

Physikalisch- Technische Bundesanstalt




**Richtlinie
DKD-R 8-3**

**Kalibrierung von
Einzelhubdispensern und
Kolbenbüretten**

Ausgabe 03/2020, Revision 1

<https://doi.org/10.7795/550.20240319>



| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 2 / 25 |

Deutscher Kalibrierdienst (DKD)


Im DKD sind Kalibrierlaboratorien von Industrieunternehmen, Forschungsinstituten, technischen Behörden, Überwachungs- und Prüfinstitutionen seit der Gründung 1977 zusammengeschlossen. Am 03. Mai 2011 erfolgte die Neugründung des DKD als *technisches Gremium* der PTB und der akkreditierten Laboratorien.

Dieses Gremium trägt die Bezeichnung Deutscher Kalibrierdienst (DKD) und steht unter der Leitung der PTB. Die vom DKD erarbeiteten Richtlinien und Leitfäden stellen den Stand der Technik auf dem jeweiligen technischen Fachgebiet dar und stehen der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkkS) für die Akkreditierung von Kalibrierlaboratorien zur Verfügung.

Die akkreditierten Kalibrierlaboratorien werden von der DAkkS als Rechtsnachfolgerin des DKD akkreditiert und überwacht. Sie führen Kalibrierungen von Messgeräten und Maßverkörperungen für die bei der Akkreditierung festgelegten Messgrößen und Messbereiche durch. Die von ihnen ausgestellten Kalibrierscheine sind ein Nachweis für die Rückführung auf nationale Normale, wie sie von der Normenfamilie DIN EN ISO 9000 und der DIN EN ISO/IEC 17025 gefordert wird.

Kontakt:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)
DKD-Geschäftsstelle
Bundesallee 100 38116 Braunschweig
Postfach 33 45 38023 Braunschweig
Telefon Sekretariat: 0531 592-8021
Internet: www.dkd.eu

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 3 / 25 |

Zitiervorschlag für die Quellenangabe:


Richtlinie DKD-R 8-3 Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten, Ausgabe 03/2020, Revision 1, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. DOI: 10.7795/550.20240319

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC by-nc-nd 3.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). In diesem Zusammenhang bedeutet „nicht-kommerziell“ (NC), dass das Werk nicht zum Zwecke der Einnahmenerzielung verbreitet oder öffentlich zugänglich gemacht werden darf. Eine Nutzung seiner Inhalte für die gewerbliche Verwendung in Laboratorien ist ausdrücklich erlaubt.



Autoren: Die Mitglieder des DKD-Fachunterausschusses *Volumen und Dichte*.

Herausgegeben von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) für den Deutschen Kalibrierdienst (DKD) als Ergebnis der Zusammenarbeit der PTB mit dem Fachausschuss *Chemische Messgrößen und Stoffeigenschaften* / Fachunterausschuss *Volumen und Dichte* des DKD.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 4 / 25 |

Vorwort

DKD-Richtlinien sind Anwendungsdokumente zu den Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025. In den Richtlinien werden technische, verfahrensbedingte und organisatorische Abläufe beschrieben, die den akkreditierten Kalibrierlaboratorien als Vorbild zur Festlegung interner Verfahren und Regelungen dienen. DKD-Richtlinien können zum Bestandteil von Qualitätsmanagementhandbüchern der Kalibrierlaboratorien werden. Durch die Umsetzung der Richtlinien wird die Gleichbehandlung der zu kalibrierenden Geräte in den verschiedenen Kalibrierlaboratorien gefördert und die Kontinuität und Überprüfbarkeit der Arbeit der Kalibrierlaboratorien verbessert. Außerdem kann durch die Umsetzung der Richtlinien der Stand der Technik auf dem jeweiligen Gebiet in die Laborpraxis Eingang finden.

Die DKD-Richtlinien sollen nicht die Weiterentwicklung von Kalibrierverfahren und -abläufen behindern. Abweichungen von Richtlinien und neue Verfahren sind im Einvernehmen mit der Akkreditierungsstelle zulässig, wenn fachliche Gründe dafür sprechen.

Kalibrierungen der akkreditierten Laboratorien geben dem Anwender Sicherheit für die Verlässlichkeit von Messergebnissen, erhöhen das Vertrauen der Kunden und die Wettbewerbsfähigkeit auf dem nationalen und internationalen Markt und dienen als messtechnische Grundlage für die Mess- und Prüfmittelüberwachung im Rahmen von Qualitätssicherungsmaßnahmen.


Die vorliegende Richtlinie wurde vom Fachunterausschuss *Volumen und Dichte* des Fachausschusses *Chemische Messgrößen und Stoffeigenschaften* in Zusammenarbeit mit der PTB und akkreditierten Kalibrierlaboratorien erstellt und vom Vorstand des DKD genehmigt.

Die Richtlinien DKD-R 8-1 „Kalibrierung von Kolbenhubpipetten mit Luftpolster“, DKD-R 8-2 „Kalibrierung von Mehrfachdispensern“ und DKD-R 8-3 „Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten“ bilden eine Schriftenreihe zur Kalibrierung von Volumenmessgeräten mit Hubkolben.

Die vorliegende Revision 1 stimmt fachlich mit der Revision 0 der DKD-R 8-3 überein. Die Liste der mitgeltenden Normen und Regelwerke sowie einige Bezeichnungen wurden aktualisiert. Der Bezug auf die DIN EN ISO/IEC 17025 und auf die DIN EN ISO/IEC 17043 wurde an die aktuelle Fassung dieser Normen angepasst.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|----|
| Vorwort..... | 4 |
| 1. Zweck und Geltungsbereich | 6 |
| 2. Symbole | 7 |
| 2.1 Abkürzungen und Formelzeichen | 7 |
| 2.2 Einheiten | 8 |
| 3. Begriffsbestimmungen..... | 9 |
| 4. Ziel der Kalibrierung | 10 |
| 5. Allgemeine Anforderungen an die Kalibrierfähigkeit von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten..... | 10 |
| 5.1 Anforderungen aus der Norm DIN EN ISO 8655 | 10 |
| 5.2 Anforderungen aus den Produktinformationen der Hersteller | 10 |
| 5.3 Anforderungen aus Beobachtungen bei der Kalibriertätigkeit | 11 |
| 6. Umgebungsbedingungen | 11 |
| 7. Kalibrierverfahren | 12 |
| 7.1 Kalibriergegenstände | 12 |
| 7.2 Zusätzliche Hinweise bei der Kalibrierung (in Ergänzung zur DIN EN ISO 8655-6) | 13 |
| 8. Messunsicherheit | 16 |
| 8.1 Allgemeines..... | 17 |
| 8.2 Unsicherheitsbeiträge der Waage | 18 |
| 8.3 Messunsicherheitsbeiträge Wassertemperatur / -dichte | 19 |
| 8.4 Messunsicherheitsbeiträge Lufttemperatur und relative Luftfeuchte | 19 |
| 8.5 Messunsicherheitsbeitrag Luftdruck | 20 |
| 8.6 Systembedingte Einflüsse | 20 |
| 8.7 Wiederholbarkeit | 21 |
| 8.8 Handling / Gerät | 21 |
| 8.9 Messunsicherheitsbilanzen | 22 |
| 9. Literaturverzeichnis | 22 |
| Anlage A Einzelhubdispenser 10 ml | 23 |
| Anlage B Kolbenbürette 25 ml | 24 |

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 6 / 25 |


1. Zweck und Geltungsbereich

Diese Richtlinie legt Mindestanforderungen an das Kalibrierverfahren einschließlich der Beachtung von speziellen Einflüssen und Messunsicherheitsbeiträgen bei der Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten ohne und mit Motorantrieb fest.

Die Definitionen und Anforderungen beziehen sich bei Geräten mit Wechsel-Dosiereinheiten auf die Kombination von Grundgerät und verwendeter Dosiereinheit.

Mitgeltende Normen und Regelwerke

| | |
|--|---|
| DIN EN ISO 8655:2022 Teil 1, 3, 5, 6 | Volumenmessgeräte mit Hubkolben |
| ISO/TR 20461 | Determination of uncertainty for volume measurements of a piston-operated volumetric apparatus using a gravimetric method, Februar 2023 |
| JCGM 100: 2008 | Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement, September 2008 |
| EURAMET cg-18 (Calibration Guide No. 18) | Guidelines on the Calibration of Non-Automatic Weighing Instruments, Version 4.0 (11/2015), https://www.euramet.org/publications-media-centre/calibration-guidelines/ |
| DKD-R 7-2 | Richtlinie zur Kalibrierung nichtselbsttätiger Waagen, Ausgabe 01/2018 (deutsche Übersetzung des EURAMET Calibration Guide No. 18 Version 4.0), https://doi.org/10.7795/550.20180928 |
| EURAMET cg-19 (Calibration Guide No. 19) | Guidelines on the Determination of Uncertainty in Gravimetric Volume Calibration, Version 3.0 (09/2018), https://www.euramet.org/publications-media-centre/calibration-guidelines/ |
| DIN ISO 3696 | Wasser für analytische Zwecke, Anforderungen und Prüfungen, Juni 1991 |
| EA-4/02 M: 2022 | Ermittlung der Messunsicherheit bei Kalibrierungen, deutsche Übersetzung vom 31.08.2022, DAkkS |

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 7 / 25 |


2. Symbole

2.1 Abkürzungen und Formelzeichen

| Abkürzungen / Formelzeichen | Erläuterung |
|-----------------------------|--|
| c | Empfindlichkeitskoeffizient |
| m | Die der Differenz der Waagenanzeigen entsprechende Masse der Prüfflüssigkeit |
| m_E | Verdunstungsverlust |
| n | Anzahl der Einzelmessungen |
| p_L | Luftdruck |
| s | Zufällige Messabweichung |
| t_w | Temperatur der Prüfflüssigkeit in °C |
| t_L | Lufttemperatur während der Wägung in °C |
| t_M | Temperatur des Einzelhubdispensers / der Kolbenbürette während der Messung in °C |
| t_{M20} | Bezugstemperatur des Einzelhubdispensers / der Kolbenbürette von 20 °C |
| u | Standardmessunsicherheit |
| U | Erweiterte Messunsicherheit ($k = 2$) |
| V_0 | Nennvolumen |
| V_S | Gewähltes Volumen |
| V_{20} | Volumen bei der Bezugstemperatur von 20 °C nach der gravimetrischen Methode |
| $V_{20,ges.}$ | Volumen bei der Bezugstemperatur von 20 °C unter Berücksichtigung aller Eingangs- / Einflussgrößen |
| ρ_L | Luftdichte |
| ρ_w | Dichte des als Prüfflüssigkeit verwendeten Wassers |
| ρ_G | Dichte der zur Kalibrierung der Waage verwendeten Standardgewichtstücke (entspricht 8000 kg/m ³) |
| ϕ | Relative Luftfeuchte |
| γ | Kubischer Ausdehnungskoeffizient des Gesamtsystems |

2.2 Einheiten

| Einheiten | Erläuterung |
|-------------------------|---------------------------|
| μl | Mikroliter |
| ml | Milliliter |
| g | Gramm |
| mg | Milligramm |
| K | Kelvin |
| $^{\circ}\text{C}$ | Grad Celsius |
| hPa | Hektopascal |
| g/cm^3 | Gramm pro Kubikzentimeter |
| $\mu\text{l}/\text{mg}$ | Mikroliter pro Milligramm |

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 9 / 25 |

3. Begriffsbestimmungen

Kalibrierschein:

Kalibrierscheine dokumentieren die Ergebnisse von Kalibrierungen einschließlich ihrer Messunsicherheit. Der Begriff „Kalibrierschein“ in der vorliegenden Richtlinie gilt eingeschränkt für die folgenden Dokumente:

- Kalibrierscheine von Kalibrierlaboratorien, deren Akkreditierungsstellen Unterzeichner des ILAC-MRA sind (s. <https://ilac.org/>)
- Kalibrierscheine von Nationalen Metrologie-Instituten mit CMC-Einträgen (Appendix C of the CIPM MRA, s. <https://www.bipm.org>).

Weiterhin sind zur Information die nachfolgenden Begriffe, die Definitionen und Beschreibungen aus **DIN EN ISO 8655-1** aufgeführt:

Dispenser:

Dispenser dienen der wiederholten Abgabe (Dosierung) von abgemessenen Flüssigkeitsvolumina. Einzelhubdispenser liefern eine einzige Dosierung von jedem Füllhub. Mehrfachdispenser oder Geräte mit schrittweiser Auflösung liefern mehrere Dosierungen von jedem Füllhub.

Kolbenbüretten:

Kolbenbüretten dienen zur kontinuierlichen Dosierung von Flüssigkeit bis ein Volumen erreicht ist, das äußeren (üblicherweise analytischen Kriterien) genügt, wie z. B. Farbwechsel, pH, Leitfähigkeit oder Polarisierung. Das dosierte Volumen kann von einer Anzeige abgelesen werden oder vom Gerät anderweitig festgehalten werden (siehe ISO 8655-3).

Nutzvolumen:


Das Nutzvolumen eines Volumenmessgerätes mit variablem Volumen ist ein Teilbereich des Nennvolumens, innerhalb dessen Dosierungen unter Einhaltung der in der internationalen Norm ISO 8655 festgelegten Fehlergrenzen durchführbar sind. Die Obergrenze des Nutzvolumens wird vom Hersteller definiert.

Gewähltes Volumen:

Das gewählte Volumen V_S eines Volumenmessgerätes mit variablem Volumen ist das vom Anwender eingestellte Volumen, um aus dem Nutzvolumen eines Kolbenhubgerätes ein ausgewähltes Volumen zu dosieren. Bei Volumenmessgeräten mit festem Volumen entspricht das gewählte Volumen dem Nennvolumen.

Nennvolumen:

Das Nennvolumen V_0 eines Volumenmessgerätes ist das vom Hersteller für die Identifizierung und die Angabe des Messbereiches festgelegte Volumen. Üblicherweise liegt es bei einem Vollhub der Dosiereinheit vor, nicht jedoch bei kontinuierlich arbeitenden Kolbenbüretten.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 10 / 25 |

4. Ziel der Kalibrierung

Die Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten dient der Feststellung der Abweichung des dosierten Volumens vom gewählten Prüfvolumen. Die messtechnische Richtigkeit, einschließlich der Messunsicherheitsbetrachtung der ermittelten Messergebnisse, ist entscheidend für die Umsetzung von qualitätsrelevanten messtechnischen Vorgaben in der Medizin, Pharmazie u. a.. Dabei ist die metrologische Rückführung auf nationale oder internationale Normale zu sichern.

Hinweis: DIN EN ISO/IEC 17025:2018 (ISO/IEC 17025:2017) fordert die Gewährleistung der Vergleichbarkeit von Kalibrierergebnissen durch nationale und internationale Ringvergleiche / Vergleichsmessungen. Die Grundlage für die Durchführung bildet die DIN EN ISO/IEC 17043:2023.

5. Allgemeine Anforderungen an die Kalibrierfähigkeit von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten

Die allgemeinen Anforderungen an die Kalibrierfähigkeit von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten lassen sich in drei Punkte unterteilen:

- Anforderungen aus der Norm DIN EN ISO 8655
- Anforderungen aus den Produktinformationen der Hersteller
- Zusätzliche Anforderungen aus der gängigen Praxis


5.1 Anforderungen aus der Norm DIN EN ISO 8655

Für die Kalibrierungen sind die Anforderungen aus Teil 1, Teil 3, Teil 5 und Teil 6 der DIN EN ISO 8655 umzusetzen, soweit nicht in dieser Richtlinie eine Einschränkung oder Präzisierung der Anforderungen vorgenommen wird.

5.2 Anforderungen aus den Produktinformationen der Hersteller

Diese Anforderungen unterscheiden sich je nach Angabe und Umfang der Produktinformationen des jeweiligen Herstellers. Zu den wichtigsten Anforderungen zählen:

- Hinweise zur Bedienung, Einsatzausschlüsse, Pflege und Reinigung
- Typ und Herstellerangabe des Dosiergerätes
- Angabe der Herstellerspezifikation mit den zulässigen Toleranzen der zufälligen und systematischen Messabweichung mit Bezug auf die Justage (In/Ex) und Bezugstemperatur

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 11 / 25 |

5.3 Anforderungen aus Beobachtungen bei der Kalibriertätigkeit

Die Anforderungen aus der Praxis betreffen hauptsächlich die unmittelbare Einsatzfähigkeit der Einzelhubdispenser und Kolbenbüretten. Dazu gehören u. a.:

- Beschriftung der Volumenmessgeräte mit
 - o Seriennummer oder einer anderen eindeutigen Identifikationsnummer
 - o Hersteller und Typ
 - o Nennvolumen

- Angabe des verwendeten Zubehörs. Es ist darauf zu achten, den Herstellervorgaben zu folgen.

- Vermeidung von inneren und äußeren Beschädigungen an
 - o Gehäuse
 - o Dosierkanüle
 - o Ansaugrohr
 - o Rückdosierventil
 - o Bedienelementen
 - o ggf. der Antriebseinheit

- Ggf. Kontrolle des Ladezustandes des Akkus bzw. der Batterie
- Dichtheitsprüfung des Systems nach Herstellerangaben

6. Umgebungsbedingungen

Für den Erhalt präziser Messergebnisse ist es erforderlich, die Kalibrierung bei stabilen Umgebungsbedingungen durchzuführen.


Die Umgebungsbedingungen

- Lufttemperatur
- relative Luftfeuchte
- Luftdruck

haben Einfluss auf

- Wägetechnik
- Kalibriergegenstand
- Prüfflüssigkeit

und damit einen wesentlichen Einfluss auf das Kalibrierergebnis des Kalibriergegenstands und die dazugehörige Messunsicherheitsbilanz.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 12 / 25 |

Die Einhaltung vorgegebener Umgebungsbedingungen durch Klimatisierung ist eine wichtige Voraussetzung für die Kalibrierung. Die Kalibrierung ist nach Temperaturnausgleich zwischen Kalibriergegenstand und Umgebung durchzuführen. Eine ausreichende Angleichzeit des Kalibriergegenstandes von mindestens 2 h nahe am Ort der Kalibrierung ist zu berücksichtigen. Für Kalibriergegenstände mit größerer Masse ist gegebenenfalls eine größere Angleichzeit zu wählen. Die Umgebungsbedingungen zum Zeitpunkt der Kalibrierung sind zu protokollieren.

Es ist darauf zu achten, dass auch die Schwankungen der Umgebungsbedingungen während der Kalibrierung beobachtet und protokolliert werden.

7. Kalibrierverfahren

Die Kalibrierung der Kalibriergegenstände erfolgt nach dem gravimetrischen Verfahren entsprechend DIN EN ISO 8655-6. Bei diesem Verfahren wird die Masse des Flüssigkeitsvolumens aus dem Wägewert unter Berücksichtigung des Luftauftriebs bestimmt und mittels der Flüssigkeitsdichte in das Volumen umgerechnet. Die metrologische Rückführung des Volumens erfolgt auf die Messgröße Masse. Eine vollständige Kalibrierung beinhaltet die messtechnische Erfassung von 10 Messwerten pro Prüfvolumen.

Die Messeinrichtungen sind vorzugsweise Analysenwaagen mit Verdunstungsfaller. Mindestanforderungen zu den zu verwendenden Waagen werden in ISO 8655-6 festgelegt.


7.1 Kalibriergegenstände

Einzelhubdispenser und Kolbenbüretten sind Volumenmessgeräte mit Hubkolben, die in ihrer Funktion über ein Ansaugrohr oder einen Ansaugschlauch direkt mit einem Reservoir (meist eine Flasche) der Prüfflüssigkeit verbunden werden.

Anmerkung: Bei Motorbüretten ist die Flasche neben der Dosiereinheit angeordnet.

Bei Einzelhubdispensern wird die Prüfflüssigkeit bis zum Anfang des Hubs aufgezogen und in einem einzigen Schritt in ein Dosiergefäß abgegeben. Einzelhubdispenser werden oft auch als Flaschenaufsatzdispenser bezeichnet.

Bei Kolbenbüretten erfolgt die Abgabe von Flüssigkeit in das Dosiergefäß bis zum gewählten Volumen. Die Einstellung erfolgt durch Handräder oder motorisch.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 13 / 25 |


7.2 Zusätzliche Hinweise bei der Kalibrierung (in Ergänzung zur DIN EN ISO 8655-6)

Die folgenden Hinweise gelten für die Vorbereitung und die Durchführung der Kalibrierung.

Kolbenbüretten

Vorbereitung der Kalibrierung:

- Messgerät, Wägegefäß und Vorratsgefäß mit Prüfflüssigkeit müssen den Umgebungsbedingungen in der Nähe der Waage angeglichen werden (mindestens 2 h bzw. bei Geräten mit größerer Masse mit erhöhter Angleichzeit)
- Wägegefäß:
 - Ein Enghalsgefäß mit Normschliff wird empfohlen.
 - Vorlage von etwas Prüfflüssigkeit
 - Wägegefäß wird geschwenkt, um die Atmosphäre zu sättigen.
 - Zur Ausbildung des erforderlichen Klimas im Enghalsgefäß (z. B. Erlenmeyerkolben) ist kurz zu warten.
- Zusammenbauen der Kolbenbürette:
 - Ggf. geeigneten Adapter für das Vorratsgefäß auswählen.
 - Ansaugrohr mit der Kolbenbürette verbinden, dabei auf Länge achten. Schlauchverbindungen bei Motorbüretten nach Gebrauchsanweisung herstellen. Das Ansaugrohr darf nicht durch Aufstehen auf dem Boden des Vorratsgefäßes abgedichtet werden.
 - Kolbenbürette je nach Ausführung mit dem Vorratsgefäß nach Gebrauchsanweisung verbinden (auf Besonderheiten bei Motorbüretten ist zu achten).
 - Bei Anbau der Ausstoßkanüle sind die Herstellervorgaben zu berücksichtigen.
- Entlüften der Kolbenbürette:
 - Handräder mehrmals schnell rauf und runterdrehen, bis keine Luftblasen mehr am Hubkolben und in der Ausstoßkanüle zu sehen sind.
 - Bei Motorbüretten nach Gebrauchsanweisung entlüften.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 14 / 25 |


Kalibrierung:

- Ggf. Kolben bis zum Anschlag hochfahren.
- Einige Tropfen zum Spielausgleich abgeben und am Ende schräg am Wägegefäß oder einem ähnlichen Gefäß abstreifen (gehört nicht zum dosierten Volumen).
Bei Motorbüretten wird der Spielausgleich i. d. R. automatisch durchgeführt.
- Wägegefäß unter der Ausstoßkanüle positionieren, so dass die Kanüle wenige Millimeter in das Wägegefäß hineinragt.
- Wägegefäß tarieren.
- Abgabe der Prüflüssigkeit erfolgt im Freistrah.
Bei Motorbüretten die Ausstoßkanüle zum Verhindern von Spritzern in den oberen Bereich des Wägegefäßes halten.
- Vor Beginn der Kalibrierung Anzeige auf Null stellen.
- Handräder gleichmäßig und beidhändig mit mäßiger Geschwindigkeit betätigen, um die Prüflüssigkeit bis zum gewünschten Volumen auszustößen, bei Motorbüretten motorisch ausstoßen.
- Am Ende des Ausstoßens Handräder langsamer drehen, um das Volumen genau einzustellen (Anzeige darf nicht überdreht werden).
- Bei Motorbüretten ggf. Ausstoßgeschwindigkeit reduzieren.
- Tropfen am Ende der Kanüle gehört zum dosierten Volumen und wird am Wägegefäß schräg abgestreift.
- Nur das exakt dosierte gewählte Volumen ist zu verwenden, ansonsten ist die Messung zu wiederholen.

Einzelhubdispenser

Vorbereitung:

- Messgerät, Wägegefäß und Vorratsgefäß mit Prüflüssigkeit müssen den Umgebungsbedingungen in der Nähe der Waage angeglichen werden (mindestens 2 h bzw. bei Geräten mit größerer Masse mit erhöhter Angleichzeit).
- Wägegefäß:
 - o Enghalsgefäß mit Normschliff wird empfohlen, Vorlage von etwas Prüflüssigkeit.
 - o Wägegefäß wird geschwenkt, um die Atmosphäre zu sättigen.
 - o zur Ausbildung des erforderlichen Klimas im Enghalsgefäß ist kurz zu warten, s. o.


| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 15 / 25 |

- Zusammenbauen des Einzelhubdispensers:
 - o geeigneten Adapter für das Vorratsgefäß auswählen.
 - o Ansaugrohr mit dem Einzelhubdispenser verbinden, dabei auf Länge achten.
Das Ansaugrohr darf nicht durch Aufsetzen auf dem Boden des Vorratsgefäßes verschlossen werden.
Einzelhubdispenser je nach Ausführung mit dem Vorratsgefäß nach Gebrauchsanweisung verbinden.
Das Ansaugrohr darf nicht durch Aufsetzen auf dem Boden des Vorratsgefäßes verschlossen werden.
 - o Schlauchverbindungen bei Motordispensern nach Gebrauchsanweisung herstellen.
 - o Bei Anbau der Ausstoßkanüle sind die Herstellervorgaben zu berücksichtigen.

- Entlüften des Einzelhubdispensers:
 - o Kolben im unteren Bereich mehrmals schnell nach oben und unten mit kurzer Hublänge bewegen bis keine Luftblasen mehr am Hubkolben und in der Ausstoßkanüle zu sehen sind.
 - o Bei Motordispensern nach Gebrauchsanweisung entlüften.

Kalibrierung:

- Kolben bis zum Anschlag nach oben ziehen, dabei darauf achten, dass der Kolben **gerade** nach oben gezogen wird oder motorisch an die Anfangsposition fahren und ggf. Spielausgleich durchführen.
- **Oberen Anschlag sanft anfahren.**
- Tropfen am Ende der Kanüle am Wägegefäß oder einem ähnlichen Gefäß schräg abstreifen, um einen identischen Meniskus vor und nach dem Dosieren zu erhalten (**gehört nicht zum dosierten Volumen**).
- Wägegefäß tarieren.
- Wägegefäß leicht schräg gegen die Kanüle halten und Prüfflüssigkeit durch Herunterdrücken des Kolbens ausstoßen.
- **Unteren Anschlag sanft anfahren.**
- Tropfen am Ende der Kanüle schräg abstreifen (**gehört zum dosierten Volumen**).

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 16 / 25 |

8. Messunsicherheit

Die Messunsicherheit ist ein Parameter, der zusammen mit dem Messergebnis angegeben wird. Die Messunsicherheit wird durch das Messverfahren bestimmt und ist dem Messergebnis beigeordnet. Die Messunsicherheit charakterisiert einen Bereich von Werten, der der Messgröße durch die Messung vernünftigerweise zugeschrieben werden kann.

Die Messunsicherheitsberechnung erfolgt grundsätzlich nach dem internationalen Leitfadens JCGM 100 „Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement“ bzw. nach der EA-4/02 M: 2022 (deutsche Übersetzung).

Die Messunsicherheit sollte als relative Messunsicherheit in Prozent angegeben werden.

Die ISO/TR 20461, für die Messunsicherheitsbestimmung nach dem gravimetrischen Verfahren, wird in die Aufstellung der Messunsicherheitsbilanz mit einbezogen. Entsprechend ISO/TR 20461 wird das Volumen für die Referenztemperatur von 20 °C wie folgt berechnet:

$$V_{20} = \frac{m}{\rho_G} \cdot \frac{\rho_G - \rho_L}{\rho_W - \rho_L} \cdot [1 - \gamma(t_M - t_{M20})] \quad (1)$$

Es sind weiterhin die Berechnungsformeln für die Wasserdichte und die Luftdichte zu berücksichtigen. Für die Standardmessunsicherheit ergibt sich die folgende Gleichung:

$$u^2(V_{20}) = \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m}\right)^2 \cdot u^2(m) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_w}\right)^2 \cdot u^2(t_w) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w}\right)^2 \cdot u^2(\rho_w) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_L}\right)^2 \cdot u^2(t_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial p_L}\right)^2 \cdot u^2(p_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \phi}\right)^2 \cdot u^2(\phi) \quad (2)$$

Die Messunsicherheit der Materialdichte der Gewichtstücke ist entsprechend OIML-R 111 im Verhältnis zu dem sich ergebenden Volumen vernachlässigbar.

Die Einflüsse der Temperaturabhängigkeit des Materials des Kalibriergegenstandes werden in Abschnitt 8.6 behandelt.

Die Berechnung der Empfindlichkeitskoeffizienten in Gleichung (2) ist in der ISO/TR 20461 dargestellt.

Zusätzlich zu den Beiträgen der gravimetrischen Methode werden folgende Einflussgrößen berücksichtigt:

- Systembedingte Einflüsse
- Wiederholbarkeit
- Verfahrensbezogener Handlungszuschlag

Die Gleichung (2) muss bzgl. dieser Einflussgrößen entsprechend dem Unsicherheitsfortpflanzungsgesetz erweitert werden.

$$\begin{aligned}
 u^2(V_{20,ges.}) = & \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial m}\right)^2 \cdot u^2(m) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_w}\right)^2 \cdot u^2(t_w) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \rho_w}\right)^2 \cdot u^2(\rho_w) \\
 & + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial t_L}\right)^2 \cdot u^2(t_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial p_L}\right)^2 \cdot u^2(p_L) + \left(\frac{\partial V_{20}}{\partial \phi}\right)^2 \cdot u^2(\phi) \\
 & + c_{\text{Syst.Einfl.}}^2 \cdot u^2(V_{\text{Syst.Einfl.}}) + c_{V_{20}}^2 \cdot u^2(V_S) + c_{V_{20}}^2 \cdot u^2(V_{\text{Handling}}) \quad (3)
 \end{aligned}$$

Für die zusätzlichen Einflussgrößen wird ein Empfindlichkeitskoeffizient von 1 angesetzt.

Eine umfassende Darstellung aller von dieser Richtlinie berücksichtigten Eingangs-/ Einflussgrößen auf die Messunsicherheit gibt das folgende Ursache-Wirkungs-Diagramm.

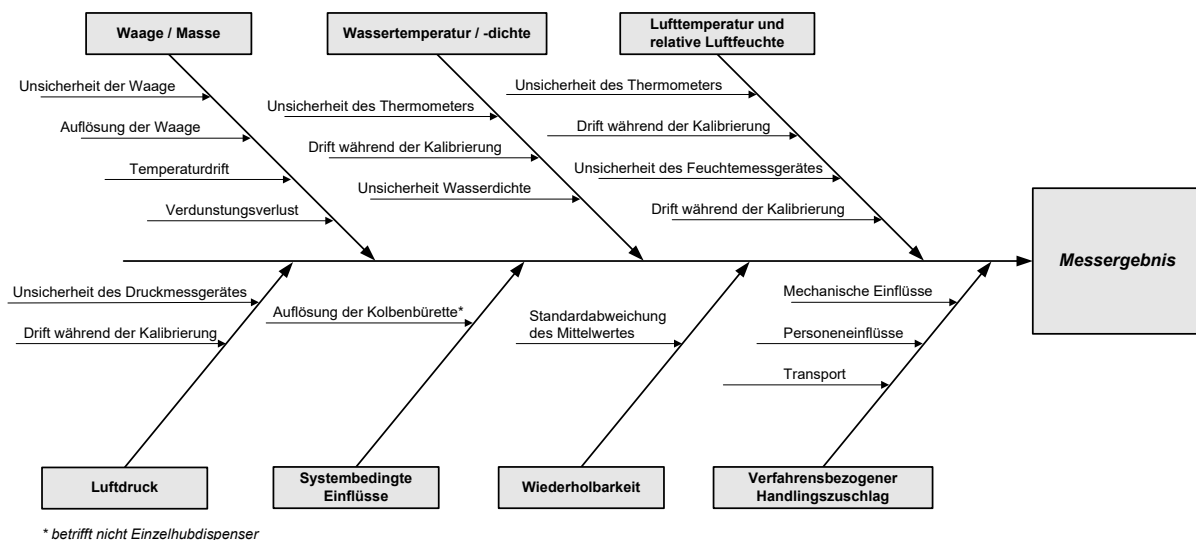



Bild 1: Illustration der zu berücksichtigenden Einflüsse bei der Ermittlung von Erwartungswert und Messunsicherheit bei der Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten

8.1 Allgemeines

Die akkreditierten Messunsicherheitsbilanzen für die Messgrößen und die Kalibrierverfahren bilden die Voraussetzung für eine Gewährleistung der nationalen und internationalen Vergleichbarkeit von Messergebnissen.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 18 / 25 |

Die Aufstellung der Messunsicherheitsbilanzen für das gravimetrische Kalibrierverfahren beinhaltet:

- die Optimierung und Festlegung des Kalibrierverfahrens,
- die Festlegung konkreter Umgebungsbedingungen,
- die messtechnische Bewertung der unterschiedlichen Kalibriergegenstände von verschiedenen Geräteherstellern,
- die Berücksichtigung des verfahrensbezogenen Handlingsbeitrages.

Der verfahrensbezogene Handlingsbeitrag ist von der Bauart und vom Bediener abhängig. Dieser Messunsicherheitsbeitrag setzt sich zusammen aus zufälligen und systematischen Anteilen.

Sollten einzelne Einflüsse auf das Kalibrierergebnis und seine Messunsicherheit nicht exakt bestimmt werden können, so muss ihr Beitrag zur Unsicherheit abgeschätzt und berücksichtigt werden. Die Grundlage/Quelle für diese Schätzung ist anzugeben.

Die Messbedingungen der Kalibrierung sind möglichst vollständig zu beschreiben, da die Messunsicherheiten auch von den Nutzungsbedingungen abhängig sind.

Bei Vergleichsmessungen sollte eine Festlegung der Kalibrierbedingungen erfolgen, um die Vergleichbarkeit der Messergebnisse zu sichern.

Die im Folgenden beschriebenen Messunsicherheiten dienen als Grundlage für die Bestimmung der kleinsten angebbaren Messunsicherheiten, die sich in der Akkreditierung widerspiegeln. Diese Messunsicherheiten sind Teil der Kalibrier- und Messmöglichkeiten (CMC: Calibration and Measurement Capabilities). Das Konzept der CMC ist in EA-4/02 M: 2022 definiert.


8.2 Unsicherheitsbeiträge der Waage

Grundsätzlich gilt die Annahme, dass die Umgebungsbedingungen bei der Kalibrierung der Waage und bei der gravimetrischen Kalibrierung der Dispenser nahezu gleich sind.

Die Kalibrieraufgabe, der Messbereich und die Auflösung der Waage sowie die dazugehörige Messunsicherheit sind aufeinander abzustimmen, um die anwenderspezifische Nutzung nach DKD-R 7-2 sicherzustellen. Die Empfehlungen der ISO 8655 Teil 6 sind zu beachten. Die Waage sollte anwenderspezifisch kalibriert werden, d. h. der Messbereich der Kalibrieraufgabe sollte dem kalibrierten Wägebereich entsprechen.

Die Kalibrierung der Waage nach DKD-R 7-2 ist vor der gravimetrischen Kalibrierung der Dispenser sicherzustellen. Damit sind die der Wägung zugeordneten Beiträge wie die Auflösung der Waage, die Wiederholbarkeit, die außermittige Belastung (falls keine Waage mit Verdunstungsfalle verwendet wird) und die Anzeigeabweichung, im aktuellen Kalibrierschein der Waage enthalten.

Der Kalibrierschein der verwendeten Waage ist die Grundlage für die weiteren Messunsicherheitsbetrachtungen des gravimetrischen Verfahrens. Der Messunsicherheitsbeitrag der Ablesung bzw. der Auflösung der Waage geht zweimal in die Messunsicherheitsbilanz ein (Tara- und Bruttowägung). Das Ergebnis der Wägung ist die Differenz der Wägewerte.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 19 / 25 |

Da die Kalibrierung nach dem gravimetrischen Verfahren durchgeführt wird, ist das regelmäßige Beobachten der Waage von großer Bedeutung. Hieraus resultiert die Durchführung von Zwischenprüfungen mit geeigneten kalibrierten Gewichtstücken innerhalb der Kalibrierfrist.

Ein zusätzlicher Beitrag ergibt sich aus der Drift der Waage durch Alterung und Verschleiß. Dieser Einfluss kann durch Zwischenprüfung bzw. Rekalibrierung ermittelt werden. Daraus abgeleitet, kann dieser Beitrag nach Langzeitbeobachtungen berücksichtigt und Schlussfolgerungen gezogen werden. In den dargestellten Messunsicherheitsbilanzen ist dieser Beitrag nicht berücksichtigt worden.

Als weiterer Beitrag ist der Einfluss der Umgebungstemperatur nach Herstellerangaben zu berücksichtigen. Dieser Beitrag kann der Herstellerspezifikation entnommen werden.

Beim Dosiervorgang mit den Kalibriergegenständen treten offene Flüssigkeitsoberflächen auf, so dass ein Verdunstungsverlust als Beitrag berücksichtigt werden sollte. Der Verdunstungsverlust kann ermittelt bzw. aufgrund eigener Erfahrungen bezogen auf das Volumen des Kalibriergegenstandes abgeschätzt werden.

8.3 Messunsicherheitsbeiträge Wassertemperatur / -dichte

Vor und während der Kalibrierung ist darauf zu achten, dass das verwendete Wasser blasenfrei und der Lufttemperatur angeglichen ist (Abweichung von $\leq 0,5$ K). Ansonsten ist die Messunsicherheit entsprechend anzupassen.

Die Einhaltung der vorgegebenen Umgebungsbedingungen Lufttemperatur / relative Luftfeuchte während der Kalibrierung wird durch entsprechende Klimatechnik gesichert. Daraus abgeleitet ist auch die Stabilität der Wassertemperatur positiv beeinflusst.

Die Temperatur der verwendeten Prüfflüssigkeit (Wasser) wird mit einem kalibrierten Thermometer bestimmt. In der Messunsicherheitsbilanz werden die Unsicherheit des Thermometers und die Schwankung der Wassertemperatur ($< 0,2$ K) während der Kalibrierung berücksichtigt.


Der Einfluss der Temperatur im Wägegefäß kann vernachlässigt werden.

Die Unsicherheit für die Berechnung der Wasserdichte nach [1] wird mit $10 \cdot 10^{-6}$ abgeschätzt, da das genaue Isotopenverhältnis und der Gasgehalt nicht bekannt sind. Die Wasserdichte wird benötigt, um das Volumen der Prüfflüssigkeit zu berechnen.

8.4 Messunsicherheitsbeiträge Lufttemperatur und relative Luftfeuchte

Bei der Kalibrierung werden die Umgebungsbedingungen Lufttemperatur und relative Luftfeuchte durch Klimatisierung in vorgegebenen Parametern realisiert. Die Messdaten der Umgebungsbedingungen werden mit geeigneten, kalibrierten Thermometern und Feuchte-sensoren erfasst und dokumentiert.

Die Luftdichte kann entsprechend der Gleichung (4) der EURAMET cg-19 berechnet werden.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 20 / 25 |

Die Schwankungen der Lufttemperatur während der Kalibrierung sollten $\leq 0,5$ K sein.

Die relative Luftfeuchte sollte ≥ 45 % betragen. Geringe Luftfeuchten begünstigen eine statische Aufladung der Waagen.

Hinweis: Die Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten mit den kleinsten Messunsicherheiten im Rahmen der CMC bedingt die Einhaltung der Umgebungsbedingungen in kleinen Toleranzgrenzen.

8.5 Messunsicherheitsbeitrag Luftdruck

Der Luftdruck sollte mit einem kalibrierten Präzisionsbarometer erfasst und dokumentiert werden. Der Luftdruck ist eine notwendige Messgröße für die Berechnung der Luftdichte und damit des Volumens. Das verwendete Präzisionsbarometer sollte eine Auflösung von 1 hPa oder besser besitzen.

8.6 Systembedingte Einflüsse

Die thermische Ausdehnung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten setzt sich aus der Ausdehnung des Querschnitts der Dosiereinheit und der Ausdehnung des Abstandes der Hubanschläge bzw. der Ausdehnung des Hubmesssystems zusammen.

Die Ausdehnung des Querschnitts der Dosiereinheit ist meist gering, da häufig Glas verwendet wird. Jedoch existieren auch Dosiereinheiten aus Kunststoff, die eine höhere Ausdehnung aufweisen.

Man kann davon ausgehen, dass sich die Temperatur der Dosiereinheiten durch das Entlüften vor der Kalibrierung zum großen Teil an die Temperatur der Prüfflüssigkeit angeglichen hat.


Die Ausdehnung der Dosiereinheit und des Wassers weisen eine negative Korrelation auf, d. h. sie vermindern sich gegenseitig. Es handelt sich hier um die beiden Einflüsse, die in Gleichung (17) und Gleichung (20) der ISO/TR 20461 beschrieben werden.

Wird die Ausdehnung des Querschnitts der Dosiereinheit nicht in die Messunsicherheitsbilanz eingerechnet, so stellt dies also eine Maximalabschätzung des Einflusses der Temperatur der Prüfflüssigkeit dar. Die Einrechnung der thermischen Ausdehnung des Querschnitts der Dosiereinheit in die Bilanz kann daher entfallen.

Bei Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten ist in der Regel nicht mit einem Eintrag von Handwärme zu rechnen. Daher entfällt ein entsprechender Beitrag in der Bilanz.

Falls das Volumen auf eine Referenztemperatur bezogen werden soll, die von der Mess-temperatur (Temperatur der Prüfflüssigkeit) abweicht, wie nach Gleichung (6) in ISO/TR 20461 ausgedrückt, so ist hierzu die Kenntnis des thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Gesamtsystems Hubmechanismus bzw. Hubmesssystem und Querschnitt der Dosiereinheit einschließlich der Unsicherheit dieses Koeffizienten nötig.

In diesem Fall muss die resultierende Unsicherheit nach Gleichung (15) in ISO/TR 20461 in der Messunsicherheitsbilanz berücksichtigt werden. Da Daten für die thermische Ausdehnung des Gesamtsystems – anders als bei Volumenmessgeräten aus Glas – i. d. R. nicht vorliegen, wird empfohlen als Referenztemperatur die Wassertemperatur anzugeben, so dass dieser Beitrag entfällt.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 21 / 25 |

Die Auflösung der Kolbenbürette wird als systembedingter Einfluss in der Messunsicherheitsbilanz berücksichtigt und entspricht einem Ziffernschritt. Für die Ermittlung des Messunsicherheitsbeitrages wird der Halbwerte der Rechteckverteilung der halbe Wert der Auflösung zugewiesen.

8.7 Wiederholbarkeit

Als Wiederholbarkeit wird die empirische Standardabweichung des Mittelwertes einer Messreihe aus 10 Einzelmessungen angesetzt. Die empirische Standardabweichung charakterisiert die Streuung der Messwerte unter denselben Messbedingungen bei der Kalibrierung der genannten Volumenmessgeräte und berechnet sich nach folgender Formel:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (V_i - \bar{V})^2}{n-1}} \quad (4)$$

Die Standardmessunsicherheit (Vertrauensbereich des Mittelwertes) der Wiederholbarkeit wird nach Ermittlungsmethode A (GUM) bestimmt und berechnet sich nach folgender Formel:

$$u(s) = \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (5)$$

Erfahrungsgemäß liegt die experimentelle Standardabweichung bei ca. einem Drittel der vom Hersteller für die Wiederholbarkeit (max. zufällige Messabweichung) angegebenen Herstellertoleranz.

Es kann eine Normalverteilung angenommen werden.


8.8 Handling / Gerät

Bei der Bemessung der Messunsicherheit für einen bestimmten Gerätetyp muss die Bauart des Gerätes berücksichtigt werden, da Komponenten der Messunsicherheit (Geräte- und Handlingszuschlag) von dieser Bauart abhängen. Es wird empfohlen, bei der Bemessung des Handlingszuschlages die Herstellertoleranzen der Richtigkeit heranzuziehen.

Als beste Annäherung und Berücksichtigung aller Einflüsse für das Handling wird ein Unsicherheitsbeitrag von 1/6 der Herstellertoleranz für die Richtigkeit verwendet. Dieser Beitrag stellt einen Mindestwert dar, der nicht unterschritten werden darf.

Es kann eine Rechteckverteilung angenommen werden.

Auf der Grundlage einer statistischen Auswertung ausgewählter Herstellertoleranzen werden die folgenden Werte zur Erstellung der Messunsicherheitsbilanz empfohlen. Es handelt sich um relative Werte, die sich auf das Nennvolumen beziehen.

| | | | |
|---|---|-----------|---------|
|  | Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten https://doi.org/10.7795/550.20240319 | DKD-R 8-3 | |
| | | Version: | 03/2020 |
| | | Revision: | 1 |
| | | Seite: | 22 / 25 |

Größe des verfahrensbezogenen Handlingszuschlags bei Dispensern

| | |
|----------------------|--------|
| bis 1 ml Nennvolumen | 0,15 % |
| ab 1 ml Nennvolumen | 0,08 % |

Größe des verfahrensbezogenen Handlingszuschlags bei Kolbenbüretten

| | |
|------------|---------|
| über 25 ml | 0,01 % |
| bis 25 ml | 0,012 % |
| bis 10 ml | 0,02 % |

Es handelt sich um Mindestwerte, die auch größer gewählt werden sollen, wenn dies aufgrund von Erfahrungswerten und durch Herstellertoleranzen geboten ist.

8.9 Messunsicherheitsbilanzen

Hinweis: Als Anlage wurden zwei Messunsicherheitsbilanzen angefügt.

Anlage A Einzelhubdispenser 10 ml

Anlage B Kolbenbürette 25 ml

Diese Richtlinie DKD-R 8-3 ist die Grundlage für die Kalibrierpraxis in den akkreditierten Kalibrierlaboratorien bei der Kalibrierung von Einzelhubdispensern und Kolbenbüretten und stellt grundlegende Einflüsse auf die Messunsicherheit dar. Die Vergleichbarkeit zwischen den Kalibrierlaboratorien ist damit sichergestellt und die Möglichkeit für nationale und internationale Vergleichsmessungen gegeben. Ziel ist es, die Ergebnisse der Richtlinienarbeit des DKD-Fachausschusses in die Weiterentwicklung der Normarbeit an der DIN EN ISO 8655 einzubringen.

Zur Verdeutlichung der verschiedenen Einzelbeiträge werden diese in den folgenden Messunsicherheitsbilanzen einzeln dargestellt und berechnet. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, dass die Größenordnung der einzelnen Messunsicherheitsbeiträge einfacher zu ermitteln ist.

9. Literaturverzeichnis

- [1] M. TANAKA, G. GIRARD, R. DAVIS, A. PEUTO, N. BIGNELL: Recommended table for the density of water between 0 °C and 40 °C based on recent experimental reports; Metrologia 2001, 38, 301-309

Anlage A Einzelhubdispenser 10 ml

| Größe X_i | Bester Schätzwert x_i | Halbe Breite der Verteilung a | Wahrscheinlichkeits- verteilung $P(x_i)$ | Teiler k | Standardmess- unsicherheit $u(x_i)$ | Empfindlichkeits- koeffizient $ c_i $ | Unsicherheits- beitrag $u_i(y)$ |
|---|-------------------------------|---------------------------------------|--|---------------|---|---|---------------------------------------|
| Waage / Masse m | | | | | | | |
| Anzeige der Waage | 995,80 mg | 191 μg | Normal | 2 | 95,500 μg | 0,001 $\mu\text{l}/\mu\text{g}$ | 0,096 μl |
| Auflösung der Waage (mit Last) | 0 mg | 50 μg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 28,868 μg | 0,001 $\mu\text{l}/\mu\text{g}$ | 0,029 μl |
| Auflösung der Waage (ohne Last) | 0 mg | 50 μg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 28,868 μg | 0,001 $\mu\text{l}/\mu\text{g}$ | 0,029 μl |
| Temperaturdrift | 0 mg | 0,5 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,289 K | 0,001 $\mu\text{l}/\text{K}$ | 0,0003 μl |
| Verdunstungsverlust | 0 mg | 100 μg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 57,735 μg | 0,001 $\mu\text{l}/\mu\text{g}$ | 0,058 μl |
| Wassertemperatur t_w | | | | | | | |
| Anzeige des Thermometers | 20,8 °C | 0,012 K | Normal | 2 | 0,006 K | 2,1 $\mu\text{l}/\text{K}$ | 0,013 μl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 °C | 0,2 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,115 K | 2,1 $\mu\text{l}/\text{K}$ | 0,242 μl |
| Wasserdichte ρ_w | | | | | | | |
| | 998,03 kg/m ³ | 10 ppm | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,0000058 mg/ μl | 10000 $\mu\text{l}^2/\text{mg}$ | 0,058 μl |
| Lufttemperatur t_L | | | | | | | |
| Anzeige des Thermometers | 21,0 °C | 0,13 K | Normal | 2 | 0,065 K | 0,045 $\mu\text{l}/\text{K}$ | 0,0029 μl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 °C | 0,5 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,289 K | 0,045 $\mu\text{l}/\text{K}$ | 0,013 μl |
| Luftdruck p_L | | | | | | | |
| Anzeige des Barometers | 996,0 hPa | 0,05 hPa | Normal | 2 | 0,025 hPa | 0,012 $\mu\text{l}/\text{hPa}$ | 0,00030 μl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 hPa | 1 hPa | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,577 hPa | 0,012 $\mu\text{l}/\text{hPa}$ | 0,0069 μl |
| Luftfeuchte ϕ | | | | | | | |
| Anzeige des Feuchtesensors | 49 % | 0,6 % | Normal | 2 | 0,300 % | 0,0010 $\mu\text{l}/\%$ | 0,00030 μl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 % | 5 % | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 2,887 % | 0,0010 $\mu\text{l}/\%$ | 0,0029 μl |
| Wiederholbarkeit $u(V_s)$ | | | | | | | |
| | 0 μl | 3,33 μl | Normal | $\sqrt{10}$ | 1,054 μl | 1 | 1,054 μl |
| Verfahrensbezog. Handlingszuschlag $u(V_{\text{Handling}})$ | | | | | | | |
| | 0 μl | 8,33 μl | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 4,811 μl | 1 | 4,811 μl |
| $V_{20,\text{ges.}}$ (Volumen) | | | | | | $u(V_{20,\text{ges.}}) =$ | 4,93 μl |
| | | | | | | $U(V_{20,\text{ges.}}) =$ | 9,9 μl |
| | | | | | | $w(V_{20,\text{ges.}}) =$ | 0,049 % |
| | | | | | | $W(V_{20,\text{ges.}}) =$ | 0,099 % |

* maßgeblich ist der Luftauftrieb in der Waage / Verdunstungsfalle

Anlage B Kolbenbürette 25 ml

| Größe X_i | Bester Schätzwert x_i | Halbe Breite der Verteilung a | Wahrscheinlichkeits- verteilung $P(x_i)$ | Teiler k | Standardmess- unsicherheit $u(x_i)$ | Empfindlichkeits- koeffizient $ c_i $ | Unsicherheits- beitrag $u_i(y)$ |
|---|-------------------------------|---------------------------------------|--|---------------|---|---|---------------------------------------|
| Waage / Masse m | | | | | | | |
| Anzeige der Waage | 24904,07 mg | 212 µg | Normal | 2 | 106,000 µg | 0,001 µl/µg | 0,106 µl |
| Auflösung der Waage (mit Last) | 0 mg | 50 µg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 28,868 µg | 0,001 µl/µg | 0,029 µl |
| Auflösung der Waage (ohne Last) | 0 mg | 50 µg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 28,868 µg | 0,001 µl/µg | 0,029 µl |
| Temperaturdrift | 0 mg | 0,5 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,289 K | 0,025 µl/K | 0,007 µl |
| Verdunstungsverlust | 0 mg | 100 µg | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 57,735 µg | 0,001 µl/µg | 0,058 µl |
| Wassertemperatur t_w | | | | | | | |
| Anzeige des Thermometers | 20,8 °C | 0,012 K | Normal | 2 | 0,006 K | 5,25 µl/K | 0,032 µl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 °C | 0,2 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,115 K | 5,25 µl/K | 0,606 µl |
| Wasserdichte ρ_w | | | | | | | |
| | 998,03 kg/m ³ | 10 ppm | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,0000058 mg/µl | 25000 µl ³ /mg | 0,144 µl |
| Lufttemperatur t_L | | | | | | | |
| Anzeige des Thermometers | 21,0 °C | 0,13 K | Normal | 2 | 0,065 K | 0,113 µl/K | 0,007 µl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 °C | 0,5 K | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,289 K | 0,113 µl/K | 0,032 µl |
| Luftdruck p_L | | | | | | | |
| Anzeige des Barometers | 996,0 hPa | 0,05 hPa | Normal | 2 | 0,025 hPa | 0,03 µl/hPa | 7,5E-04 µl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 hPa | 1 hPa | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 0,577 hPa | 0,03 µl/hPa | 0,017 µl |
| Luftfeuchte ϕ | | | | | | | |
| Anzeige des Feuchtesensors | 49 % | 0,6 r.F. | Normal | 2 | 0,300 % | 0,0025 µl/% | 7,5E-04 µl |
| Drift während d. Kalibrierung | 0 % | 5 % | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 2,887 % | 0,0025 µl/% | 0,007 µl |
| Auflösung Kolbenbürette $u(V_{\text{sys. Einfl.}})$ | | | | | | | |
| | 0 µl | 5 µl | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 2,887 µl | 1 | 2,89 µl |
| Wiederholbarkeit $u(V_s)$ | | | | | | | |
| | 0 µl | 2,1 µl | Normal | $\sqrt{10}$ | 0,659 µl | 1 | 0,659 µl |
| Verfahrensbezog. Handlungszuschlag $u(V_{\text{Handling}})$ | | | | | | | |
| | 0 µl | 2,9 µl | Rechteck | $\sqrt{3}$ | 1,684 µl | 1 | 1,684 µl |
| $V_{20, \text{ges. (Volumen)}}$ | | | | | | $u(V_{20, \text{ges.}}) =$ | 3,47 µl |
| | | | | | | $U(V_{20, \text{ges.}}) =$ | 7,0 µl |
| | | | | | | $w(V_{20, \text{ges.}}) =$ | 0,014 % |
| | | | | | | $W(V_{20, \text{ges.}}) =$ | 0,028 % |

* maßgeblich ist der Luftauftrieb in der Waage / Verdunstungsfalle



Herausgeber:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Deutscher Kalibrierdienst
Bundesallee 100
38116 Braunschweig

www.dkd.eu
www.ptb.de