

März 2021

Keywords:

Zwischenprüfung, Referenzgewicht, Rekalisierung, Toleranz-Unsicherheits-Verhältnis (TUR), konventioneller Wägewert, OIML R-111 | ASTM E617

Umgang mit Prüfgewichten

Sinnvolle Auswahl und korrekte Handhabung von Gewichten

Dr. Ellen Hage, Axel Taube, Dr. Julian Haller, Niclas Ludolph

Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG, Otto-Brenner-Straße 20, 37079 Goettingen

Correspondence

E-mail: metrology@sartorius.com

Abstract

Korrekte Wägewerte sind sowohl für Wägeprozesse in Produktion und Fertigung als auch für die (Qualitäts-)Analyse von großer Wichtigkeit. Wie kann sich der Benutzer einer Waage aber sicher sein, dass die auf dem Display angezeigte Last auch der Masse der abzuwiegenden Substanz entspricht?

In diesem White Paper werden Überwachungs- und Überprüfungsmöglichkeiten einer Waage mit Prüfgewichten durch den Anwender beschrieben. Es werden Empfehlungen gegeben, mit welchen Gewichten eine Waage wie geprüft werden kann und praktische Beispiele genannt. Außerdem werden die Wichtigkeit des richtigen Umgangs mit Gewichten beschrieben und praktische Tipps für die Umsetzung gegeben.

Durch die hier dargestellten Maßnahmen lassen sich das Risiko eines fehlerhaften Wägeprozesses reduzieren und die Rekalisierungintervalle optimieren.

Find out more: www.sartorius.com

Einleitung

Für eine erfolgreiche Qualitätssicherung müssen Prüfmittel innerhalb der vorgegebenen Toleranzbereiche arbeiten. Dazu ist es notwendig, Prüfmittel (also sowohl Waagen als auch Gewichte) in geeigneten Zeitabständen zu überprüfen. Aber wie können nichtselbsttätige Laborwaagen überprüft werden? Mit welchen Gewichten kann der Anwender selbstständig Zwischenprüfungen durchführen und wie könnten diese ablaufen?

Gibt es Regeln, welche Prüfgewichte benutzt werden müssen und welche Voraussetzungen für solche Gewichte gelten?

Sobald für spezielle Anwendungen regulatorische Anweisungen zu Überprüfungen von Prüfmitteln vorliegen, ist denen natürlich Folge zu leisten. Weil es für den Großteil von Anwendungsfällen von Laborwaagen bei dieser Thematik aber keine regulatorischen Anweisungen gibt, denen Verwender einer Waage einfach folgen könnten, werden die verschiedenen Aspekte beleuchtet und erklärt. Welches Verfahren bei welcher Anwendung am Ende zum Tragen kommt, muss im Einzelfall entschieden werden. Auch dazu soll dieses White Paper Hilfestellung geben.

Handhabung von Gewichten

Wie muss mit Prüfgewichten umgegangen werden?

Mit Prüfgewichten kann nur so gut, d.h. genau überprüft werden, wie die Gewichte selbst sind. Das bedeutet, dass Anwender darauf achten sollten, dass die Masse ihres Prüfgewichts möglichst genau bekannt ist und sich möglichst wenig ändert.

Dazu sollten Prüfgewichte immer besonders schonend behandelt werden. Sie sollten jederzeit vor Umwelteinflüssen geschützt gelagert und bei der Benutzung ausschließlich auf sauberen Unterlagen abgestellt werden. Jeder Kratzer an der Oberfläche stellt ein Risiko für Ablagerungen und Verschmutzungen dar oder könnte auf Materialabrieb hinweisen.

Gerade bei höherklassigen Gewichten ist darauf zu achten, dass die Gewichte nur mit sauberen, fusselfreien Handschuhen oder Pinzetten | Greifern benutzt werden, denn selbst Fingerabdrücke können durchaus ca. 200 µg wiegen (2 d auf einer vierstelligen Waage) – ganz davon abgesehen, dass der Abdruck die Oberfläche angreift und das Gewichtsstück damit anfälliger für Umwelteinflüsse macht.

Weitere Empfehlungen und Hinweise zum Umgang, zur Aufbewahrung und zur Reinigung finden Sie auch in der Sartorius-Broschüre zu Gewichten (1).

Selbst bei sorgsamer und seltener Benutzung sollte jedes Prüfgewicht regelmäßig durch einen darauf spezialisierten Anbieter rekaliert werden, damit der konventionelle Wägewert dem Anwender wieder aktualisiert vorliegt und | oder der Nennwert des Gewichtes im Rahmen der Toleranzen bestätigt wird. Die Rekaliierungszyklen sollten sich dabei an der Kritikalität der Wägeanwendung orientieren.

Wie genau ist die Masse eines Prüfgewichts bekannt?

Generell ist zu unterscheiden, ob man den Nennwert des Gewichtes (z.B. 200 g) betrachtet oder den konventionellen Wägewert (z.B. $200\text{ g} + 0,05\text{ mg} = 200,000\,05\text{ g}$), der durch eine Kalibrierung bestimmt wird und entsprechend auf Kalibrierscheinen für Gewichte angegeben wird. Dieser Wert entspricht, umgerechnet auf 20 °C und eine Referenzluftdichte von $1,2\text{ g/cm}^3$, der Masse des Gewichtsstücks und kann als Erwartungswert oder wahrer Wert angenommen werden.

Allerdings ist die Masse (und damit auch die Gewichtskraft auf die Waage) eines Gewichtsstücks nicht konstant. Mit der Zeit wird sich dieser Wert durch die Verwendung ändern (Abnutzung, Ablagerungen, ...). Damit diese Änderung möglichst gering ausfällt, ist eine umsichtige Handhabung wichtig (siehe vorheriger Abschnitt).

Außerdem ändert sich die Gewichtskraft, die ein Gewichtsstück auf eine Waage ausübt mit den Umgebungsbedingungen. So können Temperaturunterschiede zwischen Gewicht und Anwendungsort (Gewicht lagerte im Büro, geprüft wird im Kühlraum) für Auftriebs- oder Konvektionseffekte sorgen und so die Gewichtskraft auf die Waagschale ändern, obwohl die Masse des Gewichts konstant ist. Auch Luftdruckunterschiede (unterschiedlicher Luftdruck zwischen Kalibrier- und Prüfzeitpunkt) führen zu unterschiedlichen Gewichtskräften und damit zu unterschiedlichen Anzeigewerten beim Prüfen auf einer Waage. Da diese Effekte oftmals schwer zu quantifizieren sind, sollten sie weitestgehend eliminiert werden, indem Gewichte idealerweise im selben Raum (also unter selben klimatischen Bedingungen) wie die zu prüfende(n) Waage(n) aufbewahrt werden und dort konstante klimatische Bedingungen sichergestellt werden.

Wird der Nennwert eines Gewichtes betrachtet | benutzt, so ist zu beachten, dass der wahre Wert innerhalb der für diese Klasse (siehe unten) nach OIML R 111-1: 2004 gültigen maximal zulässigen Fehler (maximum permissible errors, mpe) vom Nennwert abweichen darf. Für ein Gewicht der Klasse E₂ mit einem Nennwert von 200 g sind das zum Beispiel $\pm 0,3\text{ mg}$ (siehe Anhang) – der wahre Wert des Gewichtes darf also zwischen 199,999 7 g und 200,000 3 g liegen (siehe Abb. 1).

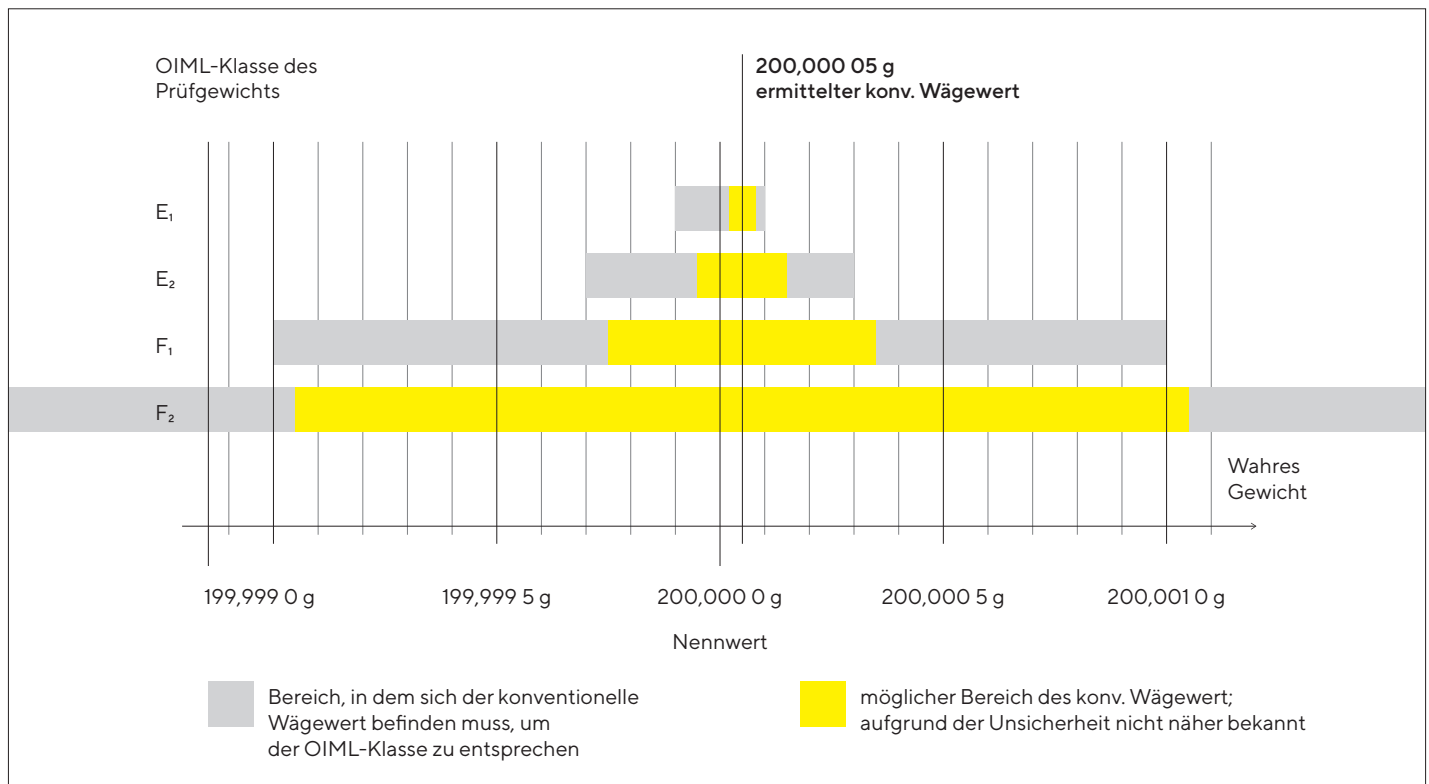


Abbildung 1: Die Genauigkeit der Gewichtsbestimmung anhand eines Beispiel-Prüfgewichtes mit einem Nennwert von 200 g für verschiedene OIML-Klassen.

Liegt hingegen ein Kalibrierschein für das Gewicht vor, so kann der dort angegebene konventionelle Gewichtswert (Erwartungswert) benutzt werden – auch dieser ist allerdings mit einer Unsicherheit behaftet. Diese wird als erweiterte Unsicherheit U angegeben und zeigt den Bereich an, innerhalb dessen sich (mit einer Wahrscheinlichkeit von gut 95 %) der wahre Wert befindet. Im Beispiel des E₂-Gewichtes in Abb. 1 ist $U = 0,1 \text{ mg}$, der wahre Wert liegt also im Bereich zwischen $200,000 05 \text{ g} - 0,1 \text{ mg} = 199,999 95 \text{ g}$ und $200,000 05 \text{ g} + 0,1 \text{ mg} = 200,000 15 \text{ g}$.

Dass der wahre Wert eines Gewichtes nur mit einer gewissen Unsicherheit bekannt ist und sich mit der Zeit und | oder abhängig von den Umgebungsbedingungen verändern kann, ist bei der Wahl von Toleranzen für die Prüfung von Waagen unbedingt zu berücksichtigen – siehe auch unser gesondertes White Paper hierzu (2).

Wie kann sichergestellt werden, dass Prüfgewichte noch „richtig“ sind?

Bei zweifelhaften Ergebnissen einer Zwischenprüfung mit einem Prüfgewicht kann die Ursache sowohl am nicht optimal funktionierenden Messmittel (z.B. dejustierte Waage) als auch am nicht optimalen Prüfmittel (z.B. heruntergefallenes Prüfgewicht) liegen.

Um das herauszufinden, sollte die Messung wiederholt und dabei sichergestellt werden, dass die äußeren Bedingungen (Waage steht sicher und ist nivelliert, Umwelteinflüsse wie

Temperatur, Vibration, Wärmeeinstrahlung etc. sind nicht ungewöhnlich, keine Verschmutzung vorhanden usw.) dem Normalzustand entsprechen.

Wiederholt sich das fragwürdige Ergebnis trotz normaler Bedingungen, könnte es daran liegen, dass das Prüfgewicht nicht mehr den Kalibrierdaten entspricht. Um das zu bestätigen, könnte die Messung mit einem alternativen Referenzgewicht durchgeführt werden und dann ein drittes Mal mit der Kombination aus fragwürdigem und alternativem Prüfgewicht.

Nach diesen Untersuchungen kann entschieden werden, ob entweder das Messmittel (die Waage) oder aber das Prüfmittel (das ursprüngliche Prüfgewicht) einen Defekt hat.

Bei begründeten Zweifeln an der Richtigkeit des Prüfmittels kann durch eine Überprüfung dieses Gewichtes gegen andere Referenzgewichte sogar eine quantitative Aussage über die Abweichung ermittelt werden. Dazu werden allerdings weitere Gewichte benötigt, deren Kalibrierdaten bekannt sind und deren Massen zusammen möglichst nah an der Masse des fragwürdigen Gewichtsstückes liegen. Durch eine sogenannte ABBA-Messung, die auch zur Kalibrierung durch spezialisierte Kalibrierlabore genutzt wird, kann der Gewichtswert des fragwürdigen Gewichtes (B) mit denen eines Referenzgewichtes (A) verglichen werden. Dieser Vorgang wird in der internationalen Empfehlung OIML R 111-1 beschrieben. Hier kurz eine grobe

Beschreibung: Die Waage zum Überprüfen bzw. zum Vergleichen der beiden Gewichte A und B (wobei es sich bei dem Referenzgewicht A auch um mehrere Einzelgewichte handeln kann) sollte eine möglichst gute Auflösung (d.h. kleinen Teilungswert d) haben. Zuerst wird Gewicht A aufgestellt und gewogen, dann Gewicht B, dann wiederholt Gewicht B und abschließend noch einmal Gewicht A. Dabei sollte die Waage zwischen den Einzelmessungen immer wieder auf Null gestellt und alle vier Anzeigewerte notiert werden. Der Mittelwert der beiden Differenzen $|A_1 - B_1|$ und $|B_2 - A_2|$ gibt die gemessene Abweichung der Massen an. Je sicherer die Masse von A bekannt ist, desto genauer kann auch die Masse von B durch diese Methode bestimmt und mögliche Veränderungen detektiert werden.

Auswahl der Prüfgewichte

Mit welchen Gewichten kann ich meine Waage überprüfen?

In diesem Zusammenhang fällt häufig der Begriff des „geeichten Gewichts“. Dazu vorweg ein paar Anmerkungen: Genau wie viele andere Messmittel, können auch Gewichte geeicht werden. Die Eichung ist eine hoheitliche Bestätigung, dass dieses Prüfmittel seine zugrundeliegenden Bestimmungen einhält und von der zur Eichung autorisierten Stelle für die Verwendung freigegeben ist. Bis vor einigen Jahren war eine Eichung weithin auch als Rückführbarkeitsnachweis anerkannt und solch geeichte Prüfmittel wurden zum Messen | Kalibrieren | Überprüfen gerne benutzt. Mittlerweile fordert die ILAC (internationale Organisation der Akkreditierungsstellen) aber, dass jedes Prüfmittel eine gültige Kalibrierung als Nachweis für die Rückführbarkeit auf ein nationales Normal hat (3). Die Kalibrierung hat den Vorteil gegenüber der Eichung, dass sie nicht nur eine pauschale Positivaussage gibt, sondern dass sie den

Ist-Zustand des Prüfmittels inklusive der Messbedingungen und Unsicherheit angibt und daher weit mehr Informationen für den Anwender bereitstellt.

In der international anerkannten Empfehlung OIML R 111 (4) werden Gewichte in unterschiedliche Klassen eingeteilt. Je höher die Klasse, desto besser und enger sind die Eigenschaften und Toleranzen. Die höchste Klasse sind Gewichte der Klasse E_1 . Für sie gelten die kleinsten Toleranzen was Oberflächenrauigkeit, Dichte, Magnetisierbarkeit und auch Abweichung des konventionellen Gewichtswerts vom Nennwert angeht. Die Bestimmung des Gewichtswerts eines Gewichtsstückes dieser Klasse ist am genauesten, d.h. sein wahrer Wert ist genauer bestimmt als der eines Gewichtsstückes einer niedrigeren Klasse (geringere Messunsicherheit). Weitere Klassen nach dieser Richtlinie sind (in absteigender Reihenfolge) E_2 , F_1 , F_2 , M_1 , M_{1-2} , M_2 , M_{2-3} , M_3 . Siehe dazu auch die Tabelle im Anhang. Analog dazu definiert auch der Standard ASTM E617 (5) Gewichtsklassen (000 bis 7) mit unterschiedlich hohen Anforderungen an Genauigkeit, Dichte, Oberflächenbeschaffenheit etc. Dabei entsprechen z.B. die Gewichtstoleranzen der Gewichte der ASTM-Klasse 00 denen der OIML-Klasse E_1 .

Zum Bewerten der Richtigkeit der Anzeige einer Waage mit einem Referenzgewicht, muss die Masse dieses Referenzgewichtes möglichst genau bekannt sein; aber was heißt das konkret? Um eine Prüfung bewerten zu können, muss der Toleranzbereich festgelegt sein, innerhalb dessen die Abweichung tolerierbar ist. Für eine aussagekräftige Bewertung muss dementsprechend die Unsicherheit des Referenzgewichtes deutlich kleiner sein als die der tolerierbaren Abweichung der Waage. Standardmäßig wird hierfür ein Verhältnis von 5:1 vorausgesetzt, ein Verhältnis von 3:1 sollte aber niemals unterschritten werden, damit die Bewertung noch sinnvoll bleibt und mit großer Wahrscheinlichkeit auch die Realität widerspiegelt (siehe dazu Abbildung 2).

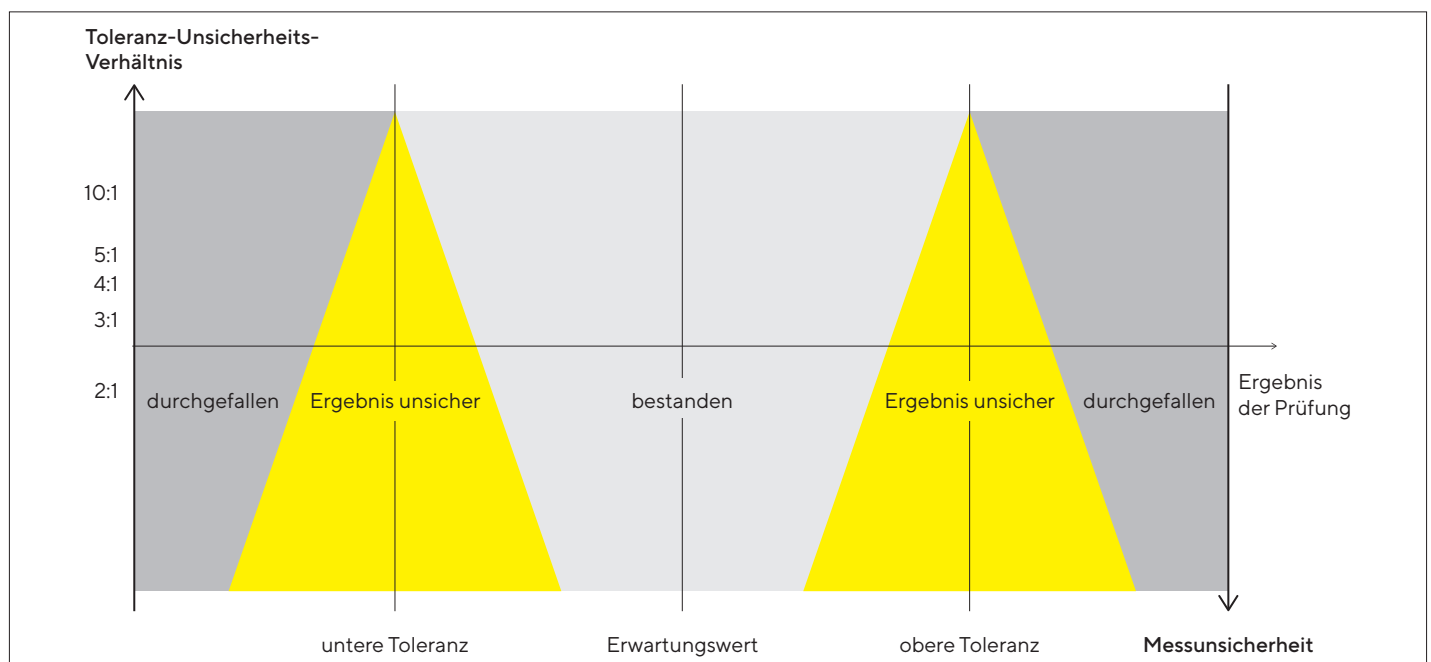


Abbildung 2: Darstellung des Toleranzbereiches mit Beachtung der (unterschiedlich großen) Messunsicherheit.

Dieses sogenannte Toleranz-Unsicherheits-Verhältnis wird international auch mit TUR (Tolerance-Uncertainty-Ratio) abgekürzt. Für das oben erwähnte Beispiel-Gewicht von 200 g der Klasse E₂ sollte entsprechend eine mit diesem Gewicht zu überprüfende Toleranz nicht kleiner als 0,9 mg (für TUR = 3 = 0,9 mg : 0,3 mg) bzw. besser 1,5 mg (für TUR = 5 = 1,5 mg : 0,3 mg) sein, wenn der Nennwert des Gewichtes benutzt wird (wahrer Wert: 200 g ± 0,3 mg), oder nicht kleiner als 0,3 mg (besser 0,5 mg) sein, wenn der konventionelle Wägewert des Gewichtes benutzt wird (wahrer Wert: 200,000 05 g ± 0,1 mg).

In der Praxis sollte es natürlich genau anders herum geschehen, d.h. Anwender sollten zunächst die Toleranzen festlegen, mit denen das Prüfmittel (die Waage) bewertet werden soll und daraus ableiten, wie genau das Referenzgewicht zum Überprüfen bekannt sein muss. Somit bestimmt also die Genauigkeitsanforderung an die Waage die Genauigkeitsanforderung, d.h. die Klasse, des Gewichtes, welches zum Prüfen benutzt werden kann.

Wie viele Gewichte werden benötigt, um die Richtigkeit einer Waagenanzeige zu überprüfen?

Diese Antwort kann nicht pauschal gegeben und muss je nach vorhandenen Gegebenheiten bewertet werden. Natürlich kann eine Überprüfung an nur einem Punkt des Lastbereiches streng genommen nur genau über diese Last eine Aussage treffen. Je weiter ein Messpunkt sich von dieser Last entfernt, desto weniger sicher ist die Aussage über die Richtigkeit an der neuen Stelle. Moderne Laborwaagen weisen allerdings eine sehr gute Linearität über den gesamten Wägebereich auf, so dass bei kleiner Abweichung an einem Punkt auch von kleinen Abweichungen an allen anderen Punkten des Wägebereiches ausgegangen werden kann.

Und weil die Linearität einer Waage eine sehr stabile Größe ist, die sich kaum mit der Zeit oder durch die Umgebungsbedingungen ändert, reicht es im Allgemeinen aus, die Richtigkeit mit nur einer Last zu überprüfen. Dabei sollte diese Last so gewählt werden, dass sie entweder dem Lastbereich entspricht, bei dem die Waage am häufigsten benutzt wird bzw. die kritischsten Wägungen durchgeführt werden oder aber ein Wert in der Nähe der Max-Last, weil dort, absolut gesehen, mögliche Abweichungen am größten sind. Dieses Prinzip (Überprüfung an nur einem Messpunkt) findet auch z.B. bei der Beurteilung der Richtigkeit einer Waage gemäß der europäischen (Ph. Eur.) oder US-amerikanischen (USP) Pharmakopeia Anwendung (siehe dazu auch White Paper (6) oder (7)).

Bei sehr hohen Ansprüchen an die Richtigkeit und für sehr kritische Anwendungen kann eine Prüfung an mehreren Stellen erfolgen. Aufgrund des stabilen Linearitätsverhaltens ist es unter Berücksichtigung wirtschaftlicher Aspekte für solche Fälle auch ausreichend, nur ein genau bekanntes Referenzgewicht im kleineren Lastbereich der Waage (z.B. ¼ Max) zu besitzen. Mit diesem und z.B. zwei Tara-Ge-

wichten könnte schon an drei Stellen des Lastbereiches eine Prüfung der Richtigkeit stattfinden.

Siehe hierzu auch den weiter hinten folgenden Abschnitt zu den verschiedenen Prüfungsmöglichkeiten, insbesondere den Punkt zur Richtigkeitsprüfung.

Anwendung der Prüfgewichte

Was kann ich als Anwender selbst prüfen bzw. für welche Überprüfungen brauche ich einen spezialisierten Dienstleister?

Nicht für jede Überprüfung einer Waage muss ein externer Dienstleister herangezogen werden. Generell sollte jedoch der Ist-Zustand eines jeden Gerätes in regelmäßigen Abständen von darauf spezialisierten und im besten Fall sogar dafür akkreditierten Serviceunternehmen durch eine Kalibrierung festgestellt werden und bei Bedarf eine technische Wartung und Justage erfolgen. Die Intervalle solcher externen Überwachungen und auch die Vorteile von akkreditierten Serviceorganisationen sind in den White Papern (2) und (8) beschrieben.

Zusätzlich zu den Überwachungen durch unabhängige Dienstleister ist es aber wichtig, die Funktionalität jedes einzelnen Prüfmittels, also auch jeder Waage, als Anwender selbst regelmäßig zu überprüfen. Hier sollte eine Routine eingeführt und solche Zwischenprüfungen dokumentiert werden. Die Häufigkeit und der Prüfumfang solcher Zwischenprüfungen richten sich nach der Anwendung und eine risikobasierte Festlegung sollte individuell für jedes Gerät erfolgen.

Was gibt es bei Waagen zu beachten, die im gesetzlich geregelten Umfeld benutzt werden bzw. anderen Regularien unterliegen?

Neben den auf die Anwendung angepassten und durch den Verwender eines Prüfmittels festgelegten Überprüfungen kann es sein, dass äußere Vorgaben weitere Prüfungen erzwingen.

So gilt für viele Waagen eine gesetzlich geforderte Eichpflicht, d.h. eine Eichung muss auf jeden Fall in gesetzlich vorgegebenen Abständen durch eine dafür befugte Person erfolgen, unabhängig von eigenen Prüfvorgaben – selbst, wenn diese häufiger und mit kleineren Toleranzen arbeiten. Auch dürfen für solche Waagen keine Siegel durch den Anwender gebrochen werden, um z.B. nötige Justierarbeiten durchführen zu können.

Mit anderen Regularien und Prüfvorschriften verhält es sich zumeist ähnlich – wenn die Prüfungen allerdings durch den Anwender erfolgen dürfen, kann typischerweise eine vorgeschriebene Prüfung auch dann als bestanden gewertet werden, wenn eigene, schärfere Toleranzen angewandt werden.

Generell gilt, dass äußere (gesetzliche | regulatorische) Bestimmungen einzuhalten sind und dass eine Anpassung der internen Zwischenprüfungen daran erfolgen sollte.

Welche Prüfungsmöglichkeiten habe ich?

Im Folgenden werden drei ganz unterschiedliche Methoden der Zwischenprüfung beschrieben und wann welche Methode zum Einsatz kommen könnte.

1) Die einfachste Art einer Zwischenprüfung ist die **interne Justierung** der Waage. Fast alle modernen Laborwaagen sind mit einem internen Justiergewicht ausgestattet. Dieses Gewicht befindet sich innerhalb des Gehäuses; dessen Masse wurde im Produktionsprozess sehr genau bestimmt und in der Waagensoftware gespeichert. Durch entweder manuelles oder auch automatisches Auslösen der internen Kalibrier- und Justiervorrichtung (bei Sartorius Geräten mit isoCAL bezeichnet) wird dieses Gewicht mit dem Wägesystem ausgewogen. Eine Anpassung, d.h. Justage, der Waagenanzeige an den erwarteten Wert kann so durchgeführt werden.

Solch eine interne Justierung ist sehr einfach und schnell durchgeführt, erfordert keine zusätzlichen Prüfmittel und sorgt für eine gute Kompensation der sich verändernden Einflüsse auf die Waage. Sie sollte auf jeden Fall häufig durch den Anwender durchgeführt werden, spätestens jedoch nach Änderungen der Umgebungsbedingungen.

2) Eine weitere Art der Zwischenprüfung ist die Überprüfung der **Richtigkeit** der Anzeige, d.h. ob das Gerät die Masse der abzuwägenden Substanz richtig wiedergibt. Für solch eine Überprüfung wird ein Referenzgewicht benötigt, dessen Masse sehr genau bekannt ist. Eine solche Prüfung sieht wie folgt aus:

Wenn möglich, wird die Waage intern justiert und dann (noch im unbelasteten Zustand) mit der Nullstelltaste (bei manchen Modellen ist diese kombiniert mit der Tara-Taste) auf Null gestellt. Jetzt wird das Prüfgewicht (ein Gewichtsstück mit bekannter Masse, auch Referenzgewicht) auf die Waage gestellt und der Anzeigewert notiert. Dieser wird mit dem erwarteten Gewichtswert des Prüfgewichts verglichen. Liegt die Differenz zwischen Anzeigewert und Gewichtswert innerhalb des (durch den Anwender festgelegten) Toleranzbereiches, so gilt die Prüfung als bestanden und die Waage kann weiterhin benutzt werden.

Je nach Kritikalität der Wägeanwendung, kann solch eine Prüfung an einer Stelle des Wägebereichs, also mit einem Referenzgewicht, oder an mehreren Stellen des Wägebereichs (d.h. mit verschiedenen Referenzgewichten oder einem Referenzgewicht und mehreren Tara-Gewichten) durchgeführt werden. In der Regel reichen drei Prüfpunkte dank der guten Linearität moderner Waagen selbst bei sehr kritisch zu bewertenden Anwendungen völlig aus. Zur Fällung dieser Entscheidung bedarf es der Betrachtung verschiedener Aspekte. Natürlich erhöht sich die Aussage-

kraft einer Richtigkeitsmessung, wenn die Waage an möglichst vielen Punkten überprüft wird. Allerdings werden dann auch mehrere, sehr genau bekannte Referenzgewichte (oder zumindest Tara-Gewichte) benötigt. Eine Berücksichtigung des Lastbereichs für kritische Abwägungen sollte erfolgen.

Generell gilt, dass viele mögliche Fehler als etwa proportional zur Last angenommen werden können und daher bei höheren Lasten besser detektierbar werden. Für verschiedene Situationen werden beispielhaft am Ende dieser Information solche Überlegungen praktisch umgesetzt.

3) Bei Zweifeln an der Richtigkeit und | oder Reproduzierbarkeit von Wäageergebnissen hat der Anwender zusätzlich noch die Möglichkeit, durch eine Prüfung der **Wiederholbarkeit** sein Gerät zu überprüfen. Bei der Wiederholbarkeitsprüfung wird ein und dasselbe Referenzgewichtsstück wiederholt und in möglichst immer gleicher Art auf die Waage aufgelegt. Zwischen den einzelnen Belastungen sollte die Waage jedes Mal auf Null gestellt bzw. abgewartet werden, bis die Anzeige zur Null zurückkehrt. Ein richtig funktionierendes Gerät wird bei optimalen Umgebungsbedingungen bei jeder Last einen nahezu gleichen Wert anzeigen. Schwankt der Anzeigewert, ist das entweder ein Zeichen für ungünstige Aufstellbedingungen oder für eine Funktionsstörung, die nur durch eine Reparatur behoben werden kann. Ein Maß der Schwankungsbreite ist die Standardabweichung der Anzeigewerte.

Für diese zusätzliche Überprüfung muss der wahre Wert des Referenzgewichts nicht bekannt sein, weil lediglich die Differenzen zwischen den einzelnen Wiederholungen betrachtet werden. Allerdings sollte für die Vergleichbarkeit einer solchen Wiederholbarkeitsmessung darauf geachtet werden, immer das gleiche Gewichtsstück zu benutzen und auch die Anzahl der Wiederholungen gleich zu wählen. Für statistisch haltbare Aussagen sollte die Waage mindestens 10-mal belastet und der Wert der Standardabweichung bestimmt werden. Dieser sollte eine vorgegebene Toleranz nicht überschreiten.

Wie häufig sollte eine Waage überprüft werden?

Ein immer passendes Überprüfungsintervall gibt es nicht. Die Häufigkeit richtet sich immer nach der Anwendung und den individuellen Voraussetzungen. Wichtige Überlegungen und zugrundeliegende Entscheidungshilfen werden in dem White Paper „Prüfintervalle und Toleranzen“ (2) gegeben.

Die im vorigen Abschnitt beschriebenen Möglichkeiten zur eigenen Zwischenprüfung (interne Justierung, Richtigkeit und Wiederholbarkeit) werden aber, wie oben schon erwähnt, unterschiedlich angewendet:

- 1) Eine interne Justierung sollte die am häufigsten angewandte Form der Zwischenprüfung darstellen.
- 2) Eine Überprüfung der Richtigkeit sollte vor kritischen Wägungen oder in regelmäßigen Abständen erfolgen.

3) Das Ergebnis der Wiederholbarkeitsprüfung einer Waage ist maßgeblich für die Mindesteinwaage (siehe dazu auch White Paper (7)). Sie sollte insbesondere dann regelmäßig überprüft werden wenn kleine Mengen eingewogen werden. Weiterhin ist eine Überprüfung der Wiederholbarkeit bei möglichen Veränderungen der Umgebungsbedingungen und generellen Zweifeln an der Funktionsfähigkeit der Waage zu empfehlen.



Abbildung 3: Überprüfen der Richtigkeit einer Laborwaage mit externen Prüfgewichten.

Wie könnte eine Überprüfung durch den Anwender aussehen?

Hier ein paar Beispiele, mit welchen Gewichten bei welchen Anforderungen eine Überprüfung stattfinden könnte.

Beispiel 1: Präzisionswaage zur seltenen Stichprobe eines kritischen Prozesses, eichpflichtig.

Waage: Secura5102S-1CEU mit Max = 5100 g, $d = 0,01$ g, typische Einwaagen von 1 000 g.

- interne Justierung: vor jeder Benutzung (da nur selten benutzt)
- Überprüfen der Richtigkeit: monatlich; festgelegte Toleranz von 0,10 g bei einer Prüflast von 1 kg. Um eine Prüfung gegen diese Toleranz möglichst sicher beurteilen zu können, wird ein TUR von 5 gewählt. Dafür wird ein Gewichtstück mit einer Unsicherheit von höchstens 20 mg benötigt, also ein Prüfgewicht der Klasse M_1 oder besser. Der Kalibrierschein des Beispiel-Prüfgewichts gibt einen konv. Wägewert von $1\,000,0073\text{ g} \pm 0,016\text{ g}$ an. Damit liegt der Gewichtswert mit einer Wahrscheinlichkeit von gut 95 % in dem Intervall $999,9913\text{ g} \dots 1\,000,0233\text{ g}$. Beim Auflegen dieses Prüfgewichts erwartet der Benutzer also eine Anzeige von $1\,000,01\text{ g}$ – bei einer Waage ohne Abweichungen unter Referenzbedingungen. Bei einer zulässigen Toleranz von 0,10 g bestünde die Waage eine Überprüfung, wenn sie Werte zwischen $999,91\text{ g}$ und $1\,000,11\text{ g}$ anzeigt.
- Prüfung der Wiederholbarkeit: nur in Fällen, bei denen Zweifel am Wäageergebnis bestehen. Die Benutzung eines

nichtkalibrierten Gewichtes ist möglich. Trotzdem sollte es den OIML-Anforderungen an M_1 -Gewichte oder besser genügen, um eine ausreichende Stabilität des (unbekannten) Gewichtswerts zu gewährleisten.

Beispiel 2: Analysenwaage zur mehrmals täglichen Abwägung einer wenig kritischen Substanz.

Waage: MSA324S mit Max = 320 g, $d = 0,1$ mg, Einwaagen in unterschiedlicher Höhe zwischen 10 g und 320 g.

- interne Justierung: täglich
- Überprüfen der Richtigkeit: monatlich; festgelegte Toleranz von 2 mg bei einer Prüflast von 200 g. Weil der konventionelle Wägewert eines 200 g Gewichtes der Klasse F_2 aber schon eine Unsicherheit von mindestens 1 mg besitzt, müsste zum Prüfen mindestens ein kalibriertes F_1 -Gewicht Verwendung finden, um die 2-mg-Toleranz sicher zu bewerten und die Prüfung gegen den auf dem Kalibrierschein ermittelten konventionellen Wägewert erfolgen.
- Prüfung der Wiederholbarkeit: auch nur in Zweifelsfällen, siehe Beispiel 1.

Beispiel 3: Mikrowaage zur täglichen Analyse einer kritischen Substanz bei unterschiedlichen Temperaturen.

Waage: MCE10.6S mit Max = 10,1 g = 10 100 mg, $d = 0,001\text{ mg} = 1\text{ }\mu\text{g}$, Einwaagen bei unterschiedlicher, teilweise sehr kleiner Last.

- interne Justierung: vor jeder Benutzung
- Überprüfen der Richtigkeit: wöchentlich; festgelegte Toleranz von 200 μg bei einer Prüflast von 10 g. Ein 10 g Gewicht der Klasse F_1 hat eine Unsicherheit des konv. Wägewertes von mindestens 60 μg . Damit ergibt sich ein Toleranz-Unsicherheits-Verhältnis von $\text{TUR} = 200/60 \approx 3,3$. Daher ist für dieses Beispiel eher ein Prüfgewicht der Klasse E_2 zu wählen, bei dem der konv. Wägewert auf 20 μg genau bestimmt ist (hierbei ist dann $\text{TUR} = 10$ und eine Bewertung deutlich zuverlässiger). Es ist wieder von sehr großer Bedeutung, nicht gegen die Nennlast von 10 g zu prüfen, sondern gegen den konventionellen Wägewert, der ja bis zu 60 μg bei Klasse F_1 oder bis zu 20 μg bei Klasse E_2 vom Nennwert abweichen darf. Der Kalibrierschein des E_2 -Beispiel-Prüfgewichts gibt einen konv. Wägewert von $9\,999,994\text{ mg} \pm 0,020\text{ mg}$ an. Damit liegt der Gewichtswert mit einer Wahrscheinlichkeit von gut 95 % in dem Intervall $9\,999,974\text{ mg} \dots 10\,000,014\text{ mg}$. Beim Auflegen dieses Prüfgewichts erwartet der Benutzer also eine Anzeige von $9\,999,994\text{ mg}$ – bei einer Waage ohne Abweichungen unter Referenzbedingungen. Bei einer zulässigen Toleranz von 0,200 mg gilt die Überprüfung der Waage als bestanden, wenn sie Werte zwischen $9\,999,794\text{ mg}$ und $10\,000,194\text{ mg}$ anzeigt. Bei fein auflösenden Waagen ist unbedingt darauf zu achten, die Waage vor der Überprüfung intern zu justieren und das Prüfgewicht ausreichend zu akklimatisieren.
- Prüfung der Wiederholbarkeit: monatlich, um mithilfe der Standardabweichung der Wiederholbarkeitsmessung die Mindesteinwaage zu überprüfen.

Sartorius Empfehlung

- Justieren Sie Ihre Waage möglichst häufig, in jedem Fall vor kritischen Wägeprozessen, mit dem internen Justiergewicht.
- Legen Sie Intervalle und Toleranzen für jede Waage individuell fest, sowohl für interne Zwischenprüfungen als auch für Überprüfungen durch darauf spezialisierte Serviceunternehmen.
- Beobachten Sie ständig die Wägeergebnisse auf Plausibilität und überprüfen Sie die Waage bei Zweifeln.

- Wählen Sie die Nennlast und die Klasse Ihrer Prüfmittel je nach Toleranzanforderung der Waagen aus.
- Behandeln Sie Ihre Prüfmittel sorgfältig und lassen Sie sie in festgelegten Intervallen durch darauf spezialisierte Serviceunternehmen rekalisieren.
- Regelmäßige Zwischenprüfungen Ihrer Prüfgewichte gegen Referenzgewichte sind sinnvoll, um Risiken zu minimieren.

Dieses White Paper ist Teil des Whitepaper-Bundles „Best Practice Guide: Lab Weighing“. Um dieses dynamisch um Aktualisierungen und Korrekturen ergänzen zu können und gleichzeitig Anwenden eine möglichst eindeutige Referenzierung, z.B. in ihren QM-Dokumentationen, zu ermöglichen, sind diese mit einer Versionierung versehen.

Versionshistorie

Version	Datum	Änderungen
1.0	März 2021	Initiale Version

Literatur

1. Empfehlungen für die Handhabung, Aufbewahrung und Reinigung von Gewichts- und Massestücken; Sartorius, Publication No.: W--1508-d12091, Order No.: 98649-013-62
2. Sartorius White Paper: Prüfintervalle und Toleranzen (Wie werden Prüfintervalle und Toleranzen praxisnah und risikobasiert definiert), 2021 (geplant).
3. ILAC P10 07/2020 Policy on Metrological Traceability of Measurement Results
4. OIML R 111 Weights of classes E₁, E₂, ... M₃
5. ASTM E617 Standard Specification for Laboratory Weights and Precision Mass Standards
6. Sartorius White Paper: Wägen im pharmazeutisch geregelten Umfeld (Kapitel <41> und <1251> der US Pharmacopeia sowie Kapitel 2.1.7 der EU Pharmacopeia), 2021.
7. Sartorius White Paper: Mindesteinwaagen nach USP <41>, OIML R76 und EURAMET cg-18 (Wie groß sollte eine Einwaage mindestens sein, um sichere Wägeergebnisse zu erhalten?), 2020.
8. Sartorius White Paper: Kalibrierscheine von akkreditierten Anbietern (Welchen Vorteil bietet unsere Akkreditierung dem Anwender), 2021.

Germany

Sartorius Lab Instruments GmbH & Co. KG
Otto-Brenner-Straße 20
37079 Göttingen
Phone +49 551 308 0

 For further information, visit
www.sartorius.com

Maximal zulässige Fehler für Gewichte nach OIML R111

Tabelle der maximal zulässigen Fehler (maximum permissible errors, mpe) nach OIML R 111-1: 2004, Table 1.
Angabe aller möglichen Gewichte und deren Fehler ($\pm \delta m$ in mg).

Nominalwert*	Klasse E ₁	Klasse E ₂	Klasse F ₁	Klasse F ₂	Klasse M ₁	Klasse M ₁₋₂	Klasse M ₂	Klasse M ₂₋₃	Klasse M ₃
5 000 kg			25 000	80 000	250 000	500 000	800 000	1 600 000	2 500 000
2 000 kg			10 000	30 000	100 000	200 000	300 000	600 000	1 000 000
1 000 kg		1 600	5 000	16 000	50 000	100 000	160 000	300 000	500 000
500 kg		800	2 500	8 000	25 000	50 000	80 000	160 000	250 000
200 kg		300	1 000	3 000	10 000	20 000	30 000	60 000	100 000
100 kg		160	500	1 600	5 000	10 000	16 000	30 000	50 000
50 kg	25	80	250	800	2 500	5 000	8 000	16 000	25 000
20 kg	10	30	100	300	1 000		3 000		10 000
10 kg	5	16	50	160	500		1 600		5 000
5 kg	2,5	8	25	80	250		800		2 500
2 kg	1	3	10	30	100		300		1 000
1 kg	0,5	1,6	5,0	16	50		160		500
500 g	0,25	0,8	2,5	8	25		80		250
200 g	0,1	0,3	1	3	10		30		100
100 g	0,05	0,16	0,5	1,6	5,0		16		50
50 g	0,03	0,1	0,3	1,0	3,0		10		30
20 g	0,025	0,08	0,25	0,8	2,5		8		25
10 g	0,020	0,06	0,20	0,6	2,0		6,0		20
5 g	0,016	0,05	0,16	0,5	1,6		5,0		16
2 g	0,012	0,04	0,12	0,4	1,2		4,0		12
1 g	0,010	0,03	0,10	0,3	1,0		3,0		10
500 mg	0,008	0,025	0,08	0,25	0,8		2,5		
200 mg	0,006	0,020	0,06	0,20	0,6		2,0		
100 mg	0,005	0,016	0,05	0,16	0,5		1,6		
50 mg	0,004	0,012	0,04	0,12	0,4				
20 mg	0,003	0,010	0,03	0,10	0,3				
10 mg	0,003	0,008	0,025	0,08	0,25				
5 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				
2 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				
1 mg	0,003	0,006	0,020	0,06	0,20				

*weitere Lastwerte sind nach OIML R 111-1 nicht zulässig.

Maximal zulässige Fehler für Gewichte nach ASTM E617

Tabelle der maximal zulässigen Fehler (maximum permissible errors, mpe) nach ASTM E617.

Angabe aller möglichen Gewichte und deren Fehler ($\pm \delta m$ in mg).

Nominalwert	Klasse 0	Klasse 1	Klasse 2	Klasse 3	Klasse 4	Klasse 5	Klasse 6	Klasse 7
5 000 kg					100 000	250 000	500 000	750 000
3 000 kg					60 000	150 000	300 000	450 000
2 000 kg					40 000	100 000	200 000	300 000
1 000 kg					20 000	50 000	100 000	150 000
500 kg					10 000	25 000	50 000	75 000
300 kg					6 000	15 000	30 000	45 000
200 kg					4 000	10 000	20 000	30 000
100 kg					2 000	5 000	10 000	15 000
50 kg	63	125	250	500	1 000	2 500	5 000	7 500
30 kg	38	75	150	300	600	1 500	3 000	4 500
25 kg	31	62	125	250	500	1 200	2 500	4 500
20 kg	25	50	100	200	400	1 000	2 000	3 800
10 kg	13	25	50	100	200	500	1 000	2 200
5 kg	6	12	25	50	100	250	500	1 400
3 kg	3,8	7,5	15	30	60	150	300	1 000
2 kg	2,5	5	10	20	40	100	200	750
1 kg	1,3	2,5	5	10	20	50	100	470
500 g	0,6	1,2	2,5	5	10	30	50	300
300 g	0,38	0,75	1,5	3	6	20	30	210
200 g	0,25	0,5	1	2	4	15	20	160
100 g	0,13	0,25	0,5	1	2	9	10	100
50 g	0,06	0,12	0,25	0,6	1,2	5,6	7	62
30 g	0,037	0,074	0,15	0,45	0,9	4	5	44
20 g	0,037	0,074	0,1	0,35	0,7	3	3	33
10 g	0,025	0,05	0,074	0,25	0,5	2	2	21
5 g	0,017	0,034	0,054	0,18	0,36	1,3	2	13
3 g	0,017	0,034	0,054	0,15	0,3	0,95	2,0	9,4
2 g	0,017	0,034	0,054	0,13	0,26	0,75	2,0	7
1 g	0,017	0,034	0,054	0,1	0,2	0,5	2,0	4,5
500 mg	0,005	0,01	0,025	0,08	0,16	0,38	1	3
300 mg	0,005	0,01	0,025	0,07	0,14	0,3	1	2,2
200 mg	0,005	0,01	0,025	0,06	0,12	0,26	1	1,8
100 mg	0,005	0,01	0,025	0,05	0,1	0,2	1	1,2
50 mg	0,005	0,01	0,014	0,042	0,085	0,16	0,5	0,88
30 mg	0,005	0,01	0,014	0,038	0,075	0,14	0,5	0,68
20 mg	0,005	0,01	0,014	0,035	0,07	0,12	0,5	0,56
10 mg	0,005	0,01	0,014	0,03	0,06	0,1	0,5	0,4
5 mg	0,005	0,01	0,014	0,028	0,055	0,08	0,2	
3 mg	0,005	0,01	0,014	0,026	0,052	0,07	0,2	
2 mg	0,005	0,01	0,014	0,025	0,05	0,05	0,2	
1 mg	0,005	0,01	0,014	0,025	0,05	0,06	0,1	