DIN EN ISO 8655-7

DIN

ICS 17.060; 71.040.20

Entwurf

Einsprüche bis 2020-10-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 8655-7:2005-12 und
DIN EN ISO 8655-7
Berichtigung 1:2009-07

Volumenmessgeräte mit Hubkolben – Teil 7: Alternatives Prüfverfahren zur Bestimmung des Volumens (ISO/DIS 8655-7:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-7:2020

Piston-operated volumetric apparatus –
Part 7: Alternative measurement procedures for the determination of volume
(ISO/DIS 8655-7:2020);
German and English version prEN ISO 8655-7:2020

Appareils volumétriques à piston –
Partie 7: Méthodes non gravimétriques pour l'estimation de la performance d'équipement
(ISO/DIS 8655-7:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 8655-7:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-08-07 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an fnla@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Laborgeräte und Laboreinrichtungen (FNLa), 10772 Berlin oder Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 115 Seiten

DIN-Normenausschuss Laborgeräte und Laboreinrichtungen (FNLa)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 8655-7:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 48 „Laboratory equipment“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 332 „Laborausrüstungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 055-01-08 AA „Volumenmessgeräte“ im DIN-Normenausschuss Laborgeräte und Laboreinrichtungen (FNLa).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 648	siehe	DIN EN ISO 648
ISO 1042	siehe	DIN EN ISO 1042
ISO 2859-1:1999	siehe	DIN ISO 2859-1:2003-01
ISO 3696:1987	siehe	DIN ISO 3696:1988-12
ISO 3951-1:2013	siehe	DIN ISO 3951-1:2016-06
ISO/DIS 8655-1:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-1:2020-09
ISO/DIS 8655-2:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-2:2020-09
ISO/DIS 8655-3:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-3:2020-09
ISO/DIS 8655-4:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-4:2020-09
ISO/DIS 8655-5:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-5:2020-09
ISO/DIS 8655-6:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-6:2020-09
ISO/DIS 8655-8:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-8:2020-09
ISO/DIS 8655-9:2020	siehe	E DIN EN ISO 8655-9:2020-09
ISO/IEC 17025:2017	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 8655-7:2005-12 und DIN EN ISO 8655-7 Berichtigung 1:2009-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) eine gravimetrische Testmethode wurde hinzugefügt (9.2);

b) eine photometrisch/gravimetrische Hybrid-Prüfmethode wurde hinzugefügt (9.5);

c) eine Chargen-Prüfmethode wurde hinzugefügt (9.7);

d) Messverfahren für alle Methoden sind in den normativen Anhängen A bis E angegeben;

e) Standard-Abgabeverfahren für POVA, die in ISO 8655-2, -3, -4, -5 und -9 beschrieben sind, wurden hinzugefügt (Abschnitt 10);

f) Anforderungen an die Bedienerqualifikation wurden hinzugefügt (4.2);

g) die Anforderungen für die Prüfung von Mehrkanal-POVA werden ausführlicher beschrieben, wobei für diese Geräte spezifische Verfahren angegeben werden (Abschnitte 5, 9.5 und Anhang D);

h) die Anhänge A, B und C der ersten Ausgabe wurden gestrichen und ersetzt;

i) redaktionelle Überarbeitung der Norm.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN EN ISO/IEC 17025:2018-03, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2017); Deutsche und Englische Fassung EN ISO/IEC 17025:2017*

DIN ISO 2859-1:2003-01*, Annahmestichprobenprüfung anhand der Anzahl fehlerhafter Einheiten oder Fehler (Attributprüfung) — Teil 1: Nach der annehmbaren Qualitätsgrenzlage (AQL) geordnete Stichprobenpläne für die Prüfung einer Serie von Losen (ISO 2859-1:1999 einschließlich Technisches Korrigendum 1:2001)*

DIN ISO 3696:1988-12, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen; Identisch mit ISO 3696:1987*

DIN ISO 3951-1:2016-06, *Verfahren für die Stichprobenprüfung anhand quantitativer Merkmale (Variablenprüfung) — Teil 1: Spezifikation für Einfach-Stichprobenanweisungen für losweise Prüfung, geordnet nach der annehmbaren Qualitätsgrenzlage (AQL) für ein einfaches Qualitätsmerkmal und einfache AQL (ISO 3951-1:2013); Text Deutsch und Englisch*

E DIN EN ISO 8655-1:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 1: Begriffe, allgemeine Anforderungen und Gebrauchsempfehlungen (ISO/DIS 8655-1:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-1:2020*

E DIN EN ISO 8655-2:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 2: Pipetten (ISO/DIS 8655-2:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-2:2020*

E DIN EN ISO 8655-3:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 3: Büretten (ISO/DIS 8655-3:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-3:2020*

E DIN EN ISO 8655-4:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 4: Dilutoren (ISO/DIS 8655-4:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-4:2020*

E DIN EN ISO 8655-5:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 5: Dispenser (ISO/DIS 8655-5:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-5:2020*

E DIN EN ISO 8655-6:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 6: Gravimetrisches Referenzprüfverfahren zur Bestimmung des Volumens (ISO/DIS 8655-6:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-6:2020*

E DIN EN ISO 8655-8:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 8: Photometrisches Referenzprüfverfahren zur Bestimmung des Volumens (ISO/DIS 8655-8:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-8:2020*

E DIN EN ISO 8655-9:2020-09, *Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 9: Manuell betätigte Präzisionslaborspritzen (ISO/DIS 8655-9:2020); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 8655-9:2020*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

– Entwurf –

2020-07

prEN ISO 8655-7:2020

Titel de:	Volumenmessgeräte mit Hubkolben — Teil 7: Alternatives Prüfverfahren zur Bestimmung des Volumens (ISO/DIS 8655-7:2020)
Titel en:	Piston-operated volumetric apparatus — Part 7: Alternative measurement procedures for the determination of volume (ISO/DIS 8655-7:2020)
Titel fr:	Appareils volumétriques à piston — Partie 7: Méthodes non gravimétriques pour l'estimation de la performance d'équipement (ISO/DIS 8655-7:2020)

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort **4**

Vorwort **5**

Einleitung **7**

1 Anwendungsbereich **8**

2 Normative Verweisungen **8**

3 Begriffe **9**

4 Allgemeine Anforderungen **9**
4.1 Metrologische Bestätigung **9**
4.2 Qualifikation des Bedieners **9**

5 Anforderungen bei der Prüfung von Mehrkanalkolbenhubgeräten **10**

6 Leistungsanforderungen **10**
6.1 Leistungsgrenzwerte **10**
6.2 Einfluss des Bedieners **10**

7 Prüfbedingungen **10**
7.1 Allgemeines **10**
7.2 Prüfgeräte **11**
7.3 Prüfraum, Umgebungsbedingungen **11**
7.4 Prüfvolumina **11**
7.5 Anzahl der Messungen je Prüfvolumen **12**
7.6 Prüfflüssigkeiten **12**

8 Auswertung **12**
8.1 Mittleres Volumen **12**
8.2 Systematische Messabweichung **13**
8.3 Zufällige Messabweichung **13**

9 Prüfverfahren **14**
9.1 Allgemeines **14**
9.2 Gravimetrisches Verfahren **14**
9.3 Ratiometrisch-photometrisches Verfahren mit zwei Farbstoffen **15**
9.4 Photometrisches Verfahren mit einem Farbstoff **15**
9.5 Für Mehrkanalkolbenhubgeräte anwendbares Hybridverfahren mit photometrischer und gravimetrischer Messung **15**
9.6 Titrationsverfahren **15**
9.7 Losprüfung **16**

10 Dosierverfahren **16**
10.1 Allgemeines **16**
10.2 Vorbereitung **16**
10.3 Einkanalpipetten mit Luftpolster(nach ISO 8655-2) **17**
10.4 Mehrkanalpipetten (nach ISO 8655-2) **18**
10.5 Direktverdrängerpipetten (nach ISO 8655-2) **19**
10.6 Büretten (nach ISO 8655-3) **19**
10.7 Dilutoren (nach ISO 8655-4) **19**
10.8 Dispenser (nach ISO 8655-5) **21**

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

10.9 Spritzen (nach ISO 8655-9) 21
11 Angabe der Ergebnisse im Bericht 22
Anhang A (normativ) Gravimetrisches Verfahren 24
Anhang B (normativ) Ratiometrisch-photometrisches Verfahren mit zwei Farbstoffen 29
Anhang C (normativ) Photometrisches Verfahren mit einem Farbstoff 37
Anhang D (normativ) Hybridverfahren aus gravimetrischer und photometrischer Messung 42
Anhang E (normativ) Titrimetrisches Verfahren 53
Anhang F (normativ) Überführung der Masse der Flüssigkeit in ihr Volumen 57
Literaturhinweise 60

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 8655-7:2020) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 48 „Laboratory equipment“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 332 „Laborausrüstungen“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 8655-7:2005 und EN ISO 8655-7:2005/AC:2009 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 8655-7:2020 wurde von CEN als prEN ISO 8655-7:2020 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 48, *Laboratory Equipment*, Arbeitsgruppe WG 04, *Piston-operated instruments* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 8655-7:2005 und ISO 8655-7:2005/Cor 1:2008), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— ein gravimetrisches Prüfverfahren wurde hinzugefügt (9.2);

— ein Hybridprüfverfahren mit gravimetrischer und photometrischer Messung wurde hinzugefügt (9.5);

— ein Verfahren für Losprüfungen wurde hinzugefügt (9.7);

— Messdurchführungen für alle Verfahren sind in den normativen Anhängen A bis E angegeben;

— in ISO 8655-2, ISO 8655-3, ISO 8655-4, ISO 8655-5 und ISO 8655 -9 beschriebene Standarddosierverfahren für Kolbenhubgeräte wurden hinzugefügt (Abschnitt 10);

— Anforderungen an die Qualifikation des Bedieners wurden hinzugefügt (4.2);

— Anforderungen für die Prüfung von Mehrkanalkolbenhubgeräten werden ausführlicher beschrieben, mit spezifischen Verfahren für diese Geräte (Abschnitt 5, 9.5 und Anhang D);

— Anhang A, Anhang B und Anhang C der ersten Ausgabe wurden ersetzt.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 8655 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Einleitung

ISO 8655 richtet sich an:

— Hersteller als Grundlage für die Qualitätssicherung, einschließlich gegebenenfalls der Ausgabe von Herstellererklärungen;

— Kalibrierlaboratorien, Prüfhäuser, Benutzer von Geräten und andere Stellen als Grundlage für unabhängige Kalibrierung, Zertifizierung und routinemäßige Prüfung.

Die in diesem Teil von ISO 8655 festgelegten Prüfverfahren sind für geschultes Personal gedacht.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 8655 legt alternative Referenzmessverfahren zur Bestimmung des Volumens von Volumenmessgeräten mit Hubkolben[N1)] fest.

Die Prüfungen gelten für vollständige Gerätesysteme, bestehend aus dem Grundgerät und allen für die Verwendung ausgewählten Zubehörteilen, die mehrfach verwendbar oder für den einmaligen Gebrauch bestimmt sein können; die Dosierung erfolgt durch Abgabevorgänge (Ex). Die in diesem Teil von ISO 8655 beschriebenen Verfahren eignen sich für unterschiedliche Höchstnennvolumina von Kolbenhubgeräten. Die Anwender dieser Norm müssen sicherstellen, dass das gewählte Verfahren seinem Verwendungszweck entspricht.

ANMERKUNG Allgemeine Anforderungen und Begriffsdefinitionen für Kolbenhubgeräte sind in ISO 8655-1 festgelegt. Hinsichtlich der messtechnischen Anforderungen, der Fehlergrenzen sowie der Anforderungen an Kennzeichnung und Nutzerinformation siehe ISO 8655-2 für Pipetten, ISO 8655-3 für Büretten, ISO 8655-4 für Dilutoren, ISO 8655-5 für Dispenser und ISO 8655-9 für manuell betätigte Präzisionslaborspritzen. Das gravimetrische Referenzmessverfahren für die Volumenbestimmung ist in ISO 8655-6 angegeben. Das photometrische Referenzmessverfahren für die Volumenbestimmung ist in ISO 8655-8 angegeben.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO/DIS 8655-1:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations*

ISO/DIS 8655-2:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Pipettes*

ISO/DIS 8655-3:2022, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 3: Burettes*

ISO/DIS 8655-4:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 4: Dilutors*

ISO/DIS 8655-5:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 5: Dispensers*

ISO/DIS 8655-6:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 6: Gravimetric reference measurement procedure for the determination of volume*

ISO/DIS 8655-8:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 8: Photometric reference measurement procedure for the determination of volume*

ISO/DIS 8655-9:2020, *Piston-operated volumetric apparatus — Part 9: Manually operated precision laboratory syringes*

ISO/TR 16153, *Piston-operated volumetric instruments — Determination of uncertainty for volume measurements made using the photometric method*

ISO/TR 20461, *Determination of uncertainty for volume measurements made using the gravimetric method*

ISO/IEC Guide 2, *Standardization and related activities — General vocabulary*

N1) Nationale Fußnote: Im folgenden Text Kolbenhubgeräte genannt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)*

ISO/IEC Guide 98-4:2012, *Uncertainty of measurement — Part 4: Role of measurement uncertainty in conformity assessment*

ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO/DIS 8655-1:2020, ISO/IEC Guide 2, und ISO/IEC Guide 99.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter https://www.iso.org/obp

3.1
annehmbare Qualitätsgrenzlage
AQL, en: acceptance quality limit
<Annahmestichprobenprüfung> niedrigste annehmbare Qualitätslage

Anmerkung 1 zum Begriff: Dieser Begriff gilt nur, wenn ein Annahmeprobenplan benutzt wird, der einen Wechsel oder eine Unterbrechung des Verfahrens regelt, wie ISO 2859-1, ISO 3951-1 oder ISO 3951-5.

Anmerkung 2 zum Begriff: Einzelne Lose, deren Qualität so niedrig ist wie bei der annehmbaren Qualitätsgrenzlage, können mit mäßig hoher Wahrscheinlichkeit angenommen werden. Die Angabe einer annehmbaren Qualitätsgrenzlage legt jedoch keinesfalls nahe, dass diese Qualitätsgrenzlage ein wünschenswertes Qualitätsniveau ist. Die in Internationalen Normen, wie in ISO 2859-1, ISO 3951-1 oder ISO 3951-5 enthaltenen Annahmeprobenpläne mit Regeln für einen Wechsel oder für eine Unterbrechung der Probenprüfung sind vorgesehen als Ansporn für die Lieferanten, die mittlere Qualität des Prozesses ständig besser als die annehmbare Qualitätsgrenzlage zu halten.

[QUELLE: ISO 3951-5:2006, 3.6 – modifiziert, Anmerkung 2 zum Begriff wurde verkürzt.]

4 Allgemeine Anforderungen

4.1 Metrologische Bestätigung

Die metrologische Bestätigung aller Kolbenhubgeräte muss regelmäßig erfolgen, damit sichergestellt ist, dass das Gerät den Anforderungen an seinen beabsichtigten Gebrauch entspricht. Die Anforderungen der in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren sind für die Anwendung bei der metrologischen Bestätigung von Kolbenhubgeräten geeignet. Bei Kalibrierungen muss das Verfahren dieser Internationalen Norm durch Vergleich mit einem der in ISO 8655-6 oder ISO 8655-8 beschriebenen Referenzmessverfahren validiert werden.

4.2 Qualifikation des Bedieners

Bediener, die Kolbenhubgeräte verwenden, kalibrieren oder prüfen, müssen angemessen in der Anwendung des zu prüfenden Kolbenhubgeräts geschult sein. Schulung und Kompetenz des Bedieners sollten dokumentiert sein.

ANMERKUNG Die Qualifizierung des Bedieners im Umgang mit zuvor kalibrierten Pipetten ist erwägenswert.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

5 Anforderungen bei der Prüfung von Mehrkanalkolbenhubgeräten

Bei der metrologischen Bestätigung von Mehrkanalkolbenhubgeräten muss regelmäßig die Leistung jedes Kanals des Mehrkanalkolbenhubgeräts durch Kalibrierung und routinemäßige Prüfungen geprüft werden. Die Kanäle nicht einzeln zu prüfen, kann für den Anwender ein erhebliches Fehlerrisiko darstellen.

Die Prüfflüssigkeit sollte wie in ISO 8655-2 beschrieben gleichzeitig mit allen Kanälen eines Mehrkanalkolbenhubgeräts angesaugt werden. Falls die Flüssigkeit nur in einen Kanal angesaugt wird, ist dies im Prüfbericht anzugeben. Je nach gewähltem Prüfverfahren und verfügbarer Messausrüstung, könnte es erforderlich sein, jeden Kanal einzeln in aufeinanderfolgenden Prüfungen zu prüfen.

ANMERKUNG 1 Prüfverfahren, bei denen die Volumenmessung in einer Mikroplatte erfolgt, bieten die Möglichkeit, dass die Prüfflüssigkeit gleichzeitig aus allen Kanälen in die Mikroplatte dosiert wird. In Anhang D ist ein Verfahren für die Kalibrierung von Mehrkanalpipetten angegeben.

ANMERKUNG 2 Ein einheitliches und gleichmäßiges Anbringen der Spitzen ist wichtig und kann die Leistung beeinflussen.

ANMERKUNG 3 Abweichungen zwischen den Kanälen können durch Spitzen niedriger Qualität verstärkt werden. Unterschiede bei den Abmessungen führen zu ungleichmäßiger Aufnahme und Abgabe.

6 Leistungsanforderungen

6.1 Leistungsgrenzwerte

Die Ergebnisse der Kalibrierung und routinemäßigen Prüfung dürfen im Bericht angegeben werden, ohne sie mit den Leistungsgrenzwerten zu vergleichen. Werden die Ergebnisse dennoch anhand der Leistungsgrenzwerte verifiziert, sind diese Grenzwerte mit dem Anwender zu vereinbaren.

Die Leistungsgrenzwerte dürfen auf der Prozessunsicherheit bei der Flüssigkeitshandhabung durch den Anwender, auf den in diesem Teil von ISO 8655 angegebenen Produktgrenzwerten für den jeweiligen zu prüfenden Kolbenhubgerättyp oder auf den Herstellergrenzwerten beruhen, sofern diese für den Verwendungszweck geeignet sind.

6.2 Einfluss des Bedieners

Die Messung der volumetrischen Leistung schließt zufällige und systematische Messabweichungen des Kolbenhubgeräts sowie durch den Gerätebediener eingeführte Fehler ein. Die Leistungsgrenzwerte für ein Kolbenhubgerät müssen gegebenenfalls die Komponente des Bedienfehlers berücksichtigen.

ANMERKUNG Die Leistung einer Handpipette ist untrennbar mit der Leistung des Bedieners verbunden.

7 Prüfbedingungen

7.1 Allgemeines

Die in diesem Abschnitt beschriebenen Prüfbedingungen müssen hinsichtlich ihrer Eignung für das gewählte Prüfverfahren und dessen Durchführung validiert werden. Die Prüfbedingungen haben zusammen mit den Prüfgeräten und dem detaillierten Prüfverfahren Einfluss auf die Messunsicherheit. Beispiele für die Berechnung der erweiterten Unsicherheit des mittleren Volumens und der Verwendungsunsicherheit für ein einzelnes Abgabevolumen sind in ISO/TR 16153 und ISO/TR 20461 aufgeführt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

7.2 Prüfgeräte

Alle Geräte, die für die Prüfung eines Kolbenhubgeräts einschließlich der Herstellung der Prüflösungen verwendet werden, müssen so gewählt werden, dass die verlangte Messunsicherheit eingehalten werden kann.

Alle verwendeten Prüfgeräte müssen über eine geeignete Ablesbarkeit, Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und Stabilität im Einklang mit der erweiterten Messunsicherheit verfügen.

Abweichungen von den in dieser Norm festgelegten Prüfgeräten müssen bei der Berechnung der erweiterten Messunsicherheit berücksichtigt werden und müssen nachweislich Messergebnisse liefern, die für den Verwendungszweck geeignet sind.

7.3 Prüfraum, Umgebungsbedingungen

Der Prüfraum sollte während der gesamten Zeit für die Gleichgewichtseinstellung von Prüf- und Kolbenhubgeräten (±1 °C) und während der gesamten Dauer der Prüfung des Kolbenhubgeräts (±0,5 °C) auf einer konstanten Temperatur gehalten werden. Alle verwendeten Prüfgeräte, Kolbenhubgeräte, austauschbaren Teile (z. B. Pipettenspitzen) und Reagenzien müssen auf Prüfraumtemperatur eingestellt werden.

Die Umgebungstemperatur, die relative Luftfeuchte und der Luftdruck zum Zeitpunkt der Prüfung sind aufzuzeichnen.

Zur Bewertung der Gebrauchstauglichkeit des Kolbenhubgeräts sollten die Prüfbedingungen die Umgebungsbedingungen wiedergeben, unter denen das Kolbenhubgerät verwendet wird. Im Allgemeinen kann dies erreicht werden, indem das Kolbenhubgerät in dem Labor kalibriert wird, in dem es zum Einsatz kommt.

ANMERKUNG Kalibrierlaboratorien in Prüfhäusern oder Qualitätskontrolllaboratorien des Pipettenherstellers können oft die Umgebungsbedingungen genau steuern, um die gewünschten Normalbedingungen zu erreichen. Diese Ergebnisse unter anderen Umgebungsbedingungen zu reproduzieren, kann sehr schwierig sein.

7.4 Prüfvolumina

7.4.1 Kolbenhubgeräte mit festem Volumen

Bei Kolbenhubgeräten mit festem Volumen ist das gewählte Volumen V_S identisch mit dem Nennvolumen V_0 und das einzige Prüfvolumen.

7.4.2 Kolbenhubgeräte mit variablem Volumen

a) Bei Kalibrierungen müssen Kolbenhubgeräte mit variablem Volumen mindestens auf drei Volumina geprüft werden:

   — das Nennvolumen;

   — 50 % des Nennvolumens oder das nächstmögliche Volumen (falls der Abstand gleich ist, wird der höhere Wert verwendet);

   — die untere Grenze des Nutzvolumens oder 10 % des Nennvolumens (je nachdem, welches das größere ist).

Die Messung weiterer Volumina ist optional.

b) Bei Routineprüfungen dürfen weniger als drei Volumina geprüft werden.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Falls das Kolbenhubgerät nur auf zwei Volumina geprüft wird, sind das Nennvolumen und die untere Grenze des Nutzvolumens oder 10 % des Nennvolumens (je nachdem, welches das größere ist) zu prüfen.

ANMERKUNG Die Linearität der Abgabevolumina zwischen diesen beiden Prüfpunkten ist nicht bekannt und stellt für den Anwender im Vergleich zu einer Prüfung mit drei Volumina ein erhöhtes Risiko für volumetrische Fehler dar.

Falls das Kolbenhubgerät nur auf ein Volumen geprüft wird, ist das Nennvolumen oder das Volumen zu prüfen, mit dem es verwendet wird.

7.5 Anzahl der Messungen je Prüfvolumen

Das Vertrauensniveau der metrologischen Bestätigung steigt mit der Anzahl an Wiederholungsmessungen je Prüfvolumen. Mindestens zehn Messungen je Volumen sind in den Referenzmessverfahren nach ISO 8655-6 und ISO 8655-8 gefordert. Für die Prüfverfahren in dieser Internationalen Norm werden 10 Messungen empfohlen, doch es dürfen weniger Wiederholungsmessungen durchgeführt werden, wenn die erweiterte Messunsicherheit für das Kolbenhubgerät für den Verwendungszweck geeignet ist. Es müssen mindestens 4 Wiederholungsmessungen durchgeführt werden.

Die Wiederholungen der Volumenmessung werden zur Berechnung der systematischen und der zufälligen Messabweichung nach Abschnitt 8 verwendet. Die im Bericht angegebene Messunsicherheit ist auf der Grundlage der Anzahl an Wiederholungsmessungen zu ermitteln.

7.6 Prüfflüssigkeiten

In der Regel werden Kolbenhubgeräte mit einer Justierung mit Wasser geliefert. Kalibrierungen und Routineprüfungen dürfen mit anderen Flüssigkeiten oder Lösungen durchgeführt werden. In dieser Norm wird der Begriff „Prüfflüssigkeit“ für reine Lösemittel sowie für hergestellte Farbstoff- oder andere Lösungen verwendet. Die verwendete Prüfflüssigkeit muss ausreichend detailliert beschrieben werden, damit die Prüfung wiederholt werden kann und die Ergebnisse ausgewertet werden können.

Die folgenden Merkmale der Prüfflüssigkeit sind bei der Bestimmung des Messvolumens zu berücksichtigen: Der Faktor Z beim Wägen, die Absorption der Farbstoffe bei photometrischen Verfahren und die Leitfähigkeit und Reaktivität bei der potentiometrischen Titration.

Je nach Typ des Kolbenhubgeräts können die folgenden Parameter die Menge der angesaugten und/oder dosierten Flüssigkeit beeinflussen: Viskosität, Dichte, chemische Zusammensetzung und Oberflächenspannung.

Die Haltbarkeit jeder Prüfflüssigkeit muss bekannt sein, sofern sie für eine Zeitdauer gelagert werden soll. Es gelten die spezifischen Verfahren für die Herstellung und Lagerung der Reagenzlösungen.

Die verwendete Prüfflüssigkeit muss im Bericht angegeben werden. Der Einfluss der Prüfflüssigkeit auf die erweiterte Messunsicherheit ist während der Kalibrierungen zu beachten.

8 Auswertung

8.1 Mittleres Volumen

Die n dosierten Prüfvolumina $V_{T,i}$ ($i = 1$ bis n) werden addiert und die Summe wird durch n dividiert, um den Mittelwert $\overline{V}$ des abgegebenen Volumens bei der Prüftemperatur nach Gleichung (1) zu erhalten. Dieser Wert kann in Mikroliter oder in Milliliter angegeben werden:

$$\overline{V} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} V_{T,i} \qquad (1)$$

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Dabei ist

$\overline{V}$ das mittlere Volumen;

n die Anzahl der Wiederholungsabgaben des Prüfvolumens;

$V_{T,i}$ das Volumen der bei jeder Wiederholung, $i = 1$ bis n, abgegebenen Prüfflüssigkeit.

8.2 Systematische Messabweichung

Die systematische Messabweichung e_s des Kolbenhubgeräts wird nach Gleichung (2) berechnet:

$$e_S = \overline{V} - V_S \tag{2}$$

Dabei ist

e_S die absolute systematische Messabweichung, angegeben in Volumeneinheiten;

V_S das gewählte Prüfvolumen des zu prüfenden Kolbenhubgeräts.

Diese systematische Messabweichung darf anhand Gleichung (3) in Prozent angegeben werden:

$$\eta_S = \frac{(\overline{V} - V_S)}{V_S} \times 100\% \tag{3}$$

Dabei ist η_S die relative systematische Messabweichung, angegeben in Prozent.

Bei Kolbenhubgeräten mit festem Volumen sind das gewählte Prüfvolumen V_s und das Nennvolumen V_0 identisch und V_s kann durch V_0 ersetzt werden.

8.3 Zufällige Messabweichung

Die zufällige Messabweichung des Kolbenhubgeräts wird als Wiederholstandardabweichung s_r nach Gleichung (4) berechnet:

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(V_{T,i} - \overline{V})^2}{n-1}} \tag{4}$$

Dabei ist s_r die Wiederholstandardabweichung, angegeben in Volumeneinheiten.

Diese zufällige Messabweichung darf auch in Prozent als Variationskoeffizient CV nach Gleichung (5) angegeben werden.

$$CV = \frac{s_r}{\overline{V}} \times 100\ \% \tag{5}$$

Dabei ist CV der Variationskoeffizient.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

9 Prüfverfahren

9.1 Allgemeines

Diese Norm beschreibt fünf Prüfverfahren und die entsprechende Durchführung der Prüfungen: Gravimetrie, ratiometrische Photometrie mit zwei Farbstoffen, Photometrie mit einem Farbstoff, Hybridverfahren mit Photometrie und Gravimetrie und Titration.

Die Prüfflüssigkeiten und Aufnahmegefäße sind abhängig vom gewählten Verfahren. Abhängig vom gewählten Prüfverfahren wird die Durchführung in Anhang A, Anhang B, Anhang C, Anhang D und Anhang E beschrieben und ist jeweils zur Herstellung der Prüfflüssigkeiten zu befolgen. Die Aufnahmegefäße für die Prüfflüssigkeit müssen den im entsprechenden Prüfverfahren festgelegten Gefäßen entsprechen.

Zur Herstellung der Prüfflüssigkeiten verwendete Chemikalien und ihre zugehörigen CAS-Registrierungsnummern sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1 — CAS-Registrierungsnummern

Chemikalie	CAS-Nr.
Kupfer(II)-chlorid-Dihydrat	10125-13-0
Dinatriumhydrogenphosphat-Dihydrat	10028-24-7
Salzsäure	7647-01-0
Salpetersäure	7697-37-2
4-Nitrophenol	100-02-7
Orange G	1936-15-8
Ponceau S	6226-79-5
Kaliumchlorid	7447-40-7
Kaliumhydrogenphthalat	877-24-7
Kaliumnitrat	7757-79-1
Silbernitrat	7761-88-8
Natriumchlorid	7647-14-5
Natriumhydroxid	1310-73-2
Schwefelsäure	7664-93-9
Tartrazin	1934-21-0
Ethylendiamintetraessigsäure Tetranatriumsalz Dihydrat (EDTA)	10378-23-1
Wasser	7732-18-5

9.2 Gravimetrisches Verfahren

Bei diesem Verfahren wird eine Waage zur Bestimmung der Masse des Abgabevolumens verwendet. Es kann für unterschiedliche Prüfflüssigkeiten zur Bewertung der volumetrischen Leistung eines Kolbenhubgeräts verwendet werden, vorausgesetzt die spezifische Dichte der Prüfflüssigkeit ist bekannt.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Das gravimetrische Verfahren wird in Anhang A beschrieben.

Dieses Verfahren darf für die Verwendung von Mehrkanalwaagen angepasst werden, die die gleichzeitige Abgabe der Prüfflüssigkeit aus einem Mehrkanalkolbenhubgerät unterstützen.

Sofern das gravimetrische Referenzmessverfahren nach ISO 8655-6 befolgt wird, aber eine der Anforderungen nicht erfüllt wird, findet A.2 dieser Internationalen Norm Anwendung.

9.3 Ratiometrisch-photometrisches Verfahren mit zwei Farbstoffen

In diesem Verfahren werden zwei Farbstofflösungen verwendet: die Prüflösung mit Ponceau S wird in eine Kupfer(II)-chlorid-Lösung abgegeben und der Verdünnungsgrad beider Farbstoffe wird anhand photometrischer Messungen bei 520 nm und 730 nm berechnet.

Das in Anhang B beschriebene ratiometrisch-photometrische Verfahren ist für Prüfvolumina zwischen 0,1 µl und 5 000 µl geeignet.

Eine angepasste Variante dieses Verfahrens eignet sich für die Prüfung von Mehrkanalkolbenhubgeräten, wobei die Farbstofflösungen aus allen Kanälen gleichzeitig in Mikroplatten mit 96 bzw. 384 Vertiefungen abgegeben werden. [4]

Sofern das photometrische Referenzmessverfahren nach ISO 8655-8 befolgt wird, aber eine der Anforderungen nicht erfüllt wird, findet B.2 dieser Internationalen Norm Anwendung.

9.4 Photometrisches Verfahren mit einem Farbstoff

Bei diesem Verfahren wird die Verdünnung einer Farbstofflösung (Prüflösung) anhand der gemessenen Absorption der abgegebenen Prüflösung berechnet. Die folgenden Farbstoffe dürfen für dieses Verfahren verwendet werden: Ponceau S, Orange G, Tartrazin und 4-Nitrophenol.

Das in Anhang C beschriebene photometrische Verfahren verwendet Ponceau S als Farbstoff und ist für Prüfvolumina zwischen 2 µl und 200 µl geeignet.

9.5 Für Mehrkanalkolbenhubgeräte anwendbares Hybridverfahren mit photometrischer und gravimetrischer Messung

Mithilfe dieses Verfahrens ist es möglich, die volumetrische Leistung eines Mehrkanalkolbenhubgeräts zu bewerten, indem eine gravimetrische Messung mit einer anschließenden photometrischen Messung kombiniert wird. Die Prüfflüssigkeit mit Tartrazin, Orange G oder 4-Nitrophenol als Farbstoff wird von allen Kanälen parallel in Mikroplatten mit 96 bzw. 384 Vertiefungen abgegeben.

Das in Anhang D beschriebene Verfahren ist im Allgemeinen für Prüfvolumina zwischen 1 µl und 100 µl in Platten mit 96 Vertiefungen sowie zwischen 1 µl und 50 µl in Platten mit 384 Vertiefungen geeignet.

9.6 Titrationsverfahren

Dieses Verfahren eignet sich für Prüfvolumina über 500 µl und verwendet Natriumchlorid-(NaCl-)-Lösung als Prüfflüssigkeit, die mit Silbernitrat-($AgNO_3$-)Lösung titriert wird. Der Äquivalenzpunkt wird durch potentiometrische Detektion bestimmt, z. B. mit einer Silberelektrode.

Die Durchführung der potentiometrischen Titration wird in Anhang E beschrieben.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

9.7 Losprüfung

Zur Unterstützung der Losprüfung von Kolbenhubgeräten dürfen statistische Ansätze auf der Grundlage von Zufalls- und Stichprobenprüfungen hinzugezogen werden, sofern alle Festlegungen dieses Unterabschnitts erfüllt sind. Die Organisationseinheit, die diese Analyse durchführt, muss die vollständige Kontrolle über alle volumenbestimmenden Komponenten des Kolbenhubgeräts haben. Die Kontrolle über die Grenzabweichungen bei allen volumenbestimmenden Komponenten sowie über den Montageprozess muss übergeben werden. Die Fertigung dieser Komponenten muss Serienreife haben.

Die vollständige Leistungs- und Fertigungshistorie einer Gesamtcharge von Kolbenhubgeräten einer Produktlinie mit denselben volumetrischen Merkmalen (z. B. identisches Nennvolumen, Gerät mit festem oder variablem Volumen, gleiche Anzahl der Kanäle usw.) muss belegt werden.

Zusätzlich ist eine homogene Leistung des Kolbenhubgeräts innerhalb der festgelegten Leistungsgrenzwerte sicherzustellen. Die Leistung von volumenbestimmenden Komponenten muss in einem Laboratorium mit technischer Kompetenz anhand von Messungen in Übereinstimmung mit einem der Referenzmessverfahren in ISO 8655-6 oder ISO 8655-8 ermittelt werden. [5]

Kolbenhubgeräte, die einer Losprüfung nach dieser Internationalen Norm unterzogen werden, müssen von einem Unternehmen hergestellt werden, das über ein anerkanntes Qualitätsmanagementsystem (z. B. ISO 9001 oder ISO 13485) verfügt. Der Probenahmeplan für dieses Verfahren muss ISO 2859 oder ISO 3951 entsprechen und eine annehmbare Qualitätsgrenzlage (AQL) aufweisen.

Einzelheiten zum gewählten Probenahmeplan und der AQL, einschließlich Verweisung auf die entsprechende ISO-Norm, sind im Bericht anzugeben.

10 Dosierverfahren

10.1 Allgemeines

Wenn die Anweisungen des Herstellers eines Kolbenhubgeräts ein anderes als das in 10.2 bis 10.9 beschriebene Verfahren für die Volumenabgabe vorgeben, darf dieses Abgabeverfahren angewendet werden. Diese Verfahren müssen ausreichend detailliert beschrieben werden, damit die Prüfung wiederholt werden kann, und die Abweichungen von dieser Norm müssen im Prüfbericht festgehalten werden.

ANMERKUNG Bei der Prüfung mehrerer Volumina mit Geräten mit variablem Volumen ist es hilfreich, mit dem größten Volumen zu beginnen und anschließend mit kleineren Teilvolumina fortzufahren.

10.2 Vorbereitung

Die Prüfgeräte, die Prüfflüssigkeit und das Aufnahmegefäß für die Prüfflüssigkeit werden entsprechend der gewählten Durchführung vorbereitet.

Das zu prüfende Kolbenhubgerät, die Prüfgeräte, die austauschbaren Teile und die Prüfflüssigkeiten werden bis zum Erreichen des thermischen Gleichgewichts stehen gelassen.

Bei Kolbenhubgeräten mit variablem Volumen wird das Prüfvolumen gewählt; während des Prüfzyklus aller Wiederholungsmessungen darf diese Einstellung nicht geändert werden.

Wird eine Bürette, ein Dilutor oder ein Dispenser geprüft, wird das zu prüfende Kolbenhubgerät, dessen Reservoir bereits mit Prüfflüssigkeit gefüllt ist, so platziert, dass die Abgabe der Prüfflüssigkeit direkt in das Aufnahmegefäß möglich ist. Das Kolbenhubgerät wird vorbefüllt (Priming), um Luftblasen in den Schläuchen und Ventilen zu entfernen. Die Abgabegeschwindigkeit wird nach den Anweisungen des Herstellers eingestellt. Die ersten Tropfen Flüssigkeit müssen gegebenenfalls vor Beginn der Kalibrierung verworfen werden, sofern dies vom Hersteller angegeben ist.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

10.3 Einkanalpipetten mit Luftpolster(nach ISO 8655-2)

10.3.1 Allgemeines

Bei kraftangetriebenen Pipetten erfolgen das Ansaugen und die Abgabe der Prüfflüssigkeit automatisch. Die weiteren Prüfschritte erfolgen nach dem unten angegebenen Verfahren. Der Anwender muss die Geschwindigkeitseinstellungen für das Ansaugen und die Abgabe dem Benutzerhandbuch entnehmen.

ANMERKUNG Zusätzliche Informationen zu diesem Typ Kolbenhubpipetten können ISO 8655-2, Anhang C entnommen werden.

10.3.2 Prüfzyklus

Der Prüfzyklus wird wie folgt durchgeführt:

a) die gewählte Spitze wird an der Kolbenhubpipette befestigt;

b) die Spitze wird fünfmal vorbefeuchtet, indem Prüflösung angesaugt und der Ausschuss entleert wird, um ein Feuchtegleichgewicht im toten Luftvolumen herzustellen;

c) der Druckknopf wird niedergedrückt;

d) die Pipette wird senkrecht gehalten und die Spitze wird in die Prüflösung bis zu einer angemessenen Tiefe unterhalb der Oberfläche der Prüflösung eingetaucht (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2 — Eintauchtiefen während des Ansaugens und Wartezeit nach Ansaugen der Prüfflüssigkeit [6,7]

Prüfvolumen µl	Eintauchtiefe mm	Wartezeit s
≤ 1	1 bis 2	1
> 1 bis 100	2 bis 3	1
> 100 bis 1 000	2 bis 4	1
> 1 000 bis 20 000	3 bis 6	3

e) der Druckknopf wird, sofern er handbetrieben ist, langsam losgelassen;

f) für die empfohlene Zeitdauer (siehe Tabelle 2) wird pausiert;

g) die Spitze wird senkrecht und vorsichtig aus der Prüflösung genommen;

h) die Spitze wird in einem Winkel von ungefähr 30° bis 45° an die Innenseite des Aufnahmegefäßes geführt;

i) der Druckknopf wird niedergedrückt und der Inhalt der Pipette so langsam in das Aufnahmegefäß abgegeben, dass kein Druckstrahl entsteht;

j) gegebenenfalls wird die „Blow-out“-Funktion der Kolbenhubpipette angewendet (je nach Pipettentyp zweiter Anschlag), um den letzten Flüssigkeitstropfen auszustoßen;

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

k) die Spitze wird ungefähr 8 mm bis 10 mm an der Innenwand des Aufnahmegefäßes entlang gezogen, um Tropfen an der Spitzenöffnung oder um sie herum zu entfernen;

l) die Spitze wird aus dem Aufnahmegefäß entfernt;

m) der Druckknopf wird losgelassen;

n) der Deckel des Aufnahmegefäßes wird gegebenenfalls geschlossen;

o) das gewählte Messverfahren zur Messung des Abgabevolumens der Prüflösung wird befolgt;

p) der in 10.3.2 beschriebene Prüfzyklus wird wiederholt, bis die gewünschte Anzahl (n) Messungen vorliegt.

Während der Wiederholungsmessungen muss die Pipettenspitze mindestens einmal gewechselt werden, um die Verwendung beschädigter oder fehlerhaft hergestellter Spitzen zu erkennen und Schwankungen zwischen den verwendeten Spitzen zu beurteilen. Bei $n = 10$ Wiederholungen müssen mindestens zwei Spitzen verwendet werden und die Spitze ist nach 5 Messungen zu wechseln.

Der Wechsel der Spitze gilt auch für Direktverdrängerpipetten mit wiederverwendbaren Spitzen (Form D2).

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

10.4 Mehrkanalpipetten (nach ISO 8655-2)

Mehrkanalpipetten gleichen Einkanalpipetten, da sie über eine Reihe von einzelnen Volumina abmessenden und abgebenden Baueinheiten verfügen, die gemeinsam über einen Bedienmechanismus gehandhabt werden. Bei der volumetrischen Leistungsprüfung muss jeder Kanal für sich betrachtet, geprüft und nach 10.3 festgehalten werden. Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

Alle Kanäle einer Mehrkanalpipette sollten gleichzeitig geprüft werden, damit die spezifische Konstruktion und die Herausforderungen im Betrieb von Mehrkanalpipetten berücksichtigt werden (siehe 5.1).

Im Allgemeinen gibt es drei mögliche Verfahren für die Prüfung von Mehrkanalpipetten:

a) Das angesaugte Prüfvolumen kann von allen Kanälen gleichzeitig in eine Mikroplatte abgegeben werden. Das in 9.5 beschriebenen Prüfverfahren folgt einem Hybridansatz aus gravimetrischer und photometrischer Messung, der sich für die Prüfung der gleichzeitigen Abgabe aus einem Mehrkanalkolbenhubgerät mit bis zu 384 Kanälen eignet (Anhang D). Das Höchstprüfvolumen ist auf das Nutzvolumen der Vertiefungen der verwendeten Mikrotiterplatte beschränkt. Auf ähnliche Weise kann das in 9.3 beschriebene ratiometrisch-photometrische Prüfverfahren für die Messung einer gleichzeitigen Prüfflüssigkeitsabgabe aus bis zu 384 Kanälen in eine Mikroplatte angepasst werden [4].

b) Es kann eine Mehrkanalwaage verwendet werden, die das aus allen Kanälen abgegebene Prüfvolumen parallel misst, indem das Ansaugen und die Abgabe für alle Kanäle gleichzeitig erfolgt und dann die Ergebnisse jedes Kanals einzeln analysiert werden. Das in 9.2 beschriebene Prüfverfahren kann entsprechend angepasst werden. Die Höchstzahl an Kanälen, die parallel geprüft werden können, hängt von dem Typ der Mehrkanalwaage ab.

   Zur Kalibrierung von Mehrkanalpipetten mit mehr als 12 Kanälen oder mit 4,5 mm Konusabstand darf die folgende Variante angewendet werden: Jeder zweite Konus der Pipette wird verwendet, um die Pipette in mehreren Sätzen zu kalibrieren. Alle Kanäle müssen geprüft werden.

   Sofern die Pipette über mehr als eine Reihe Kanäle verfügt, müssen die Reihen nacheinander geprüft werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

c) Alternativ können alle Kanäle einzeln nacheinander geprüft werden, indem die Prüfflüssigkeit in alle Kanäle angesaugt und dann jeweils von einem Kanal gesammelt wird. Für die Messung von Kanal 1 beispielsweise wird das Volumen von Kanal 1 in das Aufnahmegefäß geleert, während die Volumina aller anderen Kanäle verworfen werden.

10.5 Direktverdrängerpipetten (nach ISO 8655-2)

Pipetten ohne Luftpolster müssen nach 10.3.2 geprüft werden und die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden. Das fünffache Vorbefeuchten der Pipettenspitze vor der Prüfung muss nur durchgeführt werden, falls dies vom Hersteller gefordert wird. Der Wechsel der Pipettenspitzen nach 10.3.2 muss nur bei Prüfung von Direktverdrängerpipetten mit wiederverwendbaren Spitzen der Form D2 (siehe ISO 8655-2) vorgenommen werden. Die Anweisungen des Herstellers zum Befüllen der Pipettenspitze ohne Luftblasen werden befolgt.

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

10.6 Büretten (nach ISO 8655-3)

Der folgende Prüfzyklus wird durchgeführt:

a) bei Bedarf wird die Bürette aus dem Reservoir luftblasenfrei mit Prüfflüssigkeit wiederbefüllt;

b) ein Nullabgleich des Messgeräts wird entsprechend dem gewählten Verfahren ausgeführt;

c) die Prüfflüssigkeit wird von der Bürette in das Aufnahmegefäß dosiert, bis das gewählte Volumen erreicht ist. Wenn die Bürette automatisch gesteuert wird, wird die Prüfflüssigkeit dosiert, bis das eingestellte Volumen erreicht ist und keine weitere Abgabe erfolgt;

d) das dosierte Volumen der Prüflösung wird unter Befolgung der erforderlichen Schritte nach dem gewählten Prüfverfahren und dessen Durchführung gemessen und das Messergebnis wird aufgezeichnet;

e) der Prüfzyklus wird wiederholt, bis die Ergebnisse der gewünschten Anzahl (n) Wiederholungsmessungen vorliegen.

Werden Teilvolumina des Nennvolumens der Bürette geprüft, muss der Kolben vor der nächsten Messung nicht in die Ausgangsposition (Null) zurückgeführt werden. Bei der Dosierung von Teilvolumina wird sichergestellt, dass die obere Volumenbegrenzung des Kolbens und damit das Nennvolumen der Bürette nicht überschritten werden.

Bei der Prüfung von Büretten – insbesondere bei einer automatisierten Prüfung – kann ein an der Dosierspitze hängender Tropfen nicht bei allen Versuchsanordnungen an der Gefäßwandung abgestreift werden. In diesen Fällen wird sichergestellt, dass die Volumenmessung erst dann erfolgt, wenn sich ein vollständiger Tropfen von der Dosierspitze gelöst hat und in das Aufnahmegefäß gefallen ist.

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

10.7 Dilutoren (nach ISO 8655-4)

10.7.1 Allgemeines

Abhängig von der Konstruktion des zu prüfenden Dilutors müssen das Probevolumen, das Verdünnungsvolumen und/oder das Gesamtvolumen geprüft werden. Wenn das Probevolumen (In) oder das Verdünnungsvolumen (Ex) unabhängig geprüft werden sollen, muss der jeweils nicht geprüfte Zylinder auf Null gestellt oder außer Betrieb gesetzt werden, wenn die Konstruktion dies erlaubt. Wenn dies

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

konstruktionsbedingt nicht möglich ist, können nur Probevolumen und Gesamtvolumen durch die übliche Anwendung geprüft werden.

Angesichts der besonderen Bedienung von Dilutoren darf für die Prüfung von Dilutoren nur das gravimetrische Verfahren (9.2) angewendet werden.

Wenn die Probenaufnahme gemessen werden soll, muss das Volumen der Flüssigkeit mindestens 15-mal das bei jeder Messung angesaugte Volumen betragen.

Bei der Prüfung der Probenaufnahme wird das Probevolumen des Dilutors auf das gewünschte Prüfvolumen eingestellt, welches das Höchstvolumen oder ein Zwischenvolumen innerhalb des Bereiches sein darf, und das Verdünnungssystem wird je nach Verfügbarkeit abgeschaltet, auf Null eingestellt oder auf das Minimum eingestellt. Diese Einstellungen dürfen nicht geändert werden, bis die gewünschte Anzahl an Wiederholungsmessungen (n) erfolgt ist.

Bei der Prüfung der Verdünnung oder der Gesamtabgabe wird je nach Verfügbarkeit die Probenaufnahme entweder abgeschaltet oder auf Null gestellt oder es wird ein beliebiges verfügbares Volumen eingestellt. Das Verdünnungsvolumen wird entweder auf das Nennvolumen oder ein Zwischenvolumen des Dosierbereichs eingestellt. Diese Einstellungen werden während der Messserie aus n Wiederholungsmessungen nicht geändert.

10.7.2 Prüfzyklus

Vor Durchführung des folgenden Prüfzyklus wird eine komplette Aufnahme und Abgabe durchgeführt (einschließlich Abgabe von Prüfflüssigkeit aus dem Verdünnungssystem, wenn notwendig) und die Prüfflüssigkeit wird als Ausschuss verworfen:

a) die Aufnahme- und Abgabenadel wird gegen die Wandung des Wägegefäßes geführt, um Tropfen von seiner Öffnung zu entfernen, und das Gewicht des Wägegefäßes wird als Startgewicht gemessen;

b) das Prüfvolumen wird durch Ansaugen von Prüfflüssigkeit aus dem Wägegefäß über die Ansaug- und Abgabenadel gemessen, und der Gewichtsverlust des Wägegefäßes wird festgehalten;

c) nach dem Ansaugen wird mit dem Ende der Nadel die Innenwandung des Wägegefäßes berührt, um sicherzustellen, dass um ihre Öffnung keine Tropfen verbleiben;

d) die angesaugte Probe wird verworfen, falls notwendig zusammen mit Prüfflüssigkeit aus der Verdünnung;

e) wenn möglich, wird das Verdünnungsvolumen bestimmt, indem das Verdünnungsabgabesystem wie ein Dispenser gehandhabt wird. Andernfalls wird das gesamte Proben- und Verdünnungsvolumen gemeinsam gemessen;

f) der Prüfzyklus wird wiederholt, bis die Ergebnisse der gewünschten Anzahl (n) Wiederholungsmessungen vorliegen.

ANMERKUNG Viele Dilutoren erlauben die Verwendung als Dispenser durch Außerbetriebnahme der Probenaufnahme.

Wenn die Bestimmung des Gesamtvolumens durch Ansaugen von Prüfflüssigkeit aus dem Wägegefäß und anschließende gemeinsame Abgabe mit Verdünnungsprüfflüssigkeit zurück in das Wägegefäß erfolgt, wird die Gewichtszunahme nur der Verdünnungsprüfflüssigkeit zugerechnet. In jedem Fall entspricht die Gewichtszunahme des Wägegefäßes einer einmaligen Abgabe von Verdünnungsprüfflüssigkeit.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Während der Prüfung wird sichergestellt, dass der Kolben nicht zu heftig an den Hubbegrenzungen anschlägt, da dieses ein kurzes Öffnen des federbetriebenen Abgabeventils verursachen könnte („Spucken“, verursacht durch die Rückhaltekraft des abrupt unterbrochenen Durchflusses).

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

10.8 Dispenser (nach ISO 8655-5)

Der folgende Prüfzyklus wird durchgeführt:

a) der Dispenser wird nach den Anweisungen des Anbieters luftblasenfrei befüllt;

b) ein Nullabgleich des Messgeräts wird entsprechend dem gewählten Verfahren ausgeführt;

c) die Prüfflüssigkeit wird vom Dispenser in das Aufnahmegefäß abgegeben;

d) das dosierte Volumen wird entsprechend dem gewählten Verfahren gemessen;

e) der Prüfzyklus wird wiederholt, bis die gewünschte Anzahl (n) Wiederholungsmessungen vorliegt.

ANMERKUNG Wegen des großen Einflusses der Kolbengeschwindigkeit auf das Messergebnis kommt den Angaben in der Betriebsanleitung über die Kolbengeschwindigkeit besondere Bedeutung zu (z. B. Wahl der für die Prüfflüssigkeit geeigneten Geschwindigkeit bei motorisch betriebenen Geräten).

Während der Prüfung wird sichergestellt, dass der Kolben nicht zu heftig an den Hubbegrenzungen anschlägt, da dieses ein kurzes Öffnen des federbetriebenen Abgabeventils verursachen könnte („Spucken“, verursacht durch die Rückhaltekraft des abrupt unterbrochenen Durchflusses).

Bei Mehrfachdispensern (siehe ISO 8655-5) muss der Kolben während der n Prüfzyklen nicht auf die Anfangsposition zurückgestellt werden, falls genügend Prüfflüssigkeit verbleibt, um die nächste Abgabe zu dosieren.

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

10.9 Spritzen (nach ISO 8655-9)

10.9.1 Allgemeines

Spritzen sind Geräte für die Dosierung von Flüssigkeiten und Gasen und können für eine Gesamt- oder Teilabgabe verwendet werden. Das Verfahren in dieser Norm misst nur die Abgabe von Flüssigkeiten.

10.9.2 Prüfzyklus

Nach dem Vorbefüllen (Priming) der Spritze zur Entfernung aller Luftblasen wird der folgende Prüfzyklus durchgeführt:

a) Prüfflüssigkeit wird in die Spritze angesaugt, bis die Bezugslinie leicht über dem Teilstrich des abzugebenden Volumens liegt;

b) Luftblasen werden entfernt, indem die Spritze mit der Düse nach oben gehalten und der Kolbenstopfen justiert wird, bis die Bezugslinie dem Teilstrich des abzugebenden Volumens entspricht.

c) ein Nullabgleich des Messgeräts wird entsprechend dem gewählten Verfahren ausgeführt;

d) der Inhalt der Spritze wird in das Aufnahmegefäß dosiert, indem die Spitzenendung mit einem Winkel von 30° bis 45° knapp oberhalb der Flüssigkeit gegen die Innenwand des Gefäßes geführt und etwa

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

8 mm bis 10 mm an der Innenwand des Gefäßes abgestreift wird, so dass Tropfen an der Öffnung der Spritzenspitze oder um sie herum entfernt werden (falls es nicht möglich ist, die Tropfen an der Innenwand abzustreifen, wird die Spitze an die Oberfläche der Flüssigkeit im Aufnahmegefäß geführt);

e) der Inhalt des Aufnahmegefäßes wird gemischt, sofern das gewählte Verfahren dies vorsieht;

f) das dosierte Volumen wird entsprechend dem gewählten Verfahren gemessen;

g) der Prüfzyklus wird wiederholt, bis die gewünschte Anzahl (n) Wiederholungsmessungen vorliegt.

Die Auswertung der erhaltenen Werte muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

11 Angabe der Ergebnisse im Bericht

Die Ergebnisse jeder Kalibrierung oder Routineprüfung müssen genau, klar, eindeutig und objektiv und in Übereinstimmung mit den spezifischen Anweisungen zum Verfahren dokumentiert werden. Die Ergebnisse müssen gewöhnlich in einem Prüfbericht oder Kalibrierschein (siehe ANMERKUNG 1) angegeben werden und alle Informationen enthalten, die vom Nutzer verlangt werden und für die Auswertung der Ergebnisse aus der Prüfung oder Kalibrierung erforderlich sind, sowie alle durch das verwendete Verfahren geforderten Informationen.

Die Prüfberichte oder Kalibrierscheine dürfen in Papierform oder elektronisch ausgestellt werden, sofern die Anforderungen dieser Internationalen Norm erfüllt sind.

ANMERKUNG Prüfberichte und Kalibrierscheine werden gelegentlich auch als Prüfzertifikate bzw. Kalibrierberichte bezeichnet.

Es müssen mindestens die folgenden Angaben enthalten sein:

a) Identifizierung des Kolbenhubgeräts durch:

   — Name des Herstellers;

   — Name oder Modellnummer der Bauart;

   — Seriennummer des Herstellers oder einmalige Kennnummer des Unternehmens;

   — Nennvolumen oder Nutzvolumenbereich;

b) Grundlage der Justierung (In oder Ex) und Bezugstemperatur (20 °C oder 27 °C);

c) Identifikation der Art der Spitzen oder austauschbarer Teile, die mit dem geprüften Kolbenhubgerät verwendet werden;

d) Prüfbedingungen während der Prüfung einschließlich mindestens Lufttemperatur und relative Luftfeuchte im Prüfraum;

e) Verweisung auf ISO 8655-7 sowie auf das angewendete Prüfverfahren und dessen Durchführung (d. h. Anhang A, Anhang B, Anhang C, Anhang D bzw. Anhang E). Im Fall einer Losprüfung nach 9.7 muss eine Verweisung auf ISO 8655-7, 9.7 erfolgen und Informationen zu dem verwendeten Probenahmeplan und der AQL enthalten;

f) jede Abweichung von dem in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren;

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

g) Art der Prüfflüssigkeit, sofern sie kein reines Wasser für gravimetrische Verfahren ist oder sofern sie von den in den photometrischen und titrimetrischen Verfahren in dieser Norm festgelegten Prüfflüssigkeiten abweicht (siehe 7.6);

h) Ergebnisse der volumetrischen Messungen für jedes Abgabevolumen;

i) Gesamtzahl der Wiederholungsmessungen für jedes geprüfte Volumen sowie die Anzahl der für die statistische Analyse verwendeten Messergebnisse;

j) systematische und zufällige Messabweichungen, die für die Prüfvolumina erhalten wurden;

k) geschätzte Messunsicherheit des mittleren Abgabevolumens (bei Kalibrierungen);

l) Empfehlung bezüglich des nächsten Prüfdatums (sofern mit dem Nutzer vereinbart);

m) Prüfdatum;

n) Identifikation der Person, die die Prüfung durchgeführt hat.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Anhang A
(normativ)

Gravimetrisches Verfahren

A.1 Überblick

Beim gravimetrischen Verfahren wird eine Waage zur Bestimmung der Masse des Abgabevolumens verwendet. Dieses Verfahren kann für unterschiedliche Prüfflüssigkeiten zur Bewertung der volumetrischen Leistung eines Kolbenhubgeräts verwendet werden, vorausgesetzt die spezifische Dichte der Prüfflüssigkeit ist bekannt. Es sind Einstellungen für stabile und bekannte Umgebungsbedingungen (Temperatur, relative Luftfeuchte und Luftdruck) vorzunehmen, da diese die Überführung von Masse in Volumen der Prüfflüssigkeit beeinflussen.

Die Durchführung des gravimetrischen Verfahrens nach A.3, A.4, A.5, A.6 und A.7 ist zu befolgen, sofern nicht das gravimetrische Referenzmessverfahren nach A.2 angewendet wird.

A.2 Anwendung des gravimetrischen Referenzmessverfahrens

Die Anwendung des gravimetrischen Referenzmessverfahrens in Übereinstimmung mit ISO 8655-6 anstelle des in den folgenden Unterabschnitten dieses Anhangs dargelegten gravimetrischen Verfahrens ist zulässig. Wird das Referenzmessverfahren nach ISO 8655-6 durchgeführt, müssen alle Abweichungen von dessen Anforderungen aufgezeichnet und nach Abschnitt 11 (e) im Bericht angegeben werden. Abweichungen können, ohne darauf beschränkt zu sein, die Verwendung einer anderen Prüfflüssigkeit, die Verwendung einer anderen Anzahl an Prüfvolumina, Wiederholungsmessungen, Spitzenwechseln oder die Arbeit bei nicht den Referenzbedingungen entsprechenden Temperaturen, umfassen. Die Ergebnisse sind nach Abschnitt 11 dieser Internationalen Norm im Bericht anzugeben und müssen auf diesen Anhang A.2 als anwendbares Verfahren nach Abschnitt 11 (d) verweisen.

A.3 Prüfgeräte

Alle Prüfgeräte müssen so gewählt werden, dass die verlangte Messunsicherheit eingehalten werden kann. Ein Beispiel für die Berechnung der erweiterten Messunsicherheit für ein gravimetrisches Referenzmessverfahren ist in ISO/TR 20461 angegeben.

A.3.1 Analytische Waage oder gleichwertige Wägeeinrichtung

Die Auflösung der für die Prüfung verwendeten Waage muss entsprechend dem Nennvolumen des zu prüfenden Geräts gewählt werden (siehe Tabelle A.1).

Tabelle A.1 — Mindestanforderungen an Waagen

Nennvolumen des zu prüfenden Geräts V	**Ablesbarkeit (d)** mg	**Wiederholpräzision (s)** mg	**Erweiterte Verwendungs-messunsicherheit U ($k = 2$)**[a,b] mg
1 µl ≤ V ≤ 10 µl	0,001	0,002	0,004
10 µl < V ≤ 100 µl	0,01	0,02	0,04
100 µl < V ≤ 1000 µl	0,1	0,1	0,2
1 ml < V ≤ 10 ml	0,1	0,1	0,3

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Nennvolumen des zu prüfenden Geräts V	Ablesbarkeit (d) mg	Wiederholpräzision (s) mg	Erweiterte Verwendungs-messunsicherheit U ($k = 2$)[a,b] mg
10 ml < V ≤ 100 ml	1	1	3
100 ml < V ≤ 200 ml	1	1	4

[a] Nach EURAMET cg-18 [8] ermittelte Verwendungsmessunsicherheit für den in mg angegebenen Wert des Nennvolumens.

[b] Die Verwendungsmessunsicherheit bei Mehrkanalwaagen ist doppelt so groß wie die Werte in dieser Tabelle.

A.3.2 Flüssigkeitsbehälter

Der Flüssigkeitsbehälter (Reservoir) muss über ein ausreichendes Volumen für die gesamte Prüfflüssigkeit verfügen, die voraussichtlich für die ganze Messreihe benötigt wird.

Der Flüssigkeitsbehälter sollte Temperaturdifferenzen zwischen der Prüfflüssigkeit und der Raumtemperatur auf ein Mindestmaß begrenzen.

A.3.3 Wägegefäß

Der Verdunstungsverlust von Wasser während der Abgabe- und Wägedurchführung muss berücksichtigt werden.

Insbesondere bei der Prüfung von Geräten mit kleinsten Volumina bestehen mögliche Maßnahmen zur Beschränkung des Verdunstungsverlusts z. B. darin, ein Verhältnis von Höhe zu Durchmesser des Wägegefäßes von mindestens 3:1 sicherzustellen oder Wägegefäße mit Deckel zu verwenden. Die Höhe wird von der Flüssigkeitsoberfläche bis zur Öffnung des Gefäßes gemessen.

Zur Verringerung der Verdunstung darf für die Waage eine Verdunstungsfalle verwendet werden.

A.3.4 Thermometer, Hygrometer, Barometer und Zeitmessgerät

Für das gravimetrische Verfahren verwendete Thermometer, Hygrometer, Barometer und Zeitmessgeräte müssen den Mindestanforderungen in Tabelle A.2 entsprechen oder eine bessere Leistung aufweisen.

Tabelle A.2 — Mindestanforderungen an andere Messgeräte

Parameter	Ablesbarkeit	Erweiterte Verwendungs-messunsicherheit ($k = 2$)
Thermometer für Flüssigkeiten	0,1 °C	0,2 °C
Thermometer für Raumluft	0,1 °C	0,2 °C
Hygrometer	1 % rel. Luftfeuchte	5 % rel. Luftfeuchte
Barometer	0,1 kPa	1 kPa
Zeitmessgerät	1 s	nicht zutreffend

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

A.4 Prüfflüssigkeit

Das für das gravimetrische Verfahren verwendete Wasser muss destilliert oder deionisiert sein und der „Qualität 3“ nach ISO 3696, entgast oder im Gleichgewicht mit Luft, entsprechen. Das Wasser muss Raumtemperatur haben.

A.5 Prüfverfahren

A.5.1 Verdunstung

Insbesondere bei kleinen Volumina ($V_T \leq 50$ µl) müssen Messabweichungen durch Verdunstung der Prüfflüssigkeit während des Wägens Berücksichtigung finden. Abgesehen von der Konstruktion des Wägegefäßes (siehe A.2.3) ist die Dauer eines Prüfzyklus wichtig.

Der Fehler durch Verdunstung während einer Prüfreihe muss, sofern er erheblich ist, experimentell bestimmt (siehe A.5.5) und rechnerisch kompensiert (siehe A.6.1) werden. Die Unsicherheit dieser Kompensation muss zur Messunsicherheit addiert werden.

A.5.2 Dauer des Prüfzyklus

Die Prüfzyklusdauer (benötigte Zeit zur Durchführung der Wägung eines dosierten Volumens) muss durch eine gute Vorgehensweise so gering wie möglich gehalten werden. Es ist wichtig, dass sie gleichförmig ist, sowohl während jedes Zyklus als auch möglichst von Zyklus zu Zyklus, so dass eine zuverlässige rechnerische Kompensation des Fehlers durch Verdunstung während der Messreihe vorgenommen werden kann.

A.5.3 Vorbereitung des Wägegefäßes

Der Prüfflüssigkeit muss in das Wägegefäß mit einer Mindesttiefe von ungefähr 3 mm gegeben werden. Die Temperatur der Prüfflüssigkeit und Luftdruck sowie relative Luftfeuchte im Prüfraum werden aufgezeichnet. Falls das Wägegefäß mit einem Deckel versehen ist, wird dieser aufgesetzt.

ANMERKUNG 1 Temperatur und Luftdruck sind zur Berechnung des Korrekturfaktors *Z* erforderlich (Anhang F). Die relative Luftfeuchte wird für die Dokumentation im Prüfbericht benötigt, aber nicht für die Überführung von Masse in Volumen, da die Korrekturfaktoren *Z* in Anhang F für eine relative Luftfeuchte zwischen 20 % und 90 % gelten.

A.5.4 Prüfdurchführung

Bei der Dosierung des Volumens in das Aufnahmegefäß auf der Wägeschale müssen das Verfahren und die entsprechenden Dosieranforderungen für das zu prüfenden Kolbenhubmessgerät (Abschnitt 10) eingehalten werden.

Auf Ablauf (Ex) justierte Kolbenhubgeräte müssen stets durch die Abgabe von Prüfflüssigkeit in das Wägegefäß geprüft werden. Auf Einguss (In) justierte Geräte müssen stets durch die Entfernung von Prüfflüssigkeit aus dem Wägegefäß geprüft werden. Beispiel hierfür ist die Probenaufnahme eines Dilutors.

A.5.5 Schritte zur Prüfung von Kolbenhubgeräten

a) Das vorbereitete Wägegefäß wird auf der Wägeschale platziert.

b) Die Masse m_{00} des Wägegefäßes wird festgehalten; alternativ wird die Waage auf Null ($m_{00} = 0$) gestellt. Das Zeitmessgerät wird gestartet.

c) Nach der Dauer einer Zykluszeit wird das Gewicht des Wägegefäßes als m_0 aufgezeichnet. Der Unterschied zwischen m_{00} und m_0 ist der Verdunstungsverlust je Zykluszeit.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

d) Das Prüfvolumen V_T wird mithilfe des zu prüfenden Kolbenhubgeräts in das Wägegefäß abgegeben.

e) Der Wägewert m_1 des Wägegefäßes oder im Fall von Tarierung nach Schritt (c) der Wägewert m_n der dosierten Flüssigkeit wird festgehalten.

f) Der in den Schritten (c) bis (e) beschriebene Prüfzyklus wird wiederholt, bis für $n = 10$ oder für die gewünschte Anzahl an Wiederholungsmessungen die Wägewerte m_1 bis m_n vorliegen.

g) Nach der *n-ten* Abgabe wird eine weitere Zykluszeit abgewartet, um nach deren Ablauf das Gewicht m_{n+1} des Wägegefäßes aufzuzeichnen. Der Unterschied zwischen m_n und m_{n+1} ist der Verdunstungsverlust am Ende des Prüfzyklus.

h) Die Temperatur der verbleibenden Prüfflüssigkeit wird gemessen und die mittlere Prüftemperatur wird berechnet und festgehalten.

i) Der Luftdruck im Prüfraum wird gemessen.

ANMERKUNG Die Überführung der Masse von reinem Wasser in sein Volumen wird in Anhang F beschrieben.

A.6 Berechnung des dosierten Volumens mit dem gravimetrischen Verfahren

A.6.1 Berechnung des Masseverlustes

Wenn ein Masseverlust bestimmt wurde, um eine Korrektur der Verdunstung von Prüfflüssigkeit aus dem Wägegefäß während des Prüfzyklus zu ermöglichen, wird der Masseverlust je Zyklus entweder nach der Gleichung (A.1) berechnet oder es werden andere geeignete Verfahren oder Formeln verwendet, z. B. nach Angabe des Anbieters.

$$m_{Verdunst} = \frac{(m_{00} - m_0) + (m_n - m_{n+1})}{2} \quad \text{(A.1)}$$

Dabei ist

$m_{Verdunst}$ die Masse des Verdunstungsverlusts an Prüfflüssigkeit je Prüfzyklus;

m_{00} die Masse der Prüfflüssigkeit im Wägegefäß bei der ersten Tara-Ablesung;

m_0 die Masse der Prüfflüssigkeit im Wägegefäß nach der Zykluszeit;

m_n die Masse der Prüfflüssigkeit im Wägegefäß nach der n-ten Wiederholungsdosierung;

m_{n+1} die Masse der Prüfflüssigkeit im Wägegefäß nach der n-ten Wiederholungsdosierung nach der Zykluszeit.

A.6.2 Berechnung der korrigierten Masse je Mengenabgabe

Wenn die Tarierung der Waage nicht verwendet wurde, wird die Masse jeder Mengenabgabe m_n mittels Subtraktion $m_1 - m_0$, $m_2 - m_1$, …, $m_{10} - m_9$ berechnet. Der Massewert des Verlusts je Zyklus, der nach A.5.1 ermittelt wurde, wird zu jeder abgegebenen Menge m_n addiert.

A.6.3 Überführung der korrigierten Massen in Volumina

Die nach A.5.2 erhaltenen Werte m_n sind Wägewerte. Zur Überführung der Wägewerte m_n in Volumina V_n ist eine Korrektur notwendig, die Wasserdichte und Luftauftrieb der Prüfflüssigkeit berücksichtigt. Bei Verwendung von Wasser der Qualität 3 als Prüfflüssigkeit wird das Abgabevolumen anhand der

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Gleichung (F.1) in Anhang F bestimmt. Alternativ dürfen für die Überführung die in Tabelle F.1 festgelegten Korrekturfaktoren *Z* mit der Gleichung (F.4) verwendet werden.

ANMERKUNG Die Korrekturfaktoren *Z* in Anhang F berücksichtigen die Wasserdichte und den Luftauftrieb während der Wägung bei der zugehörenden Prüftemperatur.

Wenn sich die Prüftemperatur von der Temperatur der Justierung (die 20 °C bzw. 27 °C beträgt, siehe ISO 8655-2 bis ISO 8655-5 sowie ISO 8655-9) unterscheidet und wenn der Korrekturfaktor γ für die Wärmeausdehnung des Kolbenhubgeräts bekannt ist, darf das Prüfvolumen durch Gleichung (A.2) angegeben werden:

$$V_{T(n),korr} = V_{T(n)} \times \gamma \times \Delta t \qquad \text{(A.2)}$$

Dabei ist

$V_{T(n),korr}$ das Volumen der Prüfflüssigkeit, das mit dem Wärmeausdehnungsfaktor des Kolbenhubgeräts korrigiert wurde;

$V_{T(n)}$ das Volumen der Prüfflüssigkeit, das nach Gleichung (F.1) oder Gleichung (F.4) aus der gemessenen Masse überführt wurde;

γ der kubische Wärmeausdehnungsfaktor des Kolbenhubgeräts;

Δt die Temperaturdifferenz zwischen Temperatur während der Prüfung und Temperatur während der Justierung.

Siehe ISO/TR 20461 hinsichtlich weiterer Einzelheiten.

ANMERKUNG Die Auswirkung des Luftdrucks auf die Genauigkeit sollte bei Pipetten mit Luftpolster berücksichtigt werden. Siehe ISO/TR 20461 hinsichtlich weiterer Einzelheiten.

A.7 Auswertung

Die Auswertung für das zu prüfende Kolbenhubgerät muss nach Abschnitt 8 durchgeführt werden.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Anhang B
(normativ)

Ratiometrisch-photometrisches Verfahren mit zwei Farbstoffen

B.1 Überblick

Dieses Verfahren ist für die Verwendung von Küvetten für den Einmalgebrauch vorgesehen, die mit einer Verdünnungslösung (Kupferchlorid) vorgefüllt sind, zu der das unbekannte Volumen der Prüfflüssigkeit (Ponceau S) hinzugefügt wird. Nach dem Mischen wird die Absorption der Verdünnungs- und Prüflösung in einem Spektralphotometer gemessen. Für dieses Verfahren werden Küvetten mit einer optischen Weglänge von 20 mm ± 2 mm vorgeschlagen; es dürfen jedoch auch Küvetten mit anderer Weglänge verwendet werden.

Das Prüfverfahren, wie es in diesem Anhang beschrieben wird, kann für die Messung von Prüfvolumina zwischen 0,1 µl und 5 000 µl angewendet werden. Das Nennvolumen und die optische Weglänge der Küvette bestimmen, welche Prüfvolumina gemessen werden können.

Die Durchführung des ratiometrisch-photometrischen Verfahrens mit zwei Farbstoffen nach B.3, B.4, B.5, B.6 und B.7 ist zu befolgen, sofern nicht das photometrische Referenzmessverfahren nach B.2 angewendet wird.

B.2 Anwendung des photometrischen Referenzmessverfahrens

Die Anwendung des photometrischen Referenzmessverfahren in Übereinstimmung mit ISO 8655-8 anstelle des in den folgenden Unterabschnitten dieses Anhangs dargelegten photometrischen Verfahrens ist zulässig. Wird das Referenzmessverfahren nach ISO 8655-8 durchgeführt, müssen alle Abweichungen von dessen Anforderungen aufgezeichnet und im Bericht angegeben werden. Abweichungen können, ohne darauf beschränkt zu sein, die Verwendung anderer Prüfflüssigkeiten, die Verwendung einer anderen Anzahl an Prüfvolumina, Wiederholungsmessungen, Spitzenwechseln oder die Arbeit bei nicht den Referenzbedingungen entsprechenden Temperaturen, umfassen. Die Ergebnisse sind nach Abschnitt 11 dieser Internationalen Norm im Bericht anzugeben und müssen auf diesen Anhang B.2 als anwendbares Verfahren nach Abschnitt 11 d) verweisen.

B.3 Prüfgeräte

B.3.1 Allgemeines

Alle Prüfgeräte müssen so gewählt werden, dass die verlangte Messunsicherheit eingehalten werden kann. Ein Beispiel für die Berechnung der erweiterten Messunsicherheit für das photometrische Referenzmessverfahren nach ISO 8655-8 ist in ISO/TR 16153 angegeben.

B.3.2 Spektralphotometer

Ein Spektralphotometer mit adäquater Auflösung, Linearität, Wiederholbarkeit, Bandbreite, Absorptionsgenauigkeit und Wellenlängengenauigkeit in dem im Verfahren genutzten Absorptionsbereich ist zu verwenden. Bandpassfilter mit mittleren Wellenlängen von 520 nm ± 1 nm und 730 nm ± 2 nm sind in das Spektralphotometer einzusetzen.

Die von dem Spektralphotometer mindestens zu erfüllenden Leistungsanforderungen sind in Tabelle B.1 aufgeführt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

Tabelle B.1 — Mindestleistungsanforderungen an das Spektralphotometer

Parameter	Anforderung
Photometrische Auflösung	0,000 1 AU
Wiederholpräzision des Photometers bei A = 0,0 AU[a]	0,000 15 AU
Wiederholpräzision des Photometers bei A = 0,5 AU[a]	0,000 15 AU
Wiederholpräzision des Photometers bei A = 1,0 AU[a]	0,000 15 AU
Wiederholpräzision des Photometers bei A = 1,5 AU[a]	0,000 15 AU
Systemlinearität zwischen 0 AU und 1,5 AU[b]	0,000 25 AU
Vergleichpräzision der Küvettenbegrenzung	0,000 1
Gleichmäßigkeit der Weglänge der Küvette	0,20 mm
Thermometerunsicherheit ($k = 2$)	0,20 °C

[a] Die Mittelungsdauer von Bandpass und Signal darf erhöht werden, um die Anforderung an die Wiederholpräzision des Photometers zu erfüllen.

[b] Um der Anforderung an die Linearität des Systems zu entsprechen, dürfen Korrekturen durchgeführt werden.

B.3.3 Küvette

Das ratiometrisch-photometrische Verfahren in diesem Teil von ISO 8655 beruht auf dem Einsatz von zylindrischen Küvetten mit einer optischen Weglänge von 20 mm ± 2 mm. Andere Küvetten mit geeigneter optischer Klarheit und einer optischen Weglänge zwischen 10 mm und 20 mm dürfen verwendet werden.

ANMERKUNG 1 Die genaue optische Weglänge der Küvette muss nicht bekannt sein. Durch die Messung des zweiten Farbstoffs mit bekannter Konzentration und Absorption kann die ratiometrische Analyse auch ohne Bezugnahme auf die Weglänge der Küvette erfolgen.

B.3.4 Küvettenhalter

Der Küvettenhalter muss das gründliche Mischen des Küvetteninhalts zulassen, ohne dass die Küvette aus dem Strahlengang des Spektralphotometers entfernt werden muss.

B.3.5 Thermometer, Hygrometer und Barometer

Die Temperatur der Farbstofflösungen, die Umgebungstemperatur, die relative Luftfeuchte und der Luftdruck im Prüfraum sind mithilfe von Prüfgeräten zu messen, deren Messunsicherheit mit der erweiterten Messunsicherheit im Einklang steht. Die Mindestanforderungen für diese Messinstrumente sind in Tabelle B.2 aufgeführt.

Tabelle B.2 — Mindestanforderungen an andere Messgeräte

Parameter	Auflösung	Erweiterte Verwendungs-messunsicherheit ($k = 2$)
Thermometer für Flüssigkeiten	0,1 °C	0,2 °C
Thermometer für Raumluft	0,1 °C	0,2 °C
Hygrometer	1 % RH	5 % RH
Barometer	0,1 kPa	1 kPa

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09

B.3.6 Volumenmessgeräte aus Glas, Genauigkeitsklasse A

Mit volumetrischen oder gravimetrischen Mitteln müssen bekannte Volumina der Verdünnungs- oder Reagenzlösungen hergestellt werden. Bei gravimetrischer Herstellung müssen die Dichten bekannt sein und angemessen berücksichtigt werden.

ANMERKUNG Festlegungen für volumetrische Pipetten mit einer Marke können ISO 648 [9] und ASTM E969 [10] und für Messkolben mit einer Marke ISO 1042 [11] und ASTM E 288 [12] entnommen werden.

B.4 Reagenzien

B.4.1 Allgemeine Anforderungen

Alle Inhaltsstoffe von Reagenzlösungen müssen von bekannter analytischer Zusammensetzung sein.

B.4.2 Wasser

Das Wasser für Farbstofflösungen muss der Qualität 1 nach ISO 3696 entsprechen.

B.4.3 Haltbarkeit der Lösungen

Wenn Vorratslösungen beliebige Zeit gelagert werden sollen, müssen sie hinsichtlich ihrer chemischen Haltbarkeit geprüft sein. Konservierungsmittel dürfen, soweit notwendig, hinzugefügt werden, um mikrobielles Wachstum zu vermeiden. Diese Konservierungsmittel dürfen nicht die Flüssigkeitseigenschaften verändern oder die Absorptionseigenschaften der Lösungen beeinträchtigen. Alle Lösungen müssen lichtgeschützt aufbewahrt werden.

B.4.4 Reagenzien für das ratiometrisch-photometrische Verfahren mit zwei Farbstoffen

B.4.4.1 Vorratslösungen

Die Vorratslösungen mit Ponceau S werden durch Auflösen von Farbstoff in Wasser hergestellt. In Tabelle B.3 ist die Menge des Farbstoffs Ponceau S angegeben, der je Liter Wasser aufzulösen ist, um eine Lösung mit der angegebenen Nennabsorption je 10 mm Weglänge zu erhalten. Die Vorratslösungen werden nach der Herstellung durch 0,2-µm-Filter filtriert.

Tabelle B.3 — Ponceau-S-Vorratslösungen

Vorratslösung **Nr.**	**Prüfvolumen** µl	**Nennabsorption** (10 mm Weglänge) AU	**Ponceau S** g/l
1	$200 \leq V \leq 5\,000$	1,2	0,024
2	$50 \leq V < 200$	2,6	0,052
3	$10 \leq V < 50$	8,2	0,165
4	$2 \leq V < 10$	37	0,745
5	$0,5 \leq V < 2$	185	3,725
6	$0,1 \leq V < 0,5$	740	14,9

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 8655-7:2020-09