

Photometer für analytische Untersuchungen

Anforderungen an die Beschreibung technischer Daten
für den Anwender**DIN**
58 960
Teil 4

Photometer for analytical tests; requirements for the description of technical data for the user

Ersatz für Ausgabe 10.81

Diese Norm ist im Einvernehmen mit der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig und Berlin herausgegeben worden.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für **Absorptionsphotometer** nach DIN 58 960 Teil 2 und **Reflexionsphotometer**, die im Bereich der Heilkunde zur Bestimmung der Konzentration eines Analyten in einer Flüssigkeitsprobe eingesetzt werden.

Diese Norm gilt nicht für Photolumineszenz-, Atomabsorptionsspektrometrie-, Trübungs- und Nephelometrie-Meßverfahren.

2 Zweck

In dieser Norm werden Anforderungen an die Beschreibung meßtechnischer Daten von Photometern einschließlich Hinweise zu deren meßtechnischen Prüfung festgelegt, welche gemäß Eichordnung auch zur Ausstellung einer Konformitätsbescheinigung (Konformitätszeichen) erforderlich sind. Diese Norm enthält auch Anforderungen an die Beschreibung allgemeiner Daten, die dem Anwender die Vergleichbarkeit von Photometern ermöglichen.

3 Anforderungen

Die in den folgenden Abschnitten aufgeführten Daten sind unter Einhaltung der Nomenklatur gemäß einem nach Anhang A vollständig ausgefüllten Datenblatt jedem Absorptions- und Reflexionsphotometer beizufügen.

3.1 Allgemeine Angaben zum Photometer

Die allgemeinen Angaben dienen der Identifizierung des Photometers, der Einteilung der Photometerart und der Zuordnung zu den Begleitpapieren und zu der Konformitätsbescheinigung (Konformitätszeichen) gemäß Eichordnung.

3.1.1 Photometerart

Für jedes Absorptions- bzw. Reflexionsphotometer soll die Art des Spektralapparates mit Erfassungseinrichtung nach DIN 5030 Teil 3, die Art des Spektralbereiches (Kurzzeichen) nach DIN 5031 Teil 7 und die Anzahl der Strahlengänge nach DIN 58 960 Teil 2 angegeben werden.

Anmerkung 1: Im labormedizinischen Bereich werden Spektrometer und (als Schmalbandphotometer) Filterphotometer oder Spektrallinienphotometer eingesetzt. Obwohl heute mit allen Geräten ohne photo-pische Bewertung spektral schmalbandig gemessen wird, wird der für diese Meßgeräte nur historisch erklärbare Begriff „Photometer“ im Bereich der Heilkunde beibehalten.

Anmerkung 2: Zur Kennzeichnung der Photometerart können in Kurzform auch wesentliche technische Besonderheiten zusätzlich angegeben werden, z. B. „mit automatisiertem Küvettentransport“.

3.1.2 Typ, Fabrikationsnummer

Anzugeben ist eine Typ- und/oder Handelsbezeichnung des Gerätes. Die Angabe der Fabrikationsnummer kann entfallen, wenn die Typ- oder Handelsbezeichnung für die eindeutige Zuordnung des einzelnen Gerätes zu den angegebenen technischen Daten ausreicht.

3.1.3 Hersteller/Importeur

Anzugeben sind Name und Staat des Herstellers sowie Name und Anschrift desjenigen, der das Photometer in Verkehr bringt.

3.1.4 Gebrauchsanweisung

Die Kennzeichnung der zum Photometer gehörigen Gebrauchsanweisung ist anzugeben.

Die Gebrauchsanweisung muß in deutscher Sprache abgefaßt sein und soll, soweit zutreffend, folgenden Inhalt haben:

- Beschreibung des Gerätes, seiner Bedienung und des Zubehörs,
- Hinweise zur Fehlererkennung,
- Beschreibung selbsttätiger Fehlerprüfungen,
- Beschreibung der Justierung, Einstellung oder Kalibrierung des Photometers,
- Hinweise zur Pflege und Wartung.

3.1.5 Aussteller, Ausstellungsdatum

Name und Anschrift des Ausstellers der technischen Daten und das Datum, an dem die Daten der meßtechnischen Beschreibung ausgestellt werden, sind anzugeben.

Anmerkung: Diese Angaben sind notwendig, wenn sie als Grundlage für eine Konformitätsbescheinigung gemäß Eichordnung dienen.

3.2 Meßtechnische Beschreibung**3.2.1 Meßsystem****3.2.1.1 Strahlengang**

Der Strahlengang mit Anordnung und Bezeichnung aller für die Funktion des Photometers wesentlichen optischen Elemente (Strahlungsquellen, Spiegel, Filter, Spektralapparate, Spaltblenden, Strahlungsempfänger, Ulbricht-Kugel, Küvetten mit Meßlösung bzw. des Reflexionsschichtträgers, usw.) ist schematisch darzustellen.

Bewegliche Teile, wie z. B. Umlenkspiegel, Filter, Gitter, Prisma, einstellbare Spaltblenden, Küvetten, sind besonders zu kennzeichnen.

3.2.1.2 Strahler

Art der Strahlungsquelle und ihres Spektrums (Begriffe nach DIN 5030 Teil 2 und DIN 5031 Teil 8), z. B. vorjustierte Halogenglühlampe; kontinuierliches Spektrum, sind anzugeben.

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Medizin (NAMed) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

3.2.1.3 Spektralapparat

Die Art des Spektralapparates (Begriffe nach DIN 5030 Teil 3), z. B. Interferenzfilter (als Steckfilter oder in Filterrad), Doppel-, Gitter-, Prismen-Monochromator, Polychromator, ist anzugeben.

3.2.1.4 Strahlungsempfänger

Art und Spektralbereich des Strahlungsempfängers (Begriffe nach DIN 5030 Teil 5), z. B. Photoelektronenvervielfacher, Photodioden, UV-A-, VIS-Bereich, sind anzugeben.

3.2.1.5 Meßgutbehältnis

Art (Begriffe nach DIN 58 963 Teil 1), Material, Form, Mindestfüllvolumen oder -höhe und Schichtdicke oder Querschnitt (z. B. nach DIN 58 963 Teil 2) der Küvette(n) oder des Reflexionsschichtträgers sowie Typ- und/oder Handelsbezeichnungen von Küvetten, die verwendet werden dürfen, sind anzugeben. Bei genormten Küvetten ist ein Hinweis auf die entsprechende Norm ausreichend.

3.2.1.6 Temperierung des Meßgutes

Angabe, ob das Gerät mit oder ohne Temperiervorrichtung arbeitet oder ob eine Temperiervorrichtung angeboten wird. Der Bereich der einstellbaren Temperaturen von ... °C bis ... °C sowie die Art und Weise der Temperatureinstellung (kontinuierlich oder in Stufen von ... °C) sind anzugeben.

3.2.1.7 Anzeigegrößen, Anzeigebereich, Anzeigeart

Angabe

- aller Größen, die angezeigt werden können, z. B. spektraler (Rein-)Transmissionsgrad $\tau(\lambda)$ (siehe DIN 1349 Teil 1),
spektrales (dekadisches) Absorptionsmaß $A(\lambda)$ (siehe DIN 1349 Teil 1),
spektraler Reflexionsgrad $\rho(\lambda)$ (siehe DIN 5036 Teil 1 und Teil 3),
Massenkonzentration β (siehe DIN 1310),
Stoffmengenkonzentration c (siehe DIN 1310),
Enzymaktivität-Konzentration c_E
- des Anzeigebereiches, z. B. $A(\lambda) = 0$ bis 3, 4-stellig, 3 Stellen hinter dem Komma, negative Anzeige beim Vertauschen von Probenküvette und Referenzküvette (Blindwert)
- der Anzeigeart, z. B. Skalen-, Ziffern-, Bildschirmanzeige.

3.2.2 Meßverfahren

3.2.2.1 Meßgröße, Meßgeometrie

Angabe der gemessenen Materialkenngröße, aus der nach Abschnitt 3.2.2.3 die Konzentration bestimmt wird. Z. B. spektrales Absorptionsmaß $A(\lambda)$, spektraler (Eigen-)Reflexionsgrad $\rho(\lambda)$.

Schematische Darstellung der Meßgeometrie des Strahlenganges am Meßgut.

3.2.2.2 Nullpunkteinstellung (Blindwert)

Angabe, ob der Bezugswert der Meßgröße für die Konzentration 0 (Nullpunkt), z. B. bei $A(\lambda) = 0$ (bzw. $\tau(\lambda) = 1$) oder $\rho(\lambda) = 1$, manuell oder selbsttätig eingestellt wird. Angabe des Verfahrens der Bestimmung, z. B. Festwert, Zweistrahlverfahren, bichromatische Messung des Blindwertes.

Der Blindwert der Meßgröße ist der an der Probe bei Abwesenheit des photometrisch zu messenden Bestandteils direkt meßbare Wert (siehe auch DIN 32 635).

Anmerkung: Bei Absorptionsphotometern ist der Blindwert der Anteil von Küvette und Lösemittel am Meßwert für Küvette, Lösemittel und Analyten und wird daher auch Küvettenleerwert genannt.

3.2.2.3 Konzentrationsbestimmung

Angabe der Beziehung, nach der im Photometer aus dem gemessenen Wert der spektralen Meßgröße nach Abschnitt

3.2.2.1 die angezeigte Konzentration (eines Analyten in der unverdünnten Probe) ermittelt wird, z. B. Beersches Gesetz, Kubelka-Munk-Funktion, Vergleichswertverfahren mit Standardkonzentrationslösungen oder kinetisches Verfahren nach einer vom Hersteller anzugebenden Gleichung zur Ermittlung der Konzentration.

3.2.2.4 Durchführung von Kontrollmessungen

Angabe der Arbeitsschritte und erforderlichenfalls besonderer Hilfsmittel zur Durchführung einer Gerätekontrolle mit Referenzmaterial mit definierten Werten der unter Abschnitt 3.2.2.1 aufgeführten Meßgröße, z. B. Sonderküvette; Umrechnung einer angezeigten Konzentration in das spektrale Absorptionsmaß, falls dieses nicht direkt angezeigt wird. Falls die Durchführung von Kontrollmessungen nicht möglich ist, müssen die technischen Gründe angegeben werden.

Anmerkung 1: Für Absorptionsphotometer gilt die Anlage 15, vom 12. August 1988, Abschnitt 2, Nr 2.1 der Eichordnung

Anmerkung 2: Zur Durchführung von Kontrollmessungen muß das Referenzmaterial (z. B. Farblösung oder Reflexionsstandard) unverändert (d. h. ohne Verdünnung oder Zugabe von Reagenzien usw.) in den Meßstrahl des Photometers gebracht werden können. Für Absorptionsphotometer werden Farblösungen auch bei der Teilnahme an Ringversuchen angeboten.

Die gemessene Materialkenngröße (spektrales Absorptionsmaß, spektraler Reflexionsgrad) muß angezeigt werden oder aus einem angezeigten Wert mittels eines anzugebenden Faktors berechnet werden können.

Außerdem muß die Messung bei festgelegter Temperatur und Wellenlänge durchführbar sein.

3.2.3 Meßbereich

3.2.3.1 Meßgröße, Formelzeichen

Nennung der im Abschnitt 3.2.2.1 beschriebenen Meßgröße (Formelzeichen), für die der Meßbereich angegeben wird.

3.2.3.2 Grenzwerte des Meßbereichs

Angabe des unteren und des oberen Grenzwertes des Meßbereichs, in dem unter den in Abschnitt 3.2.4 aufgeführten Nenngebrauchsbedingungen die im Abschnitt 3.2.5 aufgeführten Fehlergrenzen und Grenzwerte weiterer Photometereigenschaften eingehalten werden.

Anmerkung: Der Meßbereich ist der zur Bestimmung der Konzentration nutzbare Teil des Anzeigebereiches nach Abschnitt 3.2.1.7 der gemessenen Materialkenngröße.

3.2.4 Nenngebrauchsbedingungen

Anmerkung: Nenngebrauchsbedingungen sind die Wertebereiche von Einflußgrößen, innerhalb derer die in Abschnitt 3.2.5 angegebenen Fehlergrenzen und anderen Grenzwerte eingehalten werden.

3.2.4.1 Meßwellenlänge, Bereich

Meßwellenlänge ist die Schwerpunktwellenlänge (Begriff nach DIN 5030 Teil 3).

Anzugeben sind der untere und der obere Grenzwert eines kontinuierlich einstellbaren Wellenlängenbereiches, in dem die Fehlergrenzen eingehalten werden.

Feste Meßwellenlängen sollen einzeln angegeben werden.

3.2.4.2 Grenze des Küvettenleerwertes bei Absorptionsphotometern (Blindwert)

Anzugeben ist der kleinste Wert des spektralen Transmissionsgrades einer mit destilliertem Wasser gefüllten Küvette, der zur Einstellung des Nullpunktes der Konzentration (des Absorptionsmaßes) bzw. zur Messung am oberen Grenzwert des Meßbereiches nach Abschnitt 3.2.3.2 zulässig ist.

Anmerkung: Der kleinste zulässige Wert des spektralen Transmissionsgrades einer mit destilliertem Wasser gefüllten Küvette sollte bei allen einstellbaren Meßwellenlängen etwa 0,75 betragen.

3.2.4.3 Anwärmzeit

Anzugeben ist die Anwärmzeit nach DIN 58 960 Teil 3.

3.2.4.4 Betriebsspannung

Anzugeben sind der untere und der obere Grenzwert der elektrischen Spannung bei Batterie- und/oder Netzbetrieb.

3.2.4.5 Umgebungstemperatur

Anzugeben sind der untere und der obere Grenzwert der Temperatur.

3.2.4.6 Weitere Bedingungen

Falls weitere Nenngebrauchsbedingungen einzuhalten sind, müssen diese angegeben werden, z. B.

- Spaltbreiten,
- Integrationszeit (Zeitkonstante) des Meßsignal-Verstärkers.

3.2.5 Fehlergrenzen und andere Grenzwerte

Anmerkung: Neben den photometrischen Fehlergrenzen werden Grenzwerte weiterer Photometereigenschaften aufgeführt, da sich letztere in Abhängigkeit von den Eigenschaften des Meßgutes zusätzlich auf die Meßunsicherheit der Meßgröße auswirken können.

3.2.5.1 Relative photometrische Unsicherheit

Anzugeben ist der Höchstbetrag der relativen Abweichung des gemessenen Wertes der Materialkenngröße (spektrales Absorptionsmaß bzw. spektraler Reflexionsgrad) vom richtigen Wert eines Referenzmaterials einschließlich zufälliger Anteile der Abweichung. Die zufälligen Anteile werden durch den doppelten Wert des unter Langzeitwiederholbedingungen ermittelten Variationskoeffizienten erfaßt.

Für Teile des im Abschnitt 3.2.3 angegebenen Meßbereichs können Höchstbeträge der relativen photometrischen Unsicherheit auch einzeln angegeben werden.

Anmerkung: Es wird empfohlen, die relative photometrische Unsicherheit eines Absorptionsphotometers für folgende Meßwerte des spektralen Absorptionsmaßes anzugeben:

- für $A(\lambda)$ = unterer Grenzwert des Meßbereiches
- für $A(\lambda) = 0,3$,
- für $A(\lambda) = 1,0$,
- für $A(\lambda)$ = oberer Grenzwert des Meßbereiches.

Als Referenzmaterial können Neutraldichte-Filter bzw. Reflexionsnormale verwendet werden. Das verwendete Referenzmaterial muß rückverfolgbar an ein nationales Normal angeschlossen sein.

Fehlereinflüsse der übrigen aufzuführenden Grenzwerte von Geräteeigenschaften werden durch die photometrische Unsicherheit nicht erfaßt.

3.2.5.2 Relative photometrische Standardabweichung

Anzugeben ist der Variationskoeffizient der unter Kurzzeit-Wiederholbedingungen gemessenen Werte der Materialkenngröße.

3.2.5.3 Wellenlängenunsicherheit

Anzugeben ist der Höchstbetrag der Abweichung der eingestellten Wellenlänge von der Schwerpunktwellenlänge einschließlich zufälliger Anteil der Abweichung (doppelte Standardabweichung).

3.2.5.4 Spektrale Halbwertbreite

Anzugeben ist die spektrale Halbwertbreite nach DIN 5030 Teil 3. Die Angabe entfällt bei Spektrallinienphotometern.

3.2.5.5 Integraler Fehlstrahlungsanteil

Anzugeben ist der Höchstwert des integralen Fehlstrahlungsanteils (Begriff nach DIN 5030 Teil 3 und die Meßbedingungen (Meßwellenlänge und Art des Filters). Meßverfahren werden z. B. in ASTM E 387-84 beschrieben.

Der integrale Fehlstrahlungsanteil bei einer eingestellten Wellenlänge ist nach DIN 5030 Teil 3 der Quotient aus dem von der integralen heterochromen Fehlstrahlung hervorgegerufenen Signal und dem Signal, das von der gesamten auf den Empfänger auftreffenden Strahlung erzeugt wird.

Anmerkung: Die in der Praxis üblichen Verfahren zur experimentellen Bestimmung des integralen Fehlstrahlungsanteiles mit Bandsperrefiltern oder Kantenfiltern, die für die Strahlung innerhalb des 1,1fachen der Hundertstelwertbreite einer eingestellten Wellenlänge undurchlässig sind, liefern Näherungswerte, die kleiner sind als der oben gegebenen Definition entspricht, da stets auch noch etwas Fehlstrahlung zurückgehalten wird. Bei Angabe des integralen Fehlstrahlungsanteils muß daher das Verfahren einschließlich derjenigen Wellenlängen angegeben werden, bei denen der spektrale Transmissionsgrad des Filters den Wert 50 % annimmt.

3.2.5.6 Temperaturunsicherheit

Anzugeben ist der Höchstbetrag der Abweichung der eingestellten Temperatur von der am Meßort (im allgemeinen Ort des Meßgutes) ermittelten Temperatur. Die Angabe entfällt, falls keine Temperiervorrichtung im Photometer vorhanden ist.

3.2.5.7 Verschleppungsgrad des Meßgutes in Küvetten

Anzugeben sind Höchstwert, Zitat des Meßverfahrens und verwendetes Prüfmateriale.

Anmerkung: Der Begriff „Probenverschleppungsgrad“ (Specimen-related carry-over ratio K) und ein Meßverfahren werden von Broughton et al. [1] beschrieben.

Die Angabe entfällt bei Reflexionsphotometern und, falls eine mehrfache automatische Füllung derselben Küvette nicht vorgesehen ist, auch bei Absorptionsphotometern.

3.3 Allgemeine technische Beschreibung

3.3.1 Maße

Anzugeben sind:

- Gewicht (in kg),
- Stellfläche (in cm^2) mit Aufstellungsart als Stand- oder Tischgerät,
- Abmessungen (in cm) von Breite (B), Höhe (H) und Länge (L) des Gerätes.

3.3.2 Umgebungsbeeinflussung

Anzugeben sind:

- Funkschutzzeichen und/oder FTZ-Serienprüfnummer nach DIN VDE 0875 Teil 3 bzw. DIN VDE 0871, soweit zutreffend,
- Schalleistungspegel nach DIN 45 635 Teil 19 für die Geräuschemission, soweit zutreffend.

3.3.3 Außenlichteinfluß

Anzugeben sind die erforderlichen Vorsichtsmaßnahmen gegen Lichteinflüsse von außen (z. B. gegen Sonneneinstrahlung).