

## Kalibrieren und Justieren von Prüf- und Messeinrichtungen

Herstellungs- und nutzungsbedingt ändern sich die Eigenschaften von Prüfeinrichtungen. Dies kann die Unsicherheit der Prüfergebnisse beeinflussen. Zum Aufrechterhalten der Qualität ist ein regelmäßiges Kalibrieren der Messeinrichtungen erforderlich. In diesem Artikel sind der Kalibriervorgang und die resultierenden Maßnahmen behandelt, insbesondere das Kalibrieren der Prüfeinrichtung.

Dipl.-Ing. Ralf Degner, Luitpoldstr. 11a, D-86415 Mering

Kalibrieren wird häufig mit Justieren verwechselt. Kalibrieren heißt: Bestimmen der Abweichung der Anzeige eines Messgerätes vom konventionell richtigen Wert der Messgröße [02, 03]. Der konventionell richtige Wert repräsentiert in der Regel ein Referenzmaterial, z. B. eine pH-Pufferlösung. Justieren heißt: die Messeinrichtung so abzugleichen, dass der angezeigte Wert dem Referenzwert möglichst nahekommt [02].

### Kalibrieren

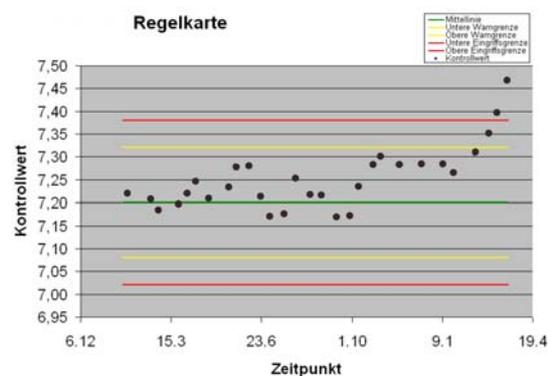
Kalibrieren ist ein scheinbar sehr einfacher Vorgang. Er besteht daraus, anstelle einer Probe eine Referenzlösung zu messen und den angezeigten Wert mit dem Referenzwert zu vergleichen. Die Kalibrierergebnisse sind wichtige Nachweise dafür, dass eine Prüfeinrichtung vor der Verwendung prüffähig war und nach der Verwendung noch prüffähig ist.

Für einen sinnvollen Vergleich sind Kalibrierungen erforderlich. Von diesen Grenzen hängt es ab, ob die Prüfeinrichtung prüffähig ist oder die Prüffähigkeit wieder hergestellt werden muss. Liegt der Wert für die Abweichung innerhalb der Grenzen, so ist die Prüfeinrichtung prüffähig. Überschreitet der Wert, für die Abweichung eine Kalibriergrenze so muss die Prüffähigkeit wiederhergestellt werden.

Die Kalibrierungen ergeben sich aus der max. zulässigen Unsicherheit für die Prüfergebnisse. Die von der Prüfeinrichtung resultierende Unsicherheit sollte so gering sein, dass sie die Unsicherheit des Prüfergebnisses möglichst nicht beeinflusst.

Ein wirkungsvolles Mittel zur Überwachung der Prüfeinrichtung ist die Regelkarte. Hier können Kalibrier- und Warnungen eingetragen werden. Überschreitet die Abweichung die Warngrenze bedeutet dies, dass die Prüfeinrichtung grundsätzlich noch prüffähig ist, jedoch Maßnahmen zur Verbesserung der Prüffähigkeit ergriffen werden sollten. Bei einer Abweichung innerhalb der Warnungen sind keine Maß-

nahmen erforderlich. Überschreitet die Messabweichung die Kalibriergrenze, so ist die max. zulässige Unsicherheit der Prüfergebnisse nicht mehr gewährleistet und die Prüfergebnisse sind fraglich.



Ur-Wert-Regelkarte, Grenzen auf Grundlage der Unsicherheit festgelegt.

Die Abweichungen der Prüfeinrichtung bei der Kalibrierung können zufällig (Streuung) und/oder systematisch sein (bias). Bei üblichen Kontrollkarten ist der Prozess unter Kontrolle, sofern keine systematische Abweichung auftritt. Prüfeinrichtungen, insbesondere bei physikalisch-chemischen Verfahren weisen häufig eine Drift auf. Weiterhin tritt das allgemeine Problem dieser Karten auf, dass ein Wert genau auf der Grenze, mit 50%iger Wahrscheinlichkeit eine Grenzwertüberschreitung bedeutet. Selbst bei einem Wert innerhalb der Grenzen, kann je nach der Unsicherheit bereits eine Grenzwertüberschreitung vorliegen [01].

Für diese Anwendungen sind spezielle Karten geeigneter bei denen die Unsicherheit, anstelle der Reproduzierbarkeit zum Festlegen der Warn- und Kalibrierungen verwendet wird.

Grundsätzlich sollte der Referenzwert (Standardlösung Referenzmessgerät) eine Unsicherheit aufweisen, welche das Kalibrierergebnis möglichst nicht beeinflusst.

Zum Wiederherstellen der Prüffähigkeit der Prüf-/Messeinrichtung muss der Grund für die

Messabweichung bekannt sein. Das häufig beschriebene direkte Justieren (als „Kalibrieren“ bezeichnet) der Messeinrichtung ist keine geeignete Maßnahme. Zunächst ist es wichtig die Ursache der Abweichung zu beurteilen und zu beseitigen. Eine Verschmutzung muss entfernt, ein verbrauchter Elektrolyt ersetzt und ein Defekt behoben werden. Eine anschließende Kalibrierung weist den Erfolg der Maßnahme nach.

Insbesondere bei physikalisch-chemischen Verfahren, kann es zu einer Zunahme einer systematischen Abweichung vom Referenzwert. Ursache kann z. B. ein Elektrolytverlust (pH-Messeinrichtung) oder ein Verdünnungseffekt (Gesamtchlorsensor, pH-Messkette). Korrekt ist auch für dieses Beispiel der Ersatz der verbrauchten bzw. verdünnten Elektrolytlösung bzw. des Sensors. Insbesondere bei kontinuierlichen Messungen kann dies u. a. aus ökonomischen Gründen unpraktikabel und häufig nicht erforderlich sein. Im gewissen Umfang kann das Justieren einer Messeinrichtung die Kosten und den Wartungsaufwand reduzieren.

Um die Prüffähigkeit beurteilen zu können, können zusätzliche Prüfungen erforderlich sein. Matrixabhängig nimmt z. B. die Anströmpfindlichkeit oder die Einstellzeit zu. Diese Effekte sind am Probenmaterial zuverlässiger zu prüfen, als mit einem Referenzmaterial.

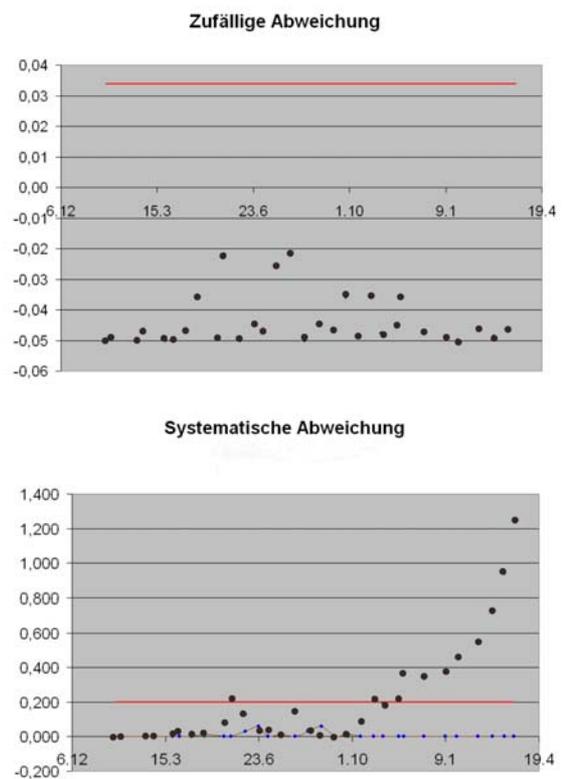
## Justieren

Bei vielen neuen Prüfeinrichtungen ist ein Justieren üblich und notwendig. Dieses Justieren dient zum Abgleich des Prüfgerätes, z. B. auf einen Sensor oder Reagenzien usw.. Hierbei werden systematische Abweichungen im Rahmen der Herstellungstoleranzen ausgeglichen.

Das Justieren erfolgt durch eine Korrektur der Kennlinie der Messeinrichtung. In der Regel berechnet das Messgerät die aktuelle Kennlinie aus den Daten mehrerer Kalibrierpunkte. Bei älteren oder einfacheren Geräten erfolgt dies durch Einstellen des Nullpunktes und der Steilheit (Empfindlichkeit) z. B. mit Potentiometern oder Tasten.

Bei gebrauchten Messeinrichtungen sollte ein Justieren nur zum Abgleich des systematischen Anteils der Kalibrierabweichung dienen. Die Messeinrichtung wird derart abgeglichen, das sie den Wert des Referenzmaterials mit möglichst nahekommt. Dass bedeutet, es kommt beim Justieren nicht auf

den Abgleich des Anzeigewertes auf den Referenzwert an, sondern auf den Abgleich der systematischen Abweichung vom Referenzwert. Während der zufällige Anteil sich von Messung zu Messung mehr oder weniger stark ändert, so bleibt der systematische Anteil, für einen bestimmten Zeitraum konstant. Für Betriebs- und Orientierungsmessungen mit entsprechend großer Unsicherheit, genügt in der Regel der Abgleich auf den Referenzwert.



*Zielwertkarte mit kumulierten Kontrollwerten und getrennten Spuren für den zufälligen und den systematischen Anteil der Kalibrierabweichung.*

Der systematische Anteil lässt sich aufwendig durch eine ausreichende Anzahl an Kalibrierergebnissen aus Wiederholungsmessungen ermitteln oder aus speziellen Zielwertkarten herauslesen. Die bereits erwähnte Karte unter Verwendung der Unsicherheit, zeigt ein Überschreiten der Kalibriergrenzen zuverlässig an. Zum Festlegen des systematischen Anteils einer Abweichung ist eine zweispurige Karte besser geeignet. Eine Spur zeigt die Größe der zufälligen Abweichung und die zweite Spur, die der systematische Abweichung an. Mit einer entsprechenden EXCEL-Datei lässt sich diese Justierung auch einfach im Betrieb umsetzen. Derartige Karten sind sehr leistungsfähig.

Diese Karten werden bereits zum automatischen kalibrieren und justieren von Monitor- systemen eingesetzt.

Stufe	Tätigkeit	Definition	Quelle
1	Messen einer oder Mehrerer Referenzlösungen.	3.1 <b>Kalibrieren</b> bedeutet das Bestimmen und Dokumentieren der Abweichung der Anzeige eines Messgerätes (oder des angegebenen Wertes einer Maßverkörperung) vom konventionell richtigen Wert der Messgröße (03)	Deutsche Akkreditierungsstelle (DAkkS) (03)
2	Bewerten des Kalibrierergebnisses	((Nicht als Kalibrieren bezeichnet) Aufgrund der Ergebnisse der Kalibrierung/Überwachung wird für das Prüfmittel eine Entscheidung über die Verwendung getroffen. (15)	Deutsche Gesellschaft für Qualität (DGQ)  Siehe auch APHA (16), DIN 32937 (17), LUA NRW (18)
3	Berechnen des systematischen Anteils als Differenzwert oder Kalibrierfunktion	<b>Kalibrierung</b> Tätigkeiten zur Ermittlung des Zusammenhangs zwischen den ausgegebenen Werten eines Meßgerätes oder einer Meßeinrichtung oder den von einer Maßverkörperung oder von einem Referenzmaterial dargestellten Werten und den zugehörigen, durch Normale festgelegten Werten einer Meßgröße unter vorgegebenen Bedingungen (4), (7), (12)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Internationales Wörterbuch der Metrology (VIM)</li> <li>• Schweizerische Akkreditierungsstelle (SAS)</li> <li>• Deutscher Akkreditierungsrat (DAR)</li> </ul>
4	Anpassen der Messeinrichtung durch Einstellen der Kalibrierfunktion	7 <b>Justieren</b> (Abgleichen) Justieren im Bereich der Messtechnik heißt: ein Messgerät oder eine Messverkörperung so einzustellen oder abzugleichen, daß die Ausgangsgröße (z. B. die Anzeige) vom richtigen Wert oder als richtig gehaltenen Wert, so wenig wie Möglich abweicht, oder das die Abweichungen innerhalb der Fehlergrenzen bleiben.“ [02]	DIN 1319-1  ((Von Herstellern häufig als „Kalibrieren“ bezeichnet))

## Literaturzitate

### Definitionen Stufe 1

#### 6 Kalibrieren (Einmessen)

Im allgemeinen versteht man in der Messtechnik unter Kalibrieren das Feststellen des Zusammenhanges zwischen Ausgangs- und Eingangsgröße , z. B. zwischen Anzeige und Meßgröße. Bei benannten Skalen wird durch das Kalibrieren der Fehler der Anzeige eines Messgerätes oder der Fehler einer Messverkörperung festgestellt. [02]

#### 3 Kalibrierung, Rückführung

3.1 Kalibrieren bedeutet das Bestimmen und Dokumentieren der Abweichung der Anzeige

eines Messgerätes (oder des angegebenen Wertes einer Maßverkörperung) vom konventionell richtigen Wert der Messgröße. [03], [08]

#### 3 Calibration, traceability

3.1 Calibration means determining and documenting the deviation of the indication of a measuring instrument (or the stated value of a material measure) from the conventional 'true' value of the measurand. [06]

##### 3.2.3 Kalibrierung

Die Tätigkeiten, die unter vorgegebenen Bedingungen die gegenseitige Zuordnung zwischen den ausgegebenen Werten einer Meßeinrichtung oder den von einer Maßverkörperung oder einem Referenzmaterial dargestellten Werten einerseits und den zugehörigen

Werten einer durch ein Bezugsnormal dargestellten Größe andererseits bestimmen. [10]

### 2.3.25 Kalibrieren

Ermitteln der systematischen Meßabweichung einer Meßeinrichtung ohne Veränderung der Meßeinrichtung. [11]

## Definitionen Stufe 3

### 2.39 (6.11) calibration

operation that, under specified conditions, in a first step, establishes a relation between the quantity values with measurement uncertainties provided by measurement standards and corresponding indications with associated measurement uncertainties and, in a second step, uses this information to establish a relation for obtaining a measurement result from an indication [04]

## Kalibrierung

Tätigkeiten zur Ermittlung des Zusammenhangs zwischen den ausgegebenen Werten eines Meßgerätes oder einer Meßeinrichtung oder den von einer Maßverkörperung oder von einem Referenzmaterial dargestellten Werten und den zugehörigen, durch Normale festgelegten Werten einer Meßgröße unter vorgegebenen Bedingungen [05], [07], [12]

### (4.10) Kalibrieren

Ermitteln des Zusammenhanges zwischen Meßwert oder Erwartungswert der Ausgangsgröße und dem zugehörigen wahren oder richtigen Wert der als Eingangsgröße vorliegenden Meßgröße für eine betrachtete Meßeinrichtung bei vorgegebenen Bedingungen. [09]

## 1. Calibration of chemical analyses

The definition of calibration according to VIM (6.13) is "The set of operations which establish, under specified conditions, the relationship between values indicated by a measuring instrument or measuring system (..) and the corresponding known values of a measurand."

For the calibration of an analytical method, the value indicated by a measuring instrument is, for example, the optical density for atomic or molecular absorption, the intensity of the current delivered by the flame or plasma emission spectrophotometer, the number of

counts of radiation emitted in X-ray fluorescence or activation analysis, or the integral of a peak in arbitrary units specific to the apparatus in gas or liquid chromatography.

Calibration Measurement Capability (CMC): the highest level of calibration or measurement normally offered to clients expressed in terms of a confidence level of 95%, sometimes referred to as best measurement capability. [13]

### 4.1.1 Calibration

Calibration is often (but not necessarily) an integral part of verification of a test instrument. Calibration defines the relationship between values indicated by a measuring instrument or measuring system, or values represented by a material measure, and the corresponding known values of a measurand. The known value here can be given through CRM or RM as above and through instruments whose calibration is traceable to national and international standards. [14]

## Definitionen Stufe 4

### 7 Justieren (Abgleichen)

Justieren im Bereich der Messtechnik heißt: ein Messgerät oder eine Messverkörperung so einzustellen oder abzugleichen, daß die Ausgangsgröße (z. B. die Anzeige) vom richtigen Wert oder als richtig gehaltenen Wert, so wenig wie Möglich abweicht, oder das die Abweichungen innerhalb der Fehlergrenzen bleiben." [02]

### 3.11 adjustment of a measuring system

adjustment set of operations carried out on a measuring system so that it provides prescribed indications corresponding to given values of a quantity to be measured [04]

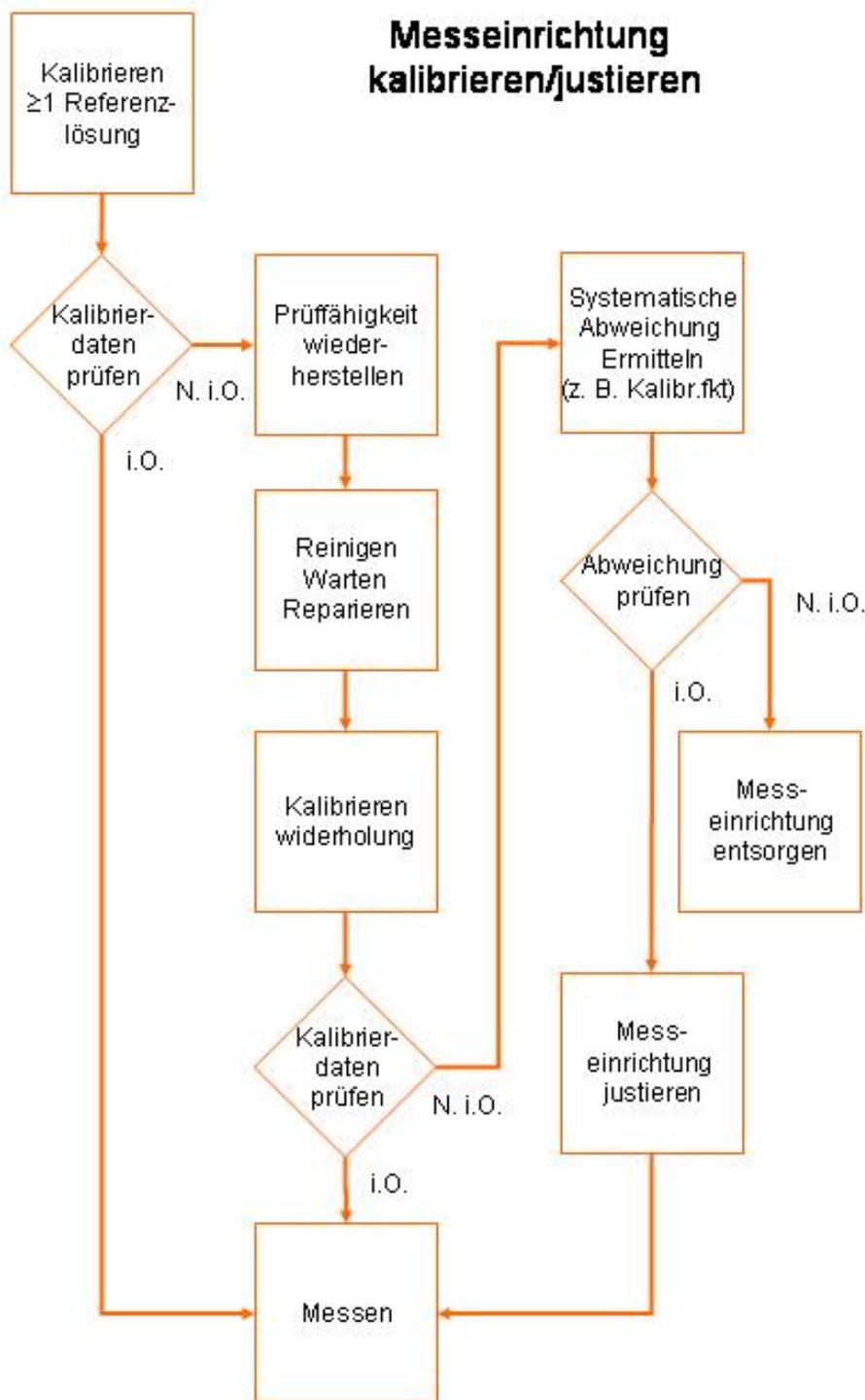
### (4.11) Justieren

Einstellen und Abgleichen eines Meßgerätes, um systematische Meßabweichungen so weit zu beseitigen, wie es für die vorgesehene Anwendung erforderlich ist. [09]

### 3.11 Justierung

Tätigkeit, die das Meßgerät in einem betriebsbereiten Zustand versetzt, wobei für das Messgerät verfälschend wirkende systematische Meßabweichungen beseitigt werden. [10]

ILAC-G9:1996 Guidelines for the Selection and Use of Certified Reference Materials



## Fazit

Der scheinbar einfache Kalibriervorgang, erweist sich bei näherer Betrachtung als eine anspruchsvolle Maßnahme im Rahmen der Qualitätssicherung. Dass häufig in der Praxis durchgeführte „Kalibrieren“ (direktes Justieren), erfüllt diese Aufgabe nicht annähernd.

Das Kalibrierergebnis sagt aus, ob eine Prüf-/Messeinrichtung prüffähig ist. Eine wertvolle Hilfe sind Zielwertkarten unter Berücksichtigung der Unsicherheit.

Bei einer Grenzwertüberschreitung stets die Ursache ermitteln und nach Möglichkeit beheben.

Sofern ein Justieren notwendig ist, möglichst nur den systematischen Anteil der Abweichung durch Justieren ausgleichen. Die Messeinrichtung muss hierfür im technisch einwandfreien Zustand sein.

## Literatur

- [01] Volker Czabon Vortrag Eurolab 2010: Messunsicherheit und Spezifikationsgrenzen
- [02] DIN 1319-1:1971 Grundbegriffe der Meßtechnik
- [03] Rückführung von Mess- und Prüfmitteln auf nationale Normale, DAkkS 71 SD 0 006, 2010
- [04] International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM):2008
- [05] Internationales Wörterbuch der Metrologie, Übersetzung des Beuth Verlags, 2. Auflage 1994/ 6.11
- [06] Traceability of measurement, European cooperation for Accreditation of Laboratories, Dokument: EAL-G12:1995
- [07] Glossary, Deutscher Akkreditierungs Rat, Dokument: DAR-1-INF-06:1997
- [08] Rückführung von Mess- und Prüfmitteln auf nationale Normale, Deutscher Kalibrierdienst, Dokument DKD-4:1997
- [09] Grundlagen der Messtechnik, DIN 1319-1: 1995
- [10] Forderungen an die Qualitätssicherung für Meßmittel, DIN ISO 10012-1:1992

- [11] Managementsysteme, Begriffe DGQ-Schrift 11-04
- [12] Sicherstellung der Rückverfolgbarkeit von Messwerten auf nationale und internationale Normale, Schweizerische Akkreditierungsstelle SAS, Dokument Nr. 702.dw:2005
- [13] Guidelines for the Selection and Use of Certified Reference Materials, Dokument: ILAC-G9:1996
- [14] Reference materials in quality assurance of testing laboratories, Nordtestreport TR 177, 1992
- [15] Prüfmittelmanagement, DGQ-Band 13-61, 1998
- [16] American Public Health Association (APHA), Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 1020-30:1995 QUALITY ASSURANCE
- [17] DIN 32937:2006-07 Mess- und Prüfmittelüberwachung - Planen, Verwalten und Einsetzen von Mess- und Prüfmitteln
- [18] LUA NRW (01) Merkblatt 28 Analytische Qualitätssicherung