Guide Nr. 2/2009

DER WEG ZUM MASSELABORATORIUM

Design, Training und Ausstattung

Martin Firlus

PTB Physikalisch Technische Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin

International Technical Cooperation

Impressum

Herausgegeben von:	Physikalisch-Technische Bundesanstalt Bundesallee 100 D-38116 Braunschweig Tel: (0531) 592-8200 Fax: (0531) 592-8225 www.ptb.de/q5
Verantwortlich:	Dr. Marion Stoldt, PTB marion.stoldt@ptb.de
Text:	Martin Firlus, PTB E-Mail: Martin.Firlus@ptb.de
Layout:	Jenko Sternberg Design GmbH www.jenko-sternberg.de, Physikalisch-Technische Bundesanstalt
Fotos:	Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Flickr (www.flickr.com)
Stand:	Januar 2011

Inhaltsverzeichnis

1. Anforderungen an einen Messraum 4
2. Aufstellung von Komparatorwaagen 5
3. Luftdichtemessgeräte 6
4. Komparatorwaagen 7
5. Gewichtstücke 8
6. Personal 9
7. Kalibrierintervalle von Gewichtsstücken 10

Der Aufbau eines Masselabors

Die Genauigkeit und Zuverlässigkeit von Wägeresultaten ist eng verbunden mit dem Standort von Komparatorwaagen, den verwendeten Gewichtstücken, den Bedingungen im Messraum und der Mitarbeiterqualifikation. Der Aufstellungsort (Messraum) für Komparatorwaagen sollte so ausgeführt sein, dass Störeinflüsse der Umgebung (z.B. Erschütterungen, Klima) nur einen sehr geringen Einfluss auf das Messergebnis haben.

1. Anforderungen an einen Messraum

1.1 Der Fußboden sollte so ausgeführt sein, dass eine sichere und erschütterungsarme Aufstellung von Wägetischen möglich ist.

Hierzu ist es notwendig, dass der Aufstellungsbereich eines Wägetisches vom restlichen Fußboden getrennt ist (Trennfuge). So wird verhindert, dass Trittschall die Komparatorwaagen und somit auch das Wägeresultat beeinflussen kann. Mit geeigneten Dämm- und Dichtmitteln wird die Trennfuge wieder verschlossen.

Der Belag des Fußbodens sollte so ausgeführt sein, dass keine zusätzliche Verschmutzung durch Abrieb entsteht und eine optimale Reinigung gewährleistet ist (PVC-Belag oder glatte Steinfliesen).

1.2 Der Messraum sollte keine Fenster (Vermeidung von Sonneneinstrahlung) und nur einen Zugang (Vermeidung von Zugluft) haben. Es wird empfohlen, die Messraumwände mit einer lösungsmittelfreien, wischfesten Wandfarbe zu streichen. Auch geeignete Wandverkleidungen verbessern die Messraumqualität aufgrund ihrer isolierenden Eigenschaften.

1.3 Die Art und Dauer der Beleuchtung eines Messraumes ist von der verwendeten Klimaanlage abhängig. Sie sollte aber in genügender Entfernung vom Wägetisch angebracht sein, um den Einfluss störender Wärmestrahlung auf Komparatorwaagen und Gewichtstücke zu minimieren. Durch tägliches Ein- und Ausschalten der Leuchtkörper wird die Messraumtemperatur beeinflusst und es kommt zu unerwünschten

Temperaturschwankungen. Daher sollten die Beleuchtungskörper im Dauerbetrieb (24 Stunden) eingeschaltet bleiben.

1.4 Die Aufstellung von Komparatorwaagen und somit die Kalibrierung von Gewichtstücken erfolgt unter stabilen Umgebungsbedingungen. Um dies in Messräumen zu erreichen, ist eine Klimaanlage notwendig.

So sind die Temperatur und die relative Luftfeuchte bei einem vorhandenen Umgebungsluftdruck den Empfehlungen der OIML R111[1)] entsprechend zu regeln (siehe 3.1). Es ist auf jeden Fall darauf zu achten, dass die Umgebungsbedingungen die vom Hersteller angegebenen Waagenspezifikationen einhalten. So sollte die Temperatur zwischen 18°C und 27°C liegen. Für die relative Luftfeuchtigkeit werden üblicherweise Werte zwischen 40% und 60% empfohlen, da Werte unter 40% zu elektrostatischen Aufladungen und Werte über 60% zur Korrosion führen können.

2. Aufstellung von Komparatorwaagen

2.1 Komparatorwaagen sollten auf Wägetischen aufgestellt werden:
- die möglichst wenig Vibrationen übertragen (durch hohes Eigengewicht erreichbar)
- sich nicht durchbiegen (hohe Festigkeit und Materialstärke)
- antimagnetisch sind (keine Verwendung von Stahl)
- antistatisch sind (keine Verwendung von Kunststoffen oder Glas).

2.2 Für die Aufstellung der Komparatorwaagen sind ausreichend große Wägetische erforderlich. So sollte ein Wägetisch ausschließlich als Arbeitsplatz für eine Komparatorwaage reserviert bleiben.

Wägetische aus Stein, deren Oberflächen poliert sind, haben sich in Masselaboratorien bewährt.

Sie erreichen durch ihr Eigengewicht eine hohe Standfestigkeit und die polierten Oberflächen ermöglichen eine optimale Reinigung.

[1)] OIML = Organisation Internationale de Métrologie Légale

3. Luftdichtemessgeräte

3.1 Die Durchführung einer Kalibrierung erfordert die Erfassung der Luftdichteparameter (Temperatur, relative Feuchte und Luftdruck).

In der internationalen Empfehlung OIML R 111, Anhang C, Abschnitt C.2, Tabelle C.1, sind für die einzelnen Fehlergrenzenklassen empfohlene Werte angegeben.

Es ist darauf zu achten, dass die Unsicherheiten der verwendeten Messgeräte - welche die Unsicherheit der Luftdichte bestimmen - in die Gesamtunsicherheit eines Wägeergebnisses eingehen.

3.2 Werden z.B. Kalibrierungen nach der Fehlergrenzenklasse E2 durchgeführt, so könnten die Luftdichteparameter mit folgenden rückgeführten Messgeräten erfasst werden (d = Auflösung):

- Glasthermometer; d = 0,01°C
  oder
  elektrisches Widerstandsthermometer, d = 0,01°C
- elektrischer kapazitiver Feuchtefühler, d = 1%
  oder
  Aßmann Psychrometer, d = 0,1°C
- Dosenbarometer, d = 0,5 mbar
  oder
  elektronisches Barometer, d = 0,1 mbar.

3. 3 Eine Datenerfassung der Luftdichteparameter sollte immer vor einer Kalibrierung erfolgen.

In der OIML R 111 sind Temperaturgradienten vorgegeben, deren Überschreitung nicht empfohlen wird.

Nur wenn die Temperatur direkt am Messplatz (z.B. neben der Komparatorwaage) erfasst wird, ist eine Kontrolle der Einhaltung dieser Empfehlung während einer Kalibrierung möglich. Auch schnelle Temperaturänderungen sind unbedingt zu vermeiden. Für die Erfassung der relativen Feuchte und des Luftdrucks sind dagegen die Werte im Messraum ausreichend.

3.4 Alle Luftdichtedaten im Messraum sollten permanent erfasst werden können, um den Vorgaben der OIML R 111 für Temperatur und relative Luftfeuchte zu entsprechen. Mit einer elektronischen Datenerfassung sind die gespeicherten Messwerte zu jeder Zeit abrufbar und können bei Bedarf grafisch dargestellt werden. Eine einfachere Erfassung mit mechanischen Trommelschreibern ist auch möglich und für die Fehlergrenzenklasse E2 bis M3 ausreichend. Es ist darauf zu achten, dass die Änderungen (über 12 Stunden für die Temperatur und über 4 Stunden für die relative Feuchte) die empfohlenen Werte in Tabelle C.1 einhalten.

3.5 Die örtliche Lage des Masselaboratoriums, insbesondere die Höhe über dem Meeresspiegel, ist für die Ermittlung der Luftdichte von Bedeutung.

So darf die örtliche Luftdichte von der konventionell festgelegten Bezugsluftdichte (1,2 kg m^{-3}) um nicht mehr als 10% abweichen.

Bei größeren Abweichungen muss der konventionelle Wägewert aus der Masse berechnet werden.

4. Komparatorwaagen

4.1 Die Auswahl einer Komparatorwaage sollte die geforderten metrologischen Merkmale anhand der gewünschten Anforderungen erfüllen. Folgende Merkmale sind zu berücksichtigen:

- welche Nennwerte sollen vom Messbereich der Komparatorwaage erfasst werden
- welche Fehlergrenzenklasse von Gewichtstücken soll kalibriert werden
- welche Auflösung und Höchstlast ist notwendig
- ist eine automatische Kalibrierung mit einem eingebauten Kalibriergewicht gewünscht
- Reproduzierbarkeit
- Linearität
- einfache Bedienung und Ablesbarkeit
- einfache Reinigung des Wägeraumes

4.2 Sollen z.B. Kalibrierungen von 1mg bis 10kg, Fehlergrenzenklasse E2, durchgeführt werden, so hat sich eine Verteilung der Nennwerte auf vier Komparatorwaagen in der Praxis bewährt. Komparatorwaagen mit folgenden Spezifikationen könnten berücksichtigt werden:

Höchstlast	Anzeige	Nennwert
5 g	0,0001 mg	1 mg bis 5 g
100 g	0,001 mg	10 g bis 100 g
1 kg	0,01 mg	100 mg bis 1 kg
10 kg	0,1 mg	1 kg bis 10 kg

4.3 Ausgehend von der Fehlergrenzenklasse ist eine Komparatorwaage so auszuwählen, dass ihr Unsicherheitsanteil an der Gesamtunsicherheit des Wägeergebnisses in einem ausgewogenen Verhältnis steht. Der wichtigste Unsicherheitsanteil einer Komparatorwaage wird aus ihrer Standardabweichung (s) berechnet. Als eine erste Näherung für den Wert einer Standardabweichung kann die Spezifikation des Herstellers gewählt werden. Es ist aber darauf zu achten, dass diese Angabe für den kleinsten Nennwert maßgeblich ist. Sie sollte einen Betrag von 30% der kombinierten Standardunsicherheit u_c (k = 1) nicht überschreiten.

Beispiel:
1 mg E2, $U_{(k=2)}$ = 0,002 mg
$u_c = U / 2$ = 0,002 mg / 2 = 0,001 mg
s = 0,3 x 0,001 mg ≤ 0,0003 mg

5. Gewichtstücke

5.1 Eine grundlegende Voraussetzung, dass Messergebnisse vergleichbar und nachvollziehbar sind, ist ihre Reproduzierbarkeit. So muss sichergestellt werden können, dass die Anzeigen verschiedener Komparatorwaagen übereinstimmen. Die hierzu benötigten Gewichtstücke müssen über Vergleichsmessungen mit nationalen Standards an das Internationale Kilogrammprototyp rückgeführt sein.

In der OIML R 111 werden Gewichtstücke in Fehlergrenzenklassen eingeteilt. Die Anforderungen zu den einzelnen Fehlergrenzenklassen (z.B. Materialeigenschaften, Oberflächenbeschaffenheit usw.) sind ausführlich beschrieben.

5.2 Gewichtstücke werden zur Kalibrierung von Waagen oder zur Kalibrierung von Gewichtstücken einer niedrigeren Genauigkeitsklasse verwendet. Die Fehlergrenzenklasse ist eine Klassenbezeichnung für Gewichtstücke, die bestimmte messtechnische Anforderungen erfüllen, um zu erreichen, dass die Massenwerte innerhalb festgelegter Grenzen liegen. So können z.B. Gewichtstücke der Fehlergrenzenklasse E1 zur Kalibrierung von Gewichtstücken der Fehlergrenzenklasse E2 verwendet werden.

5.3 Die für ein Kalibrierlaboratorium erforderlichen Gewichtsätze sollten in den einzelnen Nennwerten jeweils zweifach vorhanden sein. So sind Kalibrierungen auch für den Fall, dass ein Gewichtstück beschädigt oder ein Gewichtsatz zur Rekalibrierung gegeben ist, immer möglich.

5.4 Gewichtsätze, die zur Kalibrierung anderer Gewichtsätze verwendet werden, sollten unter Glasglocken (z.B. Schutz vor Verschmutzung durch Staub) in verschließbaren Laborschränken aufbewahrt werden.

6. Personal

6.1 Ein Laboratorium sollte leitendes und technisches Personal haben, das den Anforderungen eines Kalibrierlaboratoriums in Ausbildung und Qualifikation genügt.

Eine natur- oder ingenieurwissenschaftliche Ausbildung (z.B. Maschinenbau, Physik) sind Voraussetzungen für die Leitung eines Kalibrierlaboratoriums.

6.2 Schulungen und Weiterbildungen in anderen Staatsinstituten oder akkreditierten Kalibrierlaboratorien erhöhen die Qualifikation in der Anwendung internationaler Normen und Empfehlungen (z.B. EA [1)], OIML).

6.3 Eine gründliche Ausbildung des Bedienpersonals ist eine Voraussetzung für einen korrekten Messvorgang und beeinflusst die Qualität des Messergebnisses entscheidend. Schulungen und Weiterbildung sollten in regelmäßigen Abständen im eigenen Kalibrierlaboratorium erfolgen. So können durch zusätzliches Training an den vorhandenen Messeinrichtungen die praktischen und theoretischen Kenntnisse vertieft und stabilisiert werden.

[1)] EA = European Co-operation for Accreditation

6.4 Sind weitere Kalibrierlaboratorien in einem Land vorhanden, so sollten die Mitarbeiter in Seminaren (durchgeführt von der Leitung des nationalen Kalibrierlaboratoriums) geschult und weitergebildet werden. So kann eine kontinuierliche Verbesserung der Standardanforderungen an die Qualität eines Kalibrierlaboratoriums erreicht und sichergestellt werden.

Liste der zu berücksichtigenden Anforderungen:
- EN 17025
- OIML R111 (2004) – International Recommendation
- GUM [1)]
- EA 4 / 07: Traceability of Measuring and Test Equipment to National Standards

7. Kalibrierintervalle von Gewichtstücken

Einleitung

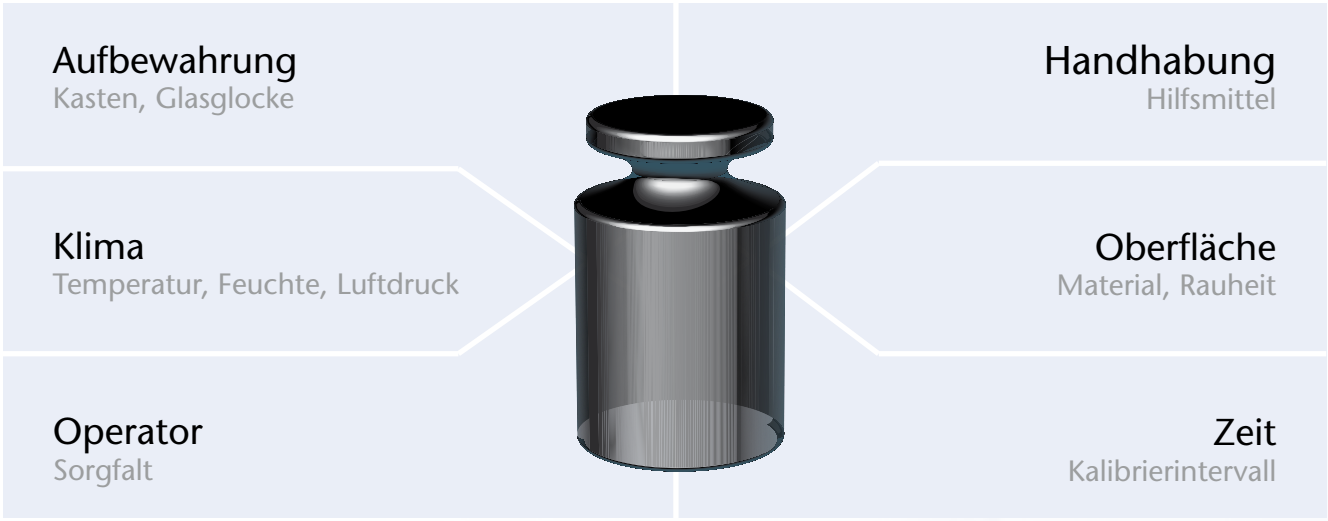
Da Gewichtstücke durch ihren häufigen Gebrauch im Laufe der Zeit größeren Änderungen unterworfen sind, müssen äußere Einflüsse wie z.B. die Aufbewahrung oder die Handhabung bei der Abschätzung von Kalibrierintervallen berücksichtigt werden. Damit kommt der Langzeitstabilität von Gewichtstücken bei der Festlegung von Kalibrierintervallen eine entscheidende Bedeutung zu. Im Gegensatz zu anderen Messgeräten, wie z.B. Waagen, die täglich kontrolliert oder jährlich gewartet werden, sind für Gewichtstücke keine Kalibrierintervalle festgelegt worden.

[1)] GUM = Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

7.1 Einfluss auf Gewichtstücke

Die Handhabung und die Aufbewahrung von Gewichtstücken unter kontrollierten und von der OIML R 111 empfohlenen Umgebungsbedingungen erhöhen die Langzeitstabilität und können zu einer deutlichen Verlängerung der Kalibrierintervalle führen.

Einflüsse auf ein Gewichtstück



7.2 Historie der Masseänderung

Um ein Kalibrierintervall festlegen zu können, müssen alle Kenntnisse über den zeitlichen Verlauf der Masseänderung eines Gewichtstückes (oder eines Gewichtsatzes) zusammengetragen und ausgewertet werden. Dabei sollten die Erstkalibrierung und alle nachfolgenden Rekalibrierungen in konstanten Zeitabständen erfolgen. Eine gesicherte Abschätzung über das zeitliche Driftverhalten eines Gewichtstücks ist erst nach der zweiten Rekalibrierung – also mit dem Vorhandensein von drei Werten – möglich.

7.3 E_n – Wert

Sollen die Werte der einzelnen Kalibrierungen (z. B. Werte aus Kalibrierscheinen) miteinander verglichen werden, ist eine objektive Beurteilung über den zeitlichen Verlauf der Masseänderung eines Gewichtstückes nötig. Hierfür bietet sich die Berechnung des sogenannten E_n-Wertes nach jeder Rekalibrierung an. Dieser E_n-Wert ist ein wichtiges Entscheidungskriterium ob eine Beibehaltung, Verlängerung oder Rückstufung der Rekalibrierfrist möglich bzw. nötig ist.

$$|E_n| = \frac{m_{c,n} - m_{c,n-1}}{\sqrt{U_n^2 + U_{n-1}^2}} \leq 1$$

$m_{c,n}$ konventionelle Wägewert des Gewichtstücks der n-ten Kalibrierung

$m_{c,n-1}$ konventionelle Wägewert des Gewichtstücks der (n-1)-ten Kalibrierung

U_n , U_{n-1} Unsicherheiten (k = 2)

Beispiel: 1 kg E1

Erstkalibrierung	m_0:	1 kg + 0,256 mg	U: 0,160 mg	
1. Rekalibrierung	m_1:	1 kg + 0,302 mg	U: 0,160 mg	$\|E_n\|$ = 0,20
2. Rekalibrierung	m_2:	1 kg + 0,329 mg	U: 0,160 mg	$\|E_n\|$ = 0,12

7.4 Abstufung von Kalibrierintervallen

Es hat sich gezeigt, dass durch die Begrenzung des Kalibrierintervalls auf anfänglich zwei Jahre die benötigten Informationen über das Driftverhalten eines Gewichtstückes in relativ kurzer Zeit erhalten werden können. Ist der Absolutbetrag des E_n-Wertes nach einer wiederholten Rekalibrierung deutlich kleiner eins (E_n< 0,6), so kann die Kalibrierfrist verlängert werden. Dabei hat sich folgende Staffelung bewährt:

Kalibrierung	Kalibrierintervall		
	2 Jahre	3 Jahre	4 Jahre
Erstkalibrierung			
1. Rekalibrierung	X		
2. Rekalibrierung	X		
3. Rekalibrierung		X	
4. Rekalibrierung			X
….			
n. Rekalibrierung			X

Werden Gewichtstücke, z.B. Gebrauchsnormale, für die Kalibrierung von Waagen eingesetzt und sind somit im ständigen Gebrauch, ist ein Kalibrierintervall von einem Jahr erforderlich.

7.5 Festlegung der Kalibrierintervalle

Wird eine Verlängerung des Kalibrierintervalls angestrebt, so ist, z.B. der Deutschen Akkreditierungsstelle (DAkkS), die lückenlose Dokumentation aller Daten (Verlauf der Kalibrierungen und berechnete E_n-Werte) vorzulegen. Entsprechen die vorgelegten Daten den Anforderungen, $E_n \leq 1$, so kann von der DAkkS eine Verlängerung des Kalibrierintervalls auf die nächst höhere Stufe festgelegt werden.

Beispiel: 1 kg E1

Datum der Kalibrierung	Kalibrierschein-Nr.	konventionelle Wägewert	Unsicherheit k = 2	E_n	Bemerkung
15.03.2005	PTB - 04305	1 kg +0,256 mg	0,160 mg	--	Erstkalibrierung
26.03.2007	PTB - 02107	1 kg +0,302 mg	0,160 mg	0,20	1. Rekalibrierung
12.03.2009	DKD - K- ……	1 kg +0,329 mg	0,160 mg	0,12	2. Rekalibrierung

7.6 Bewertung

Da Gewichtstücke durch ihren Gebrauch Masseänderungen unterworfen sind, sind E_n-Werte größer als eins möglich. Ist dies der Fall (E_n>1), so ist eine Rückstufung des Kalibrierintervalls empfehlenswert. Eine kritische Analyse der Nutzungsbedingungen dieses Gewichtstückes entsprechend des Qualitäts-Managements (QM) ist zu erstellen.

Die Praxis hat gezeigt, dass sehr lange Rekalibrierungsfristen die Abschätzung des Driftverhaltens eines Gewichtstückes erschweren und die Weitergabe der Masse möglicherweise mit einer zu großen Masseabweichung erfolgt. Beispielsweise addiert sich die gesamte Masseänderung eines 1-kg-Gewichtstücks bei einer typischen jährlichen Drift von 0,02 mg nach vier Jahren auf bis zu 0,08 mg. Für die Gewichtsklasse E_1 entspricht dies bereits der maximal zulässigen kombinierten Standardunsicherheit u_c = 0,08 mg. Aus diesem Grund sollten Rekalibrierfristen von mehr als vier Jahren nicht angestrebt werden.

Notizen

Physikalisch
Technische
Bundesanstalt
Braunschweig und Berlin

International
Technical
Cooperation