Gasvolumetrische Meßgeräte nach DIN 12 702

Es werden unterschieden:

- Büretten für Gase (im Normblatt Gasbüretten genannt)
- Meßröhren für Gase (im Normblatt ebenfalls Gasbüretten genannt)
- Mikroazotometer.

Büretten für Gase sind Volumenmeßgeräte, bei denen die abzumessende Gasmenge eine geeignete Sperrflüssigkeit verdrängt. Sie müssen auf Ablauf (Ex) justiert sein. Als Sperrflüssigkeit darf nur Wasser oder Quecksilber verwendet werden. Bei Verwendung von Quecksilber muß dies auf dem Gerät angegeben sein.

Meßröhren für Gase sind Volumenmeßgeräte, bei denen die abzumessende Gasmenge von der Sperrflüssigkeit verdrängt wird. Sie müssen auf Einguß (In) justiert sein. Als Sperrflüssigkeit dürfen beliebige Flüssigkeiten verwendet werden. Mit Ausnahme von Wasser muß jede andere vorgeschriebene Sperrflüssigkeit auf der Meßröhre angegeben sein.

Als Oberteil ist bei Büretten und Meßröhren für Gase ein Zweiwegehahn (sog. Patenthahn, s. Bild 10) oder ein Kapillarrohr angeschmolzen.

Das Unterteil besteht aus einem Oliven-Rohrende oder aus einem angeschmolzenen Einweg-Kegelhahn (Bild 11).

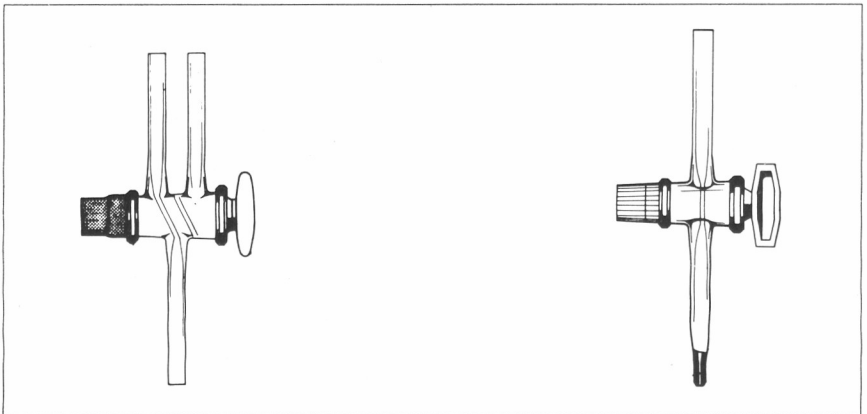


Bild 10: Patenthahn

Bild 11: Einweg-Kegelhahn

Mikroazotometer sind Volumenmeßgeräte, bei denen die abzumessende Gasmenge eine Sperrflüssigkeit verdrängt. Sie dürfen nur auf Einguß (In) justiert sein. Als Sperrflüssigkeit darf nur 50 %ige wäßrige Kalilauge verwendet werden. Dies muß auf dem Meßgerät angegeben sein.

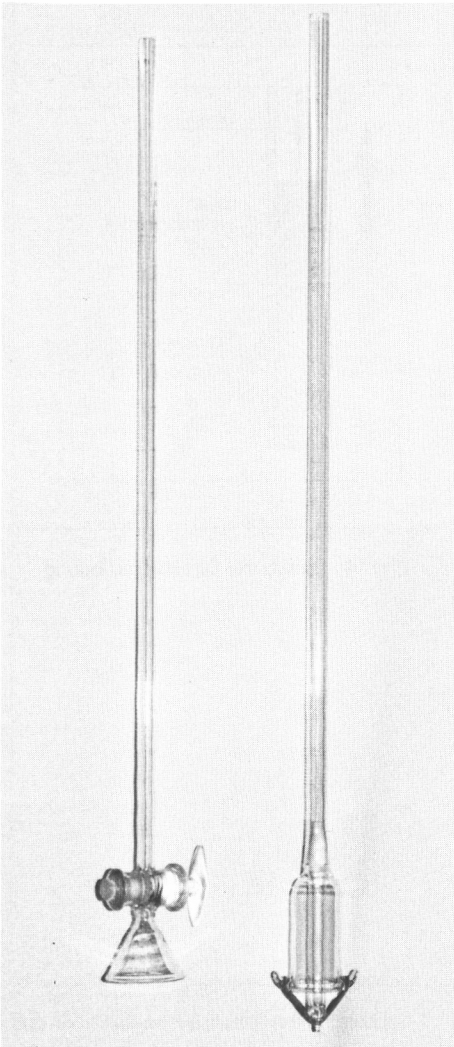


Bild 12: Mikroazotometer

2.2.8 Volumenmeßgeräte mit Hubkolben nach DIN 12 650 Teil 2 bis Teil 5

Kolbenhubpipetten (DIN 12 650 Teil 2) dienen zur Übertragung von festen oder variablen Flüssigkeitsmengen. Man unterscheidet Kolbenhubpipetten mit und ohne Luftpolster (Direktverdrängung). Zu beachten ist, daß nach jeder Pipettierung eine neue Kunststoffspitze verwendet werden muß, wenn die Betriebsanleitung dies vorschreibt.

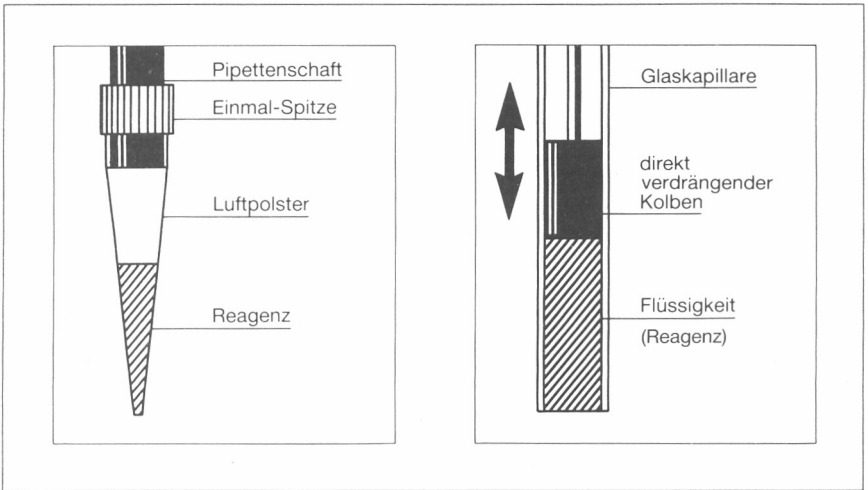


Bild 13: Luftpolster-Prinzip

Bild 14: Prinzip der Direktverdrängung



Bild 15: Kolbenhubpipette mit Luftpolster

Bild 16: Kolbenhubpipetten ohne Luftpolster
(Direktverdrängung)

Dispenser (DIN 12650 Teil 3) dienen zur Abgabe von Flüssigkeitsmengen aus Vorratsbehältern. Dispenser gibt es mit festeingestelltem oder wählbarem Volumen.



Bild 17: Dispenser mit wählbarem Volumen

Dilutoren (DIN 12 650 Teil 4) dienen zum Verdünnen von Flüssigkeitsproben. Dilutoren gibt es mit festeingestelltem oder wählbarem Volumen.

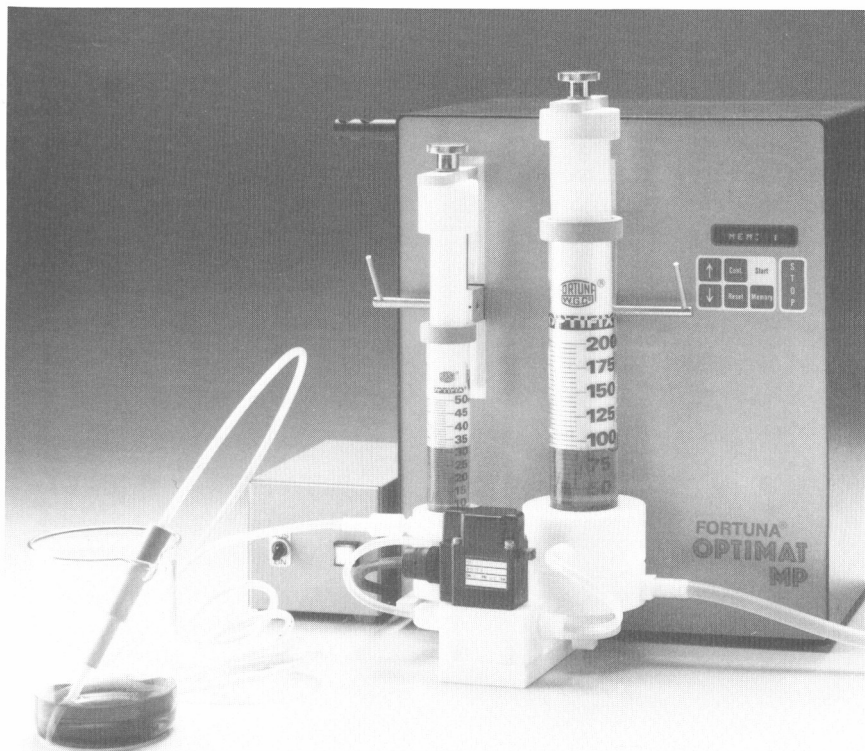


Bild 18: Dilutor mit wählbarem Volumen

Kolbenbüretten (DIN 12 650 Teil 5) dienen zum Dosieren eines variablen Volumens.



Bild 19: Kolbenbürette mit Digitalanzeige

Anmerkung: Für alle Volumenmeßgeräte mit Hubkolben gelten unterschiedliche Abläufe in der Handhabung. Die Betriebsanleitungen sind daher unbedingt zu beachten.

3 Fehlerquellen

3.1 Allgemeines

Um Fehler bei der Prüfung oder beim Gebrauch der Meßgeräte zu vermeiden, muß deren Handhabung sicher beherrscht werden. Da die Meßgeräte – mit Ausnahme der Meßgeräte mit Hubkolben – in ihrem Aufbau recht einfach gehalten sind und daher kaum Fehler verursachen können, sind Fehlerquellen hauptsächlich beim Benutzer zu suchen. Es ist daher von größter Wichtigkeit, sich über die technischen Abläufe und die spezifischen Eigenheiten der einzelnen Meßgeräte klar zu sein. Die Hinweise in den Normen sind dafür hilfreich.

Hauptsächliche Fehlerquellen:

- mangelhafte Sauberkeit der Meßgeräte
- Benetzung der nicht zum Maßraum gehörenden Teile der Meßgeräte
- Luftblasen an der Innenwand des Maßraumes
- Luftblasen in der Ablaufeinrichtung
- Verlängerung der Ablaufzeit
- Nichtbeachtung der Wartezeit bei Geräten der Klasse AS
- Verwendung zu großer Geräte
- Einfluß bestimmter, für das Prüfergebnis maßgeblicher Meßwerte
- ungenaues Einstellen des Meniskus
- Einfluß des Wägeglasses.

3.2 Prüffehler und Hinweise zu ihrer Vermeidung

- Mangelhafte Sauberkeit der Meßgeräte

Verunreinigungen können zu einer ungleichmäßigen Benetzung führen. Besonders fettige oder ölige Rückstände – schon geringste Konzentrationen genügen – können zu einer teilweisen Hydrophobierung der Glasoberfläche führen. Dadurch ist ein gleichmäßiger Ablauf bei Ex-Geräten nicht mehr gegeben. Auch die Ausbildung eines ablesbaren Meniskus kann unmöglich werden. In der Praxis können, wenn mit verschiedenen Lösungen gearbeitet wird, bei ungenügender Reinigung durch sogenannte Verschleppung Fehler produziert werden.

Einige Methoden zur Reinigung:

Offensichtlich lose Verunreinigungen werden mechanisch durch Bürsten oder Schütteln mit Wasser (notfalls unter Zugabe von Filterpapierstückchen) entfernt.

Fettige Rückstände werden mit einem handelsüblichen Spezialreinigungsmittel für Laborgeräte entfernt. Bei hartnäckigen Verunreinigungen kann Erwärmung des Reinigungsmittels (nicht über 70 °C) oder eine Verlängerung der Verweilzeit im Reinigungsbad Verbesserung bewirken. Anschließendes mehrmaliges Spülen mit demineralisiertem oder destilliertem Wasser ist unbedingt erforderlich.

Oft ist es ausreichend, die verunreinigten Geräte in einem Ultraschallbad, das mit einem handelsüblichen Spezialreinigungsmittel befüllt ist, zu behandeln. Auch danach ist wiederholtes Spülen mit demineralisiertem oder destilliertem Wasser wichtig.

Bei ungenügender Ausbildung des Meniskus kann durch Reiben an der Innenwand des Gerätes in Höhe des Meniskus mit einem genügend stabilen Draht, der an einem Ende mit einem passenden Stück Gummi- oder Plastikschlauch überzogen wurde, Abhilfe erzielt werden.

- Benetzung der nicht zum Maßraum gehörenden Teile der Meßgeräte
Diese Benetzungen können durch Nachlauf das Meßergebnis nach Plus beeinflussen. Dies kann sowohl dadurch geschehen, daß das zur Prüfung verwendete Wasser zu weit über die zu prüfende Marke aufgezogen wird als auch dadurch, daß die Ablaufspitze eines Meßgerätes zum Zweck des Aufziehens von Prüfflüssigkeit zu tief in diese eingetaucht wird.
- Luftblasen an der Innenwand des Maßraumes verfälschen das Meßergebnis nach Minus. Für Prüfzwecke darf nur luftfreies Wasser verwendet werden. Sollten sich trotzdem beispielsweise durch zu schnelles Befüllen Luftblasen bilden und an der Wand des Meßgerätes absetzen, muß – wenn nicht durch leichtes Klopfen die Blasen entfernt werden können – die Befüllung wiederholt werden.
- Luftblasen in der Ablaufeinrichtung, z. B. im Bereich des Absperrhahnes einer Bürette, können beim Ablauf mitgerissen werden und somit das Meßergebnis nach Minus verfälschen. Sie sind daher durch abwechselndes Öffnen und Schließen des Hahnes zu entfernen.

- Verlängerung der Ablaufzeit (z. B. durch den nicht vollständig geöffneten Hahn einer Bürette)

Die Ablaufzeit ist ein wesentliches Kriterium für die Genauigkeit eines Ex-Gerätes, da von ihr die Menge der an der Innenwand nachlaufenden Flüssigkeit abhängt. Die Ablaufzeit ist in den Bauanforderungen innerhalb bestimmter Grenzen festgelegt und wird bei der Justierung berücksichtigt. Sie bezieht sich auf die maximale Öffnung der Ablaufeinrichtung. Jede Verlängerung bewirkt einen Plusfehler.

- Nichtbeachtung der Wartezeit bei Geräten der Klasse AS

Geräte der Klasse AS sind für einen schnelleren Ablauf als A-Geräte konstruiert. Sie gestatten also ein schnelleres Arbeiten. Um richtige Ergebnisse zu erhalten, muß jedoch vor der genauen Einstellung des Meniskus auf die zu prüfende Marke bzw. nach Ende des zusammenhängenden Ablaufs bei selbständiger Einstellung der Flüssigkeit in der Pipettenspitze eine bestimmte Wartezeit eingehalten werden. Diese Wartezeit muß auf den Geräten aufgebracht sein, z. B. in der Form „Ex + 15 s“. Wird diese vorgeschriebene Wartezeit willkürlich verkürzt oder verlängert ergibt sich ein Fehler nach Minus bzw. nach Plus.

- Verwendung zu großer Geräte zur Abmessung von Teilmengen $< 20\%$ ihres Nennvolumens (bezieht sich nur auf die Laborpraxis)

Da die Fehlergrenze nach der Eichordnung bei Geräten mit Skale sowohl für das Gesamtvolumen als auch für jedes Teilvolumen gilt, ergibt sich bei Geräten, die über ihren gesamten Bereich in der Nähe dieser Fehlergrenze liegen, für Teilmengen ein entsprechend großer relativer Fehler.

Wird zum Beispiel mit einer 50 ml Bürette nur 10 ml titriert, muß mit dem Maximalfehler von 50 μl gerechnet werden. Benutzt man dagegen eine 25 ml Bürette, kann der Fehler max. 30 μl sein. Daher empfehlen auch die Normen, daß das abgemessene Volumen mindestens 20 % des Nennvolumens entsprechen soll.

- Einfluß bestimmter, für das Prüfergebnis maßgeblicher Meßwerte

In Tabelle 1 (Seite 51) [7] sind verschiedene Parameter und ihre Auswirkungen bei bestimmten Toleranzen als relative Volumenfehler aufgeführt. Die auf 0,1 °C genaue Ermittlung der Temperatur der Prüflüssigkeit ist demnach von größter Wichtigkeit.

Aus Tabelle 2 ist zu ersehen, wie sich diese relativen Volumenfehler absolut auf das Prüfergebnis auswirken.

- **Ungenaues Einstellen des Meniskus**

Ein wesentlicher Punkt zur Erzielung optimaler Ergebnisse ist die sorgfältige und genaue Einstellung des Flüssigkeitsmeniskus auf die zu prüfende Marke. Welche Fehler bei ungenauer Einstellung in Abhängigkeit vom Rohrendurchmesser entstehen können, zeigt Tabelle 3 (Seite 51) [7]. Man sieht daraus, daß schon minimale Einstellfehler einen beträchtlichen Anteil der Fehlergrenze bilden können.

Mehr über den Meniskus siehe unter 5.2.2.

- **Einfluß des Wägeglasses**

Auch Form und Zustand des Wägeglasses können das Prüfergebn beeinflussen. So soll das Wägeglas nicht zu groß gegenüber dem Inhalt der zu prüfenden Geräte gewählt werden. Die Öffnung des Wägeglasses soll, um Verdunstungsverluste gering zu halten, nicht zu groß sein (u. U. Abdeckung verwenden!).

Beachtung muß einer regelmäßigen Säuberung des Wägeglasses beigemessen werden, damit nicht durch unkontrollierte Benetzung des Wägeglasses der „bleibende Meniskus“ bei Ex-Pipetten aus dem zu prüfenden Gerät gezogen wird.

4 Prüfeinrichtungen und Prüfmittel

4.1 Prüfräume

Die Prüfräume müssen genügend groß und gut beleuchtet sein. Heiz- und Beleuchtungseinrichtungen dürfen keine merkliche ungewollte Wärmestrahlung und vor allem keine Zugluft erzeugen. Ebenso muß eine vorhandene Raumbelüftung zugfrei arbeiten. Falls die Räume klimatisiert sind, muß die Klimaeinrichtung diese Kriterien ebenfalls erfüllen. Der Fußbodenbelag soll aus Material bestehen, das die elektrostatische Aufladung des Prüfpersonals möglichst vermeidet. Er muß quecksilberdicht verlegt sein.

Abstellmöglichkeiten für die zu prüfenden Meßgeräte, Wasseranschluß (kalt und warm) mit Abflußmöglichkeit, genügend Steckdosen sowie Druckluft- und Vakuumanschluß sind vorzusehen.

An Prüfräumen, in denen mit Feinwaagen gearbeitet werden soll, sind darüber hinaus zusätzliche Anforderungen zu stellen. Sieht man von vollklimatisierten Räumen (möglichst ohne Außenwand) ab, so eignen sich am besten nach Norden liegende trockene Kellerräume. Ein massiver Fußboden oder eine tragende Wand ist zur Aufstellung bzw. Anbringung der Wägetische unbedingt nötig. Die Raumtemperatur soll auf $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ konstant gehalten werden, wobei eine langsame Veränderung um etwa $0,5\text{ }^{\circ}\text{C/h}$ toleriert werden kann. Wichtig ist es, die relative Luftfeuchtigkeit zwischen 45 und 60 % zu halten. Die Einhaltung des gewünschten Raumklimas kann unterstützt werden, wenn der Zugang zum Prüfraum nicht direkt vom Flur, sondern über einen Vorraum erfolgt.

Bei der Einrichtung der Prüfräume sind die Arbeitsschutzbestimmungen zu beachten.

4.2 Normalgeräte

Für die Prüfung von Volumenmeßgeräten für Laboratoriumszwecke kommen als Normalgeräte in Betracht:

- Mikro-, Fein- und Präzisionswaagen, soweit möglich in eichfähiger Ausführung. Die Waagen sind dabei so auszuwählen, daß Messungen innerhalb des angegebenen oder ermittelten Wägebereiches durchgeführt werden können.

Die Veränderlichkeit der Waage darf bei der betreffenden Belastung nicht größer als $1/5$ der Fehlergrenze des zu prüfenden Meßgerätes sein. Dies ist mit Hilfe von geeichten Gewichtstücken vorab zu überprüfen.

Die Waage muß so fein geteilt sein, daß sie eine Ablesung von $1/3$ der Fehlergrenze des zu prüfenden Meßgerätes einwandfrei gestattet.

- Zur Überprüfung der Waagen sind geeichte Gewichtstücke folgender Fehlergrenzenklassen gemäß Eichordnung [1] Anlage 8 anzuwenden:
E2 für Mikro- und Feinwaagen sowie F1 mit Eichschein und Fehlerangabe für Mikro- und Feinwaagen, F1 für Präzisions-Waagen
- Normalthermometer geteilt in $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$, geeicht (mit Eichschein und Fehlerangabe), zur Bestimmung der Temperatur der verwendeten Prüfflüssigkeit
- Normalüberlaufpipetten (geprüft) in den Größenabstufungen wie die Meßgeräte, die mit ihnen geprüft werden. Das Glas der Überlaufpipetten soll annähernd den gleichen Ausdehnungskoeffizienten haben, wie das der zu prüfenden Meßgeräte.

4.3 Prüfflüssigkeit

Als Prüfflüssigkeit ist vorwiegend Wasser in aufbereitetem Zustand als Demineralisat oder als Destillat oder auch Bi-Destillat zu verwenden. Dieses Prüfwasser muß bei der Herstellung eine Leitfähigkeit von $\leq 5\ \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ aufweisen. Wird es mehrfach verwendet, sollte seine Benutzungsdauer eine Woche nicht überschreiten.

Von besonderer Wichtigkeit ist, daß das Wasser frei von Luft und von sonstigen Zusätzen und Verunreinigungen ist, die seine Oberflächenspannung beeinflussen können.

Für die volumetrische Prüfung von Geräten auf Einguß (In) mit Normalüberlaufpipetten, kann auch filtriertes Leitungswasser verwendet werden. Es sollte jedoch in einem Vorratsbehälter Raumtemperatur angenommen haben.

Für die gravimetrische Prüfung kleiner Pipetten kann auch Quecksilber genügender Reinheit verwendet werden. (Dies gilt nicht für Kolbenhubpipetten!).

Die Temperatur der Prüfflüssigkeit ist auf $0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ genau zu ermitteln.

4.4 Hilfsmessgeräte

Es kommen folgende Geräte in Betracht:

- optischer Glasspannungsprüfer zur Feststellung der Spannungsfreiheit der Meßgeräte
- optisches Gerät zur Messung der Wanddicke von Glasmeßgeräten
- Thermometer (geeicht) zur Bestimmung der Raumtemperatur
- Hygrometer zur Bestimmung der relativen Luftfeuchte im Feinwägeraum
Für den Feinwägeraum empfiehlt sich die Aufstellung eines Thermo-Hygrographen, der die Temperatur und die relative Luftfeuchte über einen längeren Zeitraum aufzeichnet.
- Präzisionsbarometer mit Prüfschein, Auflösung 1 hPa, zur Messung des atmosphärischen Drucks
- Maßstab (geeicht) zur Messung vorgeschriebener Abstände (z. B. Teilungslänge)
- Innentaster zur Prüfung der Rohrinnendurchmesser
- Meßlupe zur Messung der Strichbreite
- Stoppuhr (geeicht) zur Messung der Ablauf- und Wartezeit.

4.5 Hilfseinrichtungen

- Anlagen zur Herstellung des Prüfwassers, also Ionenaustauscher oder Destillierapparate mit Meßgerät zur Kontrolle der elektrischen Leitfähigkeit des hergestellten Demineralisats bzw. Destillats
- Vorratsbehälter für Prüfwasser
- Wägegläser mit engem Hals und in verschiedenen Größen. Dazu passende Abdeckplättchen zur Verhinderung starker Verdunstung
- Greifwerkzeuge (z. B. Pinzetten) für kleine Wägegläser
- Richtplatte mit Libelle zur lotrechten Aufstellung der Meßgeräte bei der Prüfung
- Stative und Klemmen zur Fixierung von Büretten und Pipetten bei der Prüfung
- Ableselupe mit drei- bis sechsfacher Vergrößerung
- Blende zur schärferen Erkennung des Meniskus
- Pipettierhilfen, wie im Laborfachhandel in verschiedenen Größen angeboten, zum Befüllen von Pipetten aus einem Vorratsgefäß
- Reinigungsmittel, z. B. Ultraschallbad, handelsübliches Laborreinigungsmittel

- Trockeneinrichtung, z. B. Trockenschrank
- Füllereinrichtung für kleine Pipetten, die mit Quecksilber ausgewogen werden sollen. Die Füllereinrichtung funktioniert durch Erzeugung eines Unterdrucks durch Schlauchverlängerung.

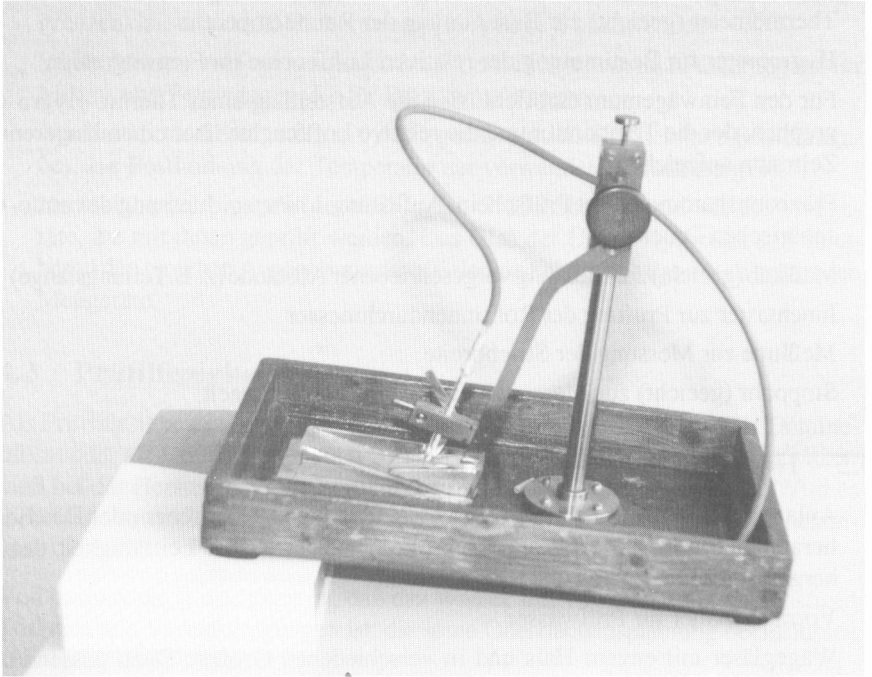


Bild 20: Füllereinrichtung für kleine Pipetten

5 Prüfung und Prüfverfahren

5.1 Allgemeines

Voraussetzung für die Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung ist die Übereinstimmung der Meßgeräte mit der Zulassung. Diese Übereinstimmung bedingt neben der Einhaltung der Bauanforderungen nach der PTB-Anforderung 12 [2] (Beschaffenheitsprüfung) auch die der Fehlergrenzen nach Anlage 12 der Eichordnung [1] (meßtechnische Prüfung).

Die Prüfung des Volumens erfolgt im allgemeinen durch die Wägung des Wasservolumens, das entweder in das Meßgerät eingefüllt (Meßgeräte auf Einguß, In) oder dem Meßgerät entnommen wird (Meßgerät auf Ablauf oder Ausguß, Ex).

Für die gravimetrische Prüfung kleiner Volumina (Pipetten < 20 µl, nicht aber Kolbenhubgeräte!) verwende man als Prüf Flüssigkeit zweckmäßigerweise Quecksilber, um eine genügend große Massendifferenz zu erhalten.

Soweit die Prüfung gravimetrisch erfolgt, muß die Dichte der Prüf Flüssigkeit bekannt sein.

Meßkolben mit einem Volumen von 100 ml und größer können auch volumetrisch, durch Vergleich mit Normalmaßen – sog. Überlaufpipetten – geprüft werden, wenn keine Fehlerangaben gefordert werden. Jedoch muß bei Prüfergebnissen, die in der Nähe der Fehlergrenzen liegen, gravimetrisch nachgeprüft werden.

5.1.1 Prüfpunkte

Meßgeräte für ein oder mehrere Volumen werden an der oder den Begrenzungsstellen geprüft.

Meßgeräte mit einer Skala, die mehr als 250 Teilstriche hat oder länger als 250 Millimeter ist, werden an fünf Punkten geprüft; alle übrigen nur an drei Punkten. Besteht der Verdacht, daß an nicht geprüften Punkten die Fehlergrenze überschritten wird, so sind diese Punkte zu prüfen. Der Gesamttraum ist stets zu prüfen.

Ausnahme: Bei gleichartigen Büretten, die mehr als 250 Teilstriche haben oder deren Skala länger als 250 mm ist, und die aus kalibriertem Rohr gefertigt sind sowie eine darauf hinweisende Aufschrift tragen, ergibt sich die Anzahl der Prüfpunkte wie folgt:

10 % des Prüfloses werden meßtechnisch an fünf Punkten geprüft. Ergibt sich hierbei keine Rückweisung, wird der Rest des Loses nur noch an drei Punkten geprüft. Ansonsten wird das gesamte Los an fünf Punkten geprüft (Beschluß der Arbeitsgemeinschaft der Eichaufsichtsbeamten am 8. April 1986 in Münster).

Meßgeräte mit Teilskalen werden an jedem durch Unterbrechung begrenzten Abschnitt, mindestens jedoch an fünf Punkten geprüft.

Die Prüfpunkte sind so zu wählen, daß sie sich annähernd gleichmäßig über die ganze Skale verteilen. Ihre Wahl ist in das Ermessen des Ausstellers der Konformitätsbescheinigung gestellt.

5.1.2 Prüfungsniederschriften

Über die Ausstellung der Konformitätsbescheinigung sind gemäß § 5 EO Abs. 5 Unterlagen zu fertigen. Wird ein Prüfschein mit Angabe des ermittelten Fehlers erstellt oder müssen Fehler durch eine besondere Rechnung ermittelt werden, ist ein Prüfprotokoll anzufertigen.

Das Prüfprotokoll soll enthalten:

- Name des Einlieferers und Auftragsnummer
- Anzahl und Art des (der) geprüften Meßgeräte(s)
- ggf. Fabriknummer und Klassenzeichen
- Glasart
- Meßbereich
- Skalenteilung
- verwendetes Normalgerät
- verwendete Prüfflüssigkeit
- Temperatur von Luft und Prüfflüssigkeit
- Barometerstand und rel. Luftfeuchte
- festgestellte Abweichung bei den einzelnen Prüfpunkten
- ermittelte Korrekturen hinsichtlich Temperatur, Luftdruck und Dichte der Prüfflüssigkeit
- festgestellter Fehler und Meßunsicherheit
- Unterscheidungsnummer und Stempelzeichen

- Tag der Prüfung
- Name des Prüfers.

Die Prüfprotokolle sind 5 Jahre lang aufzubewahren.

5.1.3 Kennzeichnung

Zur Kennzeichnung der Meßgeräte kommen die für Glas geeigneten Verfahren nach Nr. 15.3 EA-AV [8] in Frage. Neben dem dort genannten Einätzen und Sandstrahlen hat sich auch das Markieren mit Laserstrahl als geeignet erwiesen.

Bei allen Verfahren sind die Arbeitsschutzbestimmungen zu beachten!

5.1.4 Bescheinigungen

Auf Antrag kann für ein Meßgerät, für das die Konformitätsbescheinigung ausgestellt wurde (Anbringung des Konformitätszeichens) eine Bescheinigung mit Fehlerangabe ausgestellt werden. Bei diesem Meßgerät ist die Prüfung an einem anderen Tag, besser von einem anderen Prüfer zu wiederholen. Die Ergebnisse sind zu mitteln.

In der Bescheinigung ist die Unsicherheit der Prüfergebnisse mitzuteilen. Die Unsicherheit ist entsprechend DIN 1319, Teil 3 [9] zu ermitteln. Sie darf das 0,4fache der Fehlergrenze nicht überschreiten.

Zur eindeutigen Zuordnung müssen Meßgeräte, für die Prüfscheine ausgestellt werden, mit Unterscheidungsnummern versehen werden. Diese Nummer ist dann Bestandteil des Hauptstempels.

Bescheinigungen sind nach der „Richtlinie für die Prüfung und Überwachung nach dem Eichgesetz und nach der Eichordnung (Eichanweisung – Allgemeine Vorschriften)“, EA-AV vom 11. Januar 1989 [8] Nr. 16 auszustellen.

5.2 Konformitätsprüfung

Die Konformitätsprüfung wird nach der Richtlinie für die Prüfung und Überwachung nach dem Eichgesetz und nach der Eichordnung (Eichanweisung – Allgemeine Vorschriften), EA-AV [8] Nr. 13 durchgeführt.

Sie besteht aus der

- Beschaffenheitsprüfung und der
- meßtechnischen Prüfung.

5.2.1 Beschaffenheitsprüfung

Bei der Beschaffenheitsprüfung wird festgestellt, ob

- das Meßgerät zur Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung zugelassen ist (s. EO [1] Anl. 12)
- die Ausführung des Meßgeräts der Eichordnung, den PTB-Anforderungen und den anerkannten Regeln der Technik entspricht (s. PTB-A 12 [2]).

Die Beschaffenheitsprüfung erfolgt durch äußerliche Besichtigung. Insbesondere ist zu beachten, daß

- das Meßgerät aus dem vorgeschriebenen Werkstoff hergestellt ist (soweit vorgeschrieben und durch äußerliche Besichtigung erkennbar) und keine offensichtlichen Mängel aufweist

Mängel sind z. B. Glasfehler in Form von Blasen oder Schlieren im Ablese- oder Teilungsbereich, Spannungsrisse, kein lotrechter und sicherer Stand bei Meßkolben und Meßzylindern, Ausbrüche oder sonstige scharfkantigen Stellen, unsauberer Zustand.

- Querschnittsänderungen allmählich verlaufen
- das Meßgerät die vorgeschriebenen Aufschriften bzw. Bezeichnungen trägt (s. Einzelnormen, Abschnitt „Kennzeichnung“)
- zusätzliche Bezeichnungen und Aufschriften nicht irreführend sind und die Ablesbarkeit des Meßgerätes nicht beeinträchtigen
- Marken und Skalen deutlich lesbar und dauerhaft aufgebracht sind. Sie dürfen sich nur auf zylindrischen Teilen der Meßgeräte befinden und müssen rechtwinklig zur Längsachse des Meßgerätes verlaufen.
- Ringmarken sich über mindestens neun Zehntel des Rohrumfanges erstrecken
- bei Geräten ohne Skale der höchstzulässige Rohrinnendurchmesser eingehalten wird (siehe Einzelnormen)
- bei Skalen der Mindestteilstrichabstand eingehalten wird (s. Einzelnormen)
- Zahlenwerte und Einheitenzeichen ihren Marken bzw. Skalen eindeutig zugeordnet sind (Ausnahmen: bei Meßkolben, Vollpipetten und Hubkolbengeräten dürfen sie auf dem Körper aufgebracht sein, bei Einmal-Kapillarpipetten auf Einguß nach DIN ISO 7550 (z. Z. Entwurf) sind diese Werte auf der Packung angebracht. Die Pipetten selbst sind nur durch einen Farbcode identifiziert).
- Zahlenwerte als Brüche nur in Form von Dezimalbrüchen angegeben sind
- ausreichend Platz für die Aufbringung der Stempelzeichen vorhanden ist

- ein evtl. vorhandener Schellbachstreifen so weit über die Skale hinausreicht (mindestens 3 x Rohrdurchmesser), daß sich die „Schellbachspitze“ am obersten bzw. untersten Teilstrich einwandfrei ausbildet
- bei eingeschränkter Verwendungsweise diese auf dem Meßgerät angegeben ist
- das Glas hinreichend frei von schädlichen Spannungen ist (diese Prüfung erfolgt nur an Stichproben). Dabei wird die ausreichende Spannungsfreiheit mit einem optischen Glasspannungsprüfer festgestellt. Praktisch spannungsfreie Glasgeräte zeigen eine schwache Färbung in der Grundfarbe des Spannungsprüfers, wobei die Farben sanft ineinander übergehen. Kräftige Farbstreifen, bei denen die Farben übergangslos aneinander grenzen, zeigen starke Glasspannungen an.

Die Prüfung auf Wasserbeständigkeit des Werkstoffes Glas gemäß der Forderung der entsprechenden Einzelnormen (s. dort Punkt „Werkstoff“) wird vom Aussteller der Konformitätsbescheinigung nicht durchgeführt. Glas zur Herstellung der in dieser Prüfregele behandelten Meßgeräte wird nur industriell gefertigt. Dadurch, sowie durch die Aufschrift des Verbandszeichens DIN auf den Geräten, sollte Gewähr gegeben sein, daß nur Glas der hydrolytischen Klassen HGB 1, HGB 2 oder HGB 3 nach DIN ISO 719 verwendet wird. Im Zweifelsfall kann eine Erklärung über die verwendete Glasqualität vom Antragsteller verlangt werden.

5.2.2 Meßtechnische Prüfung

Allgemeines

Die Temperatur der Prüfmittel und der Meßgeräte darf während der Prüfung von der Temperatur des Prüfraumes um nicht mehr als 1 °C abweichen.

Bei den Meßgeräten muß die innere Wandung – soweit sie sich über der Füllung befindet – trocken sein.

In dem Meßgerät dürfen nach der Befüllung nirgends, auch nicht in der Ablaufspitze, Luftblasen vorhanden sein. Ggf. ist die Befüllung zu wiederholen. Meßgeräte mit Füllrichtung (z. B. Vollpipetten und Büretten) sind unter Gebrauchsbedingungen zu prüfen.

Bei Geräten auf Ausguß oder auf Ablauf dürfen beim Ausgießen oder Abfließen keine Tropfen an der Wand hängenbleiben oder sich Schlieren bilden. Andernfalls sind die Meßgeräte zu reinigen. Im übrigen wird auf Abschnitt 3 (Fehlerquellen) verwiesen.

Der Meniskus

Die Begrenzung des Maßraumes von Meßgeräten erfolgt oft durch eine Ringmarke oder einen Teilstrich, auf den der Meniskus der Flüssigkeit einzustellen ist. Als Meniskus bezeichnet man die gekrümmte Oberfläche einer Flüssigkeit in einem Rohr. Die Krümmung ist von der Oberflächenspannung der Flüssigkeit sowie dem Durchmesser und dem Material des Rohres abhängig. Der Meniskus bildet sich konkav aus, wenn die Adhäsionskraft zwischen Prüfflüssigkeit und Glaswand größer ist als die Kohäsionskraft der Prüfflüssigkeit (z. B. Wasser), konvex, wenn die Adhäsionskraft kleiner ist als die Kohäsionskraft (z. B. Quecksilber).

Die Einstellung ist bei lotrechter Lage des Meßgerätes so vorzunehmen, daß der tiefste (s. Bild 21) oder der höchste Punkt (s. Bild 22) des Meniskus diejenige Ebene berührt, die man sich durch den der konvexen Seite des Meniskus zugewandten Rand der Marke (des Teilstrichs) gelegt denken kann.

Bei undurchsichtigen benetzenden Flüssigkeiten, die zwar bei der Prüfung von Meßgeräten nicht verwendet werden, deren Verwendung aber in der Praxis vorkommt, muß der sich an der Gefäßwand hochziehende Rand des Meniskus den unteren Rand des Teilstriches berühren (s. Bild 23).

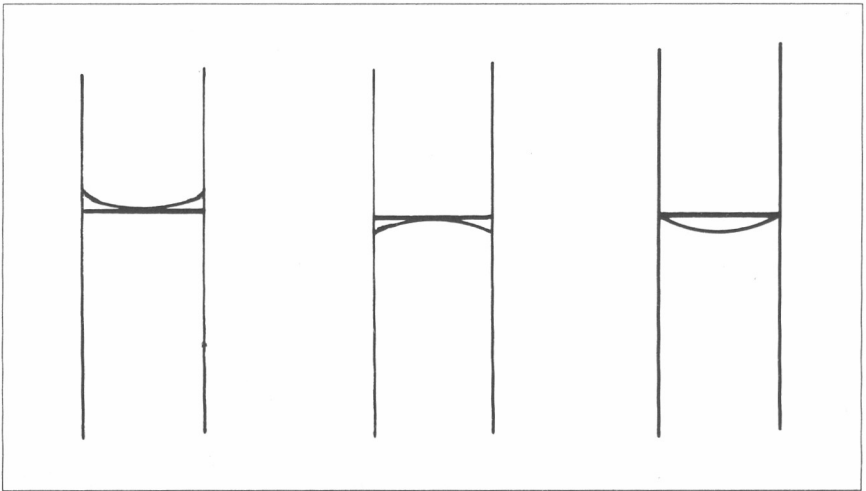


Bild 21:
Meniskuseinstellung bei durchsichtigen benetzenden Flüssigkeiten (z. B. Wasser)

Bild 22:
Meniskuseinstellung bei nichtbenetzenden Flüssigkeiten (z. B. Quecksilber)

Bild 23:
Meniskuseinstellung bei undurchsichtigen benetzenden Flüssigkeiten (z. B. Milch)

Zur Vermeidung parallaktischer Fehler soll sich bei der Einstellung das Auge genau in Höhe des betreffenden Teilstrichs befinden, und zwar so, daß sich die gegenüberliegenden Teile der Einstellmarke decken.

Es ist darauf zu achten, daß der Meniskus gleichmäßig ausgebildet ist.

In Tabelle 3 (Seite 51) [7] ist dargestellt, welche Abweichungen bei ungenauer Einstellung des Meniskus das Meßergebnis verfälschen können.

Manche Meßgeräte tragen zur besseren Ablesung einen sog. „Schellbachstreifen“. Dieser besteht aus einem außen auf der Rückseite des Rohres in Längsachse aufgeschmolzenen schmalen Streifen blauen Glases, der von einem breiteren Milchglasstreifen überdeckt ist. Im Flüssigkeitsmeniskus bilden sich durch Lichtbrechung zwei aufeinanderstehende Spitzen aus, deren Berührungspunkt der Einstell- bzw. Ablesepunkt ist (Bild 24). Die Einstellung erfolgt auf den oberen Rand des Teilstrichs.

Zur schärferen Erkennung des Meniskus verwendet man zweckmäßigerweise eine Blende. Diese kann z. B. aus einer Mattglasscheibe bestehen, deren untere Hälfte geschwärzt oder abgedeckt ist. Die Blende wird so hinter die Marke gehalten, daß sich die Trennlinie zwischen matt und schwarz etwas unter dem Teilstrich befindet (Bild 25). Bei undurchsichtigen Flüssigkeiten ist die Blende um 180° zu drehen, so daß sich die Trennlinie oberhalb des Teilstrichs befindet.

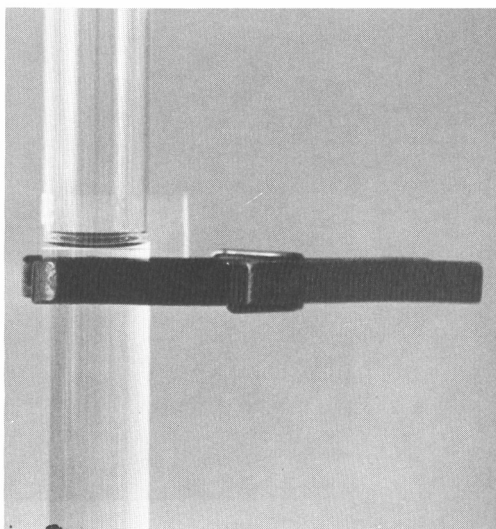
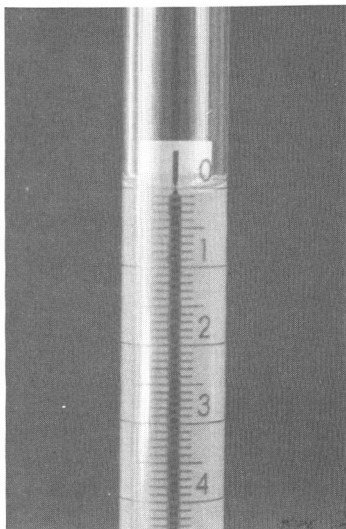


Bild 24: Schellbachstreifen

Bild 25: Blende

5.3 Verfahren der Volumenermittlung

Folgende Verfahren sind möglich:

- Gravimetrische Methode

Dieses Verfahren ist in jedem Fall anwendbar. Durch Wägung des Wasser- oder Quecksilberinhaltes bei Meßgeräten auf Einguß (In) in dem zu prüfenden Meßgerät (dieses dient dann als Wägegefäß soweit technisch möglich) oder durch Wägung der in ein Wägegefäß entleerten Wasser- oder Quecksilbermenge bei Meßgeräten auf Ablauf (Ex) wird das Volumen aus der Masse und der Dichte der Prüfliquidität ermittelt.

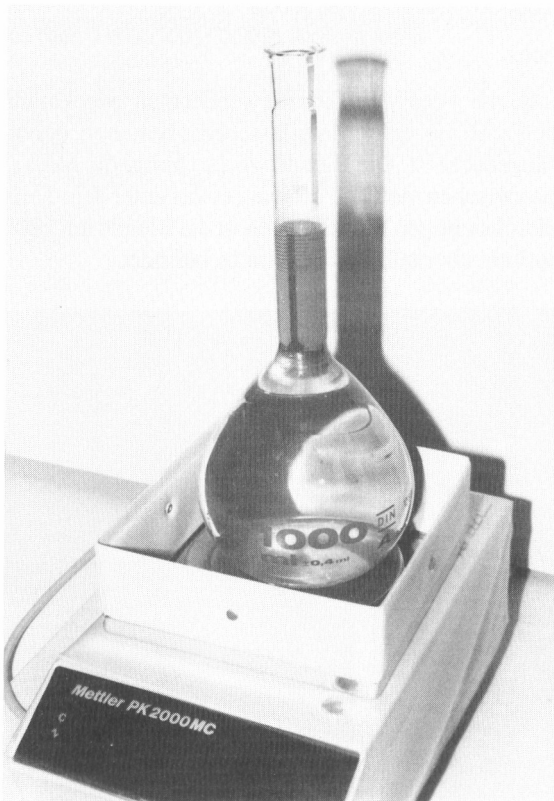


Bild 26: Wägung eines Meßkolbens mit zusätzlichen Marken

Zur Prüfung kleiner Flüssigkeitsvolumen wird auf die Veröffentlichung von S. Mieke „Rechnerunterstützte gravimetrische Messung kleiner Flüssigkeitsvolumen (1 μl bis 50 μl) für die Prüfung von Volumenmeßgeräten“ verwiesen (s. PTB-Mitt. 93, 2/83, S. 75 ff).

Anmerkung: Wenn der Inhalt kleiner Volumenmeßgeräte (Nennvolumen kleiner als 5 μl), nicht mehr hinreichend genau mit der gravimetrischen Methode zu bestimmen ist, bietet sich z. B. das photometrische Verfahren an (s. DIN 12650 Teil 7).

- Volumetrische Methode

Dieses Verfahren darf nur bei Meßkolben ab 100 ml angewendet werden.



Bild 27: Voluminiereinrichtung zur Prüfung von Meßkolben

5.3.1 Gravimetrische Methode

Auf einer geeigneten Waage (s. 4.2) wird das Meßgerät (Justierung In) oder ein Wägegefäß (für Ex-Geräte) tariert.

Die Anzeige der Waage ergibt den Wägewert 1 (W_1). Dann wird das Meßgerät bis zur Marke des zu prüfenden Volumens mit Prüflüssigkeit (Wasser oder Quecksilber) befüllt. Anschließend wird entweder das befüllte Meßgerät oder sein Inhalt in das Wägegefäß entleert und gewogen. Die Anzeige der Waage ergibt nun den Wägewert 2 (W_2). Beide Wägungen sollen in einem möglichst kurzen Zeitintervall durchgeführt werden, damit jeweils gleiche Bedingungen herrschen und um Verdunstungsverluste so gering wie möglich zu halten. Das Wägegefäß soll nur am Rand angefaßt werden, um Erwärmung und Handschweißrückstände zu vermeiden. Notfalls sind Handschuhe zu benutzen. Bei Wägung kleiner Volumina ist es zweckmäßig, das Wägegefäß nur mit Greifwerkzeug (Pinzette) zu bedienen und abzudecken. Man verwende das kleinstmögliche Wägegefäß.

Der Unterschied der Ergebnisse zwischen der ersten (W_1) und zweiten Wägung (W_2) ist der Wägewert (W_w) der Prüflüssigkeit, die in dem Gerät enthalten ist oder von ihm abgegeben wurde.

Anmerkung: Der Wägewert, der so erhalten wurde, ist die hinsichtlich des Luftauftriebs nicht korrigierte Anzeige der Waage.

Um das Volumen aus dem Wägewert zu erhalten, sind folgende Faktoren zu berücksichtigen:

- die Dichte der Prüflüssigkeit bei der Prüftemperatur
- die thermische Ausdehnung des Glases zwischen der Temperatur, bei der die Prüfung vollzogen wurde und der Bezugstemperatur (Referenztemperatur) des Prüflings
- der Einfluß des Luftauftriebs auf die Wägung.

Allgemeine Berechnung

Die Formel für die Berechnung des Volumens bei Auswägen mit Wasser (oder Quecksilber) lautet:

$$V = \frac{W_2 - W_1}{\rho_w} \cdot \frac{1 - \frac{\rho_L}{\rho_G}}{1 - \frac{\rho_L}{\rho_w}} \quad (1)$$

Die Formel für die Berechnung des Volumens bei einer Bezugstemperatur von 20 °C („ V_{20} “) aus dem entsprechenden Wägewert, ist hergeleitet aus Formel (1):

$$V_{20} = (W_2 - W_1) \left(\frac{1}{\rho_w - \rho_L} \right) \left(1 - \frac{\rho_L}{\rho_G} \right) (1 - \gamma(t - 20^\circ \text{C})) \quad (2)$$

Es bedeuten:

V_{20} Volumen in ml bei 20 °C

W_2 Waagenanzeige (Wägewert) des Gefäßes mit Prüfliquidität in g

W_1 Waagenanzeige (Wägewert) des leeren Gefäßes in g

ρ_L Dichte der Luft in g/cm³ (s. Tab. 5 bis 7)

ρ_G Als Dichte aller geeichten Gewichtstücke ist der Wert 8 g/cm³ einzusetzen; dies gilt sowohl für alle losen Gewichtstücke, insbesondere für ein Gewichtstück, mit dem eine kraftkompensierende Waage justiert wird, als auch für in eine Waage eingebaute Gewichtstücke.

ρ_w Dichte der Prüfliquidität in g/cm³ (Wasser: s. Tab. 8, Quecksilber: s. Tab. 9)

γ kubischer Ausdehnungskoeffizient des Materials, aus dem das Meßgerät hergestellt ist, in 1/°C (s. Tab. 10).

Anmerkung: In der Literatur erscheint häufig der lineare Ausdehnungskoeffizient α . Beachte: $\gamma = 3 \alpha$.

t Temperatur der Prüfliquidität in °C.

Für die Praxis bietet sich bei Verwendung von Wasser folgende Formel an:

$$V_{20} = \frac{W_2 - W_1}{1 \text{ g/ml}} + V_N (K_1 + K_2) \quad (3)$$

Es bedeuten:

V_N Nennvolumen

K_1 Korrektur in Abhängigkeit von der Temperatur des Wassers und dem Ausdehnungskoeffizient des Glases (s. Tab. 11 bis 14)

K_2 Korrektur in Abhängigkeit von Luftdruck und -temperatur (s. Tab. 15).

Anmerkung: Die Korrekturen K_1 sind für die allgemein verwendeten Glassorten tabelliert. Die Zahlenwerte beider Korrekturen sind zur Verwendung in Formel (3) dimensionslos. Sie entsprechen in ihren Zahlenwerten der Dimension mg/ml.

Der maximale Fehler bei Verwendung dieser Formel (3) mit den Tabellen für K_1 und K_2 im Bereich der Temperatur von 15 °C bis 30 °C und des Luftdrucks von 950 hPa bis 1060 hPa beträgt

- durch die Luftfeuchte:
weniger als $V_N \cdot 3 \cdot 10^{-6}$, falls die relative Feuchte zwischen 30 % und 70 % beträgt
- durch die Volumenabweichung ($V_{20} - V_N$):
weniger als $V_N \cdot 5 \cdot 10^{-6}$, falls die relative Abweichung vom Nennvolumen weniger als 0,1 % beträgt
- durch die Verwendung älterer Messinggewichte, die noch nicht auf die Dichte 8 g/cm³ abgeglichen waren, etwa $V_N \cdot (-8 \cdot 10^{-6})$.

Die Dichte der Luft bei der Wägung kann mit folgender Formel berechnet werden:

$$\rho_L = \rho_{L20} \frac{P_L}{P_{20}} \cdot \frac{T_{20}}{T_L} \quad (4)$$

Es bedeuten:

ρ_L	Dichte der Luft bei der Wägung in mg/cm ³
P_L	Luftdruck bei der Wägung in hPa
T_L	Temperatur der Luft bei der Wägung in K
ρ_{L20}	1,2 mg/cm ³
P_{20}	1013 hPa
T_{20}	293,15 K

Anmerkung: Die mit obiger Formel errechneten Luftdichtewerte sind für einen Temperaturbereich von 20 ± 5 °C, einer konstanten relativen Feuchte von 50 ± 5 % und einem Luftdruck von 950 bis 1050 hPa hinreichend genau, um das Volumen auf 1 · 10⁻⁴ genau bestimmen zu können.

Wenn das Meßgerät bei einer von der Bezugstemperatur (t_1) abweichenden Temperatur verwendet wird, kann sein Volumen bei t_2 nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$V_{t2} = V_{t1} \cdot (1 + \gamma (t_2 - t_1)) \quad (5)$$

Auch bei der Bestimmung kleiner Volumen mit Quecksilber als Meßgut (s. 5.1) kann man das Volumen mittels Formel (2) berechnen. Man ersetzt die Formelzeichen ρ_w durch ρ_Q (Dichte des Quecksilbers). Den entsprechenden Zahlenwert entnimmt man in Abhängigkeit von der Temperatur t durch Interpolation der Tabelle 9.

5.3.2 Volumetrische Methode

Diese Methode, bei der man den Wasserinhalt eines Normalgerätes in das zu prüfende Meßgerät ablaufen läßt, ist für Meßkolben von 100 ml oder mehr anwendbar.

Als Normalgeräte werden Überlaufpipetten des gleichen Volumens wie der zu prüfenden Meßkolben verwendet. Die Überlaufpipetten sind auf Ex justiert und geben damit exakt das Volumen des auf In justierten Meßkolbens ab. Zwischen dem Körper der Überlaufpipette und einem Absperrhahn befindet sich auf einem Verbindungsrohr die Marke des Nennvolumens (Bild 28). Ober- und unterhalb dieser Marke sollen sich je eine weitere Marke befinden, die die Fehlergrenzen des zu prüfenden Meßkolbens darstellen.

Die Überlaufpipette wird in ein Stativ lotrecht eingespannt. Nach dem Befüllen der Überlaufpipette mit Wasser als Prüfflüssigkeit, wird der trockene Prüfling von unten so weit über das Auslaufrohr der Normalpipette geschoben, daß sich die Pipettenspitze dicht über der zu prüfenden Marke befindet und eine das Prüfergebnis verfälschende Benetzung oberhalb der Marke vermieden wird. Dann läßt man den Inhalt der Normalpipette bis zu ihrer oberen Marke in das Meßgerät auslaufen. Da diese Marke den Mindestwert des Sollrauminhalts begrenzt, darf die zu prüfende Marke nicht unterhalb des Flüssigkeitsspiegels liegen. Liegt sie darunter, ist das Gerät zu klein. Nunmehr läßt man den Restinhalt der Normalpipette bis zu ihrer unteren Marke in das Meßgerät ablaufen. Da diese Marke den Größtwert des Sollrauminhalts begrenzt, darf die zu prüfende Marke nicht oberhalb des Flüssigkeitsspiegels liegen. Ist das der Fall, ist das Meßgerät zu groß.

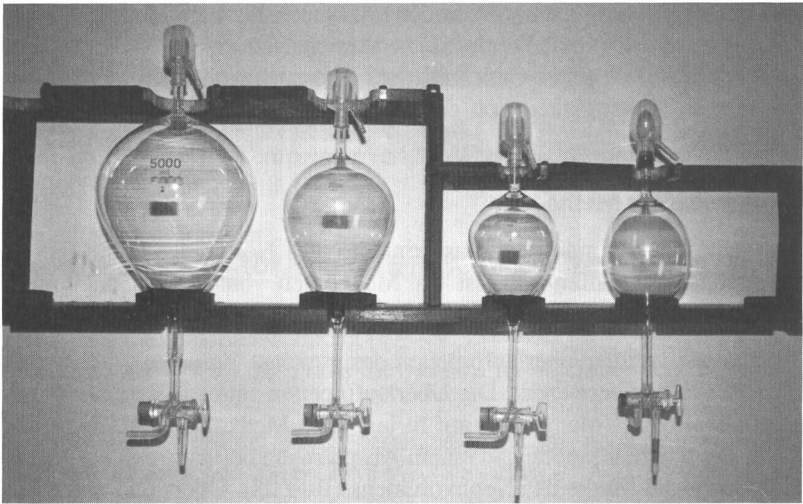


Bild 28: Überlaufpipetten

5.4 Anforderungen an die Meßgeräte

5.4.1 Meßkolben

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Normen erfüllt sind.

Die Volumenbestimmung von Meßkolben erfolgt durch Wägung. Die Temperatur des Wassers wird nach der Wägung in der Mitte des Meßkolbens oder, wenn dies nicht möglich ist, in einem Hilfsgefäß ermittelt.

Meßkolben auf Einguß von 100 ml und mehr können auch volumetrisch geprüft werden, wenn keine Fehlerangaben gefordert werden. Da dies aus Rationalisierungsgründen geschieht, bietet sich diese Methode nur bei genügenden Stückzahlen an.

Bei Meßkolben für mehrere Maßgrößen werden zuerst die von der untersten Marke, dann die von den höher gelegenen Marken begrenzten Volumen geprüft. Es ist darauf zu achten, daß der Raum oberhalb der zu prüfenden Marke nicht benetzt wird. Nötigenfalls ist er mit Filterpapier wieder zu trocknen.

Bei der Volumenbestimmung durch Wägung erfolgt die Fehlerermittlung nach 5.3.1 bzw. 5.5.

5.4.2 Meßzylinder

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Normen erfüllt sind.

Die Prüfung der Teilvolumen und des Gesamtvolumens erfolgt gravimetrisch wie bei Meßkolben.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

5.4.3 Büretten

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Norm erfüllt sind.

Die Büretten ohne selbsttätige Nullpunkteinstellung werden lotrecht in einem Stativ befestigt und bis etwa 10 mm über die Nullmarke blasenfrei gefüllt. Nach der Füllung läßt man das Wasser bei vollständig geöffnetem Hahn ablaufen, wobei die Ablaufzeit zwischen den beiden Endmarken bestimmt wird.

Nunmehr wird die Bürette erneut bis 10 mm über die Nullmarke gefüllt und dann der Meniskus auf die Nullmarke eingestellt.

Ein an der Ablaufspitze haftender Tropfen wird abgestrichen.

Das Meßgerät muß dann bis zur Mündung der Ablaufspitze vollständig und ohne Luftblasen gefüllt sein.

Nun läßt man den Inhalt der Bürette bei vollständig geöffnetem Hahn frei in ein tariertes Wägegglas ablaufen. Dabei müssen Spritzer vermieden werden. Der Ablauf wird unterbrochen, wenn das Wasser ca. 10 mm oberhalb der Marke des zu prüfenden Volumens steht. Nach der vorgeschriebenen Wartezeit läßt man das Wasser bis zur Marke ab und streicht das Wägegglas an der Ablaufspitze ab. Dann erfolgt die Wägung. Der ermittelte Wert wird notiert und kann gleichzeitig als Tara für die nächste Wägung verwendet werden.

Danach füllt man die Bürette erneut bis zur Nullmarke und verfährt weiter, wie oben beschrieben. Auf diese Weise werden sämtliche zu prüfende Teilvolumen durch Wägung ermittelt.

Die Temperatur des Wassers wird nach jeder Wägung gemessen.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Die Prüfung von Büretten mit selbsttätiger Nullpunkteinstellung (Pellet - Büretten) geschieht in der gleichen Weise wie die der anderen Büretten. Es ist darauf zu achten, daß die Einstellung des Nullpunkts gleichmäßig erfolgt. Insbesondere muß geprüft werden, ob die Füllung nicht dadurch beeinflußt wird, daß von dem über dem Maßraum liegenden Teil der Wandung während der Prüfung Wasser nachfließt. Tritt bei der Nullpunkteinstellung bereits ein Fehler auf, so geht er in den Gesamtfehler der Bürette ein. Bei Büretten mit Schellbachstreifen erfolgt die Einstellung des Meniskus immer am Schellbachstreifen (Ausnahme die evtl. vorhandene selbsttätige Nullpunkteinstellung).

5.4.4 Vollpipetten

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Norm erfüllt sind.

Vollpipetten auf Ablauf mit Ansaugrohr und einer Marke werden lotrecht in ein Stativ geklemmt und über ihre Ablaufspitze ein Schlauch geschoben, durch den das Wasser zugeführt wird.

Durch Öffnen eines Quetschhahnes, der den Schlauch verschließt, wird die Vollpipette bis etwa 10 mm über die Marke hinaus gefüllt und das Ansaugrohr mit dem Finger verschlossen. Es kann auch durch ein Schlauchstück mit einem zweiten Quetschhahn verschlossen werden. Nun wird der Füllschlauch mit dem unteren Quetschhahn entfernt und durch Lüften des Fingers oder Öffnen des Quetschhahnes am Ansaugrohr das Wasser in der Pipette bis zur Marke abgelassen. Ein an der Ablaufspitze haftender Tropfen wird durch Abstreifen entfernt. Dann läßt man das Wasser ohne Behinderung des freien Ablaufs in ein tariertes Wägegglas einlaufen, das mit seiner Wandung an die Mündung der Ablaufspitze der Pipette angelegt wird. Hat der zusammenhängende Ablauf aufgehört, so streicht man die Spitze an dem Wägegglas ab, und zwar, wenn an der Pipette keine Wartezeit vermerkt ist, nach etwa 3 Sekunden, sonst nach der auf ihr angegebenen Wartezeit.

Die Ablaufzeit wird am zweckmäßigsten bei der Prüfung bestimmt. Sie rechnet vom Beginn des Ablaufs von der Marke bis zum Ende des zusammenhängenden Ablaufs.

Die beschriebene Befüllung bzw. der Ablauf kann auch unter Einhaltung vorgenannter Kriterien mit einer handelsüblichen Pipettierhilfe vorgenommen werden. Das gilt auch für die unter 5.4.5 beschriebenen Meßpipetten.

Die Temperatur wird nach der Wägung in dem aus der Pipette ausgeflossenen Wasser oder in einer gesondert aufgefangenen Wasserprobe bestimmt. Ist in die Wasserzuführung ein Thermometer eingebaut, so kann die Temperatur auch daran abgelesen werden. Die Berechnung des Volumens erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Vollpipetten auf Ablauf mit Ansaugrohr und zwei Marken werden in gleicher Weise wie die mit einer Marke gehalten und befüllt. Man entfernt den Schlauch, läßt die Pipette ablaufen und bestimmt dabei die Ablaufzeit zwischen den Marken. Nach erneuter Füllung der Pipette und Einstellung auf die obere Marke läßt man das Wasser bis etwa 10 mm über der unteren Marke in das Wägegglas ab, schließt das Ansaugrohr und streicht nach etwa 3 Sekunden, ggf. nach der auf der Pipette angegebenen längeren Wartezeit unter gleichzeitiger Einstellung auf die zweite Marke das Hilfsgefäß an der Pipette ab. Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Vollpipetten auf Einguß werden in einem geeigneten Hilfsgefäß, nötigenfalls unter Zuhilfenahme einer an einem Bügel der Waagschale angebrachten stützenden Führung tariert. Danach werden sie wie Vollpipetten auf Ablauf bis zur Marke befüllt. Ein etwa an der Spitze haftender Tropfen wird entfernt und die Pipette in das Hilfsgefäß gestellt. Das Rohr oberhalb der Marke wird, falls erforderlich, innen ausgetrocknet. Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Eine weitere Möglichkeit ist, die Pipette allein zu tarieren und sie mit der Wasserfüllung liegend zu wägen. Dadurch wird eine Verdunstung des Wassers weitestgehend vermieden.

Vollpipetten auf Einguß kleineren Volumens werden zweckmäßigerweise durch Wägung ihres Quecksilberinhaltes geprüft. Die Berechnung des Volumens erfolgt nach 5.3.1.

5.4.5 Meßpipetten

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Normen erfüllt sind.

Bei Vorhandensein eines Schellbachstreifens erfolgt die Einstellung des Meniskus immer am Schellbachstreifen.

Meßpipetten auf Einguß (In) werden in ihren zu prüfenden Teilvervolumen bzw. im Gesamtvolumen analog den Vollpipetten auf In geprüft.

Bei Meßpipetten auf Ablauf (Ex) richte man sich bei der Prüfung der Teilvolumen und des Gesamtvolumens nach den in den betreffenden DIN-Normen in Punkt 6.1 „Einstellen des Meniskus auf den gewünschten Teilstrich und Ablauf“ beschriebenen Verfahren, die nachfolgend zitiert werden:

Anmerkung: Für den nachfolgend zitierten Begriff „Meßgut“ steht ansonsten in dieser Prüfregel der Begriff „Prüfflüssigkeit“.

Meßpipetten nach DIN 12 695 (Meßpipetten für teilweisen Ablauf Klasse A):

Man erhält das gewünschte Volumen, wenn man das Meßgut zunächst bis etwa 10 mm über die Nullmarke in die Pipette aufzieht und es dann bis zur Nullmarke langsam abläßt. Ein an der Pipettenspitze haftender Tropfen wird abgestreift, indem man die Spitze mit einer geneigten Gefäßwand in Berührung bringt. Dann läßt man den Pipetteninhalt bis etwa 10 mm über den Teilstrich, der das gewünschte Volumen unten begrenzt, in ein anderes Gefäß ablaufen, wobei die Spitze der lotrecht gehaltenen Pipette die geneigte Gefäßwand berührt und stellt vorsichtig auf den Teilstrich ein. Der Meniskus ist so einzustellen, daß sein tiefster Punkt und der obere Rand des gewählten Teilstrichs bei parallaxenfreier Beobachtung in einer Ebene liegen. Etwa 3 Sekunden nach Beendigung des Ablaufs kann die Spitze an der Gefäßwand abgestreift und das gelieferte Flüssigkeitsvolumen damit als vollständig betrachtet werden.

Anmerkung: Die genannten 3 Sekunden brauchen nicht genau eingehalten zu werden und sind deshalb nicht als „Wartezeit“ anzusehen. Sie sollen lediglich dazu dienen, sich vergewissern zu können, daß der Ablauf wirklich beendet ist, ehe man die Pipettenspitze von der Gefäßwand entfernt.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Meßpipetten nach DIN 12696 (Meßpipetten für völligen Ablauf Klasse A):

Man erhält das gewünschte Volumen, wenn man das Meßgut bis wenige Millimeter über den Teilstrich, der das abzumessende Volumen oben begrenzt, aufzieht und bei sinkendem Meniskus auf diesen Teilstrich einstellt. Der Meniskus ist so einzustellen, daß sein tiefster Punkt und der obere Rand des gewählten Teilstrichs bei parallaxenfreier Beobachtung in einer Ebene liegen. Ein an der Pipettenspitze haftender Tropfen ist abzustreifen, indem man die Spitze mit der geneigten Wand eines Gefäßes in Berührung bringt. Man läßt den Pipetteninhalt dann bei lotrechter Lage der Pipette in ein anderes Gefäß ablaufen, wobei die Spitze die geneigte Gefäßwand während des Ablaufs berühren muß. Die Pipettenspitze ist etwa 3 Sekunden nach Beendigung des

zusammenhängenden Ablaufs, sobald sich also ein bleibender Meniskus darin gebildet hat, am Gefäß abzustreifen.

Anmerkung: Die genannten 3 Sekunden brauchen nicht genau eingehalten zu werden und sind deshalb auch nicht als „Wartezeit“ anzusehen. Sie sollen lediglich dazu dienen, sich vergewissern zu können, daß der Ablauf wirklich beendet ist, ehe man die Pipettenspitze von der Gefäßwand entfernt.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Meßpipetten nach DIN 12697 (Meßpipetten, schnellablaufend, Wartezeit 15 s, Klasse AS):

Man erhält das gewünschte Volumen, wenn man das Meßgut bis wenige Millimeter über die Nullmarke oder den Teilstrich, der das gewünschte Volumen oben begrenzt, in die Pipette aufzieht und bei sinkendem Meniskus auf die Nullmarke bzw. den Teilstrich so einstellt, daß sein tiefster Punkt und der obere Rand der Nullmarke bzw. des Teilstrichs bei parallaxenfreier Beobachtung in einer Ebene liegen. Ein an der Spitze haftender Tropfen ist abzustreifen, indem man die Spitze mit der geneigten Wand eines Gefäßes in Berührung bringt.

Dann läßt man die Prüflüssigkeit bis etwa 10 mm über den Teilstrich, der das gewünschte Volumen unten begrenzt, in ein anderes Gefäß ablaufen, wobei die Spitze der lotrecht gehaltenen Pipette die geneigte Gefäßwand berührt, stellt nach einer Wartezeit von 15 Sekunden auf den gewünschten Teilstrich ein und streift die Spitze an der Gefäßwand ab.

Soll das Gesamtvolumen entnommen werden, so läßt man bis zur Beendigung des zusammenhängenden Ablaufs ablaufen und streift nach einer Wartezeit von 15 Sekunden die Spitze an der Gefäßwand ab.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

Meßpipetten nach DIN 12 699 (Enzymtest-Meßpipetten schnellablaufend, Wartezeit 15 s, Klasse AS):

Man erhält das gewünschte Volumen, wenn man das Meßgut bis wenige Millimeter über die Nullmarke oder den Teilstrich, der das gewünschte Volumen oben begrenzt, in die Pipette aufzieht und bei sinkendem Meniskus auf die Nullmarke bzw. den Teilstrich einstellt. Der Meniskus ist so einzustellen, daß sein tiefster Punkt und der obere Rand des Teilstrichs bei parallaxenfreier Beobachtung in einer Ebene liegen. Ein an der Spitze haftender Tropfen ist abzustreifen, indem man die Spitze mit der geneigten Wand eines Gefäßes in Berührung bringt.

Dann läßt man die Prüfflüssigkeit bis etwa 10 mm über den Teilstrich, der das gewünschte Volumen unten begrenzt, in ein anderes Gefäß ablaufen, wobei die Spitze der lotrecht gehaltenen Pipette die geneigte Gefäßwand berührt, stellt nach einer Wartezeit von 15 Sekunden auf den gewünschten Teilstrich ein und streift die Spitze an der Gefäßwand ab.

Anmerkung: Die Prüfung auf Einhaltung der Ablaufzeit erfolgt zweckmäßig bei der Prüfung des Gesamtvolumens.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5.

5.4.6 Büretten und Meßröhren für Gase

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der entsprechenden DIN-Norm erfüllt sind.

Büretten und Meßröhren für Gase werden in der Regel als Halbfabrikate zur Prüfung vorgelegt. Sie werden mit Quecksilber, Wasser oder anderen Sperrflüssigkeiten benutzt. Die Volumenbestimmung erfolgt im allgemeinen durch Wägen mit Wasser.

Gasbüretten, bei denen Wasser als Sperrflüssigkeit dient, werden sinngemäß wie Büretten (siehe 5.4.3) befüllt. Dann wird bei geöffnetem oberem Hahn oder offener Kapillare die Bürette bis etwa 10 mm oberhalb der zu prüfenden Marke entleert. Nach 30 s oder nach der auf der Bürette angegebenen Wartezeit stellt man den Meniskus genau auf die Marke ein, streift das Hilfsgefäß an der Kapillare oder am unteren Rohrende ab und wägt. Die Wassertemperatur wird nach der Wägung im Hilfsgefäß oder in einer Probe aus dem Vorratsgefäß gemessen.

Gasbüretten, bei denen Quecksilber als Sperrflüssigkeit dient, werden wie Geräte auf Einguß mit Wasser geprüft (siehe 5.4.4 Vollpipetten auf Einguß), auch wenn sie als Geräte auf Ablauf gekennzeichnet sind. In diesem Fall ist eine Meniskuskorrektur von Wasser auf Quecksilber anzubringen.

Wenn Geräte in umgekehrter Gebrauchslage geprüft werden müssen, ist dies durch eine Meniskuskorrektur zu berücksichtigen.

Die Fehlerermittlung erfolgt nach 5.3.1 bzw. 5.5 und eine eventuelle Meniskuskorrektur wie nachfolgend beschrieben.

Meniskuskorrektion

Bei manchen gasvolumetrischen Meßgeräten ist es nicht zweckmäßig oder nicht möglich, diese so zu prüfen, daß das Prüfverfahren mit dem Verfahren bei der Justierung und beim Gebrauch übereinstimmt. Und zwar, wenn

- sich die Prüf Flüssigkeit von der Sperrflüssigkeit unterscheidet oder
- die Lage des Meßgeräts beim Gebrauch eine andere ist als bei der Prüfung.

Dadurch bedingte Unterschiede in Ausbildung bzw. Lage der Menisken sind unter Benutzung der Tabelle 4 durch eine sog. Meniskuskorrektion zu berücksichtigen. Über die Angaben der Tabelle 4 hinaus ist die Korrektion durch das Volumen des durch die Strichbreite gegebenen Zylinders zu vergrößern.

Zur Verdeutlichung der Notwendigkeit solcher Meniskuskorrekturen sollen nachfolgende Erläuterungen dienen.

Anmerkung: Generell ist bei Durchmessern $< 0,6$ mm eine Meniskuskorrektion nicht erforderlich. Der Durchmesser der Kapillaren wird gemessen oder durch Wägung ermittelt.

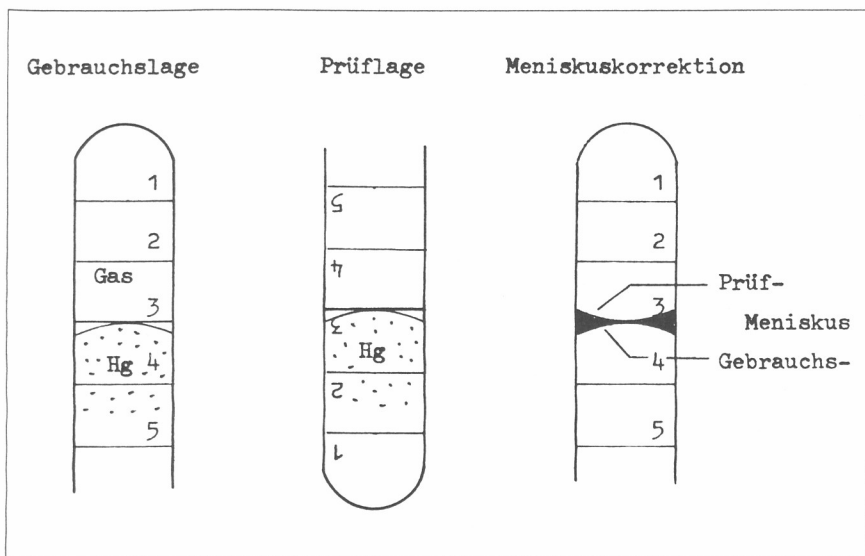


Bild 29a: Erläuterungen zur Meniskuskorrektion – Meßröhren für Gase
 Beispiel 1: Hg als Sperrflüssigkeit, geprüft mit Hg. Durch Prüfung ermitteltes Volumen kleiner als Sollvolumen, daher Korrektion mit positivem Wert nach Tab. 4

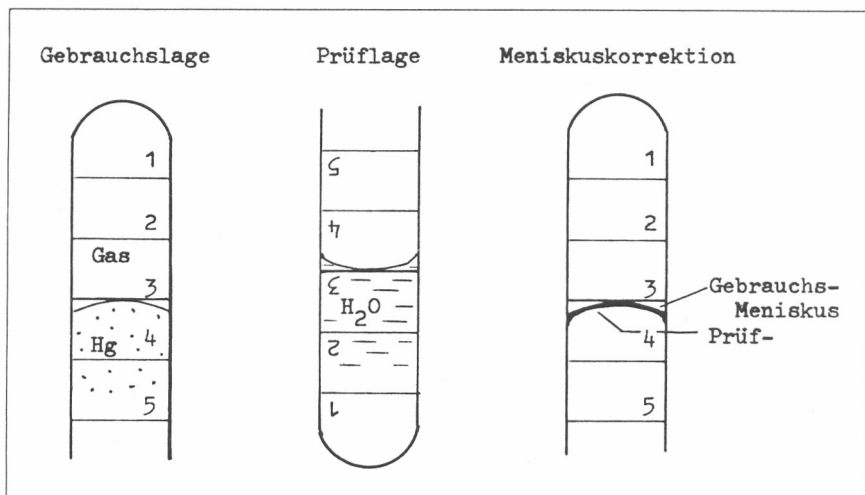


Bild 29b: Erläuterungen zur Meniskuskorrektion – Meßröhren für Gase

Beispiel 2: Hg als Sperrflüssigkeit, geprüft mit H₂O. Durch Prüfung ermitteltes Volumen größer als Sollvolumen, daher Korrektur mit negativem Wert nach Tab. 4

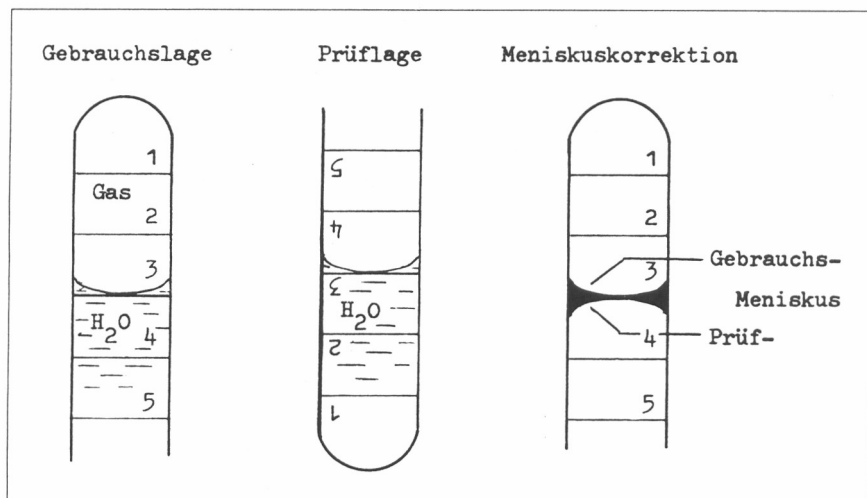


Bild 29c: Erläuterungen zur Meniskuskorrektion – Meßröhren für Gase

Beispiel 3: H₂O als Sperrflüssigkeit, geprüft mit H₂O. Durch Prüfung ermitteltes Volumen größer als Sollvolumen, daher Korrektur mit negativem Wert nach Tab. 4

5.4.7 Mikroazotometer

Es ist zu prüfen, ob die Bauanforderungen der DIN-Norm erfüllt sind.

Mikroazotometer werden durch Wägen mit ihrer Quecksilberfüllung geprüft. Der Fehler wird nach 5.3.1 berechnet. Wegen der von der Gebrauchslage abweichenden Prüflage ist als Meniskuskorrektur der Betrag von 1 Mikroliter abzuziehen.

5.5 Auswertung der Prüfergebnisse

Im Gegensatz zur volumetrischen Prüfung eines Meßgerätes, die nach ihrem Abschluß sofort eine Aussage über gut / schlecht in einem begrenzten Rahmen erlaubt (Prüfergebnisse, die diesseits oder jenseits in der Nähe einer Fehlergrenze liegen, müssen selbstverständlich noch gravimetrisch nachgeprüft werden), erhält man bei der Prüfung über die Waage nur einen Wägewert, der noch nicht das Volumen des Meßgerätes darstellt. Wie aus 5.3.1 hervorgeht, muß dieser Wägewert noch entsprechend dem Sollvolumen des geprüften Meßgerätes korrigiert werden und zwar durch

- die Wasserdichtekorrektur als Funktion der Temperatur der verwendeten Prüflüssigkeit (aufbereitetes Wasser)
- die Gefäßausdehnungskorrektur als Funktion der Temperatur des Meßgerätes (darf der Temperatur der Prüflüssigkeit gleichgesetzt werden) sowie der Bezugstemperatur und des Ausdehnungskoeffizienten des Meßgerätes und
- die Luftdichtekorrektur als Funktion des Drucks und der Temperatur der Luft sowie des Werkstoffs der Gewichtstücke. Die rel. Luftfeuchte wird mit einem mittleren Wert angenommen.

Zur Erleichterung der Auswertung sind diese drei Teilkorrekturen zusammengefaßt und in Abhängigkeit vom kubischen Ausdehnungskoeffizienten der verschiedenen Glasarten tabelliert. Als Korrektur K_1 , entsprechend der ermittelten Temperatur des zur Prüfung verwendeten Wassers, kann der jeweilige Wert den Tabellen 11 bis 14 entnommen werden. Um die richtige Tabelle zu benutzen, muß die verwendete Glasart bzw. der Ausdehnungskoeffizient des verwendeten Glases bekannt sein. Sollte dies nicht ohne weiteres erkennbar sein, muß der Auftraggeber bzw. der Hersteller des Glases befragt werden.

Eine zusätzliche Korrektur K_2 wird erforderlich, wenn der zur Zeit der Prüfung herrschende Luftdruck von 1 013 hPa (mbar) oder die Lufttemperatur im Prüfraum von 20 °C abweichen. Der Wert dieser Korrektur kann der Tabelle 15 entnommen werden.

Unter Verwendung der Gleichung 3 (s. 5.3.1) kann jetzt das tatsächliche Volumen aus dem Wägewert ermittelt werden:

$$V_{20} = \frac{W_2 - W_1}{1 \text{ g / ml}} + V_N(K_1 + K_2) \quad (3)$$

Voraussetzung für die Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung ist, daß der Wert für V_{20} die durch die Eichordnung für das Meßgerät und das Nennvolumen vorgeschriebenen Fehlergrenzen nicht überschreitet.

Durch den vermehrten Einsatz programmierbarer elektronischer Rechner bietet sich eine rechnergestützte Auswertung der Prüfung an. Das um so mehr bei Vorhandensein elektronischer Waagen mit einer Schnittstelle.

Literatur

- [1] Eichordnung (EO) vom 12. August 1988 (BGBl I, Nr. 43, S. 1657)
- [2] PTB-Anforderungen, PTB-A 12 „Volumenmeßgeräte für Laboratoriumszwecke“ (12/1989)
- [3] „Verzeichnis der Vorschriften und anerkannten Regeln der Technik nach der Eichordnung“ (z. Z. PTB-Mitt. 100, 2/90, S. 129 - 136)
- [4] Richtlinien für das Verfahren bei der eichtechnischen Prüfung von Meßgeräten für wissenschaftliche und technische Untersuchungen (Abschnitt XII der Eichordnung) von 1964 (Deutscher Eichverlag GmbH, Braunschweig) – vergriffen
- [5] Richtlinien für die Überwachung von Konformitätsprüfungen, Wartungsdiensten und Qualitätssicherung in medizinischen Laboratorien durch die zuständigen Behörden (RL-KWQ) vom 1. Februar 1990 (nicht veröffentlicht, interne Prüfanweisung für Eichbehörden)
- [6] Ausführungsverordnung zum Gesetz über Einheiten im Meßwesen vom 13. 12. 1985 (BGBl I, S. 2272)
- [7] DIN ISO 4787 „Laborgeräte aus Glas, Volumenmeßgeräte aus Glas“ (z. Z. Entwurf)
- [8] Richtlinie für die Prüfung und Überwachung nach dem Eichgesetz und nach der Eichordnung (Eichanweisung – Allgemeine Vorschriften) vom 11. Januar 1989 (Bundesanzeiger Nr. 28 a vom 9. 2. 1989) mit Änderung vom 12. Juni 1991 (Bundesanzeiger Nr. 111 vom 20. Juni 1991)
- [9] DIN 1319 Teil 3 „Grundbegriffe der Meßtechnik, Begriffe für die Meßunsicherheit und für die Beurteilung von Meßgeräten und Meßeinrichtungen“, August 1983.

Tabellenverzeichnis

1	Parametrische Toleranzen mit entsprechenden relativen Volumenfehlern	51
2	Auswirkung relativer Volumenfehler auf das Prüfergebnis in Abhängigkeit vom Volumen	51
3	Meßabweichungen durch fehlerhafte Einstellung des Meniskus	51
4	Meniskuskorrekturen für die Prüfung von gasvolumetrischen Meßgeräten (DIN 12 702) in umgekehrter Gebrauchslage	52
5	Luftdichtetabelle für Luftfeuchte 30 %	53
6	Luftdichtetabelle für Luftfeuchte 50 %	53
7	Luftdichtetabelle für Luftfeuchte 70 %	54
8	Wasserdichtetabelle nach ITS-90-Kell-Formel	54
9	Dichte von Quecksilber gem. ITS-90	56
10	Kubische Ausdehnungskoeffizienten γ hauptsächlich verwendeter Glasarten	57
11	Korrektionstabelle für K_1 für Glas mit $\gamma = 10 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	57
12	Korrektionstabelle für K_1 für Glas mit $\gamma = 15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	58
13	Korrektionstabelle für K_1 für Glas mit $\gamma = 20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	59
14	Korrektionstabelle für K_1 für Glas mit $\gamma = 27 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	60
15	Korrektionstabelle für K_2 für Luftdruck und -temperatur	61

Tabelle 1

Parametrische Toleranzen mit entsprechenden relativen Volumenfehlern

Parameter	parametrische Toleranz	relativer Volumenfehler
Wassertemperatur	$\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 10^{-4}$
Luftdruck	$\pm 8 \text{ hPa}$	$\pm 10^{-5}$
Lufttemperatur	$\pm 2,5 \text{ }^\circ\text{C}$	$\pm 10^{-5}$
relative Feuchte	$\pm 10 \text{ } \%$	$\pm 10^{-6}$

Tabelle 2

Auswirkung relativer Volumenfehler (s. Tab. 1) auf das Prüfergebnis in Abhängigkeit vom Volumen

Volumen	relativer Volumenfehler		
	10^{-4}	10^{-5}	10^{-6}
1 ml	0,1 μl	0,01 μl	0,001 μl
2 ml	0,2 μl	0,02 μl	0,002 μl
5 ml	0,5 μl	0,05 μl	0,005 μl
10 ml	1,0 μl	0,1 μl	0,01 μl
20 ml	2,0 μl	0,2 μl	0,02 μl
50 ml	5,0 μl	0,5 μl	0,05 μl
100 ml	10,0 μl	1,0 μl	0,1 μl
200 ml	20,0 μl	2,0 μl	0,2 μl
500 ml	50,0 μl	5,0 μl	0,5 μl
1 000 ml	100,0 μl	10,0 μl	1,0 μl

Tabelle 3

Meßabweichungen durch fehlerhafte Einstellung des Meniskus

Fehler der Meniskusposition	Rohrinnendurchmesser			
	5 mm	10 mm	20 mm	30 mm
0,05 mm	1 μl	4 μl	16 μl	35 μl
0,1 mm	2 μl	8 μl	31 μl	71 μl
0,5 mm	10 μl	39 μl	157 μl	353 μl
1 mm	20 μl	78 μl	314 μl	707 μl

Tabelle 4

Meniskuskorrektion für die Prüfung von gasvolumetrischen Meßgeräten (DIN 12 702) in umgekehrter Gebrauchslage

Rohr- durchmesser	Länge eines Rohrabschnitts von 1 ml Inhalt	Sperrflüssigkeit	Sperrflüssigkeit	Sperrflüssigkeit
		Quecksilber	Quecksilber	Wasser
mm	mm	Prüfflüssigkeit	Prüfflüssigkeit	Prüfflüssigkeit
		Quecksilber	Wasser	Wasser
		μl	μl	μl
0,6	3 537	+ 0,04	- 0,03	- 0,1
0,8	1 989	+ 0,1	- 0,1	- 0,3
1	1 273	+ 0,2	- 0,2	- 0,5
1,5	566	+ 0,8	- 0,5	- 1,8
2	318	+ 1,8	- 1,2	- 4,2
3	141,5	+ 6,1	- 2,7	- 11,5
4	79,6	+ 11,2	- 4,4	- 20
5	50,9	+ 17,4	- 6,3	- 30
6	35,4	+ 26,6	- 8,2	- 43
7	26,0	+ 39,2	- 10,4	- 60
8	19,9	+ 55,6	- 12,7	- 81
9	15,7	+ 75	- 16	- 107
10	12,7	+ 94	- 21	- 136
11	10,5	+ 112	- 28	- 168
12	8,8	+ 132	- 36	204
13	7,5	+ 150	- 47	- 244
14	6,5	+ 172	- 59	- 290
15	5,7	+ 192	- 72	- 336
16	5,0	+ 212	- 88	- 388
17	4,4	+ 231	- 105	- 441

Tabelle 5

Luftdichtetabelle für eine Luftfeuchte von 30 % (CO₂-Gehalt 0,04 %); Temperaturskala: ITS-90; Luftdichte in kg/m³

<i>t</i> °C	<i>p</i> in hPa											
	950	960	970	980	990	1000	1010	1020	1030	1040	1050	1060
15	1,147	1,159	1,171	1,183	1,195	1,207	1,219	1,231	1,243	1,255	1,268	1,280
16	1,142	1,155	1,167	1,179	1,191	1,203	1,215	1,227	1,239	1,251	1,263	1,275
17	1,138	1,150	1,162	1,174	1,186	1,198	1,210	1,222	1,234	1,246	1,259	1,271
18	1,134	1,146	1,158	1,170	1,182	1,194	1,206	1,218	1,230	1,242	1,254	1,266
19	1,130	1,142	1,154	1,166	1,178	1,190	1,202	1,214	1,226	1,238	1,250	1,261
20	1,126	1,138	1,150	1,162	1,174	1,186	1,197	1,209	1,221	1,233	1,245	1,257
21	1,122	1,134	1,146	1,158	1,169	1,181	1,193	1,205	1,217	1,229	1,241	1,252
22	1,118	1,130	1,142	1,153	1,165	1,177	1,189	1,201	1,213	1,224	1,236	1,248
23	1,114	1,126	1,138	1,149	1,161	1,173	1,185	1,196	1,208	1,220	1,232	1,244
24	1,110	1,122	1,134	1,145	1,157	1,169	1,180	1,192	1,204	1,216	1,227	1,239
25	1,106	1,118	1,129	1,141	1,153	1,165	1,176	1,188	1,200	1,211	1,223	1,235
26	1,102	1,114	1,125	1,137	1,149	1,160	1,172	1,184	1,195	1,207	1,219	1,230
27	1,098	1,110	1,121	1,133	1,145	1,156	1,168	1,179	1,191	1,203	1,214	1,226
28	1,094	1,106	1,117	1,129	1,141	1,152	1,164	1,175	1,187	1,198	1,210	1,222
29	1,090	1,102	1,113	1,125	1,136	1,148	1,160	1,171	1,183	1,194	1,206	1,217
30	1,086	1,098	1,109	1,121	1,132	1,144	1,155	1,167	1,178	1,190	1,201	1,213

Tabelle 6

Luftdichtetabelle für eine Luftfeuchte von 50 % (CO₂-Gehalt 0,04 %); Temperaturskala: ITS-90; Luftdichte in kg/m³

<i>t</i> °C	<i>p</i> in hPa											
	950	960	970	980	990	1000	1010	1020	1030	1040	1050	1060
15	1,145	1,157	1,169	1,181	1,193	1,206	1,218	1,230	1,242	1,254	1,266	1,278
16	1,141	1,153	1,165	1,177	1,189	1,201	1,213	1,225	1,237	1,249	1,261	1,273
17	1,137	1,149	1,161	1,173	1,185	1,197	1,209	1,221	1,233	1,245	1,257	1,269
18	1,132	1,144	1,156	1,168	1,180	1,192	1,204	1,216	1,228	1,240	1,252	1,264
19	1,128	1,140	1,152	1,164	1,176	1,188	1,200	1,212	1,224	1,236	1,248	1,259
20	1,124	1,136	1,148	1,160	1,172	1,183	1,195	1,207	1,219	1,231	1,243	1,255
21	1,120	1,132	1,144	1,155	1,167	1,179	1,191	1,203	1,215	1,227	1,238	1,250
22	1,116	1,128	1,139	1,151	1,163	1,175	1,187	1,198	1,210	1,222	1,234	1,246
23	1,112	1,123	1,135	1,147	1,159	1,170	1,182	1,194	1,206	1,217	1,229	1,241
24	1,107	1,119	1,131	1,143	1,154	1,166	1,178	1,190	1,201	1,213	1,225	1,236
25	1,103	1,115	1,127	1,138	1,150	1,162	1,173	1,185	1,197	1,209	1,220	1,232
26	1,099	1,111	1,122	1,134	1,146	1,157	1,169	1,181	1,192	1,204	1,216	1,227
27	1,095	1,107	1,118	1,130	1,142	1,153	1,165	1,176	1,188	1,200	1,211	1,223
28	1,091	1,103	1,114	1,126	1,137	1,149	1,160	1,172	1,184	1,195	1,207	1,218
29	1,087	1,098	1,110	1,121	1,133	1,145	1,156	1,168	1,179	1,191	1,202	1,214
30	1,083	1,094	1,106	1,117	1,129	1,140	1,152	1,163	1,175	1,186	1,198	1,209

Tabelle 7

Luftdichtetabelle für eine Luftfeuchte von 70 % (CO₂-Gehalt 0,04 %); Temperaturskala: ITS-90; Luftdichte in kg/m³

<i>t</i> °C	<i>p</i> in hPa											
	950	960	970	980	990	1000	1010	1020	1030	1040	1050	1060
15	1,143	1,156	1,168	1,180	1,192	1,204	1,216	1,228	1,240	1,252	1,264	1,277
16	1,139	1,151	1,163	1,175	1,187	1,199	1,211	1,224	1,236	1,248	1,260	1,272
17	1,135	1,147	1,159	1,171	1,183	1,195	1,207	1,219	1,231	1,243	1,255	1,267
18	1,131	1,143	1,154	1,166	1,178	1,190	1,202	1,214	1,226	1,238	1,250	1,262
19	1,126	1,138	1,150	1,162	1,174	1,186	1,198	1,210	1,222	1,234	1,246	1,257
20	1,122	1,134	1,146	1,158	1,170	1,181	1,193	1,205	1,217	1,229	1,241	1,253
21	1,118	1,129	1,141	1,153	1,165	1,177	1,189	1,201	1,212	1,224	1,236	1,248
22	1,113	1,125	1,137	1,149	1,161	1,172	1,184	1,196	1,208	1,220	1,231	1,243
23	1,109	1,121	1,133	1,144	1,156	1,168	1,180	1,191	1,203	1,215	1,227	1,239
24	1,105	1,117	1,128	1,140	1,152	1,163	1,175	1,187	1,199	1,210	1,222	1,234
25	1,101	1,112	1,124	1,136	1,147	1,159	1,171	1,182	1,194	1,206	1,217	1,229
26	1,096	1,108	1,120	1,131	1,143	1,154	1,166	1,178	1,189	1,201	1,213	1,224
27	1,092	1,104	1,115	1,127	1,138	1,150	1,162	1,173	1,185	1,196	1,208	1,220
28	1,088	1,099	1,111	1,122	1,134	1,146	1,157	1,169	1,180	1,192	1,203	1,215
29	1,083	1,095	1,106	1,118	1,129	1,141	1,153	1,164	1,176	1,187	1,199	1,210
30	1,079	1,091	1,102	1,114	1,125	1,137	1,148	1,160	1,171	1,183	1,194	1,206

Tabelle 8

Wasserdichtetabelle nach der ITS-90-Kell-Formel für luftfreies Wasser
Wasserdichte in kg/m³; Temperatur *t* in °C

<i>t</i>	+ 0,0	+ 0,1	+ 0,2	+ 0,3	+ 0,4	+ 0,5
15	999,099	999,084	999,069	999,053	999,038	999,022
16	998,942	998,926	998,910	998,893	998,876	998,860
17	998,774	998,757	998,739	998,722	998,704	998,686
18	998,595	998,576	998,558	998,539	998,520	998,501
19	998,404	998,385	998,365	998,345	998,325	998,305
20	998,203	998,182	998,162	998,141	998,120	998,099
21	997,991	997,970	997,948	997,926	997,904	997,882
22	997,769	997,747	997,724	997,701	997,678	997,654
23	997,537	997,513	997,490	997,466	997,442	997,417
24	997,295	997,270	997,246	997,221	997,196	997,170
25	997,043	997,018	996,992	996,966	996,940	996,914
26	996,782	996,755	996,729	996,702	996,675	996,648
27	996,511	996,484	996,456	996,428	996,401	996,373
28	996,232	996,203	996,174	996,146	996,117	996,088
29	995,943	995,913	995,884	995,854	995,825	995,795
30	995,645					

t	+ 0,6	+ 0,7	+ 0,8	+ 0,9	$\rho(t+1^\circ\text{C})-\rho(t)$	$\Delta\rho(t)$
15	999,006	998,991	998,975	998,959	- 0,157	- 0,003
16	998,843	998,826	998,809	998,792	- 0,168	- 0,003
17	998,668	998,650	998,632	998,613	- 0,179	- 0,003
18	998,482	998,463	998,443	998,424	- 0,190	- 0,003
19	998,285	998,265	998,244	998,224	- 0,201	- 0,003
20	998,077	998,056	998,035	998,013	- 0,212	- 0,002
21	997,859	997,837	997,815	997,792	- 0,222	- 0,002
22	997,631	997,608	997,584	997,561	- 0,232	- 0,002
23	997,393	997,369	997,344	997,320	- 0,242	- 0,002
24	997,145	997,120	997,094	997,069	- 0,252	- 0,002
25	996,888	996,861	996,835	996,809	- 0,261	- 0,002
26	996,621	996,594	996,566	996,539	- 0,271	
27	996,345	996,316	996,288	996,260	- 0,280	
28	996,059	996,030	996,001	995,972	- 0,289	
29	995,765	995,735	995,705	995,675	- 0,298	

$\Delta\rho(t)$: Dichte des luftgesättigten Wassers minus Dichte des luftfreien Wassers

Es gilt die Formel *)

$$\rho_w = \left(\sum_{n=0}^5 a_n t_{90}^n \right) / (1 + b \cdot t_{90})$$

mit den Koeffizienten (für luftfreies Wasser)

$$\begin{aligned} a_0 &= 9,9983952 \cdot 10^2 \text{ kg/m}^3 & a_4 &= 1,0584601 \cdot 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^4 \text{ kg/m}^3 \\ a_1 &= 1,6952577 \cdot 10^1 \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \text{ kg/m}^3 & a_5 &= -2,8103006 \cdot 10^{-10} \text{ }^\circ\text{C}^5 \text{ kg/m}^3 \\ a_2 &= -7,9905127 \cdot 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^2 \text{ kg/m}^3 & & \\ a_3 &= -4,6241757 \cdot 10^{-5} \text{ }^\circ\text{C}^3 \text{ kg/m}^3 & b &= 1,6887236 \cdot 10^{-2} \text{ }^\circ\text{C}^{-1} \end{aligned}$$

*) aus PTB-Mitteilungen 100, 3/90, Seite 195

Bettin, H. und Spieweck, F.: Die Dichte des Wassers als Funktion der Temperatur nach Einführung der Internationalen Temperaturskala von 1990

Tabelle 9

Dichte von Quecksilber in kg/m^3 für die Temperatur t (gem. ITS-90) bei 101325 Pa nach D. Ambrose, Metrologia 27 (1990), S. 245-247

t °C	+ 0	+ 1	+ 2	+ 3	+ 4
- 10	13619,81	13617,33	13614,86	13612,38	13609,91
0	13595,08	13592,61	13590,15	13587,68	13585,21
10	13570,43	13567,97	13565,51	13563,05	13560,59
20	13545,85	13543,40	13540,95	13538,49	13536,04
30	13521,34	13518,90	13516,45	13514,00	13511,56
40	13496,90	13494,46	13492,02	13489,58	13487,14
50	13472,52				
t °C	+ 5	+ 6	+ 7	+ 8	+ 9
- 10	13607,44	13604,96	13602,49	13600,02	13597,55
0	13582,75	13580,28	13577,82	13575,36	13572,89
10	13558,13	13555,68	13553,22	13550,76	13548,31
20	13533,59	13531,14	13528,69	13526,24	13523,79
30	13509,11	13506,67	13504,23	13501,78	13499,34
40	13484,70	13482,26	13479,83	13477,39	13474,95

Es gilt die Formel

$$\rho_Q = \frac{13595,08 \text{ kg} / \text{m}^3}{1 + A_1 t + A_2 t^2 + A_3 t^3 + A_4 t^4}$$

mit den Koeffizienten

$$A_1 = 1,815868 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$$

$$A_2 = 5,4583 \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$$

$$A_3 = 3,498 \cdot 10^{-11} \text{ } ^\circ\text{C}^{-3}$$

$$A_4 = 1,5558 \cdot 10^{-14} \text{ } ^\circ\text{C}^{-4}$$

Tabelle 10

Kubische Ausdehnungskoeffizienten hauptsächlich verwendeter Glasarten (für die Herstellung von Volumenmeßgeräten für Laboratoriumszwecke)

Glasart	$\gamma_{20-300\text{ }^{\circ}\text{C}}(10^{-6}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1})$
Allgemeines Geräteglas z. B. AR-, AW-, GW-Glas	27,0
Technisches Universalglas z. B. SBW-Glas	19,5
Semi-Borosilikatglas z. B. Durobax, Fiolax, Geräteglas 20	14,7
Borosilikatglas z. B. Duran, Pyrex, Rasotherm	9,9

Tabelle 11

Korrektur K_1 in 10^{-3} als Funktion der Wassertemperatur t für Glasgeräte mit einem kubischen Ausdehnungskoeffizienten $\gamma = 10 \cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$.

Die Tabelle gilt für die Bezugstemperatur $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ und bei der Verwendung von Gewichtstücken der Referenzdichte $\rho_G = 8000\text{ kg/m}^3$.

t $^{\circ}\text{C}$	+0,0	+0,1	+0,2	+0,3	+0,4	+0,5	+0,6	+0,7	+0,8	+0,9
15	2,001	2,015	2,030	2,044	2,058	2,073	2,088	2,103	2,118	2,133
16	2,148	2,163	2,179	2,194	2,210	2,226	2,241	2,257	2,274	2,290
17	2,306	2,323	2,339	2,356	2,373	2,389	2,406	2,424	2,441	2,458
18	2,476	2,493	2,511	2,529	2,546	2,564	2,583	2,601	2,619	2,638
19	2,656	2,675	2,693	2,712	2,731	2,750	2,770	2,789	2,808	2,828
20	2,847	2,867	2,887	2,907	2,927	2,947	2,967	2,987	3,008	3,028
21	3,049	3,070	3,091	3,112	3,133	3,154	3,175	3,197	3,218	3,240
22	3,261	3,283	3,305	3,327	3,349	3,371	3,393	3,416	3,438	3,461
23	3,483	3,506	3,529	3,552	3,575	3,598	3,622	3,645	3,668	3,692
24	3,716	3,739	3,763	3,787	3,811	3,835	3,860	3,884	3,908	3,933
25	3,957	3,982	4,007	4,032	4,057	4,082	4,107	4,132	4,158	4,183
26	4,209	4,235	4,260	4,286	4,312	4,338	4,364	4,390	4,417	4,443
27	4,470	4,496	4,523	4,550	4,577	4,603	4,631	4,658	4,685	4,712
28	4,740	4,767	4,795	4,822	4,850	4,878	4,906	4,934	4,962	4,990
29	5,019	5,047	5,075	5,104	5,133	5,161	5,190	5,219	5,248	5,277
30	5,306									

Tabelle 12

Korrektur K_1 in 10^{-3} als Funktion der Wassertemperatur t für Glasgeräte mit einem kubischen Ausdehnungskoeffizienten $\gamma = 15 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Die Tabelle gilt für die Bezugstemperatur $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und bei der Verwendung von Gewichtstücken der Referenzdichte $\rho_G = 8000 \text{ kg/m}^3$.

t $^\circ\text{C}$	+0,0	+0,1	+0,2	+0,3	+0,4	+0,5	+0,6	+0,7	+0,8	+0,9
15	2,026	2,040	2,053	2,067	2,081	2,095	2,110	2,124	2,139	2,153
16	2,168	2,183	2,198	2,213	2,228	2,243	2,258	2,274	2,289	2,305
17	2,321	2,337	2,353	2,369	2,385	2,402	2,418	2,435	2,452	2,469
18	2,486	2,503	2,520	2,537	2,554	2,572	2,590	2,607	2,625	2,643
19	2,661	2,679	2,697	2,716	2,734	2,753	2,772	2,790	2,809	2,828
20	2,847	2,867	2,886	2,905	2,925	2,944	2,964	2,984	3,004	3,024
21	3,044	3,064	3,085	3,105	3,126	3,146	3,167	3,188	3,209	3,230
22	3,251	3,273	3,294	3,315	3,337	3,359	3,380	3,402	3,424	3,446
23	3,469	3,491	3,513	3,536	3,558	3,581	3,604	3,627	3,649	3,673
24	3,696	3,719	3,742	3,766	3,789	3,813	3,837	3,861	3,884	3,908
25	3,933	3,957	3,981	4,006	4,030	4,055	4,079	4,104	4,129	4,154
26	4,179	4,204	4,229	4,255	4,280	4,306	4,331	4,357	4,383	4,409
27	4,435	4,461	4,487	4,513	4,540	4,566	4,593	4,619	4,646	4,673
28	4,700	4,727	4,754	4,781	4,808	4,836	4,863	4,891	4,918	4,946
29	4,974	5,002	5,030	5,058	5,086	5,114	5,142	5,171	5,199	5,228
30	5,257									

Tabelle 13

Korrektur K_1 in 10^{-3} als Funktion der Wassertemperatur t für Glasgeräte mit einem kubischen Ausdehnungskoeffizienten $\gamma = 20 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Die Tabelle gilt für die Bezugstemperatur $20 \text{ }^\circ\text{C}$ und bei der Verwendung von Gewichtstücken der Referenzdichte $\rho_G = 8000 \text{ kg/m}^3$.

t $^\circ\text{C}$	+0,0	+0,1	+0,2	+0,3	+0,4	+0,5	+0,6	+0,7	+0,8	+0,9
15	2,051	2,064	2,077	2,091	2,104	2,118	2,132	2,146	2,159	2,174
16	2,188	2,202	2,216	2,231	2,246	2,260	2,275	2,290	2,305	2,321
17	2,336	2,351	2,367	2,383	2,398	2,414	2,430	2,446	2,463	2,479
18	2,495	2,512	2,529	2,546	2,562	2,579	2,596	2,614	2,631	2,648
19	2,666	2,684	2,701	2,719	2,737	2,755	2,774	2,792	2,810	2,829
20	2,847	2,866	2,885	2,904	2,923	2,942	2,961	2,980	3,000	3,019
21	3,039	3,059	3,079	3,099	3,119	3,139	3,159	3,180	3,200	3,221
22	3,241	3,262	3,283	3,304	3,325	3,346	3,367	3,389	3,410	3,432
23	3,454	3,475	3,497	3,519	3,541	3,563	3,586	3,608	3,631	3,653
24	3,676	3,699	3,721	3,744	3,767	3,791	3,814	3,837	3,861	3,884
25	3,908	3,931	3,955	3,979	4,003	4,027	4,051	4,076	4,100	4,125
26	4,149	4,174	4,199	4,223	4,248	4,273	4,299	4,324	4,349	4,374
27	4,400	4,426	4,451	4,477	4,503	4,529	4,555	4,581	4,607	4,634
28	4,660	4,686	4,713	4,740	4,767	4,793	4,820	4,847	4,874	4,902
29	4,929	4,956	4,984	5,011	5,039	5,067	5,095	5,123	5,151	5,179
30	5,207									

Tabelle 14

Korrektur K_1 in 10^{-3} als Funktion der Wassertemperatur t für Glasgeräte mit einem kubischen Ausdehnungskoeffizienten $\gamma = 27 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Die Tabelle gilt für die Bezugstemperatur 20 °C und bei der Verwendung von Gewichtstücken der Referenzdichte $\rho_G = 8000 \text{ kg/m}^3$.

t °C	+0,0	+0,1	+0,2	+0,3	+0,4	+0,5	+0,6	+0,7	+0,8	+0,9
15	2,086	2,098	2,111	2,124	2,136	2,149	2,162	2,176	2,189	2,202
16	2,216	2,229	2,243	2,257	2,271	2,285	2,299	2,313	2,328	2,342
17	2,357	2,372	2,387	2,402	2,417	2,432	2,447	2,463	2,478	2,494
18	2,509	2,525	2,541	2,557	2,574	2,590	2,606	2,623	2,639	2,656
19	2,673	2,690	2,707	2,724	2,741	2,759	2,776	2,794	2,812	2,829
20	2,847	2,865	2,883	2,902	2,920	2,938	2,957	2,976	2,994	3,013
21	3,032	3,051	3,070	3,090	3,109	3,128	3,148	3,168	3,187	3,207
22	3,227	3,247	3,268	3,288	3,308	3,329	3,349	3,370	3,391	3,412
23	3,433	3,454	3,475	3,496	3,518	3,539	3,561	3,582	3,604	3,626
24	3,648	3,670	3,692	3,714	3,737	3,759	3,782	3,804	3,827	3,850
25	3,873	3,896	3,919	3,942	3,965	3,989	4,012	4,036	4,060	4,083
26	4,107	4,131	4,155	4,180	4,204	4,228	4,253	4,277	4,302	4,326
27	4,351	4,376	4,401	4,426	4,451	4,477	4,502	4,527	4,553	4,579
28	4,604	4,630	4,656	4,682	4,708	4,734	4,760	4,787	4,813	4,840
29	4,866	4,893	4,920	4,947	4,974	5,001	5,028	5,055	5,082	5,110
30	5,137									

Tabelle 15

Korrektion K_2 in 10^{-3} als Funktion der Lufttemperatur t und des Luftdrucks p .

Die Tabelle gilt für die Bezugstemperatur 20 °C und bei der Verwendung von Gewichtstücken der Referenzdichte $\rho_G = 8000\text{ kg/m}^3$. Es sind eine relative Luftfeuchte von 50% und ein CO_2 -Gehalt der Luft von $0,04\%$ zugrunde gelegt.

t °C	p in hPa					
	950	960	970	980	990	1000
15	-0,048	-0,038	-0,027	-0,016	-0,006	0,005
16	-0,052	-0,041	-0,031	-0,020	-0,010	0,001
17	-0,056	-0,045	-0,034	-0,024	-0,013	-0,003
18	-0,059	-0,049	-0,038	-0,028	-0,017	-0,007
19	-0,063	-0,052	-0,042	-0,032	-0,021	-0,011
20	-0,067	-0,056	-0,046	-0,035	-0,025	-0,014
21	-0,070	-0,060	-0,049	-0,039	-0,029	-0,018
22	-0,074	-0,063	-0,053	-0,043	-0,032	-0,022
23	-0,077	-0,067	-0,057	-0,047	-0,036	-0,026
24	-0,081	-0,071	-0,061	-0,050	-0,040	-0,030
25	-0,085	-0,074	-0,064	-0,054	-0,044	-0,033
26	-0,088	-0,078	-0,068	-0,058	-0,047	-0,037
27	-0,092	-0,082	-0,072	-0,061	-0,051	-0,041
28	-0,096	-0,085	-0,075	-0,065	-0,055	-0,045
29	-0,099	-0,089	-0,079	-0,069	-0,059	-0,049
30	-0,103	-0,093	-0,083	-0,073	-0,062	-0,052

t °C	p in hPa					
	1010	1020	1030	1040	1050	1060
15	0,015	0,026	0,037	0,047	0,058	0,068
16	0,012	0,022	0,033	0,043	0,054	0,064
17	0,008	0,018	0,029	0,039	0,050	0,060
18	0,004	0,014	0,025	0,035	0,046	0,056
19	0,000	0,010	0,021	0,031	0,042	0,052
20	-0,004	0,006	0,017	0,027	0,038	0,048
21	-0,008	0,002	0,013	0,023	0,034	0,044
22	-0,012	-0,001	0,009	0,019	0,030	0,040
23	-0,016	-0,005	0,005	0,015	0,026	0,036
24	-0,019	-0,009	0,001	0,011	0,022	0,032
25	-0,023	-0,013	-0,003	0,007	0,018	0,028
26	-0,027	-0,017	-0,007	0,004	0,014	0,024
27	-0,031	-0,021	-0,011	0,000	0,010	0,020
28	-0,035	-0,025	-0,014	-0,004	0,006	0,016
29	-0,039	-0,028	-0,018	-0,008	0,002	0,012
30	-0,042	-0,032	-0,022	-0,012	-0,002	0,008

