



Handbuch wägetechnische Applikationen Die Waage als Prüfmittel im Qualitäts-Management-System



Vorbemerkung

In vielen Einsatzbereichen ist die Waage oder der Wägewert nur Mittel zum Zweck. Die eigentlich interessierende Größe wird erst aus dem Wägewert oder der Masse ermittelt. Daher behandelt das Handbuch „wägetechnische Applikationen“ die wichtigsten Anwendungen in einzelnen Heften mit jeweils in sich geschlossenem Themenkomplex. Zu jedem Thema gehört die Erläuterung der allgemeinen und theoretischen Grundlagen der betreffenden Anwendung – was nicht immer ohne physikalische Gleichungen und mathematische Formeln möglich ist. Der vorliegende Teil 3 behandelt das Thema „Die Waage als Prüfmittel im QM-System“.

Ein wichtiger Bestandteil aller QM-Systeme ist der Bereich Prüfmittel und deren Überwachung. Die Forderungen zum QM-Element „Prüfmittelüberwachung“ verlangen, dass „der Lieferant eines Produkts oder einer Dienstleistung Verfahrensanweisungen erstellt und aufrechterhält, um die durch ihn zur Darlegung der Konformität von Produkten mit der festgelegten Qualitätsanforderung benutzten Prüfmittel zu überwachen, zu kalibrieren und instand zu halten“. Als Prüfmittelüberwachung bezeichnet man einen geordneten Ablauf, der sicherstellt, dass Prüfmittel zum richtigen Zeitpunkt überprüft und gegebenenfalls geeignete Maßnahmen ergriffen werden, damit sie den vorgegebenen Anforderungen entsprechen.

Dieses Handbuch der Reihe wägetechnische Applikationen stellt am Beispiel der Waage dar, mit welchen Mitteln es möglich ist, angemessenes Vertrauen in die Prüfmittel zu schaffen, deren Tauglichkeit erst die Voraussetzung für die Zuverlässigkeit von Messwerten und Ergebnissen ist.

Marketing Mechatronik

Juni 2008

Inhaltsverzeichnis

4 Motivation	19 Dokumentation
5 Qualitätsmanagement-Systeme im Überblick	20 Instandhaltungsmaßnahmen
5 Universelle QM-Systeme	20 Gerätemodifikationen
5 ISO 9000:2000	20 Identifikation des verantwortlichen Personenkreises
5 DIN EN ISO/IEC 17025	20 Einschränkung in der Verwendbarkeit des Prüfmittels
5 Gesetzlich geregelte QS-Systeme	20 Festlegung der Bestätigungsintervalle
5 GLP (Good Laboratory Practice)	21 Forderung von Kunden, Normen oder Gesetzen
5 GMP (Good Manufacturing Practice)	21 Erfahrung mit ähnlichen Prüfmitteln
6 Auswahl eines angemessenen Prüfmittels	22 Fehlerbetrachtung
6 Geräte Qualifizierung	22 Systematische Abweichungen
6 Design Qualifizierung DQ	22 Zufällige Abweichungen
6 Installations Qualifizierung IQ	24 Übergang von der Standardabweichung zur Messunsicherheit
6 Funktions Qualifizierung OQ	
6 Leistungs Qualifizierung PQ	
6 Geräte Qualifizierung Abschlussbericht	
6 Prüfverfahren	
7 Bestimmung der Messunsicherheit	
8 Einflussgrößen	
9 Einflussgrößen	
10 Bediener	
10 Messort	
13 Prüfgegenstand	
14 Rückführbarkeit der Messung	
15 Rückführbarkeit der Messung	
15 Kalibrierung und Justierung	
17 Masse und Gewichte	
18 Dokumentation	

Motivation

Inzwischen sind auf dem Gebiet der analytischen Messtechnik extreme Auflösungsbereiche erreicht. Das Beschreiten dieser neuen Grenzbereiche hat aber auch zu einer Diskussion über die Fachkompetenz einzelner Laboratorien geführt. Deshalb halten inzwischen die meisten Laboratorien zur objektiven Darlegung ihrer Leistungsfähigkeit Zertifikate, Akkreditierungsurkunden und Bescheinigungen bereit, die demjenigen, der auf die Leistung des Labors zurückgreift, die Sicherheit vermittelt, sich mit seiner analytischen Fragestellung an einen Experten gewandt zu haben.

Desweiteren konfrontiert die große Datenflut in der Analytik den Labormitarbeiter mit dem Problem, viele Messwerte auf Plausibilität und Richtigkeit prüfen und validieren zu müssen. Auch hier sind wesentliche Voraussetzungen für richtige, vergleichbare und justifiable Ergebnisse Maßnahmen zur Qualitätssicherung. Sie sind die notwendige Voraussetzung für langfristigen Erfolg.

Die sich auf die Prüfmittelüberwachung beziehenden Vorschriften und Normen der prominentesten QM-Systeme

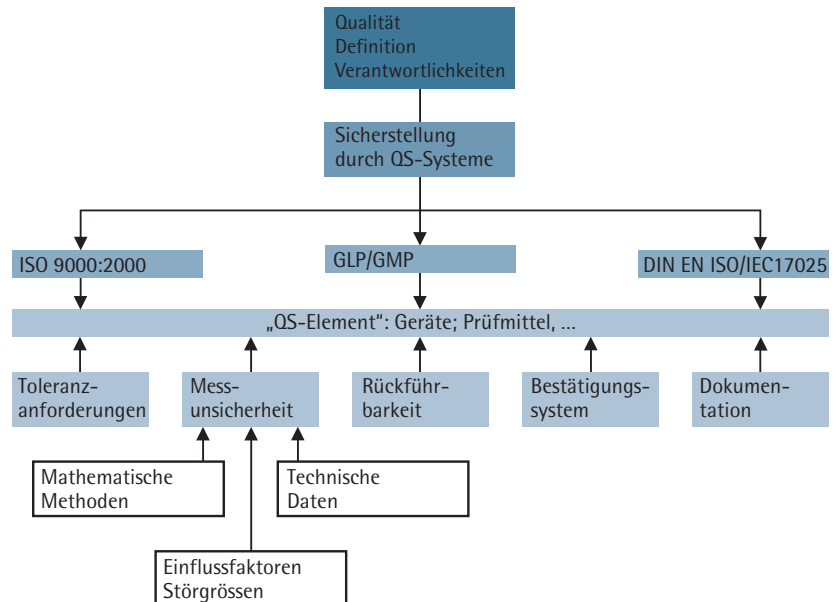
- GLP (Good Laboratory Praxis);
- GMP (Good Manufacturing Praxis);
- ISO 9000:2000
- DIN EN ISO/IEC 17025

sind aufgrund der großen Zahl der abzudeckenden Geräte und Verfahren allgemein gehalten und damit interpretationsbedürftig.

Eine weitgehende Konkretisierung der Anforderungen an Prüfmittel ist in der ISO10012 vollzogen. Danach lässt sich der Maßnahmenkatalog im Rahmen des Prüfmittelleinsatzes in wenigen, allgemeinen Basisanforderungen zusammenfassen.

Ziel eines jeden Qualitätsmanagement-Systems ist es, das Produkt oder aber auch die Dienstleistung mit einer entsprechenden **Qualität** zu versehen. Was aber ist Qualität? Der Begriff der Qualität wird in der DIN EN ISO 8402 wie folgt definiert:

„Die Gesamtheit von Merkmalen einer Einheit bezüglich ihrer Eignung, festgelegte und vorausgesetzte Erfordernisse zu erfüllen“.



Qualitätsmanagement-Systeme im Überblick

Die folgenden Erläuterungen der Qualitätsmanagement-Systeme versuchen die wichtigsten Merkmale und Anwendungsbeispiele hervorzuheben. Eine Gemeinsamkeit aller QM-Systeme findet man bei den Anforderungen der Prüfmittel wieder. Diese gemeinsamen Anforderungen beschreiben die Qualifizierung aller Prüfmittel vor der Erstinbetriebnahme und die regelmäßige Prüfung und Kalibrierung von Prüfmitteln im täglichen Gebrauch.

Die Qualitätsmanagement-Systeme werden in verschiedene Kategorien unterteilt. Man differenziert zwischen universellen- und branchenspezifischen QM-Systemen.

Universelle QM-Systeme

ISO 9000:2000

Die ISO 9000 ff ist ein weit verbreiteter internationaler Standard in der Produktion und der Dienstleistungsbranche. Bezüglich ihrer allgemeinen Gültigkeit enthält die DIN 9000 ff keine laborspezifischen Inhalte, ist aber ein geeigneter Ansatz zur Qualitätssicherung in Laboratorien. Die ISO 9000 ff ist eine freiwillige Maßnahme für alle Bereiche der Produktion und Dienstleistung. Ein Qualitätsbeauftragter überwacht die integrierten QM- und QS-Einheiten. Kontinuierlich werden interne Audits durchgeführt und eine Rezertifizierung findet alle drei Jahre statt.

Die besonderen Schwerpunkte dieses QMSystems sind:

- interne und externe Schnittstellen;
- Kunden-Lieferanten Verhältnis;
- Korrekturmaßnahmen.

DIN EN ISO/IEC 17025

Dieses QM-System ist eine europaweit gültige Anerkennung für Prüflaboratorien. Ein entsprechend akkreditiertes Prüflaboratorium erhält den Status „einer für konkrete Aufgaben qualifizierten Institution“. Die Akkreditierung erfolgt für einen definierten Geltungsbereich. Alle fünf Jahre findet eine Reakkreditierung statt. Ein typisches Beispiel für eine Akkreditierung nach EN ISO 17025 ff ist ein umweltspezifisches Auftragslabor. Die besondere Schwerpunkte dieses QM-Systems sind:

- Qualifikation des Personals;
- Qualifikation der eingesetzten Verfahren;
- Genauigkeit der Ergebnisse;
- Gerätekontrolle;
- Kalibrierung und Validierung der Methode.

Gesetzlich geregelte QS-Systeme

GLP (Good Laboratory Practice)

GLP ist ein weltweit angewendetes System. GLP ist ein gesetzlich vorgeschriebenes System für Daten zur Sicherstellung der Unversehrtheit von Mensch und Umwelt bei Produktzulassungen. Die Richtlinien der GLP beziehen sich auf die Organisation und das Personal. Alle vier Jahre findet eine Überprüfung nach den GLP-Richtlinien statt. Ein typisches Beispiel für einen GLP konformen Bereich ist ein toxikologisches oder analytisches Labor in einem forschenden Chemieunternehmen oder in einem Auftragslabor. Die besonderen Schwerpunkte von GLP sind:

- Organisatorische Regelungen und Formalismen;
- Dokumentation;
- Unabhängigkeit der Qualitätssicherungseinheit;

GMP (Good Manufacturing Practice)

Dieses System ist für die pharmazeutische Industrie und die Herstellung von Medizinern vorgeschrieben. Der Anwendungsbereich von GMP liegt in der Herstellung und Analytik von Arzneimitteln. Die besonderen Schwerpunkte von GMP sind:

- Definierte und validierte Fertigungsprozesse;
- Freigaben jeder Produktcharge;
- Durchführung von Eigeninspektionen.

Die wichtigsten notwendigen Voraussetzungen für die Verwirklichung von GLP und GMP sind:

- Organisationsstruktur der Prüfeinrichtung;
- Qualifikation des Personals;
- Qualitätssicherungsprogramm;
- Raumausstattung|Einrichtung;
- Geräte, Materialien;
- Prüf- und Referenzsubstanzen;
- Standardarbeitsanweisungen (SOP);
- Prüfpläne, Rohdaten und Prüfberichte;
- Archivierung der Daten.

Wenn alle QM-Systeme untereinander verglichen werden, stellt man eine Überlappung vieler Bereiche fest. Aufgrund der verschiedenen Zielsetzungen der einzelnen QM-Systeme entstehen dann die differenzierten Systemschwerpunkte. Beispielsweise bei dem GLP-System handelt es sich um ein Dokumentationssystem welches zur Qualitätsverbesserung beiträgt. Bei der Akkreditierung nach EN ISO 17025 ff hingegen ist der Dokumentationsaufwand weitaus geringer. Hier liegt der Schwerpunkt auf der Kompetenz des Personals und der Qualität der Ergebnisse.

Auswahl eines angemessenen Prüfmittels

Geräte Qualifizierung

Der Einsatz von Prüfmitteln in einem Qualitätsmanagementsystem erfordert die detaillierte Beschreibung und Dokumentation der Mess- und Bestätigungsergebnisse. Prozesse und Standardabläufe müssen nachvollziehbar dokumentiert und archiviert werden. Die Durchführung dieser Bestimmungen, leiten sich aus vielen führenden QMSystemen, wie z.B. GLP|GMP, ISO 9000 ff, EN ISO 17025 ab.

Die Geräte Qualifizierung dient als dokumentierter Eignungsnachweis für den Einsatz eines Prüfmittels, zur Sicherstellung der erforderlichen Leistungsfähigkeit und Genauigkeit.

Die Geräte Qualifizierung ist in 4 Punkte unterteilt:

1. **Design Qualifizierung DQ**
(Design Qualification)
2. **Installations Qualifizierung IQ**
(Installation Qualification)
3. **Funktions Qualifizierung OQ**
(Operational Qualification)
4. **Leistungs Qualifizierung PQ**
(Performance Qualification)

Design Qualifizierung DQ

In der Design Qualifizierung legt der Anwender die Anforderungen an das Prüfmittel fest. Parameter wie z.B. Genauigkeit, Messmethode, Anforderungen an den Lieferanten in Bezug auf Designvalidierung oder Serviceleistungen müssen vor Anschaffung festgelegt und dokumentiert werden. Es soll damit sichergestellt werden, dass das Prüfmittel, in diesem Fall die Waage oder Wäganlage, für die Anwendung geeignet ist. Die mit dem Prüfmittel erhobenen Daten sind lediglich beobachtete Werte eines Qualitätsmerkmals, zum Beispiel in einem Labor erzeugte Wägewerte. Diesem Wägewert werden während der Messung systematische und zufällige Einflüsse des Messprozesses und des Prüfmittels selbst überlagert. Dieses ermittelte Ergebnis ist mit einer Unsicherheit behaftet, die man als Messunsicherheit bezeichnet und prinzipiell bei jedem Messvorgang angegeben werden muss. Welche Faktoren dort eine Rolle spielen, wird im folgenden erläutert.

Die Auswahl eines geeigneten Prüfmittels orientiert sich an der Frage, welche Messunsicherheit das Prüfmittel aufweisen darf, so dass eine sichere Einhaltung der geforderten Toleranzen gewährleistet werden kann. Ein Leitfaden für einen solchen Ansatz ist die „Goldene Regel der Messtechnik“, welche besagt, dass die Messunsicherheit eines Messmittels lediglich 1/10 der Toleranz der Messaufgabe betragen soll. Beispielsweise ist eine Einwaage von 10 mg mit der Genauigkeit von 1% (0,1 mg) durchzuführen. In Anwendung der Goldenen Regel der Messtechnik darf die Gesamtmessunsicherheit der Waage dann den Wert von 0,01 mg nicht überschreiten.

Insbesondere beim Einsatz eines kostenintensiven Verfahrens ist in diesem Zusammenhang der Hinweis wichtig, dass die Einhaltung der genannten Bedingung in einem wirtschaftlich sinnvollen Rahmen erfolgen sollte. Unter bestimmten Voraussetzungen kann, abweichend von der Goldenen Regel der Messtechnik, auch ein Verhältnis von 1/3 akzeptiert werden, wenn durch geeignete Maßnahmen, wie zum Beispiel Häufigkeit der Überprüfung, die Tauglichkeit des Prüfmittels sichergestellt ist.

Grundlage für die Auswahl des Prüfmittels sind die technischen Spezifikationen des Herstellers, wie z.B. Reproduzierbarkeit, Linearitätsfehler oder Temperaturkoeffizient. Neben diesen Geräteparametern müssen weitere Faktoren berücksichtigt werden, die das Messergebnis beeinflussen können. Hierzu zählen: die Umgebungsbedingungen am Messort, die Qualifikation der Bediener, der Prüfgegenstand sowie das Prüfverfahren.

Installations Qualifizierung IQ

In der Installations Qualifizierung wird die Inbetriebnahme und der detaillierte Ablauf der Aufstellung beschrieben. Besonderes Augenmerk muss auf die Vollständigkeit der gelieferten Geräte und eine ordnungsgemäße Aufstellung gelegt werden. Grundsätzlich ist bei hochauflösenden Analysen- und Mikrowaagen der Einsatz von speziell entwickelten Wägetischen in Betracht zu ziehen. Des Weiteren sollten die klimatischen Bedingungen (insbesondere die Temperatur) möglichst konstant gehalten werden.

Funktions Qualifizierung OQ

Die Funktions Qualifizierung beschreibt die messtechnische Überprüfung der Waage am Aufstellort. Diese muss durch geschultes Personal mit entsprechenden Hilfsmitteln|Gewichten einer angemessenen Genauigkeit durchgeführt und in einem Kalibrierzertifikat|Waagenprüfprotokoll dokumentiert werden. Diese Prüfung ist in festgelegten Zeitintervallen (Bestätigungsintervalle) zu wiederholen.

Leistungs Qualifizierung PQ

Alle Herstellerangaben zu den Spezifikationen beziehen sich auf annähernd ideale Messbedingungen, wie sie in der Betriebsanleitung empfohlen werden. In der Praxis wird häufig unter hiervon abweichenden Bedingungen gearbeitet. In der Leistungs Qualifizierung wird deshalb gefordert, die Eignung des Prüfmittels unter realen Bedingungen hinsichtlich des Umfeldes und des Wägegutes zu bestätigen (z.B. Durchführung einer Wägung in einem Laborabzug).

Geräte Qualifizierung|Abschlussbericht

Sind alle zuvor angeführten Qualifizierungsschritte erfolgreich durchgeführt und das Prüfmittel in seiner Eignung bestätigt worden, wird die Geräte Qualifizierung ggf. mit einem Abschlussbericht abgeschlossen.

Prüfverfahren

Alle Herstellerangaben zu den Spezifikationen einer Waage beziehen sich auf idealisierte Messbedingungen, da auf anderem Wege keine Vergleichbarkeit zwischen verschiedenen Geräten erzielt werden kann. In der Praxis wird jedoch häufig mit abweichenden Methoden gearbeitet. Eine solche Abweichung ist in der Standardarbeitsanweisung (SOP) entsprechend zu dokumentieren. Die daraus entsprechend ableitbaren Abweichungen müssen in der Messgenauigkeit berücksichtigt werden. Wird zum Beispiel für eine magnetische Probe von einer Unterflureinrichtung Gebrauch gemacht, sind die unter besten Bedingungen ermittelten wägetechnischen Daten nicht zu halten. In solch einem Fall muss in Vorversuchen anhand von Referenzproben die erreichbare Genauigkeit verifiziert werden.

Bestimmung der Messunsicherheit

Grundlage für die Auswahl eines Prüfmittels (Waage) sind die technischen Herstellerangaben. Diese technischen Angaben werden nachfolgend interpretiert und erläutert.

Die Bestimmungsgrenzen, d.h. der Messbereich, in dem die definierte Messsicherheit eingehalten wird, bezeichnet man als Wägebereich.

Wenn die gleiche Last bei konstanten Prüfbedingungen, auf gleiche Weise mehrfach auf eine Waagschale aufgesetzt wird und übereinstimmende Ergebnisse angezeigt werden, spricht man von Reproduzierbarkeit! Die Reproduzierbarkeit ist annähernd unabhängig von der Belastung der Waage und kann als wichtigstes wägetechnisches Merkmal bezeichnet werden, da der Einfluss auf die Messunsicherheit, insbesondere bei niedrigen Einwaagen, zum wichtigsten Faktor wird.

Als quantitative Angabe dient entweder die Standardabweichung oder die Differenz zwischen dem größtem und dem kleinsten Ergebnis einer vorgegebenen Anzahl von Messungen. Beispiel einer Messreihe:

Messwert	Messreihe
1	9,997 g
2	10,002 g
3	9,998 g
4	10,002 g
5	10,001 g
6	10,002 g
7	10,001 g
8	10,000 g
9	9,998 g
10	10,002 g
11	9,997 g

Der Mittelwert berechnet sich aus der Summe der Einzelwerte x_1 bis x_n , dividiert durch die Anzahl n der Einzelwerte, also

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i$$

Im Beispiel:

$$\bar{x} = \frac{9,997 + 10,002 + 9,998 + 10,002 + 10,001 + 10,002 + 10,001 + 10,000 + 9,998 + 10,002 + 9,997}{11}$$

$$\bar{x} = 10,000 \text{ g}$$

Die Differenz zwischen dem größten und kleinsten Ergebnis der Messreihe errechnet zu:

$$10,002 \text{ g} - 9,997 \text{ g} = 0,005 \text{ g (5 mg)}$$

Die Standardabweichung wird nach der Formel

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

x_i = Einzelwert der Messreihe
 n = Anzahl der Messungen

berechnet. Die Standardabweichung im Beispiel beträgt:

$$s = \sqrt{\frac{1}{11-1} \cdot [(9,997 - 10,000)^2 + (9,997 - 10,000)^2]} = 0,0020976 \text{ g} \approx 2 \text{ mg}$$

Für die Bewertung der Gerätequalität, unter Berücksichtigung der technischen Daten, sind beide Werte annähernd untereinander vergleichbar, wenn die Min|Max-Angabe der dreifachen Standardabweichung gegenübergestellt wird. Innerhalb der dreifachen Standardabweichung sind 99,7% aller Messwerte der Messreihe enthalten. Es ist der Bereich, der ebenfalls durch die Differenz des minimalen und maximalen Wertes gegeben ist.

Die Standardabweichung entspricht der Breite der Glockenkurve in ihrem Wendepunkt. Innerhalb dieses Bereiches liegen 68,3% der Einzelwerte oder anders ausgedrückt: die Einzelwerte liegen mit einer statistischen Sicherheit von 68,3% im Bereich von $\bar{x} \pm s$. In der Praxis hat sich die Verwendung der zweifachen Standardabweichung durchgesetzt. Dieses Intervall weist eine Wahrscheinlichkeit von 95,5% auf. Innerhalb des Bereiches der zweifachen und dreifachen Standardabweichung um den Mittelwert liegen 95,5% bzw. 99,7% aller Werte der Verteilung.

Die folgende Abbildung zeigt die Messreihe als Verteilungskurve.

Häufig wird auch die relative Standardabweichung in Prozent angegeben.

$$\left[\frac{s}{\bar{x}} \cdot 100 \% \right]$$

Die relative Standardabweichung im Beispiel beträgt:

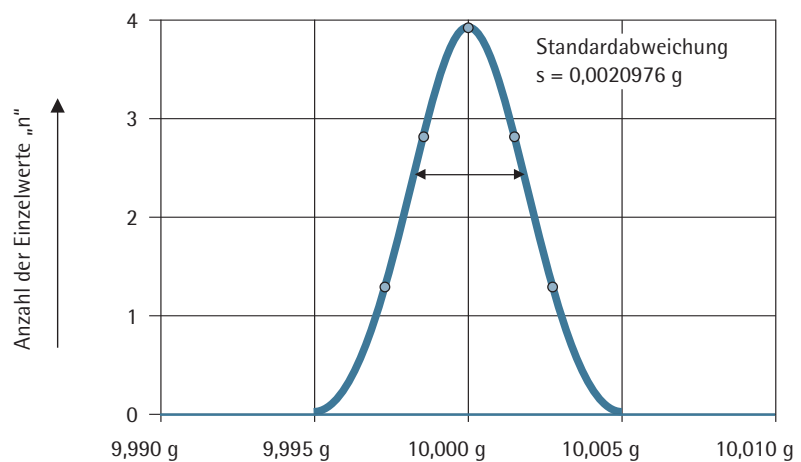
$$= \frac{0,002 \text{ g}}{10,000 \text{ g}} \cdot 100 \% = 0,02\%$$

Anhand der Beispielmessreihe haben sich folgende Ergebnisse ergeben:

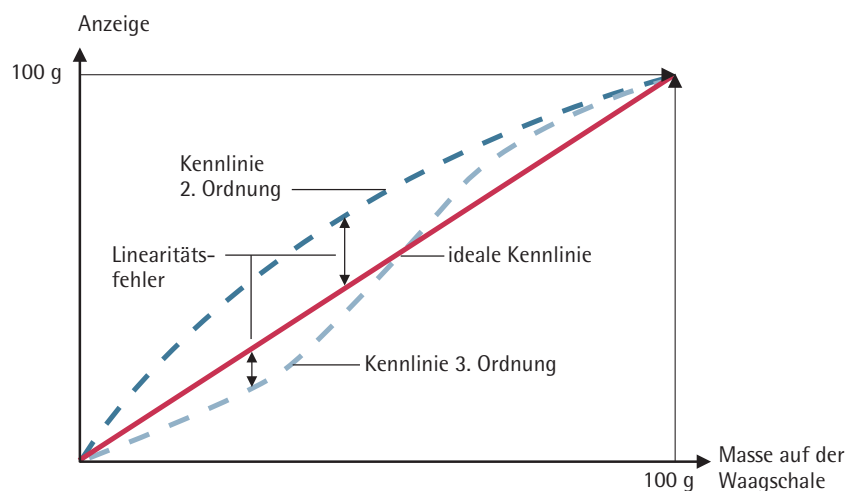
	Messreihe
Anzahl der Einzelmessungen „n“	11
Summe der Einzelmessungen	110,000 g
Mittelwert	10,000 g
Standardabweichung	0,002 g
Durchschnittliche (relative) Standardabweichung	0,00167 g
Reproduzierbarkeit entsprechend OIML R76	0,005 g

Der Linearitätsfehler (auch Linearität genannt) gibt die Größe der Abweichung vom linearen Verlauf der Kennlinie einer Waage an. Bei einer idealen Kennlinie entspricht die auf der Waagschale befindliche Masse immer der Waageanzeige. Bei korrektem Nullpunkt und korrekter Justierung bei maximaler Last kann der Linearitätsfehler durch die positive oder negative Abweichung des angezeigten Wertes von der tatsächlichen Belastung ermittelt werden. Der Linearitätsfehler entsteht durch gerätespezifische Eigenschaften und ist daher nicht zu vermeiden. Zwei der häufigsten Kurvenverläufe sind Kurven der 2. Ordnung (konvexer oder konkaver Verlauf) und der 3. Ordnung (S-förmiger Verlauf).

Die maximale Abweichung zwischen der realen Kennlinie und der Verbindungsgeraden zwischen Nullpunkt und Maximallast nennt man Linearitätsfehler. In den Datenblätter von Waagen wird die maximale Linearitätsabweichung angegeben. In einigen Fällen (Bsp. Analysenwaage) wird ein eingeschränkter Bereich spezifiziert, Beispielsweise $200 \text{ g} \pm 50 \mu\text{g}$ innerhalb $2 \text{ g} \pm 10 \mu\text{g}$.



Gaußsche Verteilungskurve



Linearitätsgerade

Einflussgrößen

Das Messergebnis kann durch die Einflussgrößen Lufttemperatur, Luftdruck und Luftfeuchte beeinflusst werden. Grundsätzlich wird zwischen dem Temperaturkoeffizienten des Nullpunkts und der Empfindlichkeit unterschieden. Jeder dieser Parameter zeigt eine mehr oder minder große Auswirkung auf das Messergebnis, wobei Elektronik und Wägesystem gleichermaßen betroffen sind.

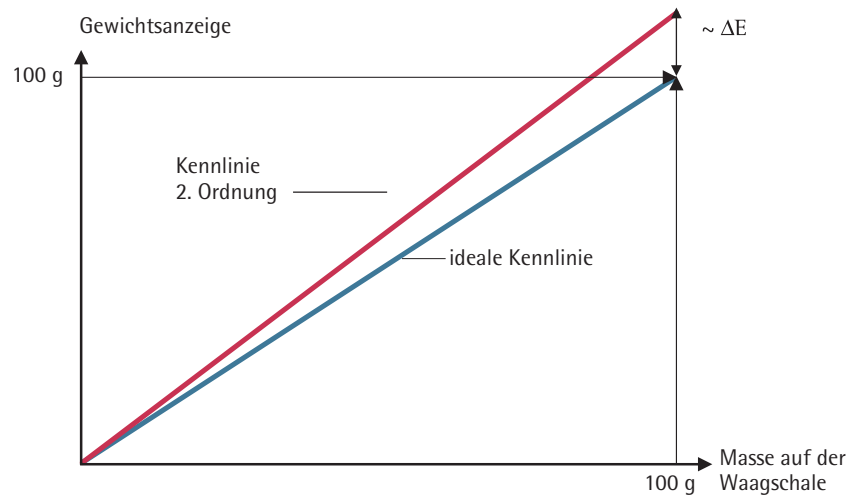
Die **Empfindlichkeit** ist die Änderung des angezeigten Wertes dividiert durch die verursachende Belastungsänderung der Waage. Bei einer korrekt justierten Waage mit Digitalanzeige muss die Empfindlichkeit immer exakt 1 betragen.

Die Formel der Empfindlichkeit lautet:

$$S = \frac{\Delta Z}{\Delta m}$$

wobei ΔZ die Anzahl der Ziffernschritte ist, die der Belastungsänderung Δm entspricht.

Durch zum Beispiel nicht geeignete Justiergewichte entsteht der **Empfindlichkeitsfehler** ΔE . Die Angabe des Empfindlichkeitsfehlers erfolgt immer als Relativzahl, z.B. 2mg|100g oder bei Temperaturänderungen z.B. 20 ppm pro K (1ppm = one part per million = 10^{-6}).



Abweichung der Empfindlichkeit

Der **Temperaturkoeffizient** charakterisiert die Änderung des Nullpunkts und der Empfindlichkeit aufgrund einer Temperaturänderung. Dividiert man den Wägewert bei Temperaturänderung durch die Temperaturänderung so erhält man den Wert des Temperaturkoeffizienten.

Beispiel:

Temperaturkoeffizient : $2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
 Einwaage : 10 g
 Temperaturänderung : 5 K

Systematischer Fehler aufgrund des Temperaturkoeffizienten:

$$2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1} \cdot 10 \text{ g} \cdot 5 \text{ K} = 0,1 \text{ mg}$$

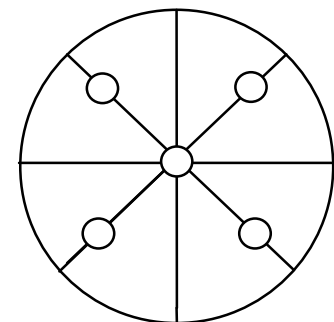
Dieser Wert des Temperaturkoeffizienten ist maßgeblich für die Stabilitätsbeurteilung einer Waage bei Änderung der Umgebungstemperatur.

Wird eine Waage mit einer geringen Masse belastet und in diesem Zustand belassen, erkennt man in der zeitlichen Entwicklung des Anzeigewertes die Nullpunktdrift ϵ_{NP} . Die Nullpunktdrift ist nur bei Messungen über einen längeren Zeitraum bei konstanter Last relevant, z.B. bei Thermogravimetrie und Sorptionsmessungen.

Unter Ecklast versteht man die Anzeigeänderung beim Aufsetzen derselben Last auf unterschiedlichen Stellen der Waagschale. Die offizielle Bezeichnung der Ecklast

lautet „Abweichung bei außermittiger Belastung“. Zur Verifizierung der Ecklast wird ein Gewichtsstück exakt mittig auf die Waage gesetzt und tariert. Anschließend wird das Gewicht an drei bis vier Stellen der Waagschalenberandung platziert. Dadurch wird der Ecklastfehler direkt an der Waage ablesbar. Er kann sowohl negative als auch positive Werte annehmen, in der Praxis liegt der Ecklastfehler erfahrungsgemäß zwischen ein und zehn Ziffernschritten. Es sollte daher gerade bei hochauflösenden Waagen auf eine genau mittige Platzierung des Wägegutes geachtet werden.

Die Faktoren Bediener, Messort, Prüfgegenstand (Probe) und Prüfverfahren nehmen ebenfalls Einfluss auf das Messergebnis und sollten daher weitestgehend minimiert werden. Nachfolgend werden die genannten Faktoren näher betrachtet.



Ecklastprüfpunkte bei runder Waagschale

Bediener

Führende Hersteller bieten heute Waagen mit einer Ablesbarkeit von 0,1 µg und einem Auflösungsvermögen von bis zu 40 Millionen Wägeschritten an. Es versteht sich fast von selbst, dass eine Ausnutzung der hier gebotenen Richtigkeit und Präzision an die Ausbildung des Benutzers Anforderungen stellt.

Grundregeln wie

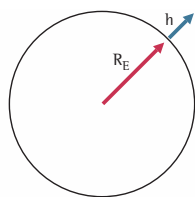
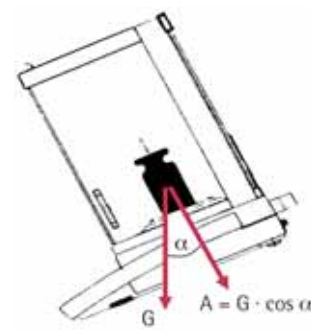
- die mittige Platzierung des Wägeguts auf der Waagschale (Vermeidung von Ecklastfehlern);
- ein möglichst gleichförmiges Arbeiten mit der Waage (Einhaltung der spezifizierten Reproduzierbarkeit);
- sowie die Nivellierung der Waage am Aufstellort (Vermeidung eines systematischen Empfindlichkeitsfehlers) sind zwingend einzuhalten.

Messort

Eine Waage wird im Fertigungsprozess so eingestellt, dass die Kräfteinwirkung bei Belastung parallel zur Richtung der Erdbeschleunigung und senkrecht zum Wägesystem erfolgt. Durch Anbringen einer Libelle (kleine Wasserwaage) wird diese Einstellung fixiert, so dass sie vom Benutzer jederzeit reproduziert werden kann. Dieser Arbeitsschritt wird als **Nivellierung** bezeichnet.

Die Wichtigkeit der Nivellierung soll an dem folgenden Beispiel erläutert werden. Ein Labortisch mit einer Kantenlänge von 1000 mm, wird an einer Seite um 5 mm erhöht, dann gilt für den Neigungswinkel $\alpha = \arctan 5/1000 = 0,2865^\circ$ und für die Komponente der Gewichtskraft in Richtung der Wägeachse $A = G \cdot \cos \alpha = G \cdot 0,9999875$, d.h., eine Probe mit einer Masse von 200 g wird um 2,5 mg zu niedrig bestimmt.

Aufgrund des Einflusses der Zentrifugalbeschleunigung (Erdrotation) und der eventuell vorhandenen geographischen Besonderheiten der Umgebung schwankt die **Fallbeschleunigung** in Abhängigkeit vom Ort. Aufgrund der Fallbeschleunigung muss eine Waage bei Neuaufstellung oder erstmaliger Inbetriebnahme justiert werden. Bei diesem Vorgang wird die Waage mit einer bekannten Masse belastet und aus dem entsprechenden Wägewert der Justierfaktor ermittelt. Ein Effekt der häufig unberücksichtigt bleibt, ist das Überwinden eines Höhenunterschieds. Zum Beispiel bei Aufstellung der Waage in einem höher gelegenen Stockwerk. Ein solcher Transport beeinflusst den Wägewert!



g = Fallbeschleunigung
 R_E = Erdradius
 h = Höhenunterschied

$$g \cdot (R_E + h) \approx g_K \cdot \left(\frac{R_E}{R_E + h} \right) \approx g_K \cdot 1 - 2 \cdot \left(\frac{h}{R_E} \right)$$

Mit der Beziehung aus der nebenstehenden Abbildung erhält man beispielsweise für einen Höhenunterschied von nur 4 m:

$$g \cdot (R_E + 4 \text{ m}) \approx g \cdot \left(1 - 2 \cdot \frac{4 \text{ m}}{6370000 \text{ m}} \right) = g \cdot 0,9999987$$

Das bedeutet, eine Masse, die mit einer Semimikrowaage zu exakt 200,00000 g bestimmt wird, „bringt es“ im darüber liegenden Stockwerk nur noch auf 199,99974 g. Dies unterstreicht nachdrücklich die Notwendigkeit einer Justierung nach jedem Wechsel des Aufstellorts.

Infolge der Masseträgheit werden mechanische Störungen je nach ihrer Beschaffenheit als regelmäßige oder zufällige Gewichtsänderung von der Waage registriert. Durch digitale Filterung der Waage und einer geeigneten Integrationszeit (unterschiedliche Anzeigefrequenz) lässt sich dieser Effekt reduzieren.

Bei niederfrequenten Störungen stößt diese Methode jedoch an ihre Grenzen, da die Waage nicht mehr zwischen einem sich langsam verändernden Wägewert (z.B. dem Dosieren) oder einer mechanischen Störung differenzieren kann. Bei hochauflösenden Waagen ist der Einsatz von Wägetischen in Betracht zu ziehen. Lässt sich die Ursache der Störung auf Gebäudeschwingungen zurückführen, sollte die Waage in einem tiefer liegenden Stockwerk platziert werden. Sollte dieses nicht möglich sein, ist eine spezielle Wandkonsole mit „Wägestein“ erforderlich.

Mechanische Störgrößen können beispielsweise durch Pumpen, Laborrüttler oder aber auch Turbulenzen in Laborabzügen entstehen.

Die **Luftfeuchte** kann im Normalfall als umweltbedingte Einflussgröße auf die Wägung unberücksichtigt bleiben. Jedoch bei Waagen älterer Bauart und Waagen mit DMS-System ist unbedingt darauf zu achten, dass die Luftfeuchteänderung möglichst gering gehalten wird, da bei hoher Luftfeuchtigkeit Korrosionsschäden insbesondere an Verbindungsstellen entstehen können. Die Luftfeuchtigkeit kann ebenfalls Einfluss auf die Langzeitstabilität derartiger Wägezellen nehmen.

Der **Luftdruck** ist für den normalen Wägebetrieb nicht von Bedeutung.

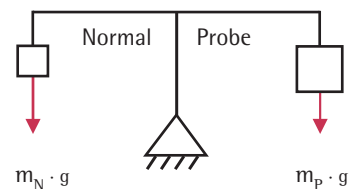


Bei Präzisionsmassebestimmungen ($u_{rel} < 5 \cdot 10^{-4}$) muss der **Luftauftrieb** berücksichtigt werden.

Für die Beurteilung des durch die Waage ermittelten Werts ist der Luftauftrieb von erheblicher Bedeutung. Befindet sich ein Körper in einem Medium, so wirkt entgegengerichtet der Gewichtskraft, die Auftriebskraft. Sie reduziert das Gewicht der zu bestimmenden Masse um den Betrag, der dem Gewicht des verdrängten Mediums entspricht.

Betrachtet man zwei gleichgewichtige Materialien mit unterschiedlichen Volumina, beispielsweise einen Aluminiumzylinder mit einer Dichte von $2,7 \text{ g/cm}^3$ und ein Gewichtsnormale mit einer Dichte von $8,000 \text{ g/cm}^3$, so befinden sich diese bei einer Wägung in Vakuum im Gleichgewicht.

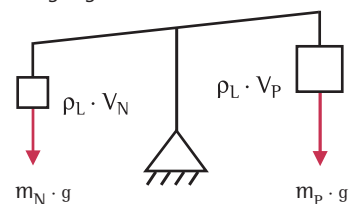
Wägung unter Vakuum:



m_N = Masse des Gewichtsnormals
 m_P = Masse der Probe
 g = Fallbeschleunigung

Betrachtet man die selbe Anordnung in Luft, so befinden sich die beiden Proben nicht mehr im Gleichgewicht.

Wägung in Luft:



ρ_L = Dichte der Luft
 V_N = Volumen des Gewichtsnormals
 V_P = Volumen der Probe

Ursache hierfür sind die aufgrund der unterschiedlichen Materialdichten und unterschiedlichen Volumina resultierenden Auftriebskräfte.

Da auch Luft massebehaftet ist (Dichte unter Normalbedingung: $\rho_L = 1,2 \text{ mg/cm}^3$), ist der Wägewert W einer Probe von ihrer Materialdichte und damit von dem beanspruchten Volumen abhängig.

Δm sei die gemessene Abweichung zweier Massen m_N und m_P . Man erhält die wirkliche Abweichung $\Delta' m$ nach der allgemeinen Formel

$$\Delta' m = m_P - m_N = \Delta m + \rho_L \cdot (V_P - V_N)$$

oder

$$m_N - \rho_L \cdot V_N = m_P - \rho_L \cdot V_P$$

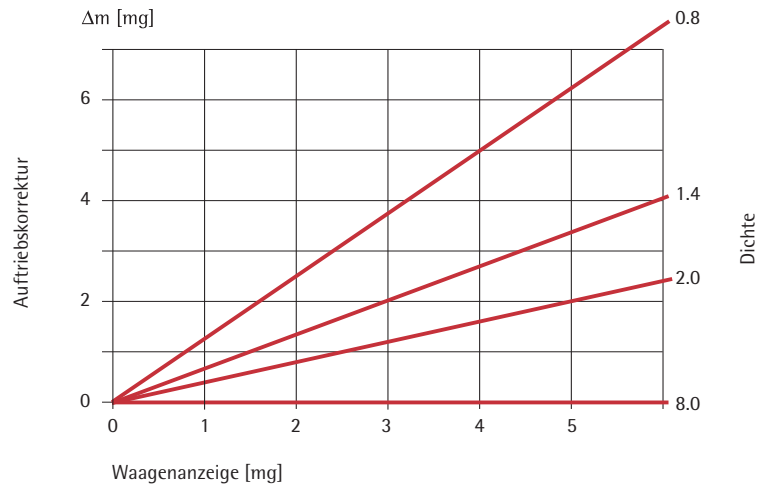
worin V_N und V_P die Volumina der Körper der Massen m_N und m_P und ρ_L die Dichte der Luft unter Bedingung der Wägung darstellt.

Die Masse der Probe wird anhand der vorhandenen Dichten ermittelt,

$$m_s = \frac{1 - \frac{\rho_L}{\rho_N}}{1 - \frac{\rho_L}{\rho_P}}$$

worin ρ_N die Dichte des Normales und ρ_P die Dichte der Probe darstellt.

Die folgende Abbildung verdeutlicht die Massekorrektur aufgrund des Luftauftriebs in Abhängigkeit von der Materialdichte für einige ausgewählte Dichtewerte in g/cm^3 .



Als nichtleitungsgeführte Störgrößen

kommen hauptsächlich elektromagnetische Strahlungen infrage, sie bewegen sich im Bereich von wenigen kHz bis GHz. Dieser Bereich wird intensiv zur drahtlosen Informationsübermittlung genutzt, wie zum Beispiel:

- Rundfunk
- Betriebsfunk
- Messwertübertragung
- Fernsteuerung oder auch
- Radarmessung

Jedes Messgerät, also auch eine Waage, muss unter dem Einfluss dieser Störgrößen arbeiten. Jede Waage die mit der Konformitätserklärung (CE-Kennzeichnung) versehen ist, beinhaltet die Prüfung der Richtlinie 89/336/EWG »Elektromagnetische Verträglichkeit (EMV)«. Diese besagt, dass eine Waage gegen Störaussendungen in Wohnbereichen, Geschäfts- und Gewerbebereichen, Klein- und Industriebereichen eine entsprechende Störfestigkeit aufweist. Durch die EMV-Prüfung haben nichtleitungsgeführte Störgrößen keinen Einfluss

Prüfgegenstand

In vielen Fällen ist die Beschaffenheit des Wägeguts die eigentliche Ursache für unzulässige Resultate. Die wichtigsten Einflüsse des Wägeguts, sind:

- elektrostatische Aufladung,
- magnetisierte und magnetisierbare Proben,
- hygroskopische Stoffe,
- nicht angepasste Temperatur des Wägeguts,

Besonders auffällig bei geringer Luftfeuchtigkeit ist die **elektrostatische Aufladung**. Diese macht sich durch eine besonders starke Drift und schlechte Reproduzierbarkeit bemerkbar. Von diesem Effekt sind überwiegend Substanzen, wie z.B. Kunststoffe, Filtermaterialien, Gläser, Pulver, Flüssigkeiten, betroffen die aufgrund ihrer schlechten Leitfähigkeit nur langsam elektrische Ladung an die Umgebung abgeben können. Je nach Polarisierung der Ladungsträger des Wägegutes wirkt die Kraft anziehend oder abstoßend.

Sie beruht auf der Wechselwirkung elektrischer Ladungen, die sich auf dem Wägegut und auf den festen, nicht mit der Waagschale verbundenen Teilen der Waage gesammelt haben.

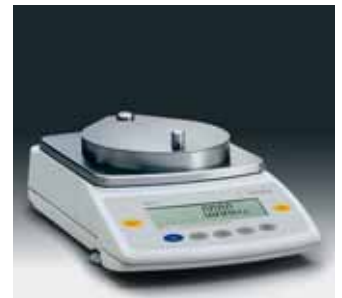
Zur Beseitigung des Problems bieten sich folgende Maßnahmen an:

- Abschirmung des Wägeguts (metallische Behälter),
- Erhöhung der Oberflächenleitfähigkeit durch Erhöhung der Luftfeuchtigkeit im Windschutz
- direkte Neutralisierung der Oberflächenladung mithilfe eines Statikeliminators

Ebenfalls von bedeutendem Einfluss auf das Wägeregebnis sind magnetische Kräfte. Diese Kräfte entstehen durch **magnetisiertes** oder **magnetisierbares Wägegut**, d.h., das Anteile von Eisen, Kobalt oder Nickel im Wägegut enthalten sind. Ist das Wägegut magnetisiert, wie beispielsweise der Rührkern eines Magnetrührers, so überlagern sich der Gewichtskraft die Anziehungskräfte, die dieser Magnet auf die magnetisierbaren Teile der Waage ausübt. Umgekehrt kann ein Einfluss des Restfeldes des Magneten im elektromagnetischen Kompensationssystem auf das Wägegut nicht ausgeschlossen werden. Magnetische Kräfte äußern sich durch einen Verlust in der Reproduzierbarkeit, da sie von der Orientierung der Probe im Störfeld abhängig sind. Im Gegensatz zu elektrostatischen Störungen sind sie jedoch zeitlich stabil.



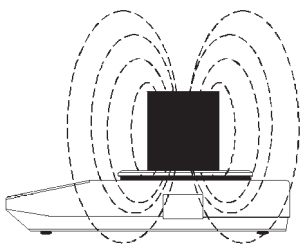
Statikeliminator mit integrierter Hochspannungsquelle



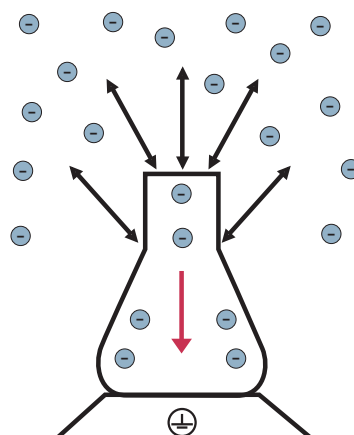
Mikrowaage zur Wägung von Filtern mit metallischem Aufsatz



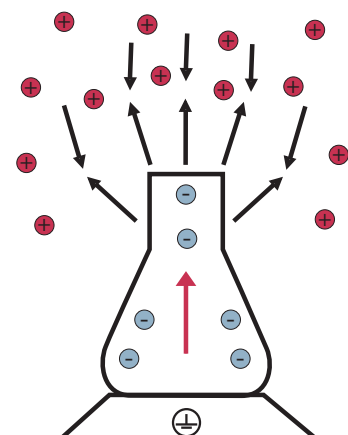
Semimikrowaage mit serienmäßig integriertem Statikeliminator



Beispiel für den Feldverlauf von magnetischen oder magnetisierbaren Probe



Abstoßende Wechselwirkung, das Wägegut erscheint schwerer



Anziehende Wechselwirkung, das Wägegut scheint leichter

Zur Beseitigung des Problems der magnetischen Kräfte bieten sich folgende Möglichkeiten an:

- Abstandsvergrößerung zwischen Wägegut und Wägesystem,
- Nutzung der Unterflurwägeeinrichtung,
- Abschirmungen aus weichmagnetischen-Materialien,
- Spezielle Waagschalen

Hygroskopische Proben unterliegen einem kontinuierlichen Massezuwachs, da sie Feuchtigkeit aufnehmen. Aus diesem Grund sind sie nicht definiert bestimmbar. Sollte sich die Luftfeuchtigkeit am Messort nicht minimieren lassen, ist die Wägung der Probe in einem geschlossenen, der Probengröße entsprechenden Gefäß durchzuführen.

Häufig wird die Temperatur des Wägeguts als Einflussgröße vernachlässigt. Bei genauen Gewichtsbestimmungen ist die Akklimatisierung des Wägeguts auf die Temperatur des Wägeorts unerlässlich, da andernfalls Konvektionsströme auf der Probenoberfläche zu Wägewertänderungen führen können. Es ist nachgewiesen, dass bei der Verwendung von großflächigen Laborgläsern Temperaturunterschiede von wenigen Grad [°C] zu einer Abweichung im Grammbereich [g] führen können.



Unterflurwägeeinrichtung



Spezialwaagschale

Rückführbarkeit der Messung

Kalibrierung und Justierung

In der bisherigen Darstellung wurden eine Reihe von Einflussgrößen beschrieben, die in vielfältiger Form die Genauigkeit des Prüfmittels beeinflussen. Es ist daher verständlich, dass nahezu in allen QM-Systemen die Quantifizierung dieser Abweichungen sowie Maßnahmen zur ihrer Beseitigung zwingend vorgeschrieben sind. In diesem Zusammenhang sind u.a. die wichtigsten Tätigkeiten das Kalibrieren und Justieren.

Beim **Kalibrieren** wird die Abweichung zwischen dem angezeigten Wägewert und dem Wert einer Referenz (zertifiziertes Gewichtstück) geprüft. Vereinfacht ausgedrückt ist die Kalibrierung die Feststellung einer Abweichung zwischen dem angezeigten und dem nominalen Gewichtswert. Die Kalibrierung ist die wichtigste Informationsquelle für die Kontrolle der Genauigkeit der Waage unter den gewählten Aufstell- und Betriebsbedingungen. Im Rahmen der Prüfmittelüberwachung kommt der Kalibrierung deshalb eine zentrale Rolle zu.

Im Gegensatz zum Kalibrieren ist das **Justieren** immer mit einem korrigierenden Eingriff in die Waage verbunden, wobei die ermittelte Abweichung möglichst beseitigt wird. Bei diesem Vorgang wird der angezeigte Wert mit dem „richtigen“ Wert des Justiergewichts verrechnet und als Korrekturfaktor im Prozessor der Waage gespeichert. Die nachfolgenden Wägungen werden entsprechend korrigiert.

Wie häufig eine Waage justiert werden muss, hängt ganz entscheidend von den folgenden Parametern ab:

- Häufigkeit der Wägung
- Aufstellbedingungen
- Folgen eines falschen Resultats

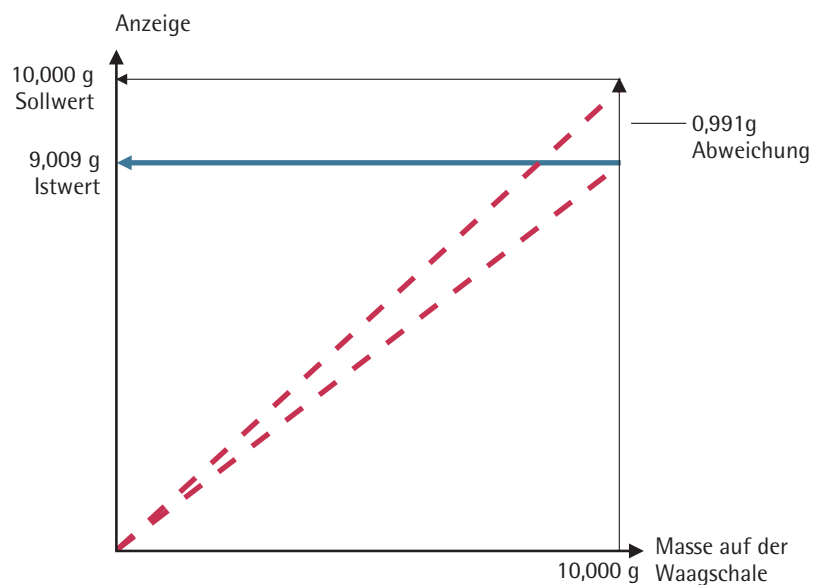
Bei der Durchführung beider Maßnahmen werden generell interne – und **externe Kalibrierung|Justierung** unterschieden. Bei Waagen älteren Baujahres oder auch hochlastigen Modellen wird die externe Kalibrierung|Justierung angewandt. Vergleich und Korrektur werden mit einem oder mehreren Gewichten durchgeführt, deren Wert und Unsicherheit muss bekannt und dokumentiert werden.

Geeignete Zertifikate werden von nationalen Messdiensten, Kalibrierlaboratorien oder auch qualifizierten Herstellern geliefert.

Bei der **internen Kalibrierung|Justierung** wird von Referenzgewichten Gebrauch gemacht, die in der Waage integriert sind. Dessen genauer Wert wurde vom Hersteller bestimmt und als fester Wert im EEPROM des Waagenprozessors gespeichert. In einfachsten Ausführungsformen wird das interne Justiergewicht durch den Bediener mit Hilfe einer mechanischen Vorrichtung auf das Wägesystem gelegt. Standard ist jedoch eine motorisierte Vorrichtung die durch Knopfdruck aktiviert wird. Modernste Waagen sind mit einer vollautomatischen Kalibrier-|Justierfunktion ausgestattet.



Externe Kalibrierung und Justierung einer Präzisionswaage



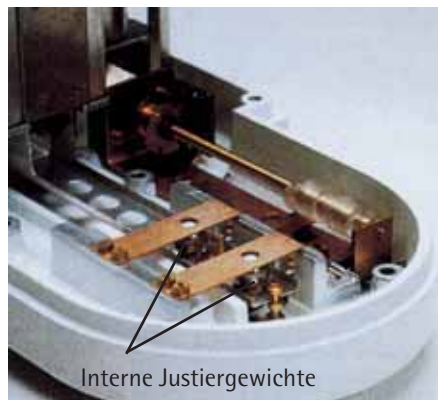
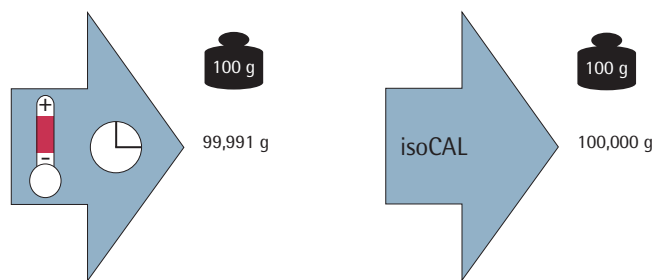
Abweichung vom Sollwert

Die Aktivierung wird nach Ablauf fest vorgegebener oder frei wählbarer Zeitspannen ausgelöst. Zusätzlich wird die Umgebungstemperatur mittels interner Sensoren kontinuierlich ermittelt. Bei Überschreitung einer entsprechenden Temperaturdifferenz wird der Kalibrier-|Justiervorgang stets automatisch ausgelöst. Auf diese Weise ist die Genauigkeit der Waage ohne Eingriff des Anwenders dauerhaft sichergestellt. Die folgende Abbildung zeigt den Funktionsablauf einer vollautomatischen Justierung.

Neben den Vorzügen hinsichtlich des gebotenen Komforts, ist der internen Kalibrierung|Justierung auch aus prinzipiellen Erwägungen heraus gegenüber dem externen Verfahren der Vorzug zu geben.

Die internen Gewichtsstücke sind gegen Verschmutzung und Beschädigung geschützt und kontinuierlich an die Temperatur der Waage akklimatisiert. Darüber hinaus ist durch die motorisierte Schaltung eine reproduzierbare Auflage des Justiergewichtes sichergestellt. Und schließlich ist bei vollautomatischer Kalibrier-|Justierfunktion ausgeschlossen, dass eine der wichtigsten Prüfmittelanforderungen versäumt wird.

Es wird häufig die Frage gestellt, wie die Rückführbarkeit des internen Gewichts einer Waage gewährleistet werden kann. Dieses wird durch Anschluss des internen Gewichts an ein hochgenaues Referenzgewicht des Herstellers sichergestellt. Das interne Gewicht muss hinsichtlich Material und Oberflächenbeschaffenheit alle Merkmale eines klassifizierten Gewichts erfüllen. Wie bei allen externen Gewichten auch, müssen interne Gewichte in bestimmten zeitlichen Abständen auf die Einhaltung ihrer Toleranzen hin überprüft werden, was in der Regel im Rahmen einer Wartung durch einen autorisierten Techniker geschieht.



Interne Justiergewichte
Motorbetriebene Justiergewichte einer Mikrowaage, zur Verbesserung des Oberflächen-Volumen-Verhältnisses in Kugelform

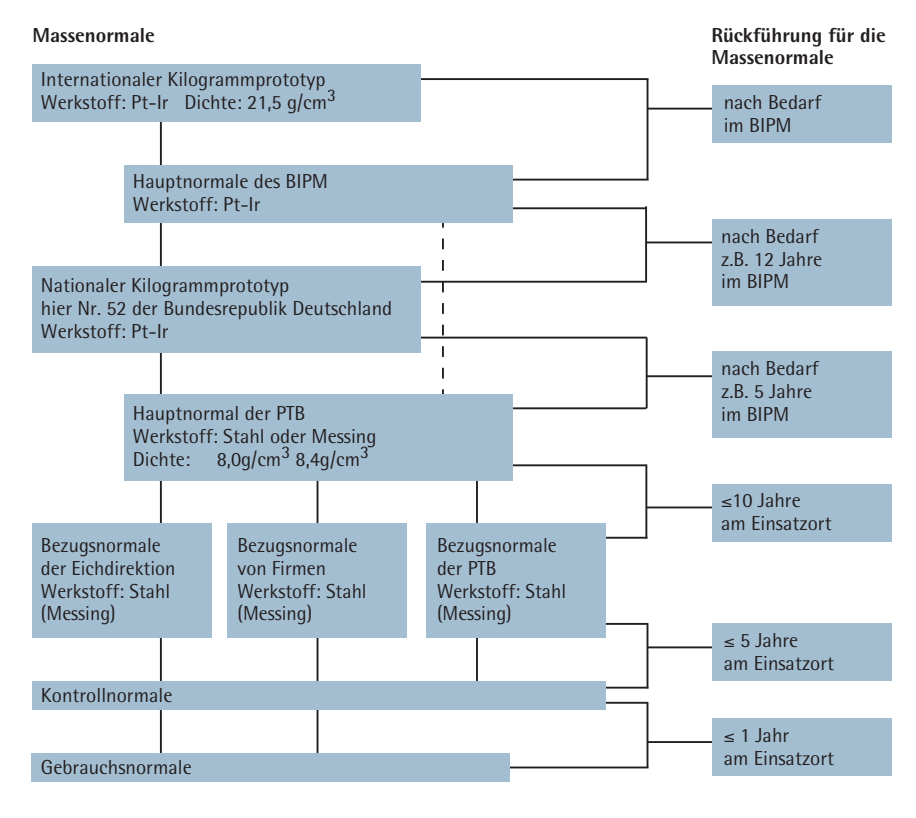
Masse und Gewichte

Um Messergebnisse vergleichen zu können, müssen diese auf ein definiertes Normal rückführbar sein. Die Rückführung und Überwachung der Waage erfolgt durch Vergleiche mit einem Normal, das den als richtig vorausgesetzten Wert der Messgröße repräsentiert und durch eine ununterbrochene Kette derartiger Vergleichsnormale an das internationale Normal angeschlossen ist.

Gebräuchliche Teile und das Vielfache der Einheit Kilogramm [kg] sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst:

Einheiten	Einheitenzeichen	Beziehung zur Basiseinheit
Nanogramm	ng	1 ng = 0,000.000.000.001 kg
Mikrogramm	µg	1 µg = 0,000.000.001 kg
Milligramm	mg	1 mg = 0,000.001 kg
Gramm	g	1 g = 0,001 kg
Kilogramm	kg	1 kg (Basiseinheit)
Tonne	t	1 t = 1000 kg

Aus der Notwendigkeit der Weitergabe durch Vergleiche erwächst die hierarchische **Struktur der Massennormale**, auf der die Unsicherheit auf einer bestimmten Ebene von der Anzahl der vorangegangenen Anschlusswägungen abhängig ist.



Deutschlands nationaler Kilogrammprototyp (PTB)

Für den Anwender sind Gewichte unterschiedlicher Genauigkeitsklassen zugänglich. In der Richtlinie R111 der OIML (Organisation Internationale de Métrologie Légale) sind deren Nominalwert mit den dazugehörigen Unsicherheiten näher beschrieben.

Die maximal zulässigen Fehlergrenzen gemäss der **OIML-Empfehlung R111** finden Sie in der nebenstehenden Tabelle:

+ / - in mg

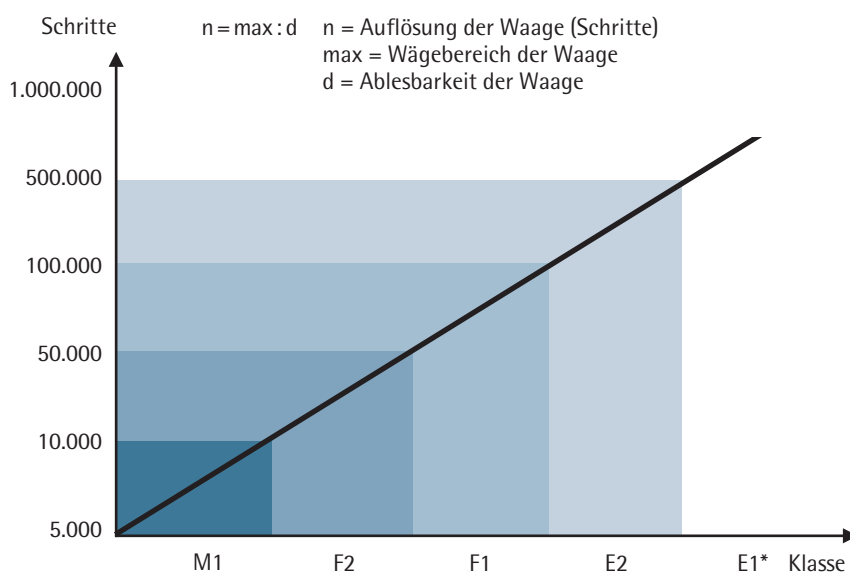
Nominal value	E1	E2	F1	F2	M1	M2	M3
1 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		
2 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		
5 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20		
10 mg	0,003	0,008	0,025	0,08	0,25		
20 mg	0,003	0,010	0,03	0,10	0,3		
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4		
100 mg	0,005	0,016	0,05	0,16	0,5	1,6	
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0	
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5	
1 g	0,010	0,030	0,10	0,3	1,0	3	10
2 g	0,012	0,040	0,12	0,4	1,2	4	12
5 g	0,016	0,050	0,16	0,5	1,6	5	16
10 g	0,020	0,060	0,20	0,6	2	6	20
20 g	0,025	0,080	0,25	0,8	2,5	8	25
50 g	0,030	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30
100 g	0,05	0,16	0,5	1,6	5	16	50
200 g	0,10	0,30	1,0	3,0	10	30	100
500 g	0,25	0,80	2,5	8,0	25	80	250
1 kg	0,5	1,6	5	16	50	160	500
2 kg	1,0	3,0	10	30	100	300	1000
5 kg	2,5	8,0	25	80	250	800	2500
10 kg	5	16	50	160	500	1600	5000
20 kg	10	30	100	300	1000	3000	10000
50 kg	25	80	250	800	2500	8000	25000

Zwischenzeitlich gibt es auch lückenlose Darstellungen bestimmter Hersteller, die Auskunft darüber geben, welche Genauigkeitsklasse dem aktuellen Anwendungsfall und der Auflösung der verwendeten Waage angemessen ist.

Der Gewichtswert des Prüfgewichts sollte größer 80% des maximalen Wägebereiches sein. In der nachfolgenden Tabelle sind einzelne Gewichtsstücke oder auch Gewichtskombinationen wählbar.

Beispiel:

Eine Waage hat einen Wägebereich von 2200 g und eine Ablesbarkeit von 0,01 g. Hieraus ergeben sich 220000 Schritte, das entspricht einem Prüfgewicht der Klasse E2. Für den Gewichtswert wird 2000 g ausgewählt.



* oder E2, DKD kalibriert

Kalibrier-|Justiergewichte müssen unverwechselbar als solche gekennzeichnet werden, ihre Handhabung (Beschaffung, Lagerung, Überprüfung, Transport) ist zu regeln und dokumentieren.

Dokumentation

In jedem QM-System ist die Dokumentation eine Verpflichtung. Die Anforderungen des Dokumentationsumfangs der jeweiligen QMSysteme kann jedoch unterschiedlich sein. Bei der Erstellung der Dokumentation ist es hilfreich, sich anhand der 5W-Regel leiten zu lassen. Diese Regel besagt, dass die Dokumentation eine Antwort auf die folgenden Fragen zulässt:

„Wer hat Was, Wann, Womit und Warum gemacht?“

Diese Forderung kann im Prüfmittelbereich am besten durch Einführung und Pflege einer Standardarbeitsanweisung (SOP) und eines Waagen-Logbuchs abgedeckt werden. In der SOP werden alle betrieblichen Aspekte behandelt und im Waagen-Logbuch werden Wartung, Service und Reparaturmaßnahmen hinterlegt.

Ein praktisches Beispiel für eine SOP und ein Waagen-Logbuch befindet sich im Anhang dieses Handbuchs.

Im einzelnen besteht Aufzeichnungspflicht über:

- Beschreibung und Identifikation des Prüfmittels
- Kalibrier-|Justiermittel und Kalibrierergebnisse
- festgelegte Fehlergrenze
- Umgebungsbedingungen und entsprechende Korrekturen
- Instandhaltungsmaßnahmen
- Gerätemodifikationen
- Identifikation des verantwortlichen Personenkreises
- Einschränkungen der Verwendbarkeit des Prüfmittels,

die im folgenden näher erläutert werden.

Zur Beschreibung und Identifikation des Prüfmittels gehören allgemeine Angaben zur Bauart (z.B. Analysenwaage mit motorischem Windschutz), die wichtigsten technischen Daten laut Herstellerangabe, Typenschildbezeichnung und Seriennummer bzw. Inventarisierungsnummer am Verwendungsort.

Kalibrier-|Justiermittel und Kalibrierergebnisse sind maßgebliche Faktoren zur Aufrechterhaltung der angestrebten Messgenauigkeit. Entsprechend dem Auflösungsvermögen der Waage und den konstruktiv vorhandenen Geräteausstattungen sind Festlegungen über den Nennwert, die Fehlergrenzen und den praktischen Gebrauch der Gewichte bzw. Gewichtssätze zu treffen. Die verwendeten Gewichte bzw. Gewichtssätze sind ebenfalls Prüfmittel und entsprechend zu kennzeichnen und zu identifizieren. Ebenfalls ist festzulegen, in welchen zeitlichen Abständen eine Nachkalibrierung der Gewichte zu erfolgen hat. Es sind außerdem Eingreifgrenzen bei hohen Abweichungen der Kalibrierergebnisse zu definieren und eine entsprechende Meldepflicht einzuführen.

Bei **festgelegten Fehlergrenzen** müssen Angaben zur Gesamtmessunsicherheit, die im Rahmen der oben beschriebenen Prüfmittelauswahl bestimmt wurde, auffindbar sein. Anhand dieser Angabe ist es dem Verwender möglich, die Eignung der Waage für die in der Verfahrensbeschreibung (z.B. der Analyse) angegebenen Toleranz zu prüfen.

Umgebungsbedingungen und entsprechende Korrekturen

Die das Gerät charakterisierenden technischen Daten werden vom Hersteller unter wohl definierten Standardbedingungen ermittelt. In der Praxis sind jedoch häufig bestimmte, in der Regel ungünstige Verhältnisse nicht vermeidbar. Dies kann z.B. die Aufstellung der Waage in einem Laborabzug betreffen. Moderne Waagen bieten dann die Option, durch Variation eines Parametersatzes im Waagenbetriebsprogramm, das Gerät soweit an den Aufstellort zu adaptieren, dass ein praktischer Einsatz möglich wird. Dies geht allerdings fast immer mit einer Einschränkung der Genauigkeit einher.

Beispiel:

Durch Vergrößerung des Parameters „Stillstandsbreite“ liefert eine Waage auch dann verwendbare Ergebnisse, wenn sie einem Störfeld erheblicher Amplitude ausgesetzt ist. Dies wird allerdings durch eine Reduzierung der erreichbaren Reproduzierbarkeit erkauft. In solch einem Fall ist sowohl die Veränderung der Betriebsprogrammeinstellung als auch der Einfluss auf die Messunsicherheit zu dokumentieren.

Instandhaltungsmaßnahmen

Unter dieser Rubrik sind Festlegungen darüber zu treffen,

- wann das Gerät zu reinigen ist,
- wer in welchen zeitlichen Abständen Wartungsarbeiten durchführt,
- wie im Reparaturfall zu verfahren ist.

Die Ergebnisse regelmäßig durchgeführter Wartungen können auch in sinnvoller Weise zur Analyse des Trends bestimmter Abweichungen herangezogen werden, da auf diese Weise eine angemessene Festlegung des Bestätigungsintervalls unterstützt wird.

Gerätemodifikationen

Eine ganze Reihe wägetechnischer Anwendungen machen es erforderlich, die Waage abweichend von ihrer Standardausführung in modifizierter Form einzusetzen. Zum Beispiel bei Nutzung einer Unterflurwägeeinrichtung bei Untersuchungen, in denen entweder die Größe des Wägeguts oder die speziellen Umgebungsbedingungen (Magnetfelder, Temperatur, Feuchte, etc.) die Vorgehensweise bestimmen. Führende Hersteller sind heute in der Lage, ihren Kunden anwendungsspezifische Lösungen hinsichtlich der digitalen Filter oder anderer Wägeparameter anzubieten. Häufig werden auch veränderte Waagschalengrößen und Waagschalengeometrien oder Analysenwaagen mit speziellen Windschutzkonstruktionen eingesetzt. Eine der Haupteinsatzgebiete dafür sind dynamische Wägevorgänge. Es versteht sich fast von selbst, dass eine Waage der eben beschriebenen Art abweichende technische Daten gegenüber dem Seriengerät aufweist. Diese Abweichungen sind bei der Qualifikation des Prüfmittels zu bestimmen und in der SOP zu dokumentieren.

Identifikation des verantwortlichen Personenkreises

In der Praxis obliegt die Verantwortung für den verwendungsgerechten Einsatz der Waage dem Prüfmittelverantwortlichen, der durch den Leiter der Einrichtung bestimmt wird.

Einschränkung in der Verwendbarkeit des Prüfmittels

Wird im Rahmen einer Bestätigung oder Kalibrierung festgestellt, dass die festgelegte Fehlergrenze vom Prüfmittel nicht mehr eingehalten wird, so darf das Gerät für den vorgesehenen Zweck nicht mehr eingesetzt werden.

Es ist aber selbstverständlich möglich, die Waage in Bereiche geringerer Genauigkeitsanforderungen zu verlegen. Der eingeschränkte Verwendungsbereich ist dann deutlich am Gerät und in der SOP zu vermerken.

Festlegung der Bestätigungsintervalle

Unter dem Begriff „Bestätigung“ werden alle Tätigkeiten zusammengefasst, die geeignet sind, die Einhaltung der einmal festgelegten Eigenschaften des Prüfmittels sicherzustellen. Das Bestätigungsintervall ist damit sinngemäß der zeitliche Abstand oder die Anzahl der mit dem Prüfmittel durchgeführten Messungen zwischen zwei aufeinander folgenden Überprüfungen. Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ist es in dieser Weise zu optimieren, dass die Überprüfung vor dem Überschreiten der Fehlergrenze durchgeführt wird. Dies steht auch in einem engen Zusammenhang mit der Einhaltung der eingangs formulierten Regel, nach der die Messunsicherheit des Prüfmittels um ein Mehrfaches geringer als die Anforderung an die Messaufgabe sein sollte.

Bei erstmaliger Festlegung des Bestätigungsintervalls sind folgende Aspekte zu berücksichtigen:

- Ausmaß eventueller Folgeschäden bei einem fehlerhaften Prüfmittel
- Empfehlung des Herstellers
- Verschleiß- und Driftneigung
- Umgebungseinflüsse
- Forderung von Kunden, Normen oder Gesetzen
- Erfahrung mit ähnlichen Prüfmitteln

Folgende Fragestellungen sind bei **eventuellen Folgeschäden bei einem fehlerhaften Prüfmittel** zu berücksichtigen:

1. In welchem Ausmaß sind die mit einem fehlerhaften Prüfmittel erhobenen Daten zu verwerfen?
2. Welcher Mehraufwand ist bei Überdosierung teurer Substanzen in Rechnung zu stellen?
3. Können Ansprüche des Abnehmers im Sinne der Produkthaftung geltend gemacht werden?

Zusammenfassung

Empfehlung des Herstellers

Die Hersteller von Laborwaagen, die auch Service- und Wartungsleistungen anbieten, verfügen über ein umfassendes Datenmaterial hinsichtlich aller wichtigen Merkmale der Waagen, insbesondere in Abhängigkeit von den unterschiedlichen Einsatzgebieten und Anwendungsbereichen.

Verschleiß- und Driftneigung von modernen Laborwaagen sind aufgrund der konstruktiven Merkmale bei ordnungsgemäßem Gebrauch zu vernachlässigen. Driftphänomene können in Einzelfällen und nach langem Gebrauch im Bereich der Elektronik beobachtet werden.

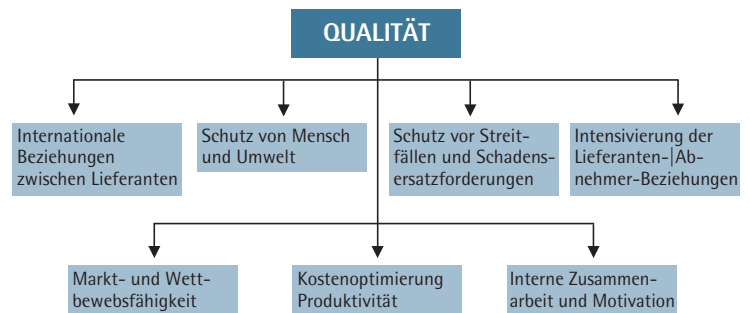
Die **Umgebungseinflüsse** im Verwendungsbereich von Waagen werden in definierte Bereiche spezifiziert. Entsprechend definierte Bereiche sind beispielsweise Feuchteklassen. Ist ein Gerät überwiegend oder andauernd Werten im Grenzbereich dieser Klassen ausgesetzt, sind Auswirkungen auf die Spezifikationen wahrscheinlich und entsprechend zu beachten.

Forderung von Kunden, Normen oder Gesetzen

In sensiblen Verwendungsbereichen mit sehr hohen Sicherheitsstandards, wie zum Beispiel in der Flugzeugindustrie, Medizintechnik, Pharmaproduktion, u.ä., werden von Abnehmern Anforderungen an das QMSystem des Lieferanten gestellt, die über jene der normativ formulierten weit hinausgehen können.

Erfahrung mit ähnlichen Prüfmitteln

Eine allgemein gültige Empfehlung zur Festlegung des Bestätigungsintervalls kann wegen der Vielzahl der zu beobachtenden Faktoren nicht gegeben werden. Es ist eher sinnvoll, der technischen „Intuition“ folgend und unter Berücksichtigung der relevanten Faktoren ein geeignet erscheinendes Intervall festzulegen. Aus der statistischen Auswertung der laufenden Überwachung wird dann das anfänglich gewählte Intervall regelmäßig überprüft und optimiert. Ein Beispiel ist die schrittweise Anpassung, die bei Überschreitung der Fehlergrenze eine Halbierung, bei guter Erfüllung der Anforderung eine Verdopplung des Überprüfungsintervalls vorsieht. Unter dem Gesichtspunkt der Wirtschaftlichkeit und der Rückverfolgbarkeit der Prüfergebnisse kann eine Kombination aus umfassenden Überwachungen im längeren Intervall und zusätzlich kurzfristigen Prüfungen bzw. Kalibrierung mit geeigneten Gebrauchsnormen sinnvoll sein.



Die Prüfmittelüberwachung ist Teil eines funktionierenden Qualitätsmanagements. Sie ist Voraussetzung zur objektiven Darlegung der Leistungsfähigkeit eines Labors, aber auch zur Einführung und Aufrechterhaltung beherrschbarer Prozesse.

Ausgangspunkt ist die Auswahl eines geeigneten Prüfmittels auf der Basis der zu prüfenden Toleranz, die z.B. in der Methoden-SOP eines Labors niedergelegt sind. Geeignet in diesem Sinne ist ein Prüfmittel, dessen Gesamtmessunsicherheit unter Berücksichtigung seiner technischen Daten und aller, beim Einsatz zum Tragen kommenden Einflussfaktoren deutlich geringer als der zu prüfende Messgegenstand ist.

Es ist durch geeignete und schriftlich festgelegte Verfahrensweisen sicherzustellen, dass die Messanforderungen ständig eingehalten werden. Alle in diesem Zusammenhang stehenden Daten sind zu dokumentieren.

Fehlerbetrachtung

Die Abweichung des angezeigten Werts vom wahren Wert bezeichnet man in der Umgangssprache als "Messfehler"; der genormte Begriff ist "Messabweichung". Wir benutzen im folgenden die einfachere Formulierung "Abweichung". Man differenziert zwischen der systematischen Abweichung und der zufälligen Abweichung.

Systematische Abweichungen

Die Ursache der Abweichung ist bekannt, eventuell ist auch die Größe der Abweichung bekannt, zumindest eine obere Grenze der Abweichung.

Beispiele:

Ein Längenmaßstab hat nicht die exakte Länge, alle Messungen werden mit demselben Maßstab gemacht.

Eine in der Empfindlichkeit falsch justierte Waage.

Ein Messgerät ist für 20° C justiert, gemessen wird aber bei 25° C (dies ist z. B. bei Volumenmessgeräten wichtig).

Zufällige Abweichungen

Die Ursache der Abweichung ist unbekannt, oder sie wird durch wechselnde Störeinflüsse hervorgerufen.

Beispiele:

Reibung in einem Messgerät mit bewegten Teilen

Zufällige Schwankungen des Nullpunkts einer Waage

Statistischer Bedienerinfluss (z. B. Parallaxe bei der Ablesung eines Messinstrumentes mit Zeiger; Masseänderung des Wägeguts durch Anfassen mit der Hand)

Anmerkung:

Der Unterschied zwischen systematischen und zufälligen Abweichungen ist nicht fest. Viele zufällige Abweichungen können durch zusätzliche Messungen oder Informationen zu systematischen und damit zu korrigierbaren Abweichungen gemacht werden.

Für zufällige Abweichungen gibt es mathematische Regeln:

Regel 1:
Wird eine Messung mehrmals wiederholt und die Häufigkeit der jeweiligen Messergebnisse graphisch dargestellt, so erhält man bei genügend großer Anzahl der Messungen einen charakteristischen Kurvenverlauf, die sogenannte Gausskurve.

Als Maß für die Wiederholbarkeit wird dabei die Standardabweichung „s“ angegeben.

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

n = Anzahl der Messungen

x_i = Einzelmessergebnisse

\bar{x} = Mittelwert der Einzelmessergebnisse

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n x_i$$

Gauß'sche Normalverteilung:

\bar{x} = mittleres Gewicht; s = Standardabweichung

68,3% der Messwerte liegen innerhalb des Bereiches $\bar{x} \pm s$

95,5% der Messwerte liegen innerhalb des Bereiches $\bar{x} \pm 2s$

99,7% der Messwerte liegen innerhalb des Bereiches $\bar{x} \pm 3s$

Regel 2:
Fehlerfortpflanzungsgesetze für Summen und Differenzen:
Die Quadrate der Einzelwerte werden addiert.

$$F_{\text{Summe}} = \sqrt{(F_1)^2 + (F_2)^2}$$

F_1, F_2 = Einzelfehler

Beispiel:

Aus einer Bruttowägung m_B von 210,213 g

und einer Tarawägung m_T von 205,171 g

ergibt sich die gesuchte Nettomasse m_{Netto} zu 5,042 g

Der Einzelfehler für m_B und m_T beträgt jeweils 1 mg

Der Fehler von m_{Netto} ist dann:

$$F_{\text{Netto}} = \sqrt{(1 \text{ mg})^2 + (1 \text{ mg})^2} = 1,4 \text{ mg}$$

und der relative Fehler:

$$\frac{F_{\text{Netto}}}{m_{\text{Netto}}} = \frac{1,4 \text{ mg}}{5,042 \text{ g}} = 0,028\% = 2,8 \cdot 10^{-4}$$

Regel 3:
Fehlerfortpflanzungsgesetz für Produkte und Quotienten:
Die relativen Einzelfehler werden addiert.

$$\frac{F_{\text{Ergebnis}}}{\text{Ergebnis}} = \sqrt{\left(\frac{F_1}{\text{Wert}_1}\right)^2 + \left(\frac{F_2}{\text{Wert}_2}\right)^2}$$

Beispiel: Dichtebestimmung nach der Formel:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

m = Masse = 150,27 g \pm 0,01 g

V = Volumen = 173,4 cm³ \pm 0,1 cm³

ρ = Dichte

$$\rho = \frac{150,27 \text{ g}}{173,4 \text{ cm}^3} = 0,866609 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

$$\frac{F_\rho}{\rho} = \sqrt{\left(\frac{F_m}{m}\right)^2 + \left(\frac{F_V}{V}\right)^2}$$

$$\frac{F_\rho}{\rho} = \sqrt{\left(\frac{0,01 \text{ g}}{150,27}\right)^2 + \left(\frac{0,1 \text{ cm}^3}{173,4 \text{ cm}^3}\right)^2} = 5,80 \cdot 10^{-4}$$

$$F_\rho = \rho \cdot 5,8 \cdot 10^{-4} = 0,8666 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \cdot 5,8 \cdot 10^{-4} = 0,5 \cdot 10^{-3} \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

$$\text{Endergebnis: } \rho = (0,8666 \pm 0,0005) \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

Übergang von der Standardabweichung zur Messunsicherheit

Da innerhalb des Bereiches von $\pm s$ um den Mittelwert nur ca. 68 % der Messergebnisse liegen, benutzt man für praktische Zwecke zur Angabe der (maximalen) Messunsicherheit „u“ häufig den doppelten Wert $\pm 2 s$ (95%)

Wir benutzen $u = 2 s$

Beispiel zur Ermittlung der Messunsicherheit für Proben von ca. 10 g:

Es sollen kleine Mengen (ca. 10 g) auf einer GENIUS ME254S Semimikrowaage mit 0,1 m Auflösung eingewogen werden. Die Aufstellbedingungen sind gut (keine Schrägstellung, max. 5 °C Temperaturdifferenz, keine statische Aufladung der Behälter und Proben und keine elektromagnetischen Einflüsse vorhanden).

- Die Behälter sind klein und sollen nach Vorschrift mittig aufgesetzt werden, so dass der Ecklastfehler bei 10 g vernachlässigt werden kann.
- Die Reproduzierbarkeit|Standardabweichung ist:
 $\leq \pm 0,07 \text{ mg}$
- Die temperaturabhängige Empfindlichkeitsdrift ist gemäss Prospektangabe:
 $1 \text{ ppm/K} \Rightarrow \leq \pm 1 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$,
die Abweichung ist bei 10 g und $\Delta T = 5 \text{ }^\circ\text{C}$
also $\leq \pm 10 \text{ g} \cdot 1 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C} \cdot 5^\circ\text{C} =$
 $\leq \pm 0,05 \text{ mg}$
- Die max. Linearitätsabweichung ist gemäss Prospektangabe:
 $\leq \pm 0,15 \text{ mg}$
- Die Waage ist mit einem Normalgewicht von 200 g der Klasse E2 (maximaler Fehler 0,3 mg) justiert worden. Bezogen auf 10 g Last ist der Einfluss
 $\leq \pm 0,015 \text{ mg}$

Die Proben haben eine Dichte von 2 g/cm^3 , mit einer Unsicherheit von $\pm 20 \%$; die Luftauftriebsdifferenz zu den Normalgewichten, mit denen die Waage justiert wurde, ist damit 2,25 mg mit einer Unsicherheit von ebenfalls $\pm 20 \% \approx \pm 0,45 \text{ g}$

Die Unsicherheit aufgrund der Schwankungen der Luftdichte von $\pm 10 \%$ ist in diesem Fall deutlich kleiner als die Unsicherheit aufgrund der Dichteschwankungen.

Übergang von der Standardabweichung zur Messunsicherheit

Bis auf die Reproduzierbarkeit und die Standardabweichung sind alle Werte Maximalwerte. Geht man auch bei der Reproduzierbarkeit auf den Maximalwert über und setzt dafür $u = 2 s$ an, so ergibt sich im Fall, dass eine Luftauftriebskorrektur vorgenommen wird, eine Messunsicherheit:

$$u = \sqrt{(2 \cdot 0,07 \text{ mg})^2 + (0,05 \text{ mg})^2 + (0,15 \text{ mg})^2 + (0,015 \text{ mg})^2 + (0,45 \text{ mg})^2}$$

$$u = 0,50 \text{ g}$$

Wird jedoch keine Luftauftriebskorrektur durchgeführt, so addiert sich zur Messunsicherheit „u“ ein systematischer Fehler von 2,25 mg, die Gesamtabweichung kann also 2,75 mg betragen.

Eine genaue Bestimmung der Messunsicherheit einer Waage über den gesamten Wägebereich kann z. B. durch eine DKD-Kalibrierung erfolgen.

Sachverzeichnis

Auswahl eines angemessenen Prüfmittels	6	Nivellierung	10
		Nullpunktdrift	9
Bediener	10	OIML-Empfehlung R111	18
Beschreibung des Prüfmittels	19	OO Operation Qualification	6
Bestätigungsintervalle	20	PQ Performance Qualification	6
Bestimmung der Messunsicherheit	7	Prüfgegenstand	13
		Prüfverfahren	6
Dokumentation	19	Qualität	4
DQ Design Qualification	6	Qualitätsmanagement-Systeme	5
Driftneigung	21	Reproduzierbarkeit	7
Ecklastfehler	9	Rückführbarkeit der Messung	15
Einflussgrößen	9	Standardabweichung	7
Elektrostatische Aufladung	13	Störgrößen	12
Empfehlung des Herstellers	21	Struktur der Massennormale	17
Empfindlichkeit	9	Systematische Abweichungen	22
Empfindlichkeitsfehler	9	Temperatur	14
EN 45000 ff	5	Temperaturkoeffizient	9
Erfahrungen mit Prüfmitteln	21	Übergang von der Standard-	
Ermittlung der Messunsicherheit	24	abweichung zur Messunsicherheit	24
Externe Kalibrierung Justierung	15	Umgebungsbedingungen	19
		Umgebungseinflüsse	21
Fallbeschleunigung	10	Universelle QM-Systeme	5
Fehlerbetrachtung	22	Verantwortlicher Personenkreis	20
Festgelegte Fehlergrenzen	19	Verschleißneigung	21
Folgeschäden bei fehlerhaften Prüfmitteln	20	Verwendbarkeit des Prüfmittels	20
Forderungen von Kunden	21	Wägebereich	7
		Zufällige Abweichungen	22
Geräte Qualifizierung	6		
Gerätemodifikationen	20		
Gesetzlich geregelte QM-Systeme	5		
GLP Good Laboratory Practice	5		
GMP Good Manufacturing Practice	5		
Hygroskopische Proben	14		
Instandhaltungsmassnahmen	20		
Interne Kalibrierung Justierung	15		
IQ Installation Qualification	6		
ISO 9000 ff	5		
Justieren	15		
Kalibrieren	15		
Kalibrierergebnisse	19		
Linearitätsfehler	8		
Luftauftrieb	11		
Luftdruck	11		
Luftfeuchte	11		
Magnetisierbares Wägegut	13		
Masse und Gewichte	17		
Mechanische Störung	11		
Messort	10		

Referenzen

- Crist, G.A., Harston, S.J.; Hembeck, H.-W., Opfer, K.-H., "GLP-Handbuch für Praktiker", (1998)
- Deutsches Institut für Normung e.V., „Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen“, (1995)
- Deutsches Institut für Qualität e.V., „Prüfmittelmanagement“, (1998)
- DIN ISO 10012, „Forderung an die Qualitätssicherung für Messmittel, Messunsicherheit und Fähigkeit, Qualität und Zuverlässigkeit“, (1996)
- Verein deutscher Ingenieure, „Prüfmittelmanagement und Prüfmittelüberwachung“, (1998)
- Weyhe, S., „Wägetechnik im Labor“, Verlag Moderne Industrie, (1997)

Sartorius AG
Weender Landstraße 94–108
37075 Göttingen

Telefon 0551.308.0
Fax 0551.308.3289

www.sartorius-mechatronics.com