

VITLAB®

Dispenser

Prüfanweisung (SOP)
Standard Operating Procedure

VITLAB GmbH
Linus-Pauling-Str. 1
63762 Grossostheim
Germany
tel: +49 6026 97799-0
fax: +49 6026 97799-30
info@vitlab.com
www.vitlab.com

Inhalt

1. Einleitung	3
2. Vorbereitung der Dispenser auf die Prüfung	4
3. Funktionsprüfung	5
4. Prüfgeräte und Messumgebung	5
5. Gravimetrische Prüfung	7
6. Auswertung	8
7. Tabellen	10

1. Einleitung

In der Norm DIN EN ISO 8655 wird sowohl der Aufbau als auch die Prüfung von Flaschenaufsatz-Dispensern beschrieben. Diese Prüfanweisung ist die Übertragung der Norm in eine praxismgerechte Form.

Wir empfehlen alle 3 - 12 Monate eine grundsätzliche Überprüfung der Dispenser durchzuführen. Der Zyklus kann jedoch an Ihre individuellen Anforderungen angepasst werden. Bei hoher Gebrauchshäufigkeit und / oder Verwendung von aggressiven Medien sollte allerdings häufiger geprüft werden.

Diese Prüfanweisung kann als Grundlage zur Prüfmittelüberwachung nach DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 verwendet werden.

Um den internen Prüfaufwand für die regelmäßig nach DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 sowie den GLP-Richtlinien geforderten Überprüfungen zu reduzieren, bietet Ihnen der Kalibrierservice von VITLAB eine optimierte und normkonforme Prüfung und Auswertung der VITLAB® Dispenser gemäß ISO 8655. Alle Serviceleistungen können vom Anwender oder durch den Fachhandel mit VITLAB abgewickelt werden.



2. Vorbereitung der Dispenser auf die Prüfung

2.1 Geräteidentifikation

- | | |
|--|--|
| Gerätetyp und Nennvolumen ermitteln | ► In das Prüfprotokoll eintragen |
| Seriennummer ablesen
(auf den Ventilblock gelasert) | ► Nummer in das Prüfprotokoll eintragen |
| Falls kundeneigene Kennzeichnung vorhanden | ► Kennzeichnung in das Prüfprotokoll eintragen |

2.2 Mindestausstattung für die Dispenser VITLAB® genius und simplex

Gebrauchsanleitung bereitlegen

- | | |
|-----------------------------|------------------------------------|
| VITLAB® genius bzw. simplex | ► Nur mit Originalteilen verwenden |
|-----------------------------|------------------------------------|

Teleskopansaugrohr

Ausstoßkanüle

Werkzeug

2.3 Reinigen

- | | |
|--|--|
| Gerät entsprechend der Gebrauchsanweisung mit geeignetem Reinigungsmittel spülen | ► Auswahl der Reinigungslösung entsprechend dem zuvor dosierten Medium |
| Anschließend mehrmals mit destilliertem Wasser spülen | ► Siehe auch Gebrauchsanweisung Seite 10 ff. |

2.4 Visuelle Prüfung auf Beschädigungen oder Undichtigkeit

- | | |
|---|--|
| Das Gerät auf Kratzer und andere grobe mechanische Beschädigungen untersuchen | ► Ergebnis im Prüfprotokoll festhalten |
| Defektes Ansaugrohr bzw. defekte oder verbogene Ausstoßkanüle | ► Stellt ein mögliches Sicherheitsrisiko dar.
Defektes Teil ersetzen (siehe Gebrauchsanweisung „Zubehör und Ersatzteile“) |
| Undichtigkeit, ggf. durch mechanisch beschädigte Verbindungen entstanden | ► Stellt ein mögliches Sicherheitsrisiko dar.
Gerät zur Reparatur einsenden. |

3. Funktionsprüfung

Teleskopansaugrohr montieren

Dispenser auf eine mit destilliertem oder entionisiertem Wasser gefüllte Flasche schrauben

Dispenser entlüften (siehe Gebrauchsanweisung S. 8)

► Wenige bis zu 1 mm große Luftbläschen sind zulässig

Beim Entlüften die Leichtgängigkeit des Kolbens prüfen

► Lässt sich der Kolben schwer bewegen, muss gereinigt werden (siehe Gebrauchsanweisung S. 10)

Bei nicht einwandfreier Funktion des Gerätes (z. B. schwergängiger Kolben, verklebte Ventile oder undichte Stellen), befolgen Sie bitte die beschriebenen Schritte des Kapitels „Störung - was tun?“ aus der Gebrauchsanweisung.

4. Prüfgeräte und Messumgebung

Prüfraum

Die Kalibrierung sollte in einem zugfreien Raum mit konstanter Temperatur- und Luftfeuchtigkeit durchgeführt werden.

Temperatur

Der zu prüfende Dispenser und die Prüfflüssigkeit müssen ein Gleichgewicht mit den Raumbedingungen erreicht haben. Dafür den Dispenser (unverpackt) und die Flüssigkeit mindestens 1 Stunde im Prüfraum verweilen lassen und Temperaturveränderungen (z. B. durch Sonneneinstrahlung) vermeiden. Dann einen Abgleich der Geräte-, Flüssigkeits- und Raumtemperatur durchführen.

Prüfflüssigkeit

Destilliertes oder entionisiertes Wasser (Flasche min. 500 ml), mindestens Qualität 3 entsprechend ISO 3969. Unterschied zwischen Wasser- und Raumtemperatur max. 0,5 °C.

Auffanggefäß

Gefäß (z. B. Erlenmeyerkolben) mit etwas Wasser gefüllt, so dass mindestens der Boden bedeckt ist.

Thermometer

Nur Thermometer mit einer maximalen Messabweichung von 0,2 °C verwenden.

Waage

Empfohlene Spezifikationen siehe Tabelle:

Gewähltes Volumen* des zu prüfenden Gerätes V	Auflösung der Waagenanzeige mg	Wiederholpräzision und Linearität mg	Standardmess- unsicherheit μl
$50 \mu\text{l} < V \leq 1000 \mu\text{l}$	0,1	0,2	0,2
$1 \text{ ml} < V \leq 10 \text{ ml}$	0,1	0,2	0,2
$10 \text{ ml} < V \leq 100 \text{ ml}$	1	2	2

*Aus praktischen Erwägungen darf das Nennvolumen zur Auswahl der Waage verwendet werden

Rückführung der Prüfung auf das nationale Normal

Durch das Verwenden von kalibrierten Prüfmitteln (Waage und Thermometer) wird die Forderung der DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 nach Rückführung auf das nationale Normal erfüllt. Das Kalibrieren der Waage kann zum Beispiel durch DAkkS-Kalibrierung, eine direkte amtliche Eichung der Waage oder durch Kalibrieren der Waage mit entsprechend rückgeführten Gewichten (entsprechender Genauigkeit) erfolgen. Das Kalibrieren des Thermometers kann ebenso durch eine DAkkS-Kalibrierung, eine amtliche Eichung oder durch den Vergleich mit entsprechend rückgeführten Thermometern (bei entsprechenden Bedingungen) erfolgen.

5. Gravimetrische Prüfung

1. Temperatur der Prüfflüssigkeit bestimmen.
 - ▶ Die ermittelte Temperatur in das Prüfprotokoll eintragen.
2. Nennvolumen einstellen (nur bei variablen Geräten).
3. Etwas Flüssigkeit in ein separates Gefäß dosieren. Dabei den Tropfen an der Kanülenspitze an der Gefäßwand abstreifen.
4. Auffanggefäß auf die Waage stellen und tarieren.
5. Auffanggefäß unter die Dosierkanüle stellen.
6. Den Kolben bis zum obersten Anschlag aufziehen.
 - ▶ Langsame und gleichmäßige Geschwindigkeit.
7. Kolben bis zum untersten Anschlag niederdrücken.
 - ▶ Langsame und gleichmäßige Geschwindigkeit.
8. Ausstoßkanüle an der Gefäßwand abstreifen.
9. Auffanggefäß auf die Waage stellen und den Wägewert notieren.
 - ▶ Wägewert in das Prüfprotokoll eintragen.
10. Waage wieder tarieren.
11. Die Punkte 2 - 10 insgesamt zehnmal durchführen.
12. Danach jeweils zehnmal 50% bzw. 10% des Nennvolumens dosieren und die Wägewerte in das Prüfprotokoll eintragen.

6. Auswertung der Ergebnisse der gravimetrischen Prüfung

Die aus der gravimetrischen Prüfung erhaltenen Wägewerte sind nur Massewerte des dosierten Volumens. Um das tatsächliche Volumen zu erhalten, muss eine Korrekturrechnung durchgeführt werden.

Dazu müssen folgende Berechnungen durchgeführt werden:

Mittelwert Wägewerte

Beispiel für 10 Wägewerte:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 \dots + x_{10}}{10}$$

Mittelwert Volumen

$$\bar{V} = \bar{x} \cdot Z$$

- Faktor z; siehe Tabelle
- Wert in das Prüfprotokoll eintragen

Standardabweichung Volumen

$$s = Z \cdot \sqrt{\frac{(x_1 - \bar{x})^2 + (x_2 - \bar{x})^2 + (x_3 - \bar{x})^2 + \dots + (x_{10} - \bar{x})^2}{9}}$$

- Faktor z; siehe Tabelle
- Wert in das Prüfprotokoll eintragen

Richtigkeit

$$R [\%] = \frac{\bar{V} - V_0}{V_0} \cdot 100$$

- Wert in das Prüfprotokoll eintragen

Variationskoeffizient

$$VK\% = \frac{100 s}{\bar{V}}$$

- Wert in das Prüfprotokoll eintragen

Vergleich Istwerte - Sollwerte

Fehlergrenzen siehe Tabelle 7.2.1 und 7.2.2 oder Definition eigener Fehlergrenzen.

Ergebnis

Die errechneten Werte für R [%] und VK [%] müssen kleiner oder gleich den Fehlergrenzen sein, damit das Gerät in Ordnung ist.

Falls die errechneten Werte **größer** als die Fehlergrenzen sind:

- Überprüfen Sie, ob Sie alle Punkte dieser SOP richtig durchgeführt haben.
- Hinweise zum Thema „Störung - was tun?“ in der Gebrauchsanweisung beachten.
- Den Dispenser nach Anweisung in der Gebrauchsanleitung justieren

Führen diese Maßnahmen nicht zum Erfolg, dann schicken Sie das Gerät zum Justieren an den Hersteller zurück.

Mögliche Volumenfehler und die daraus folgenden Maßnahmen

Fehler	Mögliche Ursachen	Maßnahmen
Volumen zu groß	Tropfen hängt vor dem Dosieren an der Ausstoßkanüle.	▶ Vor der Wägung Tropfen am Auffanggefäß abstreifen. Waage tarieren.
	Ruckartig dosiert.	▶ Langsam und gleichmäßig dosieren.
	Beim Füllen ist bereits ein Tropfen dosiert worden.	▶ Kolben vorsichtig gegen den oberen Anschlag bewegen.
Volumen zu klein	Tropfen hängt noch an der Ausstoßkanüle.	▶ Tropfen an der Ausstoßkanüle vor dem Wägen abstreifen.
	Gerät undicht.	▶ Funktionsprüfung wiederholen. Ventile nachziehen bzw. austauschen. Ausstoßkanüle oder Ansaugrohr richtig montieren.
	Luftblasen im Gerät.	▶ Gerät richtig entlüften.
Sonstige Einflussgrößen	Unregelmäßiges Dosieren.	▶ Kolben beim Dosieren sanft hochziehen und niederdrücken. Oberen und unteren Anschlag langsam anfahren, so dass sich kein Tropfen von der Ausstoßkanüle löst.
	Temperaturabgleich von Geräte-, Raum- und Wassertemperatur nicht abgeschlossen	▶ Temperaturabgleich durchführen

7. Tabellen

7.1 Faktor z - Auszug aus DIN EN ISO 8655, Teil 6.

Tabelle bezieht sich auf 1013 hPa. Gültigkeitsbereich von 950 hPa bis 1040 hPa.

Temperatur °C	Faktor z ml / g
15	1,0020
15,5	1,0020
16	1,0021
16,5	1,0022
17	1,0023
17,5	1,0024
18	1,0025
18,5	1,0026
19	1,0027
19,5	1,0028
20	1,0029
20,5	1,0030
21	1,0031
21,5	1,0032
22	1,0033
22,5	1,0034

Temperatur °C	Faktor z ml / g
23	1,0035
23,5	1,0036
24	1,0038
24,5	1,0039
25	1,0040
25,5	1,0041
26	1,0043
26,5	1,0044
27	1,0045
27,5	1,0047
28	1,0048
28,5	1,0050
29	1,0051
29,5	1,0052
30	1,0054

7.2 Volumenfehlergrenzen für VITLAB® Dispenser

Die angegebenen Fehlergrenzen für die VITLAB® Dispenser (Tabelle 7.2.2) sind Endprüfwerte bezogen auf das Sollvolumen! Diese Fehlergrenzen sind Angaben für Neugeräte bei optimierten Prüfbedingungen (ausgebildetes Personal und genormte Umgebungsbedingungen).

Tabelle 7.2.1: Auszug aus der DIN EN ISO 8655, Teil 5.

Nennvolumen ml	R ± %	R ± µl	VK %	VK µl
1	0,6	6	0,2	2
2	0,6	12	0,2	4
5	0,6	30	0,2	10
10	0,6	60	0,2	20
25	0,6	150	0,2	50
50	0,6	300	0,2	100
100	0,6	600	0,2	200

Tabelle 7.2.2: Werte aus der Gebrauchsanweisung VITLAB® genius, simplex und TA

Sollvolumen ml	R ≤ ± %	VK ≤ %
2,5	0,6	0,1
1,25	1,2	0,2
0,25	6	1
5	0,5	0,1
2,5	1,0	0,2
0,5	5	1
10	0,5	0,1
5	1,0	0,2
1	5	1
25	0,5	0,1
12,5	1,0	0,2
2,5	5	1
50	0,5	0,1
25	1,0	0,2
5	5	1
100	0,5	0,1
50	1,0	0,2
10	5	1
simplex fix		
1	0,6	0,1
5	0,5	0,1
10	0,5	0,1

Zur Kalibrierung sind vom Anwender die einzuhaltenden Fehlergrenzen selbst festzulegen. Dafür bieten sich verschiedene Vorgehensweisen an:

- Falls es die Anwendung erfordert und die messtechnisch optimierten Prüfbedingungen vorliegen, kann der Anwender auch bei gebrauchten, intakten Volumenmessgeräten die angegebenen Fehlergrenzen erwarten.
- In Analogie zum deutschen Eichgesetz können jedoch auch Gebrauchsfehlergrenzen zugrunde gelegt werden. Die Gebrauchsfehlergrenzen entsprechen dem doppelten der Eichfehlergrenzen. Das heißt die Werte der Tabelle 7.2.2. sind zu verdoppeln!
- Außerdem kann der Anwender spezielle, auf seine Anwendung bezogene, Fehlergrenzen festlegen, die von dem kalibrierten (justierten) Messgerät eingehalten werden sollen.

Diese Vorgehensweise ist mit den Forderungen der DIN EN ISO 9001, DIN EN ISO 10012 und DIN EN ISO / IEC 17025 zu vereinbaren.

Prüfprotokoll für Volumenmessgeräte (EX)

1. Gerät:

- ☐ VITLAB® continuous E / RS
☐ VITLAB® genius
☐ VITLAB® simplex
☐ VITLAB® TA
☐ VITLAB® micropipette
☐ _____

Typ:

- ☐ analog
☐ fix

Nennvolumen: _____

Seriennummer: _____

Kundeneigene Kennzeichnung: _____

2. Beschädigungen:

- ☐ keine
☐ Art der Beschädigung

☐ Beschädigung beseitigt

3. Funktionsmängel:

- ☐ keine
☐ Art des Funktionsmangels

☐ Funktionsmangel beseitigt

4. Wassertemperatur:°C

Luftdruck:

Waage:

Relative Luftfeuchtigkeit: (mindestens 35%):

Thermometer:

Korrekturfaktor Z:

5. Wägewerte und Auswertung der gravimetrischen Prüfung:

Wägewerte-Nr.	Nennvolumen	50 %	10 %
X ₁			
X ₂			
X ₃			
X ₄			
X ₅			
X ₆			
X ₇			
X ₈			
X ₉			
X ₁₀			

6. Auswertung der gravimetrischen Prüfung:

Rechenwert	Nennvolumen	50 %	10 %
a	$\bar{V}$		
b	s		
c	R [%] Ist		
d	VK [%] Ist		
e	R [%] Soll		
f	VK [%] Soll		
g	Ergebnis		

Die Prüfung wurde entsprechend DIN EN ISO 8655 durchgeführt.

Datum

Unterschrift

VITLAB 

Erklärung zur gesundheitlichen Unbedenklichkeit

Bitte der Gerätesendung beilegen oder per Brief (in Eilfällen **vorab** per Fax) einsenden.

VITLAB GmbH
Linus-Pauling-Str. 1

63762 Grossostheim

Fax: +49 (0) 6026 9 77 99 - 30

Wir wollen unsere Mitarbeiter weitestgehend vor Gefahren durch kontaminierte Geräte schützen.
Wir bitten daher um Ihr Verständnis, dass wir Kalibrierungen / Reparaturen nur ausführen können, wenn uns diese Erklärung komplett ausgefüllt und unterschrieben vorliegt.

Zur Gerätesendung vom / zum Lieferschein Nummer

Der / die Unterzeichnende erklärt verbindlich:

- ▶ dass die eingesandten Geräte vor dem Versand sorgfältig gereinigt und dekontaminiert wurden.
- ▶ dass von den eingesandten Geräten keine Gefahren durch bakteriologische, virologische, chemische oder radioaktive Kontamination ausgehen.
- ▶ dass er / sie autorisiert ist, derartige Erklärungen für das vertretene Unternehmen / Labor abgeben zu können.
- ▶ Für Kalibrierservice zusätzlich: erforderliche Kleinreparaturen bis zu einem Wert von € 50,- + MwSt. sollen ohne Rückfrage ausgeführt werden (Bitte streichen, falls nicht gewünscht).

Firma / Labor (Stempel)

Tel./Fax/E-Mail:

.....
Name

.....
Position

.....
Datum, Unterschrift

- ▶ Für den Reparaturservice bitten wir um folgende zusätzliche Informationen:

Festgestellter Defekt:

Mit welchen Medien wurde gearbeitet: