



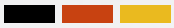
Optische Referenzmaterialien für die UV/Vis Spektroskopie

PRODUKTKATALOG MIT HANDHABUNGSHINWEISEN



NIST
TRACEABLE

MADE IN GERMANY



Hellma®



OPTISCHE ANALYTIK MIT HÖCHSTER PRÄZISION UND ZUVERLÄSSIGKEIT

Seit über 100 Jahren ist **Hellma** weltweit führender Anbieter für UV|Vis|NIR Spektroskopie Küvetten in der Laboranalytik und heute zudem Lösungsspezialist in der Prozessanalysetechnik für unterschiedlichste Anwendungen in Forschung und Industrie. Produkte und Leistungen der Marken **Hellma Analytics** und **Hellma Solutions** schaffen die Voraussetzung für präzise und zuverlässige Messergebnisse in Labor und Prozess und damit sichere und qualitativ hochwertige Endprodukte in den Branchen Chemie, Pharmazie, Life Science, Nahrungs- und Genussmittel, Kosmetik, Umwelt, Energie, Technologie und Forschung. Acht Hellma-Vertriebstöchter weltweit und über 200 internationale Point of Sales stehen für Kunden als direkter Kontakt zur Verfügung. Weltweit wird Hellma für seine hohe Leistungsfähigkeit, Beratungskompetenz und bewährten Produkte geschätzt. **100% Made in Germany.**



► www.hellma.com

Rückführbar auf
NIST, PTB

DAkKS
akkreditiertes
Kalibrierlabor*

AKKREDITIERT*
NACH
DIN EN ISO/
IEC 17025

30 JAHRE
GARANTIE
bei regelmäßiger
Rekalibrierung

KONFORM
mit den wichtigsten
Pharmakopöen

* Durch die DAkKS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Profitieren Sie
von über 100 Jahren
Erfahrung.



Achten Sie auf dieses
Symbol. Hier erfahren
Sie Nützliches, um Ihre
Prozesse sicherer und
effektiver zu machen.

INHALTSVERZEICHNIS

| | |
|--|-----------|
| 1. EINFÜHRUNG..... | 6 |
| 1.1 Hellma Analytics Kalibrierlabor: Akkreditiert* nach DIN EN ISO/IEC 17025 | 7 |
| 1.2 Rückführbare Prüfmittel..... | 8 |
| 1.3 Einsatzgebiete von Glasfiltern | 8 |
| 1.4 Einsatzgebiete von Flüssigfiltern | 8 |
| 1.5 Der DAkkS-Kalibrierschein*..... | 10 |
| 1.6 Garantie – 30 Jahre Herstellergarantie auf alle Hellma Analytics Referenzmaterialien | 13 |
| 2. GLASFILTER..... | 14 |
| 2.1 Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit..... | 14 |
| 2.1.1 Holmiumglas-Filter | 14 |
| 2.1.2 Didymiumglas-Filter | 15 |
| 2.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit..... | 16 |
| 2.2.1 Neutralglas-Filter | 16 |
| 2.3 Glasfilter-Sets | 17 |
| 3. FLÜSSIGFILTER..... | 18 |
| 3.1 Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit..... | 18 |
| 3.1.1 Holmium-Flüssigfilter | 18 |
| 3.1.2 Didymium-Flüssigfilter | 19 |
| 3.1.3 HoDi-Flüssigfilter..... | 20 |
| 3.1.4 Rare Earth (Cerium) Flüssigfilter | 21 |
| 3.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit..... | 22 |
| 3.2.1 Kaliumdichromat-Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit nach USP <857> (und Ph. Eur.) | 22 |
| 3.2.2 Nikotinsäure (Niacin) Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit nach Ph. Eur. und USP <857> | 24 |
| 3.3 Überprüfung von Streulicht | 25 |
| 3.3.1 Überprüfung von Streulicht – Messung nach Ph. Eur. und USP <857> Methode B | 25 |
| 3.3.2 Überprüfung von Streulicht – Messung nach USP <857> Methode A..... | 27 |
| 3.4 Überprüfung des Auflösungsvermögens | 29 |
| 3.5 Flüssigfilter-Sets | 30 |
| 3.5.1 Basis-Filter-Set für die Ph. Eur. Konformität | 30 |
| 3.5.2 Basis-Filter-Set für die USP <857> Konformität..... | 31 |

| | |
|---|-----------|
| 4. REFERENZPLATTEN | 32 |
| 4.1 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit..... | 32 |
| 4.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit und der Wellenlängengenauigkeit | 33 |
| 5. REKALIBRIERUNG | 34 |
| 6. PRODUKTÜBERSICHT | 36 |
| 7. FAQ | 42 |
| 8. GLOSSAR | 44 |
| 9. LITERATURHINWEISE | 45 |
| 10. ALLGEMEINE HANDHABUNGSHINWEISE | 46 |
| 10.1 Allgemeine Handhabungshinweise für Glasfilter | 46 |
| 10.2 Kalibrierung mit Glasfiltern (Wellenlängengenauigkeit und photometrische Genauigkeit) | 47 |
| 10.3 Allgemeine Handhabungshinweise für Flüssigfilter | 52 |
| 10.4 Kalibrierung mit Flüssigfiltern (Wellenlängengenauigkeit und photometrische Genauigkeit) | 53 |
| 10.5 Kalibrierung mit Flüssigfiltern (Streulichtanteil und Auflösungsvermögen) | 60 |
| 10.6 Allgemeine Handhabungshinweise für Referenzplatten | 66 |
| 10.7 Kalibrierung mit Referenzplatten | 67 |

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

1. EINFÜHRUNG

Liebe Leserinnen und Leser,

was bei der Laborwaage schon lange Normalität ist, führt bei Spektralphotometern häufig noch ein Schattendasein: die Überprüfung des Messmittels zur Sicherstellung richtiger Ergebnisse! Dabei sind Spektralphotometer wichtige Instrumente um z. B. die Qualität von Produkten zu sichern oder auch zur Produktionskontrolle. In den letzten Jahren hat in vielen Laboren das Bewusstsein zur Überprüfung von Spektralphotometern spürbar zugenommen. Umso wichtiger ist es daher, dass auch diese Präzisionsinstrumente nach der DIN EN ISO 9001 als prüfpflichtige Messmittel anzusehen sind. Die Norm formuliert dazu eine klare Anforderung. Die Messmittel sollen in festgelegten Abständen oder vor dem Gebrauch kalibriert oder verifiziert werden. Dafür sollen Messnormale benutzt werden, die auf internationale oder nationale Messnormale zurückgeführt werden können. Eine Übersicht der Messnormale für UV/Vis Spektralphotometer finden Sie in Form unserer Referenzmaterialien in dieser Broschüre. Immer mehr Labore gehen dazu über, auf diesem einfachen Weg ihre Arbeitsqualität abzusichern. Und das nicht nur um die Regelkonformität beim nächsten Audit abzusichern, sondern auch wegen des guten Gefühls, mit Sicherheit richtig gemessen zu haben und mit den richtigen Ergebnissen weiter zu arbeiten. Wir freuen uns, mit unseren Produkten einen Beitrag dazu zu leisten. Neben dem Produktsortiment finden Sie in dieser Broschüre auch Informationen zur Handhabung sowie hilfreiche Tipps und Empfehlungen. **VIEL SPASS BEIM LESEN!**



ZUR INFO

Geprüfte Sicherheit, lückenlos dokumentiert. Das Hellma Analytics Kalibrierlabor ist das einzige deutsche Kalibrierlabor, welches für die Messung von UV/Vis-Referenzmaterialien akkreditiert ist. Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.



1.1 Hellma Analytics Kalibrierlabor: Akkreditiert* nach DIN EN ISO/IEC 17025

Unser Labor ist ein nach DIN EN ISO/IEC 17025 durch die DAkkS akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang. Die Norm DIN EN ISO/IEC 17025 fordert ein umfassendes QM System, das nahtlos an andere Systeme wie z.B. ISO 9001 anknüpft. Durch die Akkreditierung* haben wir den Nachweis der Kompetenz für die von uns durchgeführten Kalibriertätigkeiten erbracht und sind berechtigt, international anerkannte DAkkS-Kalibrierscheine* auszustellen. Die Akkreditierung* ist der Schlüssel für die hohe Qualität der Messungen, die internationale Vergleichbarkeit sowie das Vertrauen in die Arbeit des Kalibrierlabors und die Transparenz der Ergebnisse.



DIN EN ISO/IEC 17025*

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.



Mit den optischen UV/Vis-Referenzmaterialien von Hellma Analytics schaffen wir für unsere Kunden die Basis für sichere und zuverlässige Messergebnisse.



Birgit Kehl,
Compliance Beauftragte
Kalibrierlabor

1.2 Rückführbare Prüfmittel

Vorschriften zur Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle, wie z. B. ISO 9001, GLP und GMP und die Pharmakopöen, fordern die Verifizierung einer konstant guten Leistung der im Einsatz befindlichen Spektralphotometer. Die beiden wichtigsten Parameter, welche am Spektralphotometer regelmäßig überprüft werden sollten um korrekte Daten zu erhalten, sind die photometrische Genauigkeit (Absorptionsgenauigkeit) und die Wellenlängengenauigkeit.

Die Herstellung der optischen Referenzmaterialien im durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Hellma Analytics Kalibrierlabor, basiert auf den Regelwerken von NIST (National Institute of Standards and Technology), ASTM (American Society for Testing and Materials) und Pharmakopöen (Ph.Eur., USP). Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang. Alle Messergebnisse können auf Filter, welche durch die NIST (photometrische Genauigkeit) oder die PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt) (Wellenlängengenauigkeit) gemessen wurden, zurückgeführt werden.

(Photometrische Genauigkeit: NIST SRM® 930e, NIST SRM® 1930, Hellma 666S300; Wellenlängengenauigkeit: Hellma 667005)



ZUR INFO

Die UV/Vis Referenzmaterialien von Hellma Analytics entsprechen den Vorgaben von Qualitätsmanagement-Systemen und Pharmakopöen für höchste Qualitätsanforderungen und internationale Vergleichbarkeit der Messergebnisse.

Bei den Referenzmaterialien haben Sie die Wahl zwischen filterglasbasierten optischen Referenzmaterialien, umgangssprachlich Glasfilter genannt und flüssigkeitsbasierten optischen Referenzmaterialien, umgangssprachlich Flüssigfilter genannt:



1.3 Einsatzgebiete von Glasfiltern

666 am Anfang der Artikelnummer kennzeichnet unsere Glasfilter. Bei Glasfiltern handelt es sich um optische Referenzmaterialien aus speziellen, eigens für die Kalibrierung hergestellten Gläsern. Glasfilter zeichnen sich vor allem durch ihre Robustheit aus. Alle von Hellma Analytics gemessenen Glasfilter sind rückführbar auf Bezugsnormale der NIST bzw. PTB. Mit den Glasfiltern können Sie die folgenden Parameter Ihres Spektralphotometers überprüfen:

- Wellenlängengenauigkeit
- Photometrische Genauigkeit (Absorption)
- Photometrische Linearität im Vis-Bereich

1.4 Einsatzgebiete von Flüssigfiltern

667 am Anfang der Artikelnummer kennzeichnet unsere Flüssigfilter. Bei Flüssigfiltern handelt es sich um flüssige Referenzmaterialien, welche nach den Vorgaben der Pharmakopöen bzw. der NIST hergestellt und unter kontrollierten Bedingungen in Quarzglas-Küvetten abgefüllt werden. Anschließend werden die Küvetten luftdicht und dauerhaft verschlossen. Die Flüssigfilter haben den klaren Vorteil, dass sie in ihrer Wirkung äquivalent zur realen Mess-Applikation sind. Mit den Flüssigfiltern von Hellma Analytics können Sie die folgenden Parameter Ihres Spektralphotometers überprüfen:

- Wellenlängengenauigkeit
- Photometrische Genauigkeit (Absorption)
- Photometrische Linearität im UV-Bereich
- Streulichtverhalten
- Auflösungsvermögen

All diese Parameter, vor allem jedoch die photometrische Genauigkeit und die Wellenlängengenauigkeit des UV/Vis-Spektralphotometers, sollten regelmäßig überprüft werden, wobei Sie nach den entsprechenden Vorgaben im Handbuch Ihres Gerätes vorgehen sollten. Hellma Analytics Referenzmaterialien sind wegen ihrer einfachen Handhabung und langen Nutzungsdauer eine große Hilfe bei allen routinemäßigen Überprüfungen.



HELLMA ANALYTICS UV/VIS REFERENZMATERIALIEN ÜBEREINSTIMMUNG MIT DEN WICHTIGSTEN REGELWERKEN

| MATERIAL | ÜBERPRÜFUNG VON | BEREICH | Ph. Eur. | USP <857> | ASTM |
|------------------------------|---|---------|----------|-----------|------|
| GLASFILTER | | | | | |
| Holmiumglas | Wellenlängengenauigkeit | UV/Vis | × | × | × |
| Didymiumglas | Wellenlängengenauigkeit | UV/Vis | × | (X) | |
| Neutralglas | Photometrische Genauigkeit / Linearität | Vis | × | × | × |
| FLÜSSIGFILTER | | | | | |
| Holmium (Lösung) | Wellenlängengenauigkeit | UV/Vis | × | × | × |
| Rare Earth (Cerium-Lösung) | Wellenlängengenauigkeit | UV | × | × | |
| Didymium (Lösung) | Wellenlängengenauigkeit | UV/Vis | × | × | |
| Kaliumdichromat (Lösung) | Photometrische Genauigkeit/ Linearität | UV/Vis | (X) | × | × |
| Nikotinsäure (Niacin-Lösung) | Photometrische Genauigkeit/ Linearität | UV | × | × | |
| Toluol in Hexan (Lösung) | Auflösungsvermögen | UV | × | × | |
| Kaliumchlorid (Lösung) | Streulicht | UV | × | × | × |
| Kaliumiodid (Lösung) | Streulicht | UV | × | × | × |
| Natriumiodid (Lösung) | Streulicht | UV | × | × | × |
| Natriumnitrit (Lösung) | Streulicht | UV | × | × | × |
| Aceton (rein) | Streulicht | UV | (X) | × | × |

(X) Nicht explizit aufgeführt, kann aber lt. entsprechender Pharmakopöe verwendet werden.

1.5 Der DAkkS-Kalibrierschein*

Nach der sorgfältigen Herstellung der Referenzmaterialien werden diese im durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Hellma Analytics Kalibrierlabor mit einem Hochleistungs-UV/Vis/NIR-Spektralphotometer gemessen. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Erst mit der Ausstellung des DAkkS-Kalibrierscheines und der Anbringung der Kalibriermarken werden die Referenzmaterialien zu rückgeführten Referenzmaterialien. Mit Hilfe der im Kalibrierschein dokumentierten Messwerte kann der Anwender sein Spektralphotometer entsprechend überprüfen und kalibrieren.

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.


- 1 Verweis auf die Akkreditierung*
- 2 Name und Anschrift des ausstellenden Kalibrierlaboratoriums
- 3 Bezeichnung des Kalibriergegenstandes
- 4 Zweifelsfreie Identifizierung des Kalibriergegenstandes
- 5 Identifikation des Kunden
- 6 Datum der Kalibrierung
- 7 Interne Dokumentbezeichnung sowie Ausgabedatum und Revisionsstand
- 8 Datum der Ausstellung des Kalibrierscheines
- 9 Fortlaufende Kalibrierscheinnummer
- 10 Hellma-Registriernummer bei der DAkkS*
- 11 Jahr und Monat der Kalibrierung
- 12 Freigabe durch autorisierte Person

Muster



Kalibrierschein / Calibration Certificate

erstellt durch das Kalibrierlaboratorium
Issued by the calibration laboratory



Hellma GmbH & Co. KG
Klosterrunsstr. 5, 79379 Müllheim, Germany
Telefon / Phone: +49 7631 182-0

94234

D-K-

18752-01-00

2023-11

Kalibrierzeichen
Calibration mark

| | |
|--|--|
| Gegenstand <i>Object</i> | Neutralglasfilter-Satz <i>Set of Neutral Density Glass Filters</i> |
| Hersteller <i>Manufacturer</i> | Hellma GmbH & Co. KG |
| Typ <i>Type</i> | 666S000 (666-F2 / 666-F3 / 666-F4) |
| Fabrikat/Serien-Nr. <i>Serial number</i> | 8005 |

| | |
|--|---|
| Auftraggeber <i>Customer</i> | Hellma Analytics GmbH Klosterrunsstr. 5 79379 Müllheim |
|--|---|

Auftragsnummer **712345**
Order No.


Anzahl der Seiten des Kalibrierscheines **3**
Number of pages of the certificate

| | |
|---|---|
| Datum der Kalibrierung <i>Date of calibration</i> | 14. November 2023 <i>14 November 2023</i> |
|---|---|

Dieser Kalibrierschein dokumentiert die metrologische Rückführbarkeit auf nationale Normale zur Darstellung der Einheiten in Übereinstimmung mit dem Internationalen Einheitensystem (SI). Die DAkkS ist Unterzeichner der multilateralen Übereinkommen der European co-operation for Accreditation (EA) und der International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) zur gegenseitigen Anerkennung der Kalibrierscheine. Für die Einhaltung einer angemessenen Frist zur Wiederholung der Kalibrierung ist der Benutzer verantwortlich. *This calibration certificate documents the metrological traceability to national standards, which realize the units of measurement according to the International System of Units (SI). The DAkkS is signatory to the multilateral agreements of the European co-operation for Accreditation (EA) and of the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) for the mutual recognition of calibration certificates. The user is obliged to have the object recalibrated at appropriate intervals.*

Dieser Kalibrierschein darf nur vollständig und unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge oder Änderungen bedürfen der Genehmigung des ausstellenden Kalibrierlaboratoriums. Kalibrierscheine sind bei Nennung des für die Freigabe Verantwortlichen in Klarschrift auch ohne Unterschrift gültig. Die dargestellten Ergebnisse beziehen sich nur auf die kalibrierten Gegenstände. *This calibration certificate may not be reproduced other than in full except with the permission of the issuing laboratory. Calibration certificates with the full name of the approval responsible person are valid without signature. The presented results relate only to the items calibrated.*

| | |
|--|---|
| Datum der Ausstellung <i>Date of issue</i> | 14. November 2023 <i>14 November 2023</i> |
| Freigabe des Kalibrierscheines durch <i>Approval of the calibration certificate by</i> |  Birgit Kehl |

| | | |
|--|---|---|
| FO-CERT-039 Rev.: 8 -12.07.2023 |  |  |
|--|---|---|



18605
D-K-
18752-01-00
2023-07

WICHTIGE INFO

Erst mit der Ausstellung des DAkKS-Kalibrierscheines* und der Anbringung der Kalibriermarken werden die Referenzmaterialien zu rückgeführten Referenzmaterialien.

* Durch die DAkKS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Seite
Page 2 / 3

94234
D-K-
18752-01-00
2023-11

1

Kalibriergegenstand:
Kalibrierstandard-Satz, bestehend aus drei Neutralglasfiltern.

Calibration Object:
Set of calibration filters, consisting of three neutral density glass filters.

2

Kalibrierverfahren:
Messung der optischen Dichte.
Diese Kalibrierstandards wurden gegen Luft als Referenz gemessen.

Calibration Method:
Measurement of optical density.
These calibration standards were measured using air as reference.

3

Messtechnische Bedingungen bei der Kalibrierung:
Die in diesem Kalibrierschein angegebenen Werte wurden mit dem verwendeten Spektralphotometer und den nachfolgenden Einstellungen ermittelt:

Conditions of Calibration:
The following settings were used on the spectrometer employed to obtain the data quoted on this calibration certificate:

UV/VIS
Modus der Ordinatenkala: Optische Dichte (Abs)
Spaltbreite: 1,00 nm
Spaltmodus: Fix
Integrationszeit: 3,0 s

UV/VIS
Ordinate mode: Optical density (Abs)
Slit: 1,00 nm
Slit Mode: Fix
Integration time: 3,0 s

4

Für die Kalibrierung dieses Kalibriergegenstandes wurde ein UV/VIS/NIR-Spektralphotometer PerkinElmer Lambda 900 mit der Seriennummer 3021101 eingesetzt.

This calibration object was calibrated on a UV/VIS/NIR spectrophotometer PerkinElmer Lambda 900 with serial number 3021101.

Dieses Gerät wird regelmäßig auf die Einhaltung seiner Spezifikationen überprüft.
Datum der letzten technischen Überprüfung:
25. Mai 2023

This instrument is regularly checked for the compliance with its specifications.
Most recently technical check:
25 May 2023

Für die regelmäßige Überprüfung der photometrischen Richtigkeit werden die Bezugsnormale des NIST SRM 930e Filter Nr. 2115, gültig bis Mai 2024 eingesetzt.

A set of NIST SRM 930e Filter No. 2115, valid until May 2024 standard reference materials is used to regularly check the photometric accuracy of the spectrophotometer.

5

Zur regelmäßigen Überprüfung der Wellenlängenrichtigkeit wurde das intrinsische Bezugsnormale Hellma UV5 S.Nr. 0861 / PTB 44215/23, gültig bis Mai 2033, eingesetzt.

The intrinsic standard reference material Hellma UV5 serial no. 0861 / PTB 44215/23, valid until May 2033, is used to regularly check the wavelength accuracy.

Zusätzlich werden die Emissionslinien von Deuterium, Quecksilber und Argon zur Überprüfung der Wellenlängenrichtigkeit verwendet.

In addition, the emission lines of deuterium, mercury and argon are used to check the wavelength accuracy.

6

Umgebungsbedingungen:
Die Messungen wurden bei einer Umgebungstemperatur von $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ und einer relativen Luftfeuchtigkeit von 30 % bis 65 % durchgeführt.

Environmental Conditions:
Measurements were performed at an ambient temperature of $22\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ and a relative humidity of 30 % to 65 %.

- 1 Beschreibung des Kalibriergegenstandes
- 2 Messverfahren inkl. Benennung der Referenz
- 3 Messtechnische Bedingungen (Geräteeinstellungen)
- 4 Gerätetyp, mit dem die Messungen durchgeführt wurden
- 5 Typ, Seriennummer und Gültigkeit der Kalibrierung der NIST/PTB Bezugsnormale die für die regelmäßige Überprüfung des Referenzphotometers verwendet werden sowie Angaben zu zusätzlichen Überprüfungsmethoden
- 6 Umgebungsbedingungen bei der Messung

1.5 Der DAkkS-Kalibrierschein*

- 1 Messwert und zugeordnete Messunsicherheit. Dieser Wert bezieht sich nur auf die Messung bei Hellma Analytics und gilt nur für die dort vorliegenden Messbedingungen. Im Kalibrierschein können in begründeten Ausnahmefällen und in geringem Umfang, auch Messergebnisse aufgenommen werden, die nicht zum Akkreditierungsumfang* des Kalibrierlabor gehören. Diese werden im Kalibrierschein deutlich als solche gekennzeichnet.
- 2 Anmerkungen zur Messunsicherheit

- 3 Hinweis zur Eingangsmessung bei Filtern zur Bestimmung der optischen Dichte. Bei Filtern zur Bestimmung der Wellenlängengenauigkeit wird keine Eingangsmessung durchgeführt.
- 4 Der Kalibrierschein darf keine Empfehlung zum Rekalibrierintervall enthalten (nach DIN EN ISO/IEC 17025). Ausnahmen sind möglich, wenn der Kunde die Angaben wünscht oder eine gesetzliche Regelung dies verlangt.
- 5 Beistellung der Filter durch den Kunden bzw. bei Neufiltern durch Hellma.

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

94234
 D-K-18752-01-00
 2023-11

Seite 3 / 3
Page

Messergebnisse:
Während der Messungen wurden die folgenden Werte ermittelt:

Measurement Results:
During the measurements, the following data were obtained:

| | Serien-Nr. <i>serial number</i> Filter Typ <i>filter type</i> | Optische Dichte (Abs) ± MU(*) (Abs) <i>Optical Density (Abs) ± MU(*) (Abs)</i> | | | | |
|--|--|---|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| | | 440 nm | 465 nm | 546.1 nm | 590 nm | 635 nm |
| gemessener Wert <i>Measured Value</i> | 8005 666-F2 | 0.2707 ± 0.0024 | 0.2432 ± 0.0024 | 0.2528 ± 0.0024 | 0.2970 ± 0.0024 | 0.3035 ± 0.0024 |
| gemessener Wert <i>Measured Value</i> | 8005 666-F3 | 0.5378 ± 0.0028 | 0.4941 ± 0.0028 | 0.5074 ± 0.0028 | 0.5671 ± 0.0034 | 0.5664 ± 0.0034 |
| gemessener Wert <i>Measured Value</i> | 8005 666-F4 | 1.0190 ± 0.0034 | 0.9454 ± 0.0034 | 0.9589 ± 0.0034 | 1.0253 ± 0.0034 | 0.9932 ± 0.0034 |

(*) MU: Messunsicherheit – Measurement Uncertainty

Angabe ist die erweiterte Messunsicherheit, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor $k = 2$ ergibt. Sie wurde gemäß EA-4/02 M:2022 ermittelt. Der Wert der Messgröße liegt mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % im zugeordneten Wertintervall.

Ort der Durchführung der Labortätigkeiten
Hellma GmbH & Co. KG
Klosterrunsstr. 5,
79379 Müllheim, Deutschland
Telefon: +49 7631 182-0

The expanded uncertainty assigned to the measurement results is obtained by multiplying the standard uncertainty by the coverage factor $k = 2$. It has been determined in accordance with EA-4/02 M:2022. The value of the measurand lies within the assigned range of values with a probability of 95 %.

Location of performance of the laboratory activities
Hellma GmbH & Co. KG
Klosterrunsstr. 5,
79379 Müllheim, Germany
Phone: +49 7631 182-0

Hinweise
Nach Wareneingang bei Hellma wird der Einlieferungszustand aller Kalibrierstandards zur Bestimmung der optischen Dichte gemessen, bevor die Filter routinemäßig im Zuge der Rekalibrierung gereinigt werden. Die Daten der Eingangsmessung sind gegen Gebühr auf Anfrage erhältlich.
Die Beistellung der oben aufgeführten Kalibriergegenstände erfolgte durch den Auftraggeber.

Rekalibrierintervall
Das Rekalibrierintervall wird durch den Auftraggeber in Abhängigkeit der Filternutzung bestimmt.

Notes
Upon delivery at Hellma, the "as received" condition of all optical density filters is measured before routinely cleaning the standards under the recertification procedure. "As received" data is available for a fee upon request.

The customer provided the calibration objects mentioned above.

Recalibration interval
The recalibration interval of the filters is determined by the customer depending on the conditions of use.

Ende des Kalibrierscheins.

End of the calibration certificate.

FO-CERT-039
Rev.: 8 - 12.07.2023

- 1 Messwert und zugeordnete Messunsicherheit
- 2 Anmerkungen zur Messunsicherheit
- 3 Hinweise
- 4 Rekalibrierintervall
- 5 Beistellung der Filter

1.6 Garantie – 30 Jahre Herstellergarantie auf alle Hellma Analytics Referenzmaterialien

Wir vertrauen auf unsere Qualität und Sie können auf sichere Messergebnisse vertrauen!

Bei regelmäßiger Rekalibrierung – mindestens alle zwei Jahre – im Hellma Analytics Kalibrierlabor, erhalten Sie 30 Jahre Hersteller Garantie auf alle Hellma Analytics Referenzmaterialien.

Die zur Rekalibrierung eingeschickten optischen Referenzmaterialien werden sorgsam gereinigt, rekaliert und mit einem neuen Kalibrierschein und neuer Kalibriermarke zurückgeschickt.

Beschädigte Filter und solche, die deutliche Abweichungen von den Nominalwerten zeigen, werden in der Regel nach Rücksprache mit dem Kunden ausgetauscht.



Details zur Rekalibrierung finden Sie auf Seite 34 und 35.

Sie erhalten 30 Jahre Garantie auf alle Hellma Analytics Referenzmaterialien bei regelmäßiger Rekalibrierung – mindestens alle zwei Jahre – im Hellma Analytics Kalibrierlabor.



30
JAHRE
GARANTIE



2. GLASFILTER

Wellenlängengenauigkeit

2.1 Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit

APPLIKATION

Bei der Messung der Wellenlängengenauigkeit wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter bei bestimmten Wellenlängen stärker geschwächt (Peaks). Ein Referenzmaterial zur Bestimmung der Wellenlängengenauigkeit verfügt im Idealfall über schmale, wohldefinierte Peaks bei mehreren Wellenlängen im UV- und im Vis-Bereich.

2.1.1 Holmiumglas-Filter

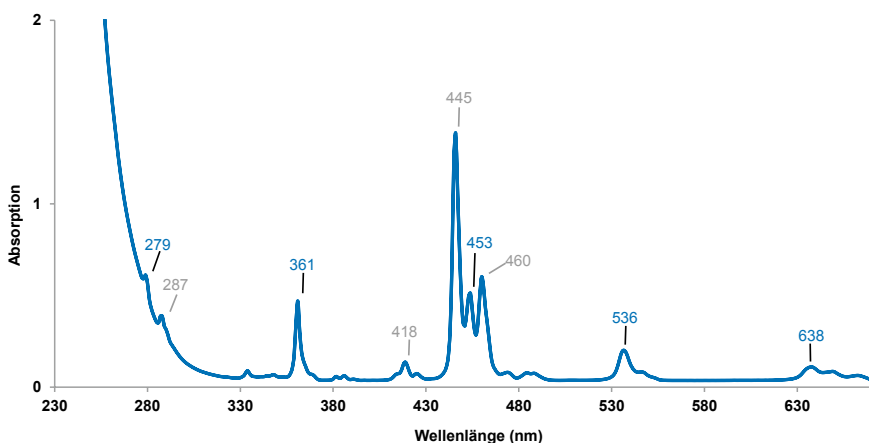
PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Holmiumglas-Filter Typ 666-F1 zeigt eine Reihe von schmalen, gut definierten Peaks im UV- und Vis-Bereich. Dank dieser Eigenschaft ist Holmium sehr gut zur Überprüfung der Wellenlängenskala von Spektralphotometern geeignet. Im Vergleich zu dem Filter mit Holmium-Lösung verfügt der Holmiumglas-Filter über ein etwas schwächer ausgeprägtes Spektrum mit weniger Peaks. Insbesondere im tiefen UV-Bereich werden die Holmiumpeaks vom Absorptionsverhalten der Glasmatrix überlagert. Der Glasfilter ist im Vergleich zum Flüssigfilter einfacher in der Handhabung und robuster.



HINWEIS

Die Lagen der Peaks des Holmium können in Abhängigkeit von den Glas-Chargen leicht variieren. Aus diesem Grund wird bei Hellma Analytics jeder Holmiumglas-Filter individuell gemessen.



Typisches Spektrum eines Holmiumglas-Filters



| | |
|--------------------|--|
| ARTIKELNUMMER | 666F1-339 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im UV- und Vis-Bereich (270 nm bis 640 nm) |
| INHALT | Holmiumglas-Filter im Metallrahmen |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 279; 361; 453; 536; 638 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: 279; 287; 361; 418; 445; 453; 460; 536; 638 nm Spaltbreite: 1-2 nm (0,1-0,9 nm nur auf Anfrage) |

2.1.2 Didymiumglas-Filter

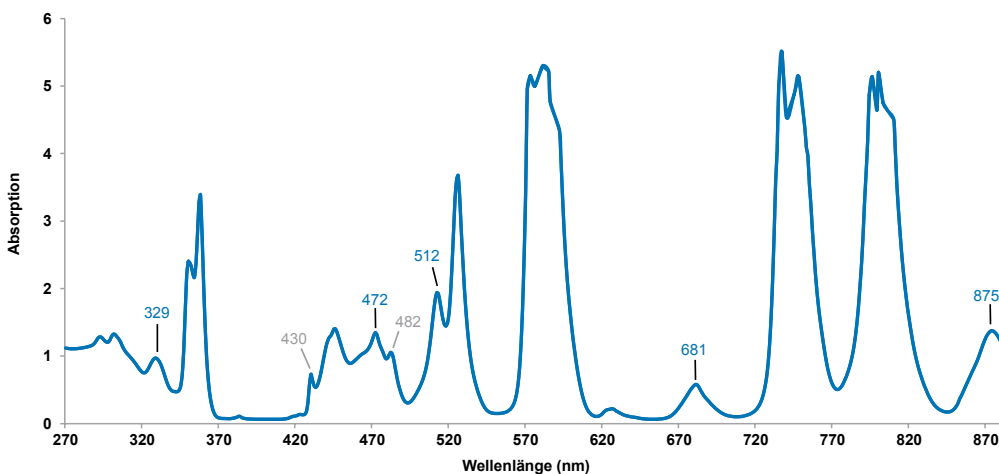
PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Didymiumglas-Filter Typ 666-F7W wird aus speziell hergestelltem Material der Firma Schott AG gefertigt. Wie Holmiumglas zeigt auch Didymiumglas im ultravioletten und im sichtbaren Bereich eine Vielzahl charakteristischer Peaks und wird daher üblicherweise zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit eingesetzt. Allerdings sind die Peaks nicht so schmalbandig wie beim Holmiumglas-Filter.



HINWEIS

Die Lagen der Peaks des Didymiumglases können in Abhängigkeit von den Glas-Chargen leicht variieren. Aus diesem Grund wird bei Hellma Analytics jeder Didymiumglas-Filter individuell gemessen.



Typisches Spektrum eines Didymiumglas-Filters

| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 666F7W-323 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im UV- und Vis-Bereich (320 nm bis 880 nm) |
| INHALT | Didymiumglas-Filter im Metallrahmen |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 329; 472; 512; 681; 875 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen bei 1nm Spaltbreite: 329; 430; 472; 482; 512; 681; 875 nm Wellenlängen bei 2 nm Spaltbreite: 430; 472; 482; 512; 875 nm |

Photometrische Genauigkeit

2.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

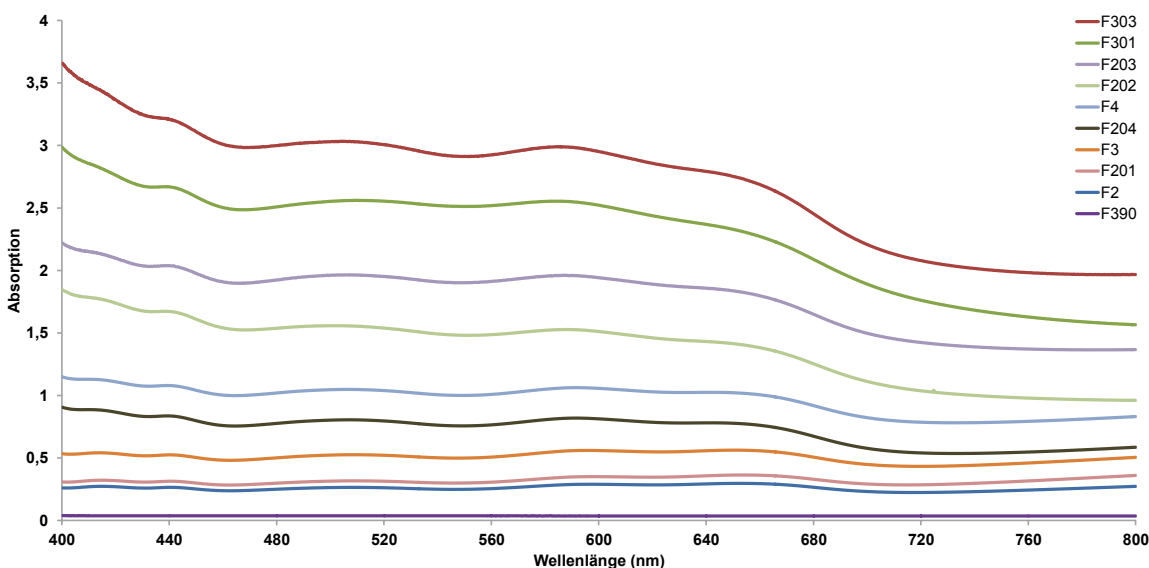
APPLIKATION

Bei der Messung der photometrischen Genauigkeit (Absorption) wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter geschwächt. Die durch den Filter erzeugte Lichtschwächung ergibt den Absorptionswert (Abs).



HINWEIS

Wenn Sie über mehrere Neutralglas-Filter mit unterschiedlichen nominellen Absorptionen verfügen, können Sie die Linearität Ihrer Absorptionsskala überprüfen, indem Sie für jede Wellenlänge die von Ihnen gemessenen Absorptionswerte in einem Diagramm gegen die Messwerte auf dem Kalibrierschein auftragen.



Typisches Spektrum der Neutralglas-Filter, aufgenommen mit einer Spaltbreite von 1 nm

| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 666F390-25, 666F2-39, 666F201-39, 666F3-38, 666F204-37, 666F4-37, 666F202-36, 666F203-36, 666F301-361, 666F303-361 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im Vis-Bereich (405 nm bis 890 nm) |
| INHALT | Neutralglasfilter: F390 (0,04 Abs); F2 (0,25 Abs); F201 (0,3 Abs); F3 (0,5 Abs); F204 (0,7 Abs); F4 (1,0 Abs); F202 (1,5 Abs); F203 (2,0 Abs); F301 (2,5 Abs); F303 (3,0 Abs) |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 440; 465; 546,1; 590; 635 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | alle Wellenlängen zwischen 405 bis 890 nm möglich. Über 890 nm auch möglich mit Hellma Analytics Kalibrierschein (da der akkreditierte* Bereich bei 890 nm endet). Spaltbreiten: alle bis 5 nm möglich |

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibriertlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Sets

2.3 Glasfilter-Sets

Die Glasfilter-Sets von Hellma Analytics sind auf Basis von Kundenwünschen entstanden und bieten somit eine applikationsorientierte Zusammenstellung der vorhandenen Einzelfilter.

Für die Identifizierung der Filter ist auf jedem Filterrahmen die Set-Nummer (Seriennummer) sowie der Filtertyp graviert. Die gemessenen Werte der Absorption bzw. der Peakpositionen sind für jeden Filter in den mitgelieferten Kalibrierscheinen festgehalten.



Handhabungshinweise
für Glasfilter finden Sie auf
den Seiten 46 – 51.

| FILTER-SET | INHALT | WELLENLÄNGE NM | ARTIKEL-NR. |
|--|--|--|-------------|
| Glasfilter-Sets zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit, photometrischen Linearität und der Wellenlängengenauigkeit | | | |
| 666-S000 | Komplett-Glasfilter-Set: F0, F1, F2, F3, F4 (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S000 |
| 666-S002 | Glasfilter-Set: F2, F3, F4 (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S002 |
| 666-S004 | Glasfilter-Set: F0, F201, F202, F203 (Abs: 0,3; 1,5; 2,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S004 |
| 666-S005 | Glasfilter-Set: F0, F1, F3, F4 (Abs: 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S005 |
| 666-S006 | Glasfilter-Set: F0, F2, F3, F4 (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S006 |
| 666-S010 | Glasfilter-Set: F1, F390, F2, F3, F4 (Abs: 0,04; 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S010 |
| 666-S200 | Glasfilter-Set: F2, F4, F203 (Abs: 0,25; 1,0; 2,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S200 |
| 666-S300 | Glasfilter-Set: F390, F301, F303 (Abs: 0,04; 2,5; 3,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S300 |

3. FLÜSSIGFILTER

Wellenlängengenauigkeit

3.1 Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit

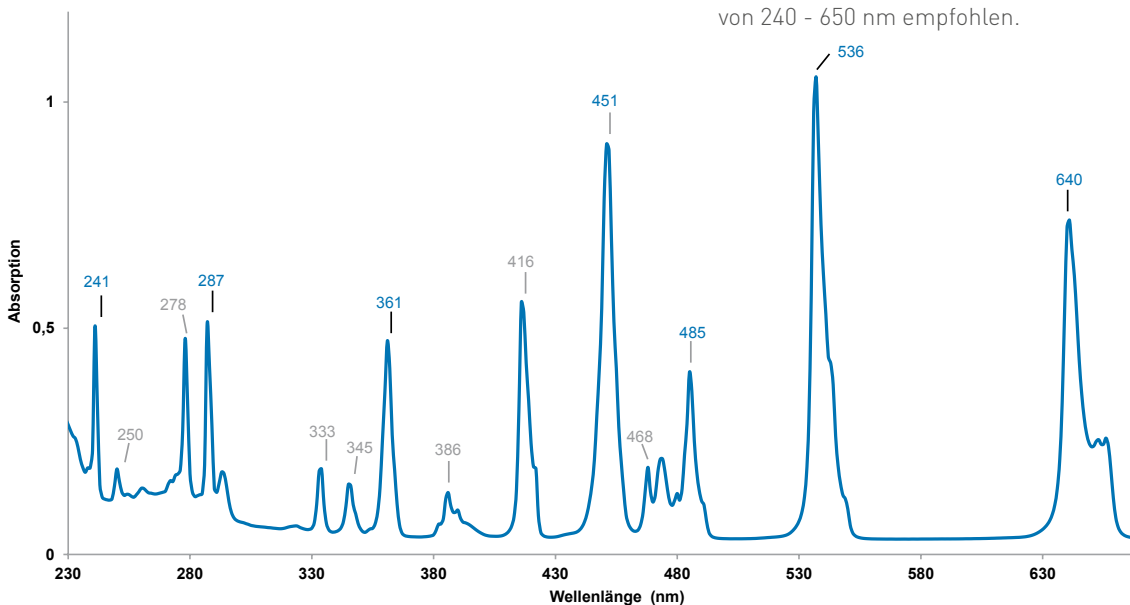
APPLIKATION

Bei der Messung der Wellenlängengenauigkeit wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter bei bestimmten Wellenlängen stärker geschwächt (Peaks). Ein Standard zur Bestimmung der Wellenlängengenauigkeit verfügt im Idealfall über schmale, wohldefinierte Peaks bei mehreren Wellenlängen im UV- und im Vis-Bereich.

3.1.1 Holmium-Flüssigfilter

PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Holmium-Flüssigfilter besteht aus Holmiumoxid, welches in Perchlorsäure gelöst wurde. Dieser Filter eignet sich sehr gut zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit eines Spektralphotometers im UV- und Vis-Bereich. Er zeigt im Bereich von 240 nm bis 650 nm ein Spektrum mit einer Vielzahl an charakteristischen sehr gut definierten Peaks. Dieser Filter wird sowohl in der Ph. Eur. als auch in der USP zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im Bereich von 240 - 650 nm empfohlen.



Typisches Spektrum von Holmiumoxid gelöst in Perchlorsäure, gemessen bei einer Spaltbreite von 1 nm.

| | |
|--------------------|--|
| ARTIKELNUMMER | 667005 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit nach Ph. Eur. im UV- und Vis-Bereich |
| INHALT | Holmiumoxid in Perchlorsäure |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 241, 287, 361, 451, 485, 536, 640 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: 241, 250, 278, 287, 333, 345, 361, 386, 416, 451, 468, 485, 536, 640 nm Spaltbreiten: 1-2 nm (0,1-0,9 nm nur auf Anfrage), darüber verschwimmen die Peaks |



| | |
|--------------------|--|
| ARTIKELNUMMER | 667005USP |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit nach USP <857> im UV- und Vis-Bereich |
| INHALT | Holmiumoxid in Perchlorsäure |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 241, 250, 278, 287, 333, 345, 361, 386, 416, 451, 468, 485, 536, 640 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Spaltbreiten: 1-2 nm |





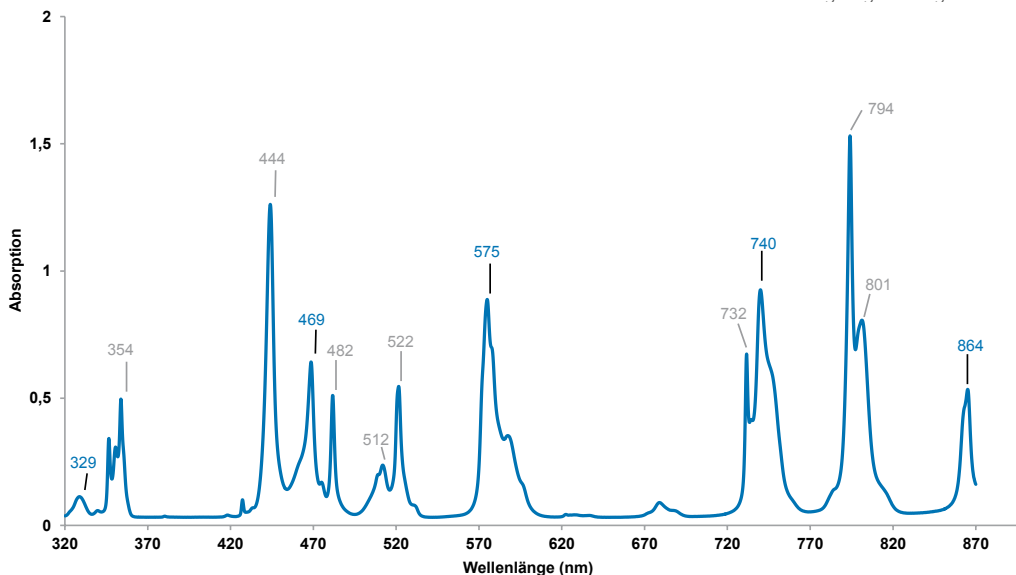
ANMERKUNG ZUR WELLENLÄNGENMESSUNG NACH Ph. Eur.

Die Ph. Eur. fordert, dass zur Hintergrundkorrektur alle Messungen gegen das entsprechende Lösungsmittel als Referenz gemessen werden. D.h. für die Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mittels Holmiumoxid in Perchlorsäure (UV5) muss Perchlorsäure (UV14), das entsprechende Lösungsmittel, als Referenz verwendet werden.

3.1.2 Didymium-Flüssigfilter


PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Didymium-Flüssigfilter besteht aus Praseodym und Neodym, welche in Perchlorsäure gelöst wurden. Dieser Filter eignet sich sehr gut zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit eines Spektralphotometers im UV- und Vis-Bereich. Er zeigt im Bereich von 320 nm bis 870 nm ein Spektrum mit einer Vielzahl an charakteristischen Peaks. Dieser Filter wird sowohl in der Ph. Eur. als auch in der USP <857> zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit über 640 nm empfohlen.



Typisches Spektrum von Didymium (Praseodym/Neodym), gelöst in Perchlorsäure bei einer Spaltbreite von 1 nm.

| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667025 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im UV- und Vis-Bereich |
| INHALT | Didymium in Perchlorsäure |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 329, 469, 575, 740, 864 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: 329, 354, 444, 469, 482, 512, 522, 575, 732, 740, 794, 801, 864 nm Spaltbreiten: 1-2 nm (0,1-0,9 nm nur auf Anfrage), darüber verschwimmen die Peaks |

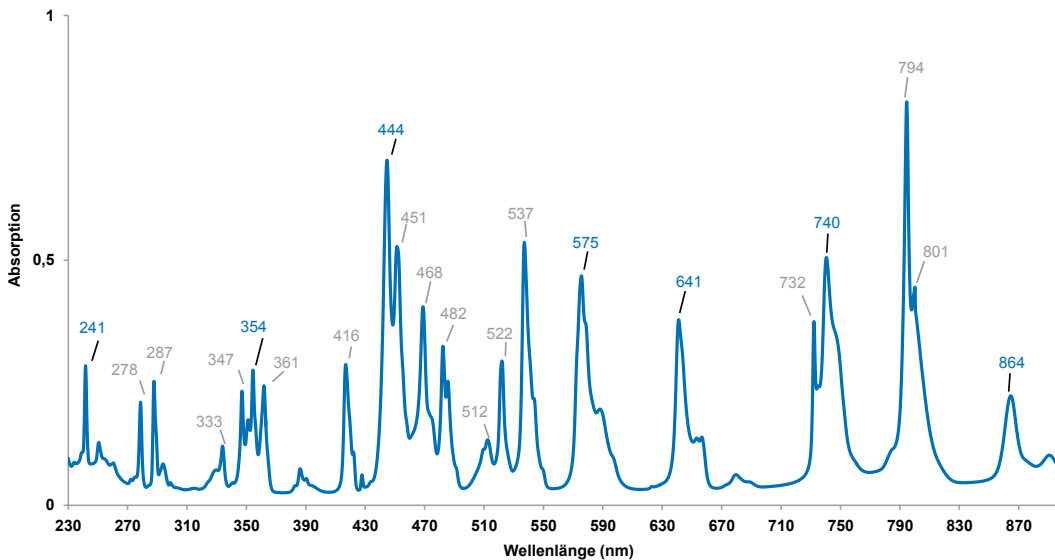
| | | |
|--------------------|---|---|
| ARTIKELNUMMER | 667025EPUSP | |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit nach Ph. Eur. und USP <857> |  |
| INHALT | Didymium in Perchlorsäure | |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 512, 732, 740, 794, 801, 864 nm Spaltbreite: 1 nm |  |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Spaltbreiten: 1-2nm | |

Wellenlängengenauigkeit

3.1.3 HoDi-Flüssigfilter

PRODUKTBESCHREIBUNG

Der HoDi-Flüssigfilter besteht aus einer Lösung aus Holmiumoxid und Didymium (Praseodym und Neodym), in Perchlorsäure. Dieser Filter zeichnet sich durch ein besonders breites Wellenlängenspektrum aus und eignet sich daher sehr gut zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit eines Spektralphotometers im UV- und Vis-Bereich. Er zeigt im Bereich von 240 nm bis 870 nm ein Spektrum mit einer Vielzahl an charakteristischen sehr gut definierten Peaks. Je nach Leistung des verwendeten Spektralphotometers können z.B. bei 1 nm Spaltbreite bis zu 22 Peaks detektiert werden.



Überprüfung UV/Vis Wellenlängenbereich

Breites Wellenlängen-Spektrum von 240 – 870 nm

2 Filter in einem: Holmium + Didymium = HoDi

Typisches Spektrum des HoDi-Filters, gemessen bei einer Spaltbreite von 1 nm.

| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667045 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im UV- und Vis-Bereich |
| INHALT | Holmiumoxid und Didymium in Perchlorsäure |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 241, 354, 444, 575, 641, 740, 864 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: 241, 278, 287, 333, 347, 354, 361, 416, 444, 451, 468, 482, 512, 522, 537, 575, 641, 732, 740, 794, 801, 864 nm Spaltbreite: 1 nm (0,1-2 nm nur auf Anfrage) |

| | |
|------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667045EPUSP |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit nach Ph. Eur. und USP <857> |
| INHALT | HoDi Flüssigfilter (Holmiumoxid und Didymium in Perchlorsäure) |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 241, 287, 361, 451, 482, 512, 537, 641, 732, 740, 794, 801, 864 nm Spaltbreite: 1 nm |



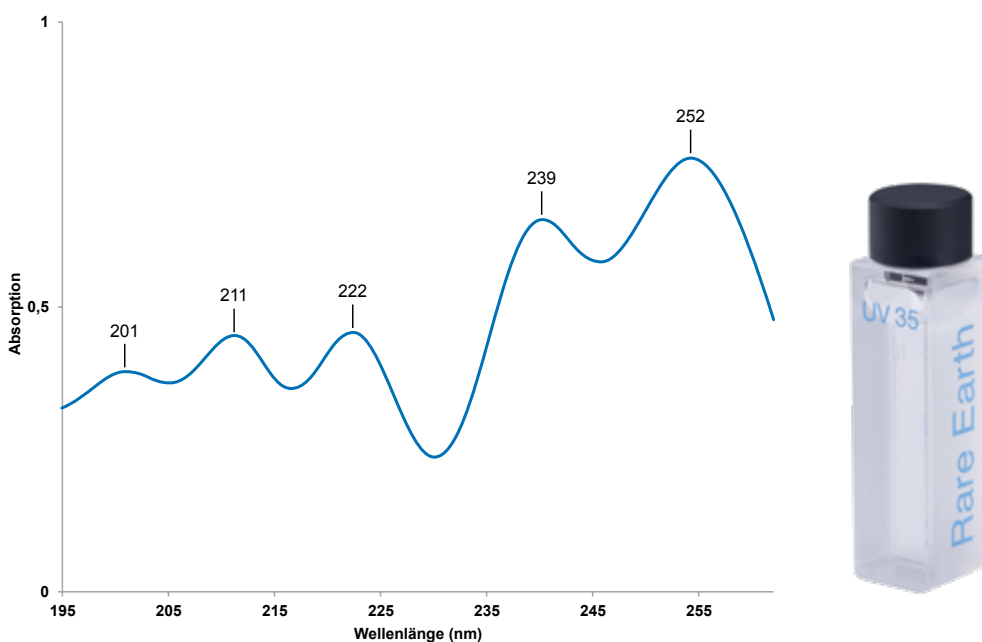
3.1.4 Rare Earth (Cerium) Flüssigfilter

PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Rare Earth (Cerium) Flüssigfilter besteht aus Cerium, welches in Perchlorsäure gelöst wurde. Dieser Filter eignet sich sehr gut zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit eines Spektralphotometers im unteren UV-Bereich. Er zeigt im Bereich von 200 nm bis 260 nm ein Spektrum mit fünf charakteristischen Peaks. Dieser Filter wird sowohl in der Ph. Eur. als auch in der USP <857> zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im Bereich von 200 – 260 nm empfohlen.

Speziell entwickelt zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im unteren UV-Bereich

Wellenlängen-Spektrum von 200 nm – 260 nm



Typisches Spektrum des Rare Earth-Filters, gemessen bei einer Spaltbreite von 1 nm.

| | |
|------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667035 |
| VERWENDUNG | Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit im unteren UV-Bereich nach Ph. Eur. und USP <857> |
| INHALT | Cerium in Perchlorsäure |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlängen: 201, 211, 222, 239, 252 nm Spaltbreite: 1 nm |

Photometrische Genauigkeit

3.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

APPLIKATION

Bei der Messung der photometrischen Genauigkeit (Absorption) fließt der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Filter. Die durch den Filter erzeugte Lichtschwächung ergibt den Absorptionswert (Abs).

3.2.1 Kaliumdichromat-Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit nach USP <857> (und Ph. Eur.)

PRODUKTBESCHREIBUNG

Kaliumdichromat in Perchlorsäure eignet sich sehr gut, um die photometrische Genauigkeit des Spektralphotometers zu überprüfen. Das Kaliumdichromat-Spektrum zeigt im UV-Bereich charakteristische, breite Maxima bei 257 nm und 350 nm sowie Minima bei 235 nm und 313 nm. Das Plateau im Spektrum bei 430 nm dient zur Bestimmung der photometrischen Genauigkeit im sichtbaren Spektralbereich. Hellma Analytics bezieht das Referenzmaterial für diese Filter direkt vom NIST (SRM® 935a „Potassium Dichromate“). Die Filterlösungen werden streng nach Vorgaben des NIST hergestellt, unter kontrollierten Bedingungen abgefüllt, unverzüglich abgeschmolzen und damit luftdicht und dauerhaft verschlossen.

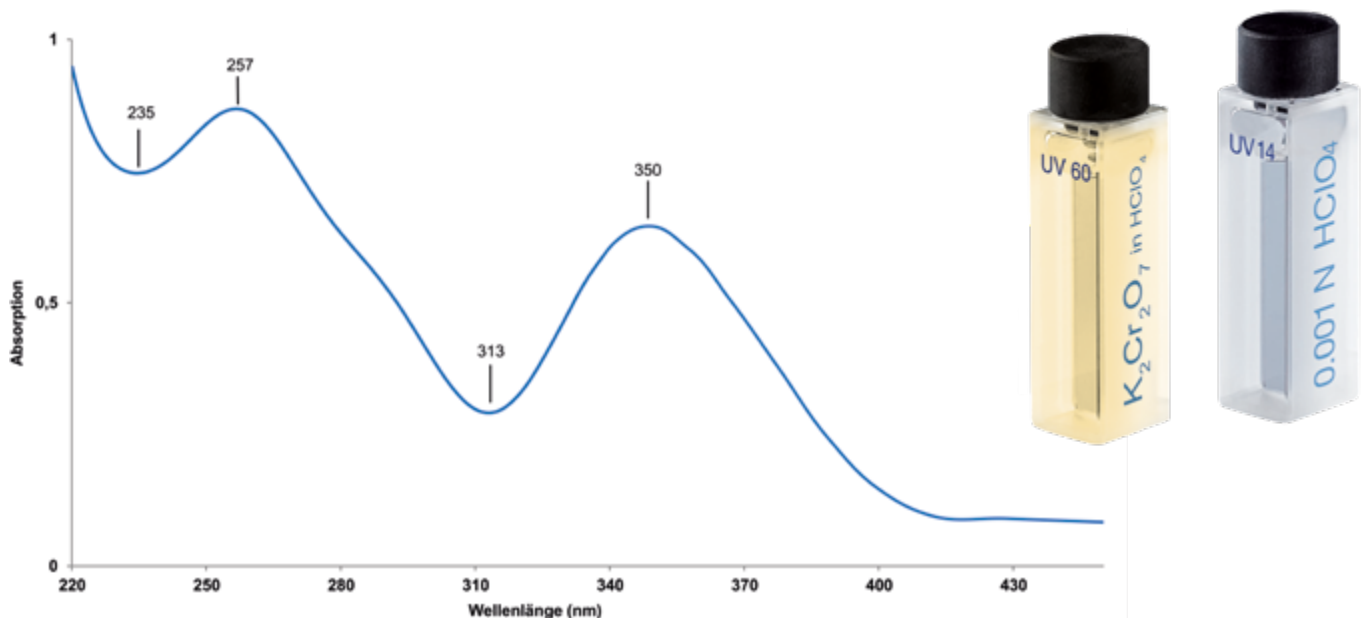
ANWENDUNG

Die Kaliumdichromat-Flüssigfilter werden zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit (Absorption) sowie der Linearität der Absorption im UV-Bereich angewendet, entsprechend den Vorgaben der United States Pharmacopeia (USP <857>). In versiegelten Quarzküvetten können die Kaliumdichromat-Flüssigfilter auch weiterhin für die Überprüfung nach der Ph. Eur. verwendet werden.



HINWEIS

Bis Ende 2019 wurde in der Ph. Eur. noch die Kaliumdichromat-Lösung zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit empfohlen. Mit dem Erscheinen der EP 10 im Januar 2020 ist die manuelle Herstellung von Kaliumdichromat-Lösungen nicht mehr vorgesehen, da Kaliumdichromat in Anhang XIV der REACH-Verordnung aufgeführt ist. Stattdessen wird das Herstellungsverfahren einer Nikotinsäure-Lösung beschrieben. Grundsätzlich sind jedoch rückgeführte Kaliumdichromat-Lösungen in versiegelten Quarzküvetten weiterhin uneingeschränkt zulässig zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit, sowie der Linearität nach Ph. Eur.



Typisches Spektrum einer Kaliumdichromat-Lösung mit 60 mg/l

| | |
|--------------------|--|
| ARTIKELNUMMER | 667020, 667040, 667060, 667080, 6670100, 6670120, 6670140, 6670160, 6670180, 6670200, 667600, 667014 (REFERENZFILTER) |
| VERWENDUNG | Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im UV-Bereich (235 nm bis 350 nm) und Vis-Bereich (Messwellenlänge 430 nm) |
| INHALT | UV20, 20 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,1 – 0,3 Abs) UV40, 40 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,2 – 0,6 Abs) UV60, 60 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,3 – 0,9 Abs) UV80, 80 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,4 – 1,2 Abs) UV0100, 100 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,5 – 1,5 Abs) UV0120, 120 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,6 – 1,8 Abs) UV0140, 140 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,7 – 2,0 Abs) UV0160, 160 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,8 – 2,3 Abs) UV0180, 180 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (0,9 – 2,6 Abs) UV0200, 200 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (1,0 – 3,0 Abs) UV600, 600 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ , (1,0 Abs) UV14, Perchlorsäure (HClO ₄), (Referenzfilter) |
| STANDARD-MESSUNG | Bei UV20 – UV0200 Wellenlängen: 235; 257; 313; 350 nm (UV-Bereich) Bei UV600 Wellenlänge: 430 nm (Vis-Bereich) Spaltbreite: 2 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: fix Spaltbreite: 1 und 2 nm möglich |

Photometrische Genauigkeit

3.2.2 Nikotinsäure (Niacin) Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit nach Ph. Eur. und USP <857>

PRODUKTBESCHREIBUNG

Niacin (Nikotinsäure) in Salzsäure eignet sich sehr gut, um die photometrische Genauigkeit des Spektralphotometers zu überprüfen. Das Niacin-Spektrum zeigt im UV-Bereich bei 213 nm und bei 261 nm ein Maximum. Die Niacin-Filterlösungen werden unter kontrollierten Bedingungen abgefüllt, unverzüglich abgeschmolzen und damit luftdicht und dauerhaft verschlossen.

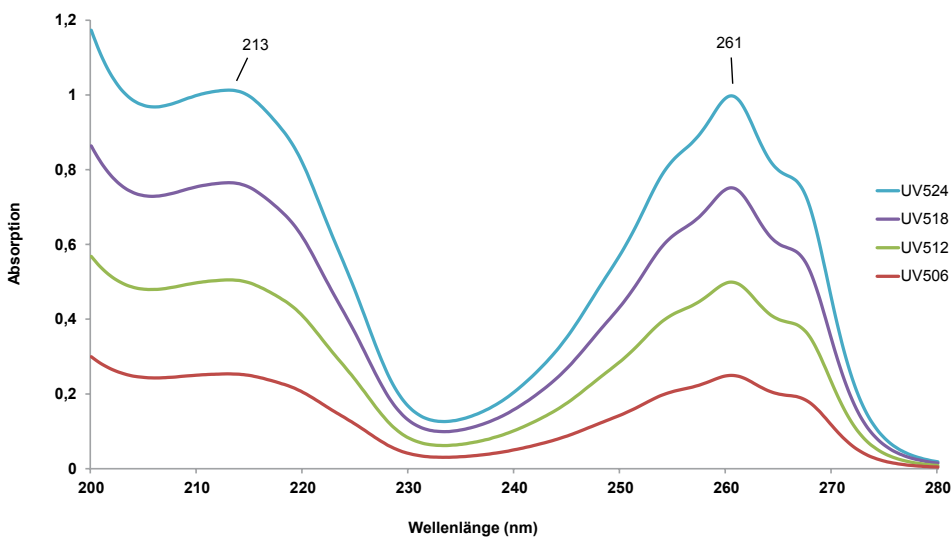
ANWENDUNG

Die Niacin-Flüssigfilter werden zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit (Absorption) sowie der Linearität der Absorption im UV-Bereich angewendet, entsprechend den Vorgaben der Europäischen Pharmakopöe und der United States Pharmacopeia (USP <857>).



HINWEIS

Durch die individuelle Messung sind die Messergebnisse frei von systematischen Fehlern. Die Messwerte des Referenz-Filters UV599 (Salzsäure gemessen gegen Luft) werden auf dem Kalibrierschein gesondert ausgewiesen. Zur Überprüfung der Linearität der Absorption führen Sie die Messung mit Niacin-Filtern unterschiedlicher Konzentration durch. Tragen Sie für jede Wellenlänge die von Ihnen gemessenen Absorptionswerte der verschiedenen Niacin-Filter in einem Diagramm gegen die Messwerte auf dem Kalibrierschein ein.



Typisches Spektrum der Niacin-Filter (UV506 bis UV524) bei einer Spaltbreite von 1 nm

| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667506, 667512, 667518, 667524, 667536, 667548, 667599 (REFERENZFILTER) |
| VERWENDUNG | Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im UV-Bereich (213 nm und 261 nm) |
| INHALT | UV506, 6 mg/l Niacin in HCl (ca. 0,25 Abs) UV512, 12 mg/l Niacin in HCl (ca. 0,5 Abs) UV518, 18 mg/l Niacin in HCl (ca. 0,75 Abs) UV524, 24 mg/l Niacin in HCl (ca. 1,0 Abs) UV536, 36 mg/l Niacin in HCl (ca. 1,5 Abs) UV548, 48 mg/l Niacin in HCl (ca. 2,0 Abs) UV599, Salzsäure (HCl), (Referenzfilter) |
| STANDARD-MESSUNG | Bei UV506 - UV548 Wellenlängen: 213 nm und 261 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: fix Spaltbreite: 1 und 2 nm möglich |

Streulicht



Messung nach
Ph. Eur. und USP <857> Methode B

3.3 Überprüfung von Streulicht

APPLIKATION

Streulicht im Spektralphotometer ist der Lichtanteil, der an der Probe vorbei direkt auf den Detektor fällt. Dadurch kann das Messergebnis verfälscht werden. Mögliche Ursachen für diesen Effekt sind u. a. Streuung, Beugungseffekt oder eine schlechte Einstellung des Messinstrumentes. Streulicht ist problematisch, da es den Bereich der messbaren Absorption verringert und die Linearität des Zusammenhangs von Konzentration und Absorption verschlechtert. Will man das Gerät auf Streulicht überprüfen, so benötigt man Filter, die ein sehr scharf abgegrenztes Spektrum haben (sogenannte Cut-Off-Filter).

Kaliumchlorid-Filter, Natriumiodid-Filter, Kaliumiodid-Filter, Aceton-Filter und Natriumnitrit-Filter eignen sich auf Grund ihres sehr scharf abgegrenzten Spektrums hervorragend zur Qualifizierung des Streulichtanteils des Spektralphotometers nach den **Vorgaben der Pharmakopöen**. Die Vorgehensweise ist für alle Streulichtfilter gleich.

3.3.1 Überprüfung von Streulicht – Messung nach Ph. Eur. und USP <857> Methode B

PRODUKTBESCHREIBUNG

In der Europäischen Pharmakopöe (Kapitel 2.2.25) ist die Überprüfung auf Streulicht wie folgt beschrieben:

Streulicht soll mit geeigneten Filtern oder Lösungen bei einer angemessenen Wellenlänge bestimmt werden, hierbei ist das Akzeptanzkriterium nach Ph. Eur. abhängig vom verwendeten Filter:

| Filter / Lösung | Absorption bei Wellenlänge |
|------------------------|------------------------------|
| Kaliumchlorid (12 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 198 nm |
| Natriumiodid (10 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 220 nm |
| Kaliumiodid (10 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 250 nm |
| Natriumnitrit (50 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 340 und 370 nm |

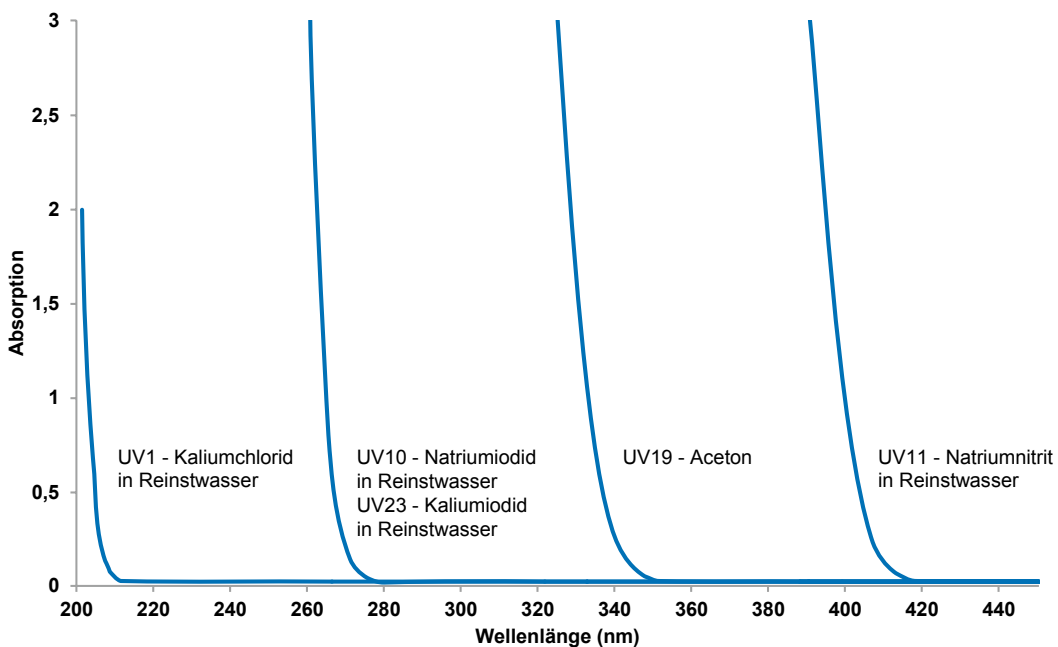
Die Akzeptanzkriterien nach USP <857> Methode B werden wie folgt angegeben:

| Filter / Lösung | Absorption bei Wellenlänge |
|------------------------|----------------------------|
| Kaliumchlorid (12 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 198 nm |
| Natriumiodid (10 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 220 nm |
| Kaliumiodid (10 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 220 nm |
| Aceton (rein) | ≥ 2,0 Abs bei 300 nm |
| Natriumnitrit (50 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 340 nm |

Hellma Analytics Streulichtfilter lassen Licht unterhalb einer bestimmten Wellenlänge (Cut-Off-Wellenlänge) nicht mehr passieren. Bei den in dem ausgeblendeten Wellenlängenbereich angezeigten Transmissionswerten handelt es sich folglich um Streulicht.

Bei der Überprüfung auf Streulicht wird sowohl nach Ph. Eur. als auch nach USP-Methode B der jeweils verwendete Streulichtfilter gegen den mit Reinstwasser gefüllten Referenzfilter gemessen, Ausnahme Aceton hier wird gegen Luft gemessen. Der gemessene Absorptionswert muss bei der vorgegebenen Wellenlänge dem jeweiligen Akzeptanzkriterium entsprechen.

Streulicht



Typisches Spektrum der Streulicht-Filter nach Ph. Eur. und USP<857> Methode B

| | |
|---------------------------|--|
| ARTIKELNUMMER | 667001, 667010, 667011, 667019*, 667023, 667012 (REFERENZFILTER ZU 667001, 667010, 667011 UND 667023) |
| VERWENDUNG | Überprüfung auf Streulicht im UV-Bereich, Messung nach Ph. Eur. und USP <857> Methode B (bei Wellenlängen von 198 nm bis 370 nm, je nach gewähltem Filter) |
| INHALT | UV1, Kaliumchlorid in Reinstwasser, ≥ 2 Abs bei 198 nm UV10, Natriumiodid in Reinstwasser, ≥ 3 Abs bei 220 nm UV23, Kaliumiodid in Reinstwasser, ≥ 2,0 Abs bei 220 nm und ≥ 3,0 Abs bei 250nm UV19, Aceton* (rein), ≥ 2 Abs bei 300 nm und 320 nm UV11, Natriumnitrit in Reinstwasser, ≥ 3 Abs bei 340 und 370 nm UV12, Reinstwasser [Referenzfilter zu UV1, UV10, UV11 und UV23] |
| STANDARD-MESSUNG | UV1: Cut-Off 200 nm UV10: Cut-Off 259 nm UV23: Cut-Off 259 nm UV19: Cut-Off 325 nm UV11: Cut-Off 388 nm UV12: Referenzfilter zu UV1, UV10, UV11, UV23, gemessen gegen Luft bei: 198, 200, 300, 400 nm Spaltbreite: 2 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: fix mögliche Spaltbreiten: 1 und 2 nm möglich |

* Messung gegen Luft



Messung nach
USP <857> Methode A

3.3.2 Überprüfung von Streulicht – Messung nach USP <857> Methode A

PRODUKTBESCHREIBUNG

In der USP <857> (Update vom Dezember 2022) werden für Überprüfung auf Streulicht zwei mögliche Methoden beschrieben:

Methode A

Hier wird der Streulichtfilter mit der Schichtdicke 10 mm gegen den Referenzfilter (gefüllt mit der gleichen Lösung) mit 5 mm Schichtdicke gemessen. Der Streulichtwert kann nun, ausgehend vom erhaltenen Absorptions-Maximum, mit Hilfe der folgenden Formel berechnet werden: $s_{\lambda} = 0,25 \times 10^{-2\Delta A}$

Hierbei gelten folgende Bedingungen:

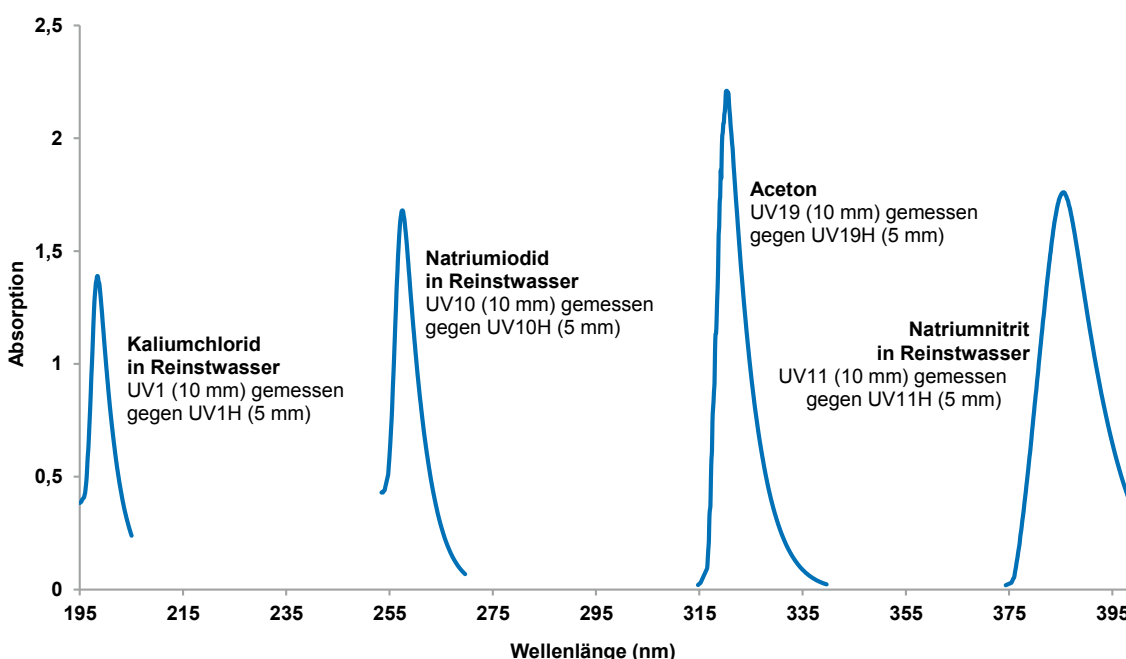
$\Delta A \geq 0,7$ Abs und $s_{\lambda} \leq 0,01$

ΔA = beobachtete maximale Absorption

s_{λ} = Streulichtwert, in Transmission (T)

ANMERKUNG

Die im Kalibrierschein angegebene gemessene Wellenlänge im Peakmaximum bezieht sich nur auf die Messung mit dem im Kalibrierschein aufgeführten UV/VIS/NIR-Spektralphotometer. Diese Wellenlänge ist aufgrund der verschiedenen verbauten optischen Komponenten und der resultierenden Leistungsfähigkeit geräteabhängig und daher nicht übertragbar auf andere UV/VIS/NIR-Spektralphotometer. Die angegebene gemessene Wellenlänge im Peakmaximum eignet sich nicht zur Überprüfung der Wellenlängenskala.



Typisches Spektrum der Streulicht Filter nach USP <857> Methode A.

Die Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke sind mit dem Buchstaben „H“ für „halb“ oder „half“ gekennzeichnet.

Streulicht



HINWEIS

Erfahrungen aus der täglichen Praxis zeigen, dass die bei der Streulichtmessung Methode A ermittelten Werte sehr stark geräteabhängig sind, d. h. die Wellenlänge der Peaklage variiert je nach Gerätetyp und Leistung. Wichtig ist hier für den Anwender zu wissen, dass bei dieser Überprüfungsmethode die gemessene maximale Absorption im Überprüfungsbereich entscheidend ist und diese bei $\geq 0,7$ Abs liegen sollte.

Die USP Streulicht-Filter Sets von Hellma Analytics bestehen jeweils aus einem Streulichtfilter mit 10 mm Schichtdicke und einem Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke, beide sind mit der gleichen Lösung gefüllt. Diese Filter-Sets erfüllen die Kriterien der USP <857> Methode A und eignen sich daher hervorragend zur Qualifizierung des Streulichtanteils des Spektralphotometers nach den Vorgaben der USP Methode A. Die Vorgehensweise für die Ermittlung des Streulichtwertes ist bei allen Streulichtfilter-Sets gleich, die Unterschiede liegen beim jeweiligen Cut-Off Bereich.

Zur besseren Handhabung des Referenzfilters mit 5 mm Schichtdicke, haben unsere USP Streulicht-Referenzfilter die Außenmaße einer Küvette mit 10 mm Schichtdicke. Ein zusätzlicher Spacer wird daher nicht benötigt. Die Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke sind mit dem Buchstaben „H“ gekennzeichnet.



| | |
|------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667001/667001H, 667010/667010H, 667011/667011H, 667019/667019H Buchstabe H kennzeichnet jeweils den Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke |
| VERWENDUNG | Überprüfung auf Streulicht im UV-Bereich Messung nach USP <857> Methode A (bei Wellenlängen von 198 nm bis 370 nm, je nach gewähltem Filter) |
| INHALT | UV1/UV1H, Kaliumchlorid in Reinstwasser, nach USP <857> Methode A UV10/UV10H, Natriumiodid in Reinstwasser, nach USP <857> Methode A UV11/UV11H, Natriumnitrit in Reinstwasser, nach USP <857> Methode A UV19/UV19H, reines Aceton, nach USP <857> Methode A |
| STANDARD-MESSUNG | UV1/UV1H: Cut-Off ca. 198 nm* UV10/UV10H: Cut-Off ca. 258 nm* UV11/UV11H: Cut-Off ca. 385 nm* UV19/UV19H: Cut-Off ca. 322 nm* Spaltbreite: 2 nm |

* geräteabhängig

Auflösungsvermögen

3.4 Überprüfung des Auflösungsvermögens

APPLIKATION

Durch die regelmäßige Überprüfung des Spektralphotometers auf das Auflösungsvermögen wird sichergestellt, dass einander benachbarte Peaks aufgelöst werden und sich nicht mit den Peaks der angrenzenden Wellenlänge überlagern. Zusätzlich werden Absorptionsfehler vermieden.

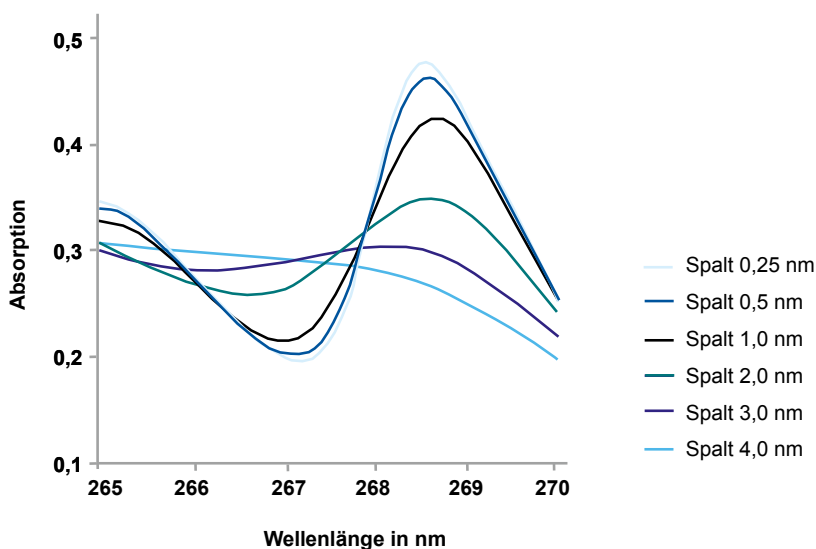
PRODUKTBESCHREIBUNG

Der Flüssigfilter Toluol in Hexan weist in seinem Spektrum eine markante Stelle auf, mit deren Hilfe das Auflösungsvermögen bzw. die tatsächliche Spaltbreite eines Spektralphotometers sehr gut nach den Vorgaben der Europäischen Pharmakopöe sowie der USP <857> bestimmt werden kann.



HINWEIS

Das Auflösungsvermögen des Spektralphotometers hängt sehr eng mit der korrekten Einstellung der Spaltbreite zusammen und ist gekennzeichnet durch die Fähigkeit zwei sehr nahe beieinander liegende Peaks aufzulösen (zu erkennen). Je kleiner der Spalt und die damit verbundene spektrale Bandbreite, desto höher die Auflösung. Als Faustregel gilt, dass die Spaltbreite nur maximal 10 % der Halbwertsbreite eines Peaks betragen sollte, um dessen Absorption mit einer Genauigkeit von 99,5 % bestimmen zu können. Zwei Peaks gelten dann als voneinander aufgelöst, wenn das Minimum der Absorption zwischen den beiden Peaks weniger als 80 % des Peak-Maximums beträgt. Ist das Auflösungsvermögen des Spektralphotometers beeinträchtigt, so werden die zwei Peaks als ein Mischpeak angezeigt. Dies führt zu einer Verfälschung der Messergebnisse.



Typische Spektren des Toluol-Flüssigfilters gemessen mit unterschiedlichen Spaltbreiten

| | |
|------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 667006, 667009 |
| VERWENDUNG | Überprüfung des Auflösungsvermögens nach Ph. Eur. und USP <857> |
| INHALT | UV6, Toluol in Hexan UV9, Hexan (Referenzfilter) |
| STANDARD-MESSUNG | Wellenlänge: Scan von 265-270 nm Spaltbreite: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 nm mit Hellma Analytics Kalibrierschein (kein DAkkS* Kalibrierschein) |
| MÖGLICHE MESSUNG | Wellenlänge: fix mögliche Spaltbreiten: von 0,5 bis 3 nm, auf Anfrage |

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Sets



Messung nach Ph. Eur.

3.5 Flüssigfilter-Sets

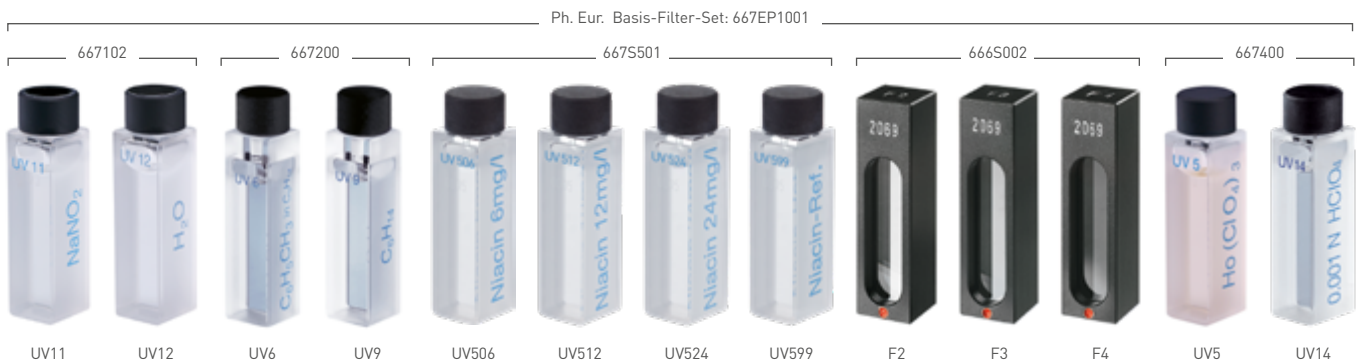
3.5.1 Basis-Filter-Set für die Ph. Eur. Konformität

Basis-Filter-Set Art.-Nr.: 667EP1001 – wurde entsprechend den Vorgaben der Europäischen Pharmakopöe zusammengestellt und beinhaltet alle Filter zur kompletten Überprüfung des Spektralphotometers im Wellenlängenbereich: 240 – 640 nm und im Absorptionsbereich: 0,25 – 1,0 Abs.

- ✓ Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit (UV5 /UV14)
- ✓ Überprüfung der photometrischen Genauigkeit und Linearität: im UV-Bereich (UV506, UV512, UV524, UV599) und Vis-Bereich (F2, F3, F4)
- ✓ Überprüfung auf Streulicht (UV11 und UV12)
- ✓ Überprüfung des Auflösungsvermögens (UV6 und UV9)

Alle Flüssigfilter (Referenzmaterialien) bestehen aus Lösungen, die in Hellma Präzisionsküvetten aus High Performance Quarzglas abgefüllt sind. Die Küvetten sind dauerhaft verschlossen. Das Basis-Set wird in einer hochwertigen Aufbewahrungsbox geliefert. Zur eindeutigen Identifizierung eines Filters ist jeweils der Typ angegeben und eine Seriennummer eingraviert. Die gemessenen Kalibrierwerte sind für jeden Filter in den mitgelieferten DAkkS-Kalibrierscheinen* und Hellma Analytics Kalibrierscheinen festgehalten.

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibriertlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.



| PARAMETER | ARTIKEL-NR. | INHALT | WELLENLÄNGE NM |
|-----------|-------------|--------|----------------|
|-----------|-------------|--------|----------------|

EP Basis-Set UV/Vis

(für Wellenlängenbereich: 240 - 640 nm und Absorptionsbereich: 0,25 – 1,0 Abs)

| | | | |
|---|------------------|--|--|
| Photometrische Genauigkeit und Linearität UV-Bereich | 667S501 | Filter-Set S501 beinhaltet: UV506: Niacin Filter 6 mg/l (0,25 Abs) UV512: Niacin Filter 12 mg/l (0,5 Abs) UV524: Niacin Filter 24 mg/l (1,0 Abs) UV599: Salzsäure (Referenzfilter) | 213, 261 |
| Photometrische Genauigkeit und Linearität Vis-Bereich | 666S002 | Glasfilter-Set S002 beinhaltet: F2 (0,25 Abs), F3 (0,5 Abs), F4 (1,0 Abs) | 440, 465, 546.1, 590, 635 |
| Wellenlängen-Genauigkeit | 667400 | Filter-Set, UV5 Holmiumoxid in Perchlorsäure und UV14 Perchlorsäure (Referenzfilter) | 241, 287, 361, 451, 485, 536, 640 |
| Streulicht | 667102 | Filter-Set, UV11 Natriumnitrit in Reinstwasser und UV12 Reinstwasser (Referenzfilter), ≥ 3 Abs bei 340 und 370 nm | Cut-Off 388 |
| Auflösungsvermögen | 667200 | Filter-Set, UV6 Toluol in Hexan und UV9 Hexan (Referenzfilter) | Scan von 265 bis 270 Spaltbreite: 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0 |
| TOTAL | 667EP1001 | EP BASIS-SET UV/VIS | |



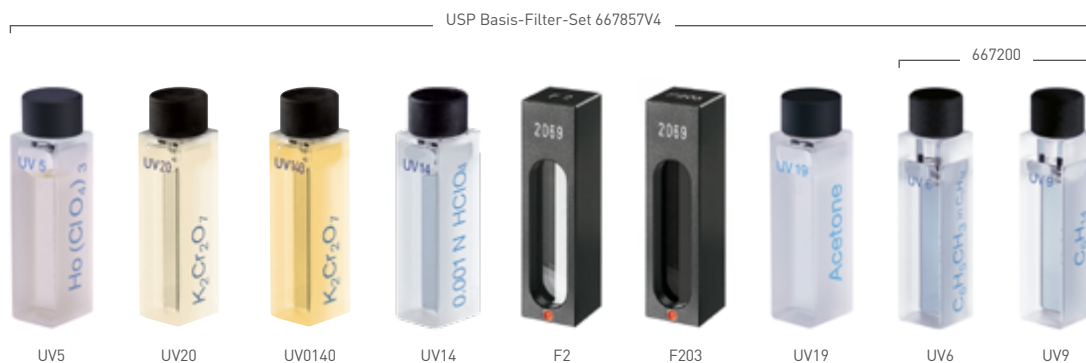
Messung nach USP <857>
Revision Dezember 2022

3.5.2 Basis-Filter-Set für die USP <857> Konformität

Das neue USP Basis-Filter-Set – Art.-Nr. 667857V4 – wurde auf Basis der im Dezember 2022 aktualisierten Vorgaben der USP <857> zusammengestellt. Das Set beinhaltet alle Filter zur kompletten Überprüfung des Spektralphotometers im Wellenlängenbereich von 240 – 640 nm und im Absorptionsbereich von **0,2 – 2,0 Abs.**

Dieses Basis-Set kann je nach vorgesehenem Einsatzbereich beim Anwender entsprechend ergänzt werden. Wir beraten Sie gerne.

- ✓ Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit (UV5)
- ✓ Überprüfung der photometrischen Genauigkeit: im UV-Bereich (UV20, UV0140) und Vis-Bereich (F2, F203)
- ✓ Überprüfung auf Streulicht (UV19)
- ✓ Überprüfung des Auflösungsvermögens (UV6 und UV9)



| PARAMETER | ARTIKEL-NR. | INHALT | WELLENLÄNGE NM |
|-----------|-------------|--------|----------------|
|-----------|-------------|--------|----------------|

USP Basis-Set UV/Vis

(für Wellenlängenbereich: 240 - 640 nm und Absorptionsbereich: 0,2 - 2,0 Abs)

| | | | |
|--|-----------------------------|--|--|
| Photometrische Genauigkeit UV-Bereich | 667020 6670140 667014 | Kaliumdichromat-Filter: UV20, 20 mg/l in Perchlorsäure (0,1 - 0,3 Abs) UV0140, 140 mg/l in Perchlorsäure (0,7 - 2,0 Abs) UV14, Perchlorsäure (Referenzfilter) | 235, 257, 313, 350 |
| Photometrische Genauigkeit Vis-Bereich | 666F2-39 666F203-36 | Neutralglas-Filter: F2 (0,25 Abs) F203 (2,0 Abs) | 440, 465, 546.1, 590, 635 |
| Wellenlängen-Genauigkeit | 667005USP | UV5, Holmiumoxid in Perchlorsäure | 241, 250, 278, 287, 333, 345, 361, 386, 416, 451, 468, 485, 536, 640 |
| Streulicht | 667019 | UV19, Aceton* (rein), ≥ 2 Abs bei 300 nm und 320nm | Cut-Off 325 nm |
| Auflösungsvermögen | 667200 | Filter-Set UV200 beinhaltet: UV6, Toluol in Hexan, UV9, Hexan (Referenzfilter) | Scan von 265 bis 270 nm Spaltbreite: 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0 |
| TOTAL | 667857V4 | USP <857> BASIS-SET UV/VIS | |

* Messung gegen Luft

4. REFERENZPLATTEN

Photometrische Genauigkeit

4.1 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

APPLIKATION

Mit der Referenzplatte 666R013 von Hellma Analytics kann die photometrische Genauigkeit von Mikrottestplatten-Readern überprüft werden.

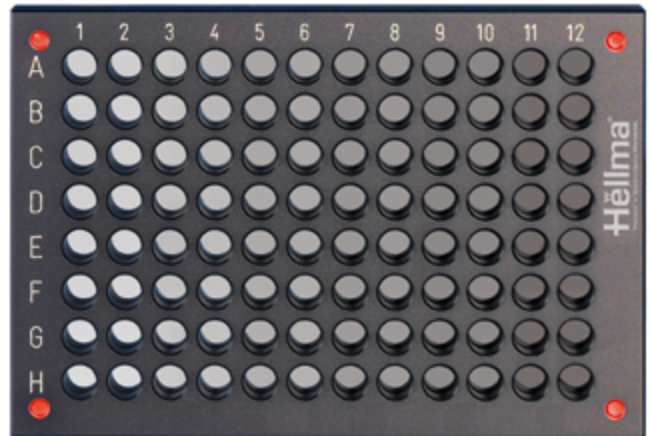
PRODUKTBESCHREIBUNG

Die Abmessungen der Referenzplatte entsprechen einer Mikrottestplatte mit 96 Nöpfchen und 6,6 mm Durchmesser je Fenster (H 13,0 x B 127 x L 85,5 mm). Bei den fünf eingesetzten Neutralgläsern (Spalte 3–12) kann der Absorptionswert bei je 16 Fenstern gemessen werden, weitere 16 Fenster sind ohne Glas (Spalte 1+2) und dienen als Referenz.



HINWEIS

Die Referenzplatte verfügt über fünf Neutralgläser mit unterschiedlichen nominellen Absorptionswerten. Somit können Sie die Linearität Ihrer Absorptionsskala überprüfen, indem Sie für jede Wellenlänge die von Ihnen gemessenen Absorptionswerte in einem Diagramm gegen die Messwerte auf dem Kalibrierschein eintragen.



| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 666R013 |
| VERWENDUNG | Referenzplatte für Mikrottestplatten-Reader zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit |
| INHALT | Neutralglas-Filter (0,25 Abs); Spalte 3 + 4 Neutralglas-Filter (0,5 Abs); Spalte 5 + 6 Neutralglas-Filter (1,0 Abs); Spalte 7 + 8 Neutralglas-Filter (1,5 Abs); Spalte 9 + 10 Neutralglas-Filter (2,5 Abs); Spalte 11 + 12 Spalte 1 + 2 ohne Glas (Referenz) |
| STANDARD-MESSUNG | Photometrische Genauigkeit gemessen bei Wellenlängen: 405; 450; 490; 650 nm; an 8 Punkten in einer Reihe Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Wellenlängen: alle möglich zwischen 405 und 800 nm Spaltbreiten: alle bis 2 nm |

Photometrische Genauigkeit und Wellenlängengenauigkeit

4.2 Überprüfung der photometrischen Genauigkeit und der Wellenlängengenauigkeit

APPLIKATION

Mit der Referenzplatte 666R113 von Hellma Analytics kann die photometrische Genauigkeit und die Wellenlängengenauigkeit von Mikrottestplatten-Readern überprüft werden.

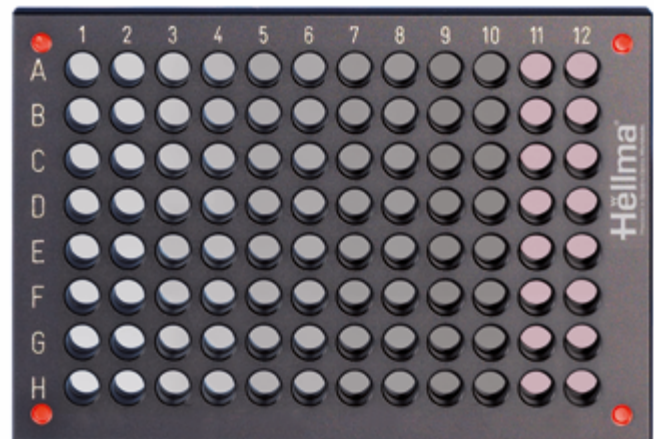
PRODUKTBESCHREIBUNG

Die Abmessungen der Referenzplatte entsprechen einer Mikrottestplatte mit 96 Näpfchen und 6,6 mm Durchmesser je Fenster (H 13,0 x B 127 x L 85,5 mm). Bei den vier eingesetzten Neutralgläsern (Spalten 3 – 10) kann der Absorptionswert bei je 16 Fenstern gemessen werden. Mit dem eingesetzten Holmiumglas (Spalten 11 + 12) kann die Wellenlängengenauigkeit bei 16 Fenstern überprüft werden, weitere 16 Fenster (Spalten 1 + 2) sind ohne Glas und dienen als Referenz.



HINWEIS

Die Lagen der Peaks des Holmium können in Abhängigkeit von den Glas-Chargen leicht variieren. Aus diesem Grund wird bei Hellma Analytics jeder Holmiumglas-Filter individuell gemessen.



| | |
|--------------------|---|
| ARTIKELNUMMER | 666R113 |
| VERWENDUNG | Referenzplatte für Mikrottestplatten-Reader zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit, und der photometrischen Genauigkeit |
| INHALT | Neutralglas-Filter (0,5 Abs); Spalte 3 + 4 Neutralglas-Filter (1,0 Abs); Spalte 5 + 6 Neutralglas-Filter (1,5 Abs); Spalte 7 + 8 Neutralglas-Filter (2,0 Abs); Spalte 9 + 10 Holmiumglas-Filter; Spalte 11 + 12 Spalte 1 + 2 ohne Glas (Referenz) |
| STANDARD-MESSUNG | Photometrische Genauigkeit gemessen an 8 Punkten in einer Reihe bei Wellenlängen: 405; 450; 490; 650 nm; Wellenlängengenauigkeit gemessen bei: 279; 361; 453; 536; 638 nm Spaltbreite: 1 nm |
| MÖGLICHE MESSUNGEN | Photometrische Genauigkeit: Wellenlängen: alle möglich zwischen 405 und 800 nm Spaltbreiten: alle bis 2 nm Wellenlängengenauigkeit: Wellenlängen: 279; 287; 361; 418; 445; 453; 460; 536; 638 nm Spaltbreiten: 1-2 nm (0,1-0,9 nm nur auf Anfrage) |

5. REKALIBRIERUNG

Kontinuierlich gesicherte Qualität: Rekalibrierintervalle der Referenzmaterialien

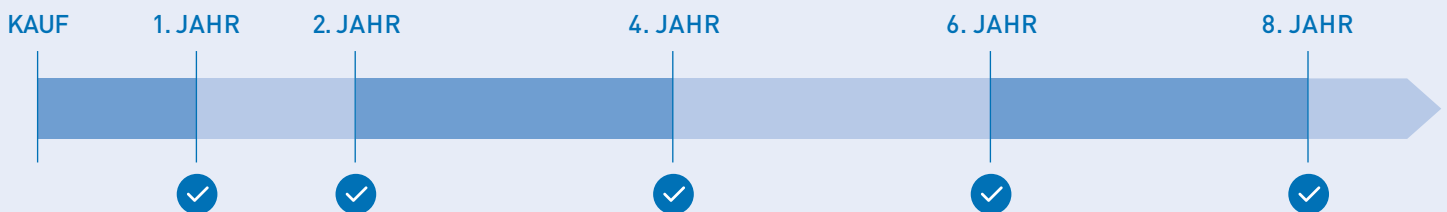
Wie jedes Messmittel müssen auch die **Referenzmaterialien**, die zur Prüfung von **Spektralphotometern** verwendet werden, in **regelmäßigen Intervallen überprüft und recalibriert** werden – siehe z. B. ISO 9001 „Ressourcen zur Überwachung und Messung“. So stellen Sie sicher, dass Ihre internen **Qualitätsanforderungen sowie die hohe Genauigkeit und Sicherheit Ihrer Messungen** kontinuierlich erfüllt werden.

Wichtige Parameter für die Rekalibrierung

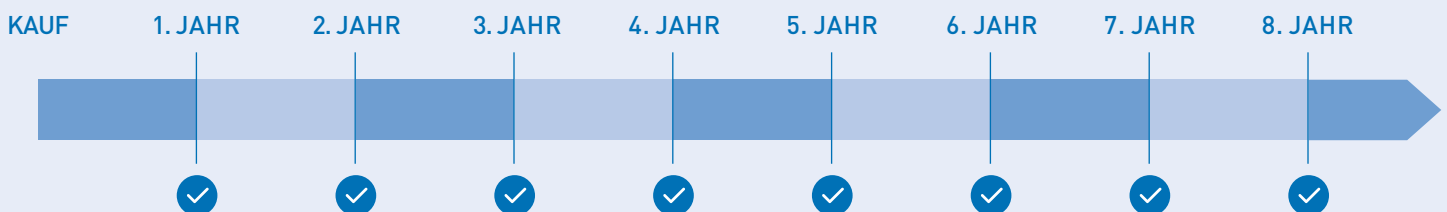
Die **Länge des Intervalls**, nach dem die Referenzmaterialien neu recalibriert werden sollten, hängt von **Benutzungsintensität, Verschleiß, Ansprüchen an die Genauigkeit** und den internen Anforderungen ab. Üblicherweise empfiehlt sich bei **Glasfiltern** ein Rekalibrierintervall von **12 Monaten** für die Überprüfung und Rekalibrierung in den ersten zwei Jahren des Gebrauchs, daran anschließend nach **24 Monaten**. Bei **Flüssigfiltern** empfiehlt sich eine Überprüfung und Rekalibrierung spätestens nach **12 Monaten**. Die Intervalle sind gemäß Ihrem QM-System individuell festzulegen.



GLASFILTER REKALIBRIERUNG ALLE 24 MONATE



FLÜSSIGFILTER JÄHRLICHE REKALIBRIERUNG WIRD EMPFOHLEN



Zuverlässig und zeitnah – Rekalibrierungsservice


In unserem durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditierten Kalibrierlabor werden Ihre Referenzmaterialien gereinigt und entsprechend Ihrer Anforderung mit einem Hochleistungs-Spektralphotometer gemessen. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang. Bei Bedarf werden die Filter repariert oder nach Rücksprache mit Ihnen ausgetauscht. Ihre Filter erhalten Sie jeweils mit neuem DAkkS-Kalibrierschein oder Hellma Analytics Kalibrierschein zurück. **Die Rekalibrierung** der Filter **erfolgt** in der Regel **innerhalb von 5 Arbeitstagen** nach Eingang im Kalibrierlabor.

Rekalibrierung von Referenzmaterialien von anderen Herstellern: Wir messen für Sie auch Referenzmaterialien für die UV/Vis Spektroskopie von anderen Anbietern. Falls Sie vorab ein Angebot benötigen, senden Sie Ihre Anfrage bitte per E-Mail an: sales.analytics@hellma.com

Bitte senden Sie Ihre Referenzmaterialien in geeigneter Verpackung an:

Hellma GmbH & Co. KG
Kalibrierlabor
Klosterrunsstraße 5
79379 Müllheim

Bei Fragen einfach anrufen! Wir sind für Sie da!

 **07631-182-1010**

Rücksendung Ihrer Referenzmaterialien zur Rekalibrierung

Eine effiziente Abwicklung der eingesandten Referenzmaterialien stellt sicher, dass Ihre Referenzmaterialien in wenigen Tagen bei Ihnen wieder zum Einsatz kommen. Dazu benötigen wir Ihre Unterstützung. Bitte notieren Sie in Ihrer Bestellung alle zur Bearbeitung notwendigen Informationen:

- Artikelnummer*
- Seriennummer*
- zu messende Wellenlänge/n*
- zu messende Spaltbreite/n*
- Dokumentation der Messdaten vor der Reinigung**
Ja/Nein
- Angebots-Nr. (falls Sie bereits ein Angebot von uns erhalten haben)
- Rechnungsadresse
- Lieferadresse (falls abweichend von der Rechnungsadresse)
- Sonderwünsche, wie z.B. zusätzliche Wellenlängen etc.

* Diese Informationen sind nicht notwendig, wenn Sie der Rücksendung eine Kopie des aktuellen Kalibrierscheines beilegen.

** Dokumentation der Messdaten vor der Reinigung

Falls Sie eine Dokumentation der Messdaten vor der Reinigung benötigen, vermerken Sie das bitte auf Ihrer Bestellung. Je nach Anforderung Ihres Qualitätsmanagements, haben Sie hier folgende 2 Möglichkeiten:

1. Dokumentation der Messdaten vor der Reinigung mit Kalibrierschein
2. Dokumentation der Messdaten vor der Reinigung mit einfachem Messprotokoll

Bitte legen Sie eine Kopie Ihrer Bestellung der Rücksendung bei oder senden Sie diese per E-Mail an: orders.analytics@hellma.com

Falls Sie Ihre Referenzmaterialien nur mit einem Lieferschein einsenden, **benötigen wir unbedingt die Angabe Ihrer Bestellnummer.** Bitte vermerken Sie diese auf dem Lieferschein, da wir sonst Ihren Auftrag nicht bearbeiten können.



BITTE BEACHTEN:

Flüssigfilter dürfen nur bei einer Außentemperatur von über 4 °C versendet werden, da die Flüssigkeit gefrieren kann und die Referenzmaterialien dadurch zerstört werden.

6. PRODUKTÜBERSICHT

UV/Vis Referenzmaterialien

GLASFILTER MIT KALIBRIERSCHEIN

| TYP | MATERIAL | WELLENLÄNGE NM | ARTIKEL-NR. |
|-----|----------|----------------|-------------|
|-----|----------|----------------|-------------|

Glasfilter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit

| | | | |
|---------|-------------------------|-------------------------|------------|
| 666-F1 | Holmiumglas-Filter F1 | 279; 361; 453; 536; 638 | 666F1-339 |
| 666-F7W | Didymiumglas-Filter F7W | 329; 472; 512; 681; 875 | 666F7W-323 |

Glasfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

| | | | |
|----------|-----------------------------------|---------------------------|-------------|
| 666-F390 | Neutralglas-Filter F390; 0,04 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F390-25 |
| 666-F2 | Neutralglas-Filter F2; 0,25 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F2-39 |
| 666-F201 | Neutralglas-Filter F201; 0,3 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F201-39 |
| 666-F3 | Neutralglas-Filter F3; 0,5 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F3-38 |
| 666-F204 | Neutralglas-Filter F204; 0,7 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F204-37 |
| 666-F4 | Neutralglas-Filter F4; 1,0 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F4-37 |
| 666-F202 | Neutralglas-Filter F202; 1,5 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F202-36 |
| 666-F203 | Neutralglas-Filter F203; 2,0 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F203-36 |
| 666-F301 | Neutralglas-Filter F301; 2,5 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F301-361 |
| 666-F303 | Neutralglas-Filter F303; 3,0 Abs | 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666F303-361 |

Filterhalter leer

| | | | |
|--------|-----------------------------------|--|----------|
| 666-F0 | Referenz-Filterrahmen (ohne Glas) | | 666F0-71 |
|--------|-----------------------------------|--|----------|

Sets zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit, photometrischen Linearität und der Wellenlängengenauigkeit

| | | | |
|----------|--|--|---------|
| 666-S000 | Komplett-Glasfilter-Set: F1, F2, F3, F4, F0 (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S000 |
| 666-S002 | Glasfilter-Set: F2, F3, F4 (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S002 |
| 666-S004 | Glasfilter-Set: F0, F201, F202, F203 (Abs: 0,3; 1,5; 2,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S004 |
| 666-S005 | Glasfilter-Set: F0, F1, F3, F4; (Abs: 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S005 |
| 666-S006 | Glasfilter-Set: F0, F2, F3, F4; (Abs: 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S006 |
| 666-S010 | Glasfilter-Set: F1, F390, F2, F3, F4, (Abs: 0,04; 0,25; 0,5; 1,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666S010 |
| 666-S200 | Glasfilter-Set: F2, F4, F203; (Abs: 0,25; 1,0; 2,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S200 |
| 666-S300 | Glasfilter-Set: F390, F301, F303 (Abs: 0,04; 2,5; 3,0) | A: 440; 465; 546,1; 590; 635 | 666S300 |

W: Wellenlängen für Wellenlängengenauigkeit; A: Wellenlängen für Absorption (photometrische Genauigkeit)

UV/Vis Referenzmaterialien

FLÜSSIGFILTER MIT KALIBRIERSCHEIN

| TYP | MATERIAL | WELLENLÄNGE nm | ARTIKEL-NR. |
|-----|----------|----------------|-------------|
|-----|----------|----------------|-------------|

Kaliumdichromat Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

| | | | |
|------------|---|-------------------------|---------|
| 667-UV20 | 20 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,1–0,3 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 667020 |
| 667-UV40 | 40 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,2–0,6 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 667040 |
| 667-UV60 | 60 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,3–0,9 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 667060 |
| 667-UV80 | 80 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,4–1,2 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 667080 |
| 667-UV0100 | 100 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,5–1,5 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670100 |
| 667-UV0120 | 120 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,6–1,8 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670120 |
| 667-UV0140 | 140 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,7–2,0 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670140 |
| 667-UV0160 | 160 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,8–2,3 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670160 |
| 667-UV0180 | 180 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,9–2,6 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670180 |
| 667-UV0200 | 200 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (1,0–3,0 Abs) | 235; 257; 313; 350 | 6670200 |
| 667-UV600 | 600 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (1,0 Abs) | 430 | 667600 |
| 667-UV14 | Perchlorsäure (Referenzfilter) | 235; 257; 313; 350 | 667014 |
| 667-UV301 | Filter-Set für UV-Bereich: UV60, UV14 | 235; 257; 313; 350 | 667301 |
| 667-UV304 | Filter-Set für Vis-Bereich: UV600, UV14 | 430 | 667304 |
| 667-UV305 | Filter-Set für UV/Vis-Bereich: UV60, UV600, UV14 | 235; 257; 313; 350; 430 | 667305 |

Kaliumdichromat Flüssigfilter-Set zur Überprüfung der photometrischen Linearität

| | | | |
|-----------|--|--------------------|--------|
| 667-UV307 | Filter-Set: UV20, UV40, UV60, UV80, UV0100, UV14 | 235; 257; 313; 350 | 667307 |
|-----------|--|--------------------|--------|

Niacin Flüssigfilter zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit

| | | | |
|-----------|----------------------------------|----------|--------|
| 667-UV506 | 6 mg/l Niacin in HCl (0,25 Abs) | 213; 261 | 667506 |
| 667-UV512 | 12 mg/l Niacin in HCl (0,5 Abs) | 213; 261 | 667512 |
| 667-UV518 | 18 mg/l Niacin in HCl (0,75 Abs) | 213; 261 | 667518 |
| 667-UV524 | 24 mg/l Niacin in HCl (1,0 Abs) | 213; 261 | 667524 |
| 667-UV536 | 36 mg/l Niacin in HCl (1,5 Abs) | 213; 261 | 667536 |
| 667-UV548 | 48 mg/l Niacin in HCl (2,0 Abs) | 213; 261 | 667548 |
| 667-UV599 | Salzsäure (HCl), Referenzfilter | 213; 261 | 667599 |

Niacin Flüssigfilter-Sets zur Überprüfung der photometrischen Linearität

| | | | |
|------------|---|----------|---------|
| 667-UV350 | Filter-Set: UV506, UV512, UV518, UV524, UV599 | 213; 261 | 667350 |
| 667-UVS501 | Filter-Set: UV506, UV512, UV524, UV599 | 213; 261 | 667S501 |

UV/Vis Referenzmaterialien

FLÜSSIGFILTER MIT KALIBRIERSCHEIN

| TYP | MATERIAL | WELLENLÄNGE nm | ARTIKEL-NR. |
|-----|----------|----------------|-------------|
|-----|----------|----------------|-------------|

Flüssigfilter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit entsprechend EP und /oder USP

| | | | |
|---------------|--|--|-------------|
| 667-UV5 | Holmiumoxid in Perchlorsäure entsprechend Ph. Eur. | 241; 287; 361; 451; 485; 536; 640 | 667005 |
| 667-UV5USP | Holmiumoxid in Perchlorsäure entsprechend USP <857> | 241; 250; 278; 287; 333; 345; 361; 386; 416; 451; 468; 485; 536; 640 | 667005USP |
| 667-UV25 | Didymium in Perchlorsäure | 329; 469; 575; 740; 864 | 667025 |
| 667-UV25EPUSP | UV25, Didymium Flüssigfilter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit (entsprechend Ph. Eur. und USP <857>) | 512; 732; 740; 794; 801; 864 | 667025EPUSP |
| 667-UV35 | Rare Earth (Cerium) Flüssigfilter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit unter 240 nm (entsprechend Ph. Eur. und USP <857>) | 201; 211; 222; 239; 252 | 667035 |
| 667-UV45 | Holmium/Didymium in Perchlorsäure | 241; 354; 444; 575; 641; 740; 864 | 667045 |
| 667-UV45EPUSP | UV45, HoDi Flüssigfilter (Holmium und Didymium in Perchlorsäure), zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit von 240 bis 870 nm (entsprechend Ph. Eur. und USP <857>) | 241; 287; 361; 451; 482; 512; 537; 641; 732; 740; 794; 801; 864 | 667045EPUSP |
| 667-UV400 | Flüssigfilter-Set: UV5, Holmium und UV14, Perchlorsäure (Referenzfilter) – entsprechend Ph. Eur. | 241; 287; 361; 451; 485; 536; 640 | 667400 |
| 667-UV425 | Flüssigfilter-Set: UV5, Holmium und UV25, Didymium zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit von 240 bis 870 nm – entsprechend USP <857> | UV5: 241; 250; 278; 287; 333; 345; 361; 386; 416; 451; 468; 485; 536; 640 UV25: 732; 740; 794; 801; 864 | 667425 |

Einzelfilter zur Überprüfung von Streulicht

| | | | |
|------------|--|--------------------|---------|
| 667-UV1 | Kaliumchlorid in Reinstwasser, SD 10 mm, ≥ 2 Abs bei 198 nm | 200 Cut-Off | 667001 |
| 667-UV1H* | Kaliumchlorid in Reinstwasser, Referenzfilter SD 5 mm | 200 Cut-Off | 667001H |
| 667-UV10 | Natriumiodid in Reinstwasser, SD 10 mm, ≥ 3 Abs bei 220 nm | 259 Cut-Off | 667010 |
| 667-UV10H* | Natriumiodid in Reinstwasser, Referenzfilter SD 5 mm | 259 Cut-Off | 667010H |
| 667-UV23 | Kaliumiodid in Reinstwasser, SD 10 mm, ≥ 2 Abs bei 220 nm und ≥ 3 Abs bei 250 nm | 259 Cut-Off | 667023 |
| 667-UV11 | Natriumnitrit in Reinstwasser, SD 10 mm, ≥ 3 Abs bei 340 und 370 nm | 388 Cut-Off | 667011 |
| 667-UV11H* | Natriumnitrit in Reinstwasser, Referenzfilter SD 5 mm | 388 Cut-Off | 667011H |
| 667-UV12 | Reinstwasser, Referenzfilter SD 10 mm | 198; 200; 300; 400 | 667012 |
| 667-UV19 | Aceton (rein), SD 10 mm, ≥ 2 Abs bei 300 nm und 320 nm | 325 Cut-Off | 667019 |
| 667-UV19H* | Aceton (rein), Referenzfilter SD 5 mm | 325 Cut-Off | 667019H |

Flüssigfilter-Sets zur Überprüfung von Streulicht nach Ph. Eur. und USP <857> Methode B

| | | | |
|-----------|--|------------------------|--------|
| 667-UV100 | Filter-Set beinhaltet: UV1 und UV12; ≥ 2 Abs bei 198 nm | 200 Cut-Off | 667100 |
| 667-UV101 | Filter-Set beinhaltet: UV10 und UV12; ≥ 3 Abs bei 220 nm | 259 Cut-Off | 667101 |
| 667-UV107 | Filter-Set beinhaltet: U23 und UV12; ≥ 2 Abs bei 220 nm und ≥ 3 Abs bei 250 nm | 259 Cut-Off | 667107 |
| 667-UV102 | Filter-Set beinhaltet: UV11 und UV12; ≥ 3 Abs bei 340 und 370 nm | 388 Cut-Off | 667102 |
| 667-UV103 | Filter-Set beinhaltet: UV1, UV10, UV11 und UV12 | Cut-Off: 200; 259; 388 | 667103 |
| 667-UV104 | Filter-Set beinhaltet: UV10, UV11 und UV12 | Cut-Off: 259; 388 | 667104 |

UV/Vis Referenzmaterialien

FLÜSSIGFILTER MIT KALIBRIERSCHEIN

| TYP | MATERIAL | WELLENLÄNGE nm | ARTIKEL-NR. |
|-----|----------|----------------|-------------|
|-----|----------|----------------|-------------|

Flüssigfilter-Sets zur Überprüfung von Streulicht nach USP <857> Methode A

| | | | |
|------------|--|-----------------------------|---------|
| 667-UV100H | Filter-Set beinhaltet: UV1 und U1H, SD 10 und 5 mm | 198 Cut-Off | 667100H |
| 667-UV101H | Filter-Set beinhaltet: UV10 und U10H, SD 10 und 5 mm | 258 Cut-Off | 667101H |
| 667-UV102H | Filter-Set beinhaltet: UV11 und U11H, SD 10 und 5 mm | 385 Cut-Off | 667102H |
| 667-UV119H | Filter-Set beinhaltet: UV19 und U19H, SD 10 und 5 mm | 322 Cut-Off | 667119H |
| 667-UV105H | Filter-Set beinhaltet: UV1/UV1H; UV10/UV10H; UV11/UV11H; UV19/UV19H; SD 10 mm und 5 mm | Cut-Off: 198; 258; 385; 322 | 667105H |
| 667-UV106H | Filter-Set beinhaltet: UV1/UV1H; UV10/UV10H; UV19/UV19H; SD 10 mm und 5 mm | Cut-Off: 198; 258; 322 | 667106H |

Flüssigfilter zur Überprüfung des Auflösungsvermögens

| | | | |
|------------|---------------------------------|--|--------|
| 667-UV6* | Toluol in Hexan | Scan: 265–270 | 667006 |
| 667-UV9 | Hexan (Referenzfilter) | ohne Kalibrierschein | 667009 |
| 667-UV200* | Filter-Set beinhaltet: UV6, UV9 | Scan: 265–270 Spaltbreiten: 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 | 667200 |

SD: Schichtdicke * mit Hellma Analytics Kalibrierschein (kein DAkKS** Kalibrierschein) ** Durch die DAkKS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Basis-Filter-Set für USP <857> Konformität

USP BASIS-SET UV/VIS (für Wellenlängenbereich: 240–640 nm und Absorptionsbereich: 0.2–2.0)

| PARAMETER | ARTIKEL-NR. | INHALT | WELLENLÄNGE nm |
|--|-----------------------------|---|---|
| Photometrische Genauigkeit UV-Bereich | 667020 6670140 667014 | UV20: 20 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,1–0,3 Abs) UV0140: 140 mg/l Kaliumdichromat in HClO ₄ (0,7–2,0 Abs) UV14: Perchlorsäure (Referenzfilter) | 235; 257; 313; 350 |
| Photometrische Genauigkeit Vis-Bereich | 666F2-39 666F203-36 | Neutralglas-Filter: F2 (0,25 Abs), F203 (2,0 Abs) | 440; 465; 546.1; 590; 635 |
| Wellenlängengenauigkeit | 667005USP | UV5USP: Holmiumoxid in Perchlorsäure | 241; 250; 278; 287; 333; 345; 361; 386; 416; 451; 468; 485; 536; 640 |
| Streulicht | 667019 | UV19: Aceton [rein] gemessen gegen Luft, ≥ 2 Abs bei 300 nm und 320 nm | 325 Cut-off |
| Auflösungsvermögen | 667200 | Filter-Set, UV6 Toluol in Hexan und UV9 Hexan (Referenzfilter) | Scan von 265 bis 270, Spaltbreite: 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0 |
| TOTAL | 667857V4 | USP <857> BASIS-SET UV/VIS | |

Basis-Filter-Set für Ph. Eur. Konformität

EP BASIS-SET UV/VIS (für Wellenlängenbereich: 240–640 nm und Absorptionsbereich: 0.25–1.0)

| PARAMETER | ARTIKEL-NR. | INHALT | WELLENLÄNGE nm |
|---|------------------|--|---|
| Photometrische Genauigkeit und Linearität UV-Bereich | 667S501 | Filter-Set S501 beinhaltet: UV506: Niacin Filter 6 mg/l (0,25 Abs) UV512: Niacin Filter 12 mg/l (0,5 Abs) UV524: Niacin Filter 24 mg/l (1,0 Abs) UV599: Salzsäure (Referenzfilter) | 213; 261 |
| Photometrische Genauigkeit und Linearität Vis-Bereich | 666S002 | Glasfilter-Set S002 beinhaltet: F2 (0,25 Abs), F3 (0,5 Abs), F4 (1,0 Abs) | 440; 465; 546.1; 590; 635 |
| Wellenlängengenauigkeit | 667400 | Filter-Set, UV5 Holmiumoxid in Perchlorsäure und UV14 Perchlorsäure (Referenzfilter) | 241; 287; 361; 451; 485; 536; 640 |
| Streulicht | 667102 | Filter-Set, UV11 Natriumnitrit in Reinstwasser und UV12 Reinstwasser (Referenzfilter), ≥ 3 Abs bei 340 und 370 nm | 388 Cut-Off |
| Auflösungsvermögen | 667200 | Filter-Set, UV6 Toluol in Hexan und UV9 Hexan (Referenzfilter) | Scan von 265 bis 270, Spaltbreite: 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0 |
| TOTAL | 667EP1001 | EP BASIS-SET UV/VIS | |

EP BASIS-SET UV (für Wellenlängenbereich: 240–400 nm und Absorptionsbereich: 0.25–1.0)

| PARAMETER | ARTIKEL-NR. | INHALT | WELLENLÄNGE nm |
|--|------------------|--|---|
| Photometrische Genauigkeit und Linearität UV-Bereich | 667S501 | Filter-Set S501 beinhaltet: UV506: Niacin Filter 6 mg/l (0,25 Abs) UV512: Niacin Filter 12 mg/l (0,5 Abs) UV524: Niacin Filter 24 mg/l (1,0 Abs) UV599: Salzsäure (Referenzfilter) | 213; 261 |
| Wellenlängengenauigkeit | 667400 | Filter-Set, UV5 Holmiumoxid in Perchlorsäure und UV14 Perchlorsäure (Referenzfilter) | 241; 287; 361; 451; 485; 536; 640 |
| Streulicht | 667107 | Filter-Set, UV23 Kaliumiodid in Reinstwasser und UV12 Reinstwasser (Referenzfilter), ≥ 2 Abs bei 220 nm und ≥ 3 Abs bei 250 nm | 259 Cut-Off |
| Auflösungsvermögen | 667200 | Filter-Set, UV6 Toluol in Hexan und UV9 Hexan (Referenzfilter) | Scan von 265 bis 270, Spaltbreite: 0.5; 1.0; 1.5; 2.0; 3.0 |
| TOTAL | 667EP1002 | EP BASIS-SET UV | |

UV/Vis Referenzmaterialien

REFERENZPLATTEN MIT KALIBRIERSCHEIN

| TYP | MATERIAL | WELLENLÄNGE nm | ARTIKEL-NR. |
|--|--|---|-------------|
| Überprüfung der photometrischen Genauigkeit | | | |
| 666-R013 | Neutralglasfilter NG 11 (0,25), NG 5 (0,5), NG 4 (1,0), NG 3 (1,5), (2,5) | A: 405; 450; 490; 650 | 666R013 |
| Überprüfung der photometrischen Genauigkeit und Wellenlängengenauigkeit | | | |
| 666-R113 | Neutralglasfilter NG 5 (0,5), NG 4 (1,0), NG 3 (1,5), (2,0) Holmiumglas-Filter | A: 405; 450; 490; 650 W: 279; 361; 453; 536; 638 | 666R113 |

A: Wellenlängen für Absorption W: Wellenlängen für Wellenlängengenauigkeit

7. FAQ

Wie läuft die Rekalibrierung meiner Filter ab?

Hinweise zur Rücksendung und Rekalibrierung Ihrer Referenzmaterialien finden Sie auf Seite 35.

Woher kommen die Beläge auf dem Holmiumglas-Filter? Stören sie die Messung?

Das Glasmaterial dieses Filters ist etwas hygroskopisch, es handelt sich also um eine Art Wasserfilm, der die Messung nicht stört. Die charakteristischen Peakpositionen von Holmium werden durch diesen Belag nicht verändert. Der Filter kann einfach mit Alkohol und einem weichen Tuch abgerieben werden. Grundsätzlich sollte für eine trockene Aufbewahrung der Filter gesorgt werden.

Wie lange kann ein Referenzmaterial insgesamt verwendet werden?

Die Lebensdauer der Filter hängt von deren Einsatz- und Lagerbedingungen sowie von der Pflege ab und beträgt in der Regel viele Jahre. Um eine Alterung rechtzeitig zu erkennen, empfehlen wir die regelmäßige Rekalibrierung der Filter.

In welchen Abständen sollten die Filter rekalibriert werden?

Um die Gültigkeit der auf dem Kalibrierschein angegebenen Werte zu überprüfen, sollten die optischen Referenzmaterialien in regelmäßigen Abständen rekalibriert werden. Diese Abstände können nur vom Anwender in Abhängigkeit der Nutzung, Lagerung und der Einsatzbedingungen des Filters im Labor bestimmt werden. Zur Ermittlung einer statistischen Datenbasis zur Bestimmung des Rekalibrierintervalls wird empfohlen, alle Referenzmaterialien in den ersten zwei Jahren des Gebrauchs mindestens alle 12 Monate rekalibrieren zu lassen und danach ein Rekalibrierintervall zu wählen, das auf der Basis der dabei erhaltenen Werte geeignet erscheint. (Siehe auch Kapitel 5)

Was sagen die auf den Kalibrierscheinen angegebenen Messunsicherheiten aus und wie werden sie richtig interpretiert?

Die auf den Kalibrierscheinen angegebenen Messunsicherheiten beschreiben nur die Messungen bei Hellma Analytics und gelten nur für die dort vorliegenden Messbedingungen (für das verwendete Spektralphotometer, Umwelteinflüsse, wie z.B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, verwendete Referenzmaterialien etc.). Demgemäß wurden die Messunsicherheiten der für die Rückführung verwendeten Referenzmaterialien von NIST bzw. PTB mit den bei Hellma Analytics statistisch ermittelten Messunsicherheiten mathematisch kombiniert. Der angegebene Wert ist eine erweiterte

Messunsicherheit (Erweiterungsfaktor $k=2$). Dies bedeutet, dass der wahre Wert zu 95 % innerhalb dieses Wertintervalls liegt. Für eine fachlich korrekte Vorgehensweise sollte der Anwender von Referenzmaterialien bei der Ermittlung der für sein Messsystem gültigen Messunsicherheiten sinngemäß genauso vorgehen: Die angegebenen Messunsicherheiten müssen hierfür mit den vom Anwender selbst statistisch ermittelten Messunsicherheiten für ein bestimmtes Spektralphotometer und die entsprechende Umgebung mathematisch/statistisch kombiniert werden (siehe EA-4/02 M:2022 Evaluation of the Uncertainty of Measurement in calibration).

Was ist eine Basislinienkorrektur (baseline correction)?

Die Basislinienkorrektur dient zur Lampenkompensation und wird mit leerem Probenschacht durchgeführt. Da eine Lampe über den Wellenlängenbereich unterschiedlich stark emittiert, wird mit Hilfe der Basislinienkorrektur (auch „Autozero“ genannt) der Nullwert bestimmt. Üblicherweise geschieht dies automatisch beim Start des Spektralphotometers, die Basislinienkorrektur kann aber auch vom Bediener ausgelöst werden.

Was ist eine Hintergrundkorrektur (background correction)?

Die Hintergrundkorrektur, also die Eliminierung aller Einflüsse außer den Eigenschaften der Probe, wird im Zweistrahlphotometer durch die gleichzeitige Messung der Referenzküvette (Vergleichsküvette) im Referenzstrahlengang durchgeführt. Diese Referenzküvette enthält in der Regel das reine Lösungsmittel. In einem Einstrahlphotometer erfolgt die Hintergrundkorrektur mit Hilfe der Messung der Referenzküvette vor der eigentlichen Probenmessung. Die dabei erhaltenen Werte für die Referenzküvette werden dann von den Werten der Probenmessung abgezogen.

Warum sieht der Kalibrierschein für den Filtersatz zur Bestimmung des Auflösungsvermögens anders aus als die anderen Kalibrierscheine?

Die Bestimmung des Auflösungsvermögens unterliegt nicht unserem Akkreditierungsumfang*. Deshalb kann dem Filtersatz zur Bestimmung des Auflösungsvermögens kein DAkkS-Kalibrierschein* und damit auch keine Kalibriermarke zugeordnet werden. Aus diesem Grund sieht dieser Kalibrierschein anders aus als die anderen Kalibrierscheine eines Filtersatzes.

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Warum wird der Kaliumdichromat-Filter in der Ph.Eur. nicht mehr für die Überprüfung der photometrischen Genauigkeit empfohlen?

In der bis Ende 2019 gültigen Ph. Eur. 9 wurde noch die Kaliumdichromat-Lösung mit 60 mg/l zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit empfohlen. Die Ph. Eur. empfiehlt jetzt nicht mehr die manuelle Herstellung von Kaliumdichromat-Lösungen, da Kaliumdichromat in Anhang XIV der REACH-Verordnung aufgeführt ist. Stattdessen wird in der Ph. Eur. die Herstellung einer Nikotinsäure-Lösung zur Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im UV-Bereich bei 213 und 261 nm beschrieben. Die Verwendung von Kaliumdichromat-Filtern in versiegelten Quarzküvetten für die Überprüfung der photometrischen Genauigkeit im UV-Bereich ist auch nach der aktuellen Ph. Eur. weiterhin uneingeschränkt zulässig.

Warum werden bei den Holmiumglas- und Didymiumglas-Filtern gerade diese Peaks im Kalibrierschein angegeben?

Im Bereich mittlerer bis hoher Transmissionen ist der Messfehler gering. Praktisch werden deshalb bevorzugt Peaks im Bereich von 0 Abs bis 1,0 Abs (entspricht 100 % T bis 10 % T) im Kalibrierschein aufgeführt.

Wie berechne ich meine Messunsicherheit?

Die auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten beschreiben nur die Messungen bei Hellma Analytics und gelten nur für die dort vorliegenden Messbedingungen (für das verwendete Spektralphotometer, Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, verwendete Referenzmaterialien etc.). Die kleinstmögliche beim Anwender zu erreichende Messunsicherheit ergibt sich dann durch die statistische Kombination der auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit zuzüglich allen Unsicherheitsbeiträgen beim Anwender wie z. B. der Toleranz der Wellenlängenskala des verwendeten Spektralphotometers und anderer Einflüsse auf die Messgenauigkeit (Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, etc.).

Beispiel zur Berechnung der Standardmessunsicherheit für einen Neutralglas-Filter (stark vereinfacht): Im Kalibrierschein werden folgende Messwerte und Messunsicherheiten angegeben:

| SERIEN-NR. | 3524 | OPTISCHE DICHTHE (ABS) +MU(ABS) Optical Density (Abs) +MU(Abs) | | | | |
|-----------------|--------|---|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| | | 440 nm | 465 nm | 546.1 nm | 590 nm | 635 nm |
| GEMESSENER WERT | 666-F2 | 0.2542 ± 0.0024 | 0.2254 ± 0.0024 | 0.2254 ± 0.0024 | 0.2415 ± 0.0024 | 0.2416 ± 0.0024 |

Bei der Wellenlänge 440 nm ergeben sich hier folgende Parameter:

Sollmesswert (x_s): 0,2542 Abs

**erweiterter Messunsicherheit: +/- 0,0024 Abs
(Erweiterungsfaktor k=2)**

Standardmessunsicherheit (x_a): +/- 0,0012 Abs

Im nächsten Schritt muss die gerätespezifische Messabweichung ihres Spektralphotometers (x_b) ermittelt werden (Informationen hierzu finden Sie in der Betriebsanleitung), des Weiteren müssen Sie einen Wert für die Messabweichung durch die bei Ihnen vorherrschenden Umwelteinflüsse (x_u) (wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit) definieren.

Beispiel-Parameter zur Messabweichung:

Spektralphotometer (x_b): +/- 0,01 Abs

Umwelteinflüsse (x_u): +/- 0,001 Abs

Berechnung der Standardmessunsicherheit (MU):

$$MU = \sqrt{x_a^2 + x_b^2 + x_u^2} = 0,0101$$

Daraus berechnet sich die erweiterte Messunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor k.

Die hier beispielhaft vorgenommene einfache Summierung der Unsicherheitsbeiträge ist oft praktikabler als die statistische Kombination. Die Vorgehensweise zur Ermittlung der Messunsicherheit ist jedoch abhängig von den Vorgaben Ihres Qualitätssystems und Ihren Ansprüchen an die Messgenauigkeit. Weiterführende Literatur zur korrekten Berechnung der Messunsicherheit finden Sie im Literaturverzeichnis dieser Handhabungshinweise (Kapitel 9).

8. GLOSSAR

Abkürzungen

| | |
|-----------------|---|
| ΔA | beobachtete maximale Absorption |
| Abs | Absorption |
| ASTM | American Society for Testing and Materials |
| DAkkS | Deutsche Akkreditierungsstelle |
| EP | Europäische Pharmakopöe |
| Ph. Eur. | Europäische Pharmakopöe |
| FAQ | Frequently Asked Questions (Häufig gestellte Fragen) |
| GLP | Good Laboratory Practice (Gute Laborpraxis) |
| GMP | Good Manufacturing Practice (Gute Herstellungspraxis) |
| I | Intensität des Lichtstrahls |
| I_0 | Ausgangsintensität des Lichtstrahls |
| k | Erweiterungsfaktor bei der Messunsicherheit |
| λ_{max} | Peak Maximum bei definierter Wellenlänge |
| λ_{min} | Peak Minimum bei definierter Wellenlänge |
| MU | Messunsicherheit |
| NG | Neutralglas |
| NIR | Nahes Infrarot |
| NIST | National Institute of Standards and Technology |
| QM-System | Qualitätsmanagement System |
| PTB | Physikalisch-Technische Bundesanstalt |
| REACH | Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals“ (Registrierung, Bewertung, Zulassung und Beschränkung chemischer Stoffe) |
| s_λ | Streulichtwert, in Transmission (T) |
| SB | Spektralbereich |
| SD | Schichtdicke |
| SRM® | Standard Reference Material (registered trademark of NIST) |
| T | Transmission |
| USP | United States Pharmacopeia |
| UV | Ultra Violett (Wellenlängenbereich ca. 180 – 400 nm) |
| Vis | Visible (sichtbarer Wellenlängenbereich) ca. 400 – 800nm |

Absorption (Abs):

Wenn Licht von einer Probe aufgenommen oder durchgelassen wird, ist die Menge des absorbierten Lichts die Differenz zwischen der ursprünglichen Intensität I_0 und der Intensität I nach Wechselwirkung mit der Probe. Ein Teil des einstrahlenden Lichts wird an die Moleküle übertragen, sodass der austretende Strahl eine kleinere Leistung aufweist als der eintretende. Das Ausmaß der Absorption folgt dem Lambert-Beerschen Gesetz. Die Menge des absorbierten Lichts kann als Transmission (siehe dort) oder Absorption ausgedrückt werden. Die Absorption ist definiert als: $Abs = -\log T$.

Nach Norm heißt diese Größe spektrale optische Dichte bei Transmission („optische Dichte“).

Optische Dichte:

Siehe Absorption

Sichtbarer Bereich (Vis-Bereich):

Teil des optischen Spektrums. Es umfasst den Wellenlängenbereich elektromagnetischer Strahlung von ca. 400 nm bis 800 nm. Dieser Bereich wird allgemein als Licht bezeichnet. Nur in diesem Gebiet ist das menschliche Auge in der Lage, elektromagnetische Strahlung zu „sehen“.

Spektrale Auflösung:

Vermögen des Aufnahmesystems, einzelne Wellenlängenbereiche zu trennen.

Spektrale Bandbreite:

Wellenlängenbereich, der bei Bestrahlung des Monochromators mit einem Kontinuum am Austrittsspalt erscheint. Bestimmt wird die spektrale Bandbreite durch die Bandbreite emittierter Strahlung bei halber Maximalintensität.

Spektrale optische Dichte bei Transmission:

Siehe Absorption

Transmission (T):

Wenn Licht von einer Probe aufgenommen oder durchgelassen wird, ist die Menge des absorbierten Lichts die Differenz zwischen der ursprünglichen Intensität I_0 und der Intensität I nach Wechselwirkung mit der Probe. Ein Teil des einstrahlenden Lichts wird an die Moleküle übertragen, sodass der austretende Strahl eine kleinere Leistung aufweist als der eintretende. Das Ausmaß der Absorption folgt dem Lambert-Beerschen Gesetz. Die Menge des absorbierten Lichts kann als Transmission oder Absorption ausgedrückt werden. Transmission wird normalerweise als ein Bruchteil von 1 oder Prozentwert ausgedrückt und ist wie folgt definiert: $T = I/I_0$ oder $\%T = I/I_0 * 100$.

Ultraviolett-Bereich (UV-Bereich):

Auch UV-Strahlung genannt, ist der kurzwellige Teilbereich der optischen Strahlung. UV-Strahlung erstreckt sich über einen Wellenlängenbereich von ca. 180 nm bis 400 nm.

Wellenlänge:

Den Abstand zwischen zwei gleichen benachbarten Raumzuständen einer Welle zu einem bestimmten Zeitpunkt bezeichnet man als Wellenlänge.

9. LITERATURHINWEISE

Standards and Best Practice in Absorption Spectrometry

Edited by C. Burgess and T. Frost UVSG
ISBN 0-632-05313-5 Blackwell Service

Qualitätssicherung in der Analytischen Chemie

Werner Funk, Vera Dammann, Gerhild Donnevert
ISBN-10: 3-527-31112-2; Verlag: WILEY-VCH

JCGM 100:2008: Evaluation of measurement data Guide to the expression of uncertainty in measurement

NIST Special Publication 260-54 Standard Reference Materials: **Certification and Use of Acidic Potassium Dichromate Solutions as an Ultraviolet Absorbance Standard – SRM 935**

NIST Special Publication 260-116 Standard Reference Materials: **Glass Filters as a Standard Reference Material for Spectrophotometry – Selection, Preparation, Certification, and Use of SRM 930 and SRM 1930**

NIST Special Publication 260-102: Standard Reference Materials: **Holmium Oxide Solution Wavelength Standard from 240 to 640 nm – SRM 2034**

European Pharmacopoeia (Ph. Eur.)

EA-4/02 M:2022 Evaluation of the Uncertainty of Measurement in calibration

United States Pharmacopoeia (USP)

10. ALLGEMEINE HANDHABUNGSHINWEISE

Glasfilter

10.1 Allgemeine Handhabungshinweise für Glasfilter

Die Glasfilter sind mit Metallionen bzw. Seltenen Erden dotierte Gläser, die spannungsfrei in schwarz eloxierte Präzisionsrahmen aus Aluminium montiert werden. Sie sind so konstruiert, dass sie in jedes Spektralphotometer mit einem Halter für Standardküvetten mit 10 mm Schichtdicke passen. Zur eindeutigen Identifizierung ist auf jedem Filterrahmen der Filtertyp und seine Seriennummer eingraviert. Die für den jeweiligen Filter ermittelten Werte der Absorption bzw. der Peaklagen können dem dazugehörigen Kalibrierschein entnommen werden. Achten Sie bitte darauf, die Glasflächen der Filter nicht zu berühren. Schmutz und Staub sowie Beschädigungen können deutliche Verfälschungen der Messergebnisse zur Folge haben. Der eloxierte Aluminiumhalter sollte nicht mit Säuren oder Laugen in Berührung kommen.

LAGERUNG / TRANSPORT

Es wird dringend empfohlen, die Glasfilter nach Gebrauch in der Verpackung an einem trockenen, staubfreien Ort bei Raumtemperatur zu lagern.

Lagerung: rel. Feuchte nicht kondensierend bei Temperaturen von 4 – 40 °C.

Transport: rel. Feuchte nicht kondensierend bei Temperaturen von 4 – 40 °C, kurzzeitige Überschreitungen sind zulässig.

SONSTIGE EINFLÜSSE AUF DIE MESSUNG

Schmutz (z. B. Fingerabdrücke) und Staub sowie Beschädigungen (Kratzer, Korrosion) der polierten Flächen können deutliche Verfälschungen der Messwerte zur Folge haben. Bewahren Sie die Filter immer in der mitgelieferten Verpackung auf und vermeiden Sie jede Verunreinigung der optischen Fenster. Fassen Sie die Filter immer nur am Rahmen an.

REINIGUNG

Der regelmäßige Gebrauch hinterlässt häufig Verschmutzungen auf den optischen Oberflächen. Entfernen Sie diese am besten mit einem fusselfreien Tuch und Alkohol.

TEMPERATUREINFLUSS AUF DIE MESSUNG

Der Temperatureinfluss auf die Messwerte ist sehr gering und liegt zwischen 20 °C und 24 °C innerhalb der im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit. Führen Sie die Messungen in diesem Bereich durch, um einen möglichen Temperatureinfluss auf die Messung gering zu halten.

10.2 Kalibrierung mit Glasfiltern (Wellenlängengenauigkeit und photometrische Genauigkeit)

10.2.1 Vorbereitungen

- 1 Das Spektralphotometer sollte solange aufwärmen, bis eine konstante, richtige Betriebstemperatur erreicht wird z. B. eine Stunde. Beachten Sie hierzu auch die Hinweise Ihres Geräteherstellers.
- 2 Verwenden Sie zur Messung der Filter ausschließlich einen stabilen Küvettenhalter für 10 mm Standardküvetten, da sonst eine optimale Positionierung des Filters im Strahlengang nicht gewährleistet ist. Achten Sie darauf, dass der Halter fest und sicher im Probenraum verankert ist.
- 3 Führen Sie zunächst eine Basislinienkorrektur mit leerem Probenraum durch.
- 4 Überprüfen Sie die richtige Messposition des Filters im Strahlengang, indem Sie zunächst den leeren Filterhalter F0 in den Küvettenhalter einsetzen. Die Kennzeichnung F0 muss oben sichtbar sein. Beachten Sie, dass alle Filterrahmen immer mit der gleichen Orientierung eingesetzt werden, z.B. Seriennummer nach vorne zur Lichtquelle.
- 5 Prüfen Sie, ob die Anzeige des Gerätes unverändert geblieben ist. Bei Spektralphotometern mit sehr großem Strahl ist es möglich, dass der Messstrahl am Filterrahmen streift. In diesem Fall werden Sie eine veränderte Anzeige am Gerät feststellen.
 - Verändern Sie, wenn nötig, die Höheneinstellung des Küvettenhalters, bis der Lichtstrahl ungehindert durch die Aperturblende geht. Zur Vereinfachung können Sie hierfür den Messstrahl des Gerätes sichtbar schalten, z. B. indem Sie den Monochromator auf 500 nm einstellen. Je nach Gerät kann es andere Möglichkeiten geben.
 - Wenn der Lichtstrahl auf die Seitenwände der Aperturblende trifft, betätigen Sie die Horizontalverstellung des Küvettenhalters, um den Lichtstrahl in der Mitte der Apertur zu positionieren. Der Filterrahmen ist richtig positioniert, wenn sich die Anzeigenwerte der in Schritt 3 (Basislinienkorrektur) vorgenommenen Nulleinstellung nicht verändern.
- 6 Führen Sie die Messung der Filter genauso sorgfältig wie eine Probenmessung bei geschlossenem Probenraum durch. Ein geöffneter Probenraum verfälscht die Ergebnisse.
- 7 Bei Diodenarray-Spektralphotometern mit einem über den Lichtleiter angeschlossenen freistehenden Küvettenhalter ist zusätzlich zu beachten, dass Fremdlicht und Erschütterungen (z.B. Bewegung der Lichtleiter) das Ergebnis der Messung verfälschen können.



VIDEO-TUTORIAL

Vorbereitung und Durchführung von Messungen mit Glasfiltern



Glasfilter

10.2.2 Vorgehensweise bei der Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mit Holmiumglas-Filter oder Didymiumglas-Filter

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.2.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass alle im Kalibrierschein des Filters aufgelisteten Peaks erfasst werden.
- 3 Stellen Sie die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. Wählen Sie eine möglichst langsame Scangeschwindigkeit und ein kleines Datenintervall.
- 4 Führen Sie, wenn möglich, eine Basislinienkorrektur durch.
- 5 Die Messung wird gegen Luft durchgeführt, d. h. bei Zweistrahlenspektrometer bleibt der Referenzküvettenhalter leer, bei Einstrahlphotometern wird eine Referenzmessung gegen den leeren Küvettenhalter durchgeführt.
- 6 Setzen Sie den Holmiumglas-Filter oder Didymiumglas-Filter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden z. B. Seriennummer nach vorne zur Lichtquelle.
- 7 Starten Sie die Messung.
- 8 Ermitteln Sie die Lage der Peaks bei den auf dem Kalibrierschein genannten Wellenlängen. Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
Anmerkung: Die USP<857> fordert mindestens 6 wiederholende Messungen durchzuführen und den Mittelwert zu bilden, dieser wird als Basis für die Berechnung der Abweichungen verwendet.
- 9 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den Werten auf dem Kalibrierschein.

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER WELLENLÄNGENGENAUIGKEIT

Bei der Aufnahme der Absorptionskurve zur Ermittlung der Peaklagen ist auf die richtige Wahl der Messparameter des Gerätes zu achten. Falsch eingestellte Parameter können zu einer Verzerrung der Absorptionskurve führen und damit eine Verschiebung der wahren Peaklagen zur Folge haben. Die richtigen Einstellungen entnehmen Sie bitte dem beiliegenden Kalibrierschein. Es ist zu beachten, dass eine Veränderung der Spaltbreite des Spektralphotometers zu leichten Verschiebungen der Absorptionsmaxima führen kann. Der Einfluss der spektralen Bandbreite im Bereich von 1 nm bis 2 nm auf die Peaklage ist zu vernachlässigen. Allerdings variiert die Höhe der Peaks aufgrund ihrer Schmalbandigkeit stark mit einer Änderung der Spaltbreite. Filter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit können daher in der Regel nicht zur Überprüfung der Absorptionsgenauigkeit verwendet werden.



Die einzelnen Arbeitsschritte finden Sie hier per Video.

10.2.3 Vorgehensweise bei der Überprüfung der photometrischen Genauigkeit mit einem Neutralglas-Filter

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.2.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Verwenden Sie die im Kalibrierschein genannten Wellenlängen.
- 3 Stellen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. (Die Integrationszeit sollte nicht zu kurz gewählt werden.)
- 4 Führen Sie eine Nullpunkteinstellung (Autozero) durch.
- 5 Die Messung wird gegen Luft durchgeführt, d. h. bei Zweistrahl-spektralphotometern bleibt der Referenzküvettenhalter leer, bei Einstrahl-spektralphotometern wird eine Referenzmessung gegen den leeren Küvettenhalter durchgeführt.
- 6 Setzen Sie den Neutralglas-Filter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden z. B. Seriennummer nach vorne zur Lichtquelle.
- 7 Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionswerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen.
Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
Anmerkung: Die USP<857> fordert mindestens 6 wiederholende Messungen durchzuführen und den Mittelwert zu bilden, dieser wird als Basis für die Berechnung der Abweichungen verwendet.
- 8 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den Werten auf dem Kalibrierschein.



Die einzelnen Arbeitsschritte finden Sie hier per Video.



Zusammensetzung der Messunsicherheit

„Die Messunsicherheit setzt sich insbesondere aus der gerätespezifischen Messabweichung des verwendeten Spektralphotometers sowie aus den im Kalibrierschein aufgelisteten Messunsicherheiten zusammen.“

Carola Senger,
Chemielaborantin

Glasfilter

10.2.4 Vorgehensweise bei der Überprüfung der photometrischen Linearität mit mindestens 3 Neutralglas-Filtern

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.2.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Verwenden Sie die im Kalibrierschein genannten Wellenlängen. Geben Sie die Anzahl der zu messenden Neutralglas-Filter in ihrem Wellenlängen-Auswahlprogramm ein.
- 3 Stellen Sie die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. Ist dies nicht möglich, so beachten Sie bitte, dass die Integrationszeit nicht zu kurz gewählt ist.
- 4 Führen Sie eine Nullpunkteinstellung (Autozero) durch.
- 5 Die Messung wird gegen Luft durchgeführt, d. h. bei Zweistrahlspektralphotometern bleibt der Referenzküvettenhalter leer, bei Einstrahlspektralphotometern wird eine Referenzmessung gegen den leeren Küvettenhalter durchgeführt.
- 6 Setzen Sie den ersten Neutralglas-Filter in den Küvettenhalter ein. Achten Sie darauf, dass der Filter bis zum Anschlag in den Halter eingeschoben wird und dass die Kennzeichnung des Filters auf der Oberseite sichtbar ist. Der Filter muss immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden z. B. Seriennummer nach vorne zur Lichtquelle.
- 7 Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionswerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen. Verfahren Sie analog mit den weiteren zu messenden Neutralglas-Filtern. Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
- 8 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den Werten auf dem Kalibrierschein.



TIPP

Tragen Sie für jede Wellenlänge die von Ihnen gemessenen Absorptionswerte der verschiedenen Neutralglas-Filter in einem Diagramm ein und ermitteln Sie den Korrelationskoeffizienten. Um Ihnen bei der Ermittlung der photometrischen Linearität ein Hilfsmittel zur Verfügung zu stellen, haben wir auf unserer Website eine Excel-Datei [Tool] für die Auswertung Ihrer Messwerte erstellt.

www.hellma.com/de/hellma/downloads

Format → Tools/Präsentationen wählen und Tool herunterladen

10.2.5 Kalibrierung mit Glasfiltern – Interpretation der Messergebnisse

Die auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten beschreiben nur die Messungen bei Hellma Analytics und gelten für die dort vorliegenden Messbedingungen (für das verwendete Spektralphotometer, Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, verwendete Referenzmaterialien etc.).

Die kleinstmögliche Messunsicherheit ergibt sich dann durch die statistische Kombination der auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit **zuzüglich** aller Unsicherheitsbeiträge beim Anwender. Dazu gehören z. B. die Toleranz der Wellenlängenskala des verwendeten Spektralphotometers und andere Einflüsse auf die Messgenauigkeit (Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, etc.). Weiterführende Literatur zur korrekten Berechnung der Messunsicherheit finden Sie im Kapitel 9 dieser Handhabungshinweise.



HINWEIS

Hilfreiches Tool zur Überprüfung der Photometrischen Linearität

Auf unserer Webseite finden Sie ein hilfreiches Excel-Tool zum downloaden mit dem Sie bequem die Linearität Ihres Spektralphotometers überprüfen können. Auf Basis Ihrer Eingaben wird automatisch der Korrelationskoeffizient berechnet und die Werte graphisch dargestellt. Weichen die Messwerte zu stark von der linearen Trendlinie ab ($R^2 < 0.999$), wird das Feld R^2 automatisch rot gefärbt.

www.hellma.com/de/hellma/downloads

Format → Tools/Präsentationen wählen und Tool herunterladen

Flüssigfilter

10.3 Allgemeine Handhabungshinweise für Flüssigfilter

Die Flüssigfilter sind auf einer Seitenfläche mit der Kurzbezeichnung der Substanz gekennzeichnet, die sich in der Küvette befindet. Sollte der Filter brechen, so beachten Sie die entsprechenden Verhaltensregeln und Sicherheitshinweise, die für diese Substanz gelten. Sie finden die benötigten Informationen in den Sicherheitsinformationen. Die aktuellen Versionen der Sicherheitsinformationen aller zur Herstellung der Flüssigfilter verwendeten Substanzen stehen im Internet unter www.hellma.com/downloads bei Format „Sicherheitsinformationen CRM“ für Sie bereit.



ZUR INFO

Setzen Sie die Flüssigfilter immer sehr vorsichtig in den Probenhalter Ihres Spektralphotometers ein. Fassen Sie die Filter dabei möglichst nur am Deckel an, oder an den mattierten Seitenflächen. Achten Sie bitte darauf, dass Sie die polierten Fenster nicht berühren, da an den Fingern vorhandenes Fett zu einem Fettfilm auf den polierten Flächen führt und es dadurch zu einer Beeinträchtigung der Messergebnisse kommen kann. Die Filter sind zerbrechlich und sollten mit größter Sorgfalt behandelt werden. Es ist sehr wichtig, dass die Spannung des Küvettenhalters auf den Flüssigfilter nicht zu stark eingestellt ist. Wenn der Druck auf das Glas zu groß ist kann es zu Rissen in der Glaswand führen und der Filter wird unbrauchbar.

LAGERUNG / TRANSPORT

Es wird dringend empfohlen, die Filter nach Gebrauch in der mitgelieferten Verpackung an einem trockenen, staubfreien und lichtgeschützten Ort bei Raumtemperatur zu lagern.

Lagerung: rel. Feuchte nicht kondensierend
bei Temperaturen von 15 – 30 °C.

Transport: rel. Feuchte nicht kondensierend
bei Temperaturen von 4 – 40 °C.

Achtung während der Wintermonate! Flüssigfilter dürfen keinesfalls gefrieren, da sie dann zerbrechen können.

Beim Versand ist daher auf eine adäquate Verpackung zu achten!

SONSTIGE EINFLÜSSE AUF DIE MESSUNG

Schmutz (z. B. Fingerabdrücke) und Staub sowie Beschädigungen (Kratzer, Korrosion) der polierten Flächen können deutliche Verfälschungen der Messwerte zur Folge haben. Bewahren Sie die Filter immer in der Verpackung auf und vermeiden Sie jede Verunreinigung der optischen Fenster.

Fassen Sie die Filter immer nur am Deckel oder an den matten Flächen an.

REINIGUNG

Der regelmäßige Gebrauch hinterlässt häufig Verschmutzungen auf den optischen Oberflächen. Entfernen Sie diese am besten mit einem fusselfreien Tuch und Alkohol.

TEMPERATUREINFLUSS AUF DIE MESSUNG

Der Temperatureinfluss auf die Messwerte ist sehr gering und liegt zwischen 20 °C und 24 °C innerhalb der im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit. Führen Sie die Messungen in diesem Temperaturbereich durch, um einen möglichen Temperatureinfluss auf die Messung gering zu halten.

10.4 Kalibrierung mit Flüssigfiltern (Wellenlängengenaugkeit und photometrische Genauigkeit)

10.4.1 Vorbereitungen

- 1 Das Spektralphotometer sollte solange aufwärmen, bis eine konstante, richtige Betriebstemperatur erreicht wird z. B. eine Stunde. Beachten Sie hierzu auch die Hinweise Ihres Geräteherstellers.
- 2 Verwenden Sie zur Messung der Flüssigfilter ausschließlich einen stabilen Küvettenhalter für 10 mm Standardküvetten, da sonst eine optimale Positionierung des Filters im Strahlengang nicht gewährleistet ist. Achten Sie darauf, dass der Halter waagrecht, fest und sicher im Probenraum verankert ist.
- 3 Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung mit der polierten Seite zur Lichtquelle in den Küvettenhalter gestellt werden, also z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle. Der Lichtstrahl muss durch den mit der Lösung gefüllten Teil des Filters gehen.
- 4 Führen Sie die Messung der Filter genauso sorgfältig wie eine Probenmessung bei geschlossenem Probenraum durch (ein geöffneter Probenraum verfälscht die Ergebnisse).
- 5 Bei Diodenarray-Spektralphotometern mit einem über den Lichtleiter angeschlossenen freistehenden Küvettenhalter ist zusätzlich zu beachten, dass Fremdlicht und Erschütterungen (z. B. Bewegung der Lichtleiter) das Ergebnis der Messung verfälschen können.



EXPERTEN
TIPP:



**Messung bei
abweichender
Spaltbreite:**

„Grundsätzlich können Filter auch mit einer von den Angaben im Kalibrierschein abweichenden Spaltbreite ausgemessen werden. Bei großen Spaltbreiten ist jedoch damit zu rechnen, dass nahe beieinanderliegende Peaks nicht mehr aufgelöst werden.“

Thomas Brenn,
Produktmanager

Flüssigfilter

10.4.2 Vorgehensweise bei der Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mit Holmium-, Didymium-, Rare Earth- oder HoDi-Flüssigfilter

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung Ihres Geräteherstellers. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass alle im Kalibrierschein des Filters aufgelisteten Peaks erfasst werden.
- 3 Stellen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. Ist dies nicht machbar, so wählen Sie eine möglichst langsame Scangeschwindigkeit und ein kleines Datenintervall.
- 4 Führen Sie eine Basislinienkorrektur durch.
- 5 **A. Messung gegen Luft:** Bei Zweistrahlenspektrometern bleibt der Referenzküvettenhalter leer, bei Einstrahlenspektrometern wird eine Referenzmessung gegen den leeren Küvettenhalter durchgeführt.
B. Messung gegen Referenz: Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Der Referenzfilter sollte immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle. Wird die Messung gegen einen Referenzfilter durchgeführt, gilt folgende Vorgehensweise: Bei Zweistrahlenspektrometern: Setzen Sie den Referenzfilter vorsichtig in den Referenzküvettenhalter ein. Bei Einstrahlenspektrometern: Setzen Sie den Referenzfilter vorsichtig in den Küvettenhalter ein und führen Sie zunächst eine Referenzmessung durch.
- 6 Setzen Sie den Wellenlängen-Flüssigfilter in den Küvettenhalter ein. Beachten Sie dabei die beschriebenen allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Der Filter sollte immer in der gleichen Orientierung in den Küvettenhalter eingesetzt werden, z.B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 7 Starten Sie die Messung.
- 8 Ermitteln Sie die Lage der Peaks bei den auf dem Kalibrierschein genannten Wellenlängen. Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden. Sollten Peaks nicht gefunden werden korrigieren Sie den Threshold in Ihrem Scanprogramm.
Anmerkung: Die USP<857> fordert mindestens 6 wiederholende Messungen durchzuführen und den Mittelwert zu bilden, dieser wird als Basis für die Berechnung der Abweichungen verwendet.
- 9 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den Werten aus dem Kalibrierschein, hierzu eignet sich z. B. eine Zielwert-Regelkarte sehr gut (s. Seite 59).

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER WELLENLÄNGENGENAUIGKEIT

Bei der Aufnahme der Absorptionskurve zur Ermittlung der Peaklagen ist auf die richtige Wahl der Messparameter des Gerätes zu achten. Falsch eingestellte Parameter können zu einer Verzerrung der Absorptionskurve führen und damit eine Verschiebung der wahren Peaklagen zur Folge haben. Die richtigen Einstellungen entnehmen Sie bitte dem beiliegenden Kalibrierschein. Es ist zu beachten, dass eine Veränderung der Spaltbreite des Spektralphotometers zu leichten Verschiebungen der Absorptionsmaxima führen kann. Der Einfluss der spektralen Bandbreite im Bereich von 1 nm bis 2 nm auf die Peaklage ist zu vernachlässigen. Allerdings variiert die Höhe der Peaks aufgrund ihrer Schmalbandigkeit stark mit einer Änderung der Spaltbreite. Filter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit können daher in der Regel nicht zur Überprüfung der Absorptionengenauigkeit verwendet werden.

10.4.3 Vorgehensweise bei der Überprüfung der photometrischen Genauigkeit mit einem Kaliumdichromat- oder Niacin-Flüssigfilter

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung Ihres Geräteherstellers. Verwenden Sie die im Kalibrierschein genannten Wellenlängen.
- 3 Stellen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. Ist dies nicht möglich, so beachten Sie bitte, dass die Integrationszeit nicht zu kurz gewählt ist.
- 4 Führen Sie eine Basislinienkorrektur durch.
- 5 Die Messungen werden in der Regel gegen einen mit Perchlorsäure bzw. Salzsäure gefüllten Referenzfilter durchgeführt. Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung in die Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 6 **Messung im Einstrahlspektralphotometer:** Setzen Sie den mitgelieferten Perchlorsäure- bzw. Salzsäure-Referenzfilter vorsichtig in den Küvettenhalter ein. Starten Sie die Messung. Messen Sie anschließend das optische Referenzmaterial, welches Kaliumdichromat gelöst in Perchlorsäure bzw. Niacin in Salzsäure enthält. Ziehen Sie dann die Werte der Referenzmessung (mit dem Referenzfilter) von den Werten der Messung mit dem optischen Referenzmaterial ab.
- 7 **Messung im Zweistrahlenspektralphotometer:** Setzen Sie das optische Referenzmaterial, welches Kaliumdichromat gelöst in Perchlorsäure bzw. Niacin in Salzsäure enthält, vorsichtig in den Probenhalter und den Perchlorsäure bzw. Salzsäure-Referenzfilter in den Referenzprobenhalter ein.
- 8 Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionwerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen. Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden. **Anmerkung:** Die USP<857> fordert mindestens 6 wiederholende Messungen durchzuführen und den Mittelwert zu bilden, dieser wird als Basis für die Berechnung der Abweichungen verwendet.
- 9 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den in dem Kalibrierschein angegebenen Werten, hierzu eignet sich z. B. eine Zielwert-Regelkarte sehr gut.

Flüssigfilter

10.4.4 Überprüfung der photometrischen Linearität mit optischen Referenzmaterialien

In der Ph. Eur. wird unter anderem die Überprüfung der photometrischen Linearität gefordert. Zur Überprüfung der Linearität werden mindestens 3 Absorptionsfilter mit unterschiedlichen Konzentrationen benötigt.

Vorgehensweise bei der Überprüfung der photometrischen Linearität im UV-Bereich mit Kaliumdichromat- oder Niacin-Flüssigfiltern

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung Ihres Geräteherstellers. Verwenden Sie die im Kalibrierschein genannten Wellenlängen. Geben Sie die Anzahl der zu messenden Filter in ihrem Wellenlängen-Auswahlprogramm ein.
- 3 Stellen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein. Ist dies nicht möglich, so beachten Sie bitte, dass die Integrationszeit nicht zu kurz gewählt ist.
- 4 Führen Sie eine Basislinienkorrektur durch (Autozero).
- 5 Die Messungen werden in der Regel gegen einen mit Perchlorsäure bzw. Salzsäure gefüllten Referenzfilter durchgeführt. Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung in die Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 6 **Messung im Einstrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie den mitgelieferten Perchlorsäure- bzw. Salzsäure Referenzfilter vorsichtig in den Küvettenhalter ein. Starten Sie die Messung. Messen Sie anschließend das erste Referenzmaterial, welches Kaliumdichromat gelöst in Perchlorsäure bzw. Niacin in Salzsäure enthält. Ziehen Sie dann den Wert der Referenzmessung von dem Wert der Messung mit dem jeweiligen Referenzmaterial ab.
- 7 **Messung im Zweistrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie das erste Referenzmaterial, welches Kaliumdichromat gelöst in Perchlorsäure bzw. Niacin in Salzsäure enthält, vorsichtig in den Probenhalter und den Perchlorsäure- bzw. Salzsäure-Referenzfilter in den Referenzprobenhalter ein.
- 8 Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionswerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen. Verfahren Sie analog mit den weiteren zu messenden Kaliumdichromat- bzw. Niacin-Filtern. Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
- 9 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den Werten aus dem Kalibrierschein, hierzu eignet sich z. B. eine Zielwert-Regelkarte sehr gut.

ANMERKUNG ZUR LINEARITÄT

Der Korrelationskoeffizient ist ein Maß für den Grad des linearen Zusammenhangs. Liegt dieser bei 1, sind alle Messwerte auf einer Geraden und somit vollkommen linear zueinander. Das Bestimmtheitsmaß R^2 ist das Quadrat des Korrelationskoeffizienten, dieses ist ein Gütemaß zum Beschreiben eines linearen Zusammenhangs. Die europäische Pharmakopöe (Ph. Eur.) schreibt vor, dass $R^2 \geq 0,999$ sein muss.



HINWEIS

Hilfreiches Tool zur Überprüfung der photometrischen Linearität

In diesem zum Download bereitgestellten Excel-Tool können Sie bequem die Linearität Ihres Spektralphotometers überprüfen. Auf Basis Ihrer Eingaben wird automatisch der Korrelationskoeffizient berechnet und die Werte graphisch dargestellt. Weichen die Messwerte zu stark von der linearen Trendlinie ab ($R^2 \leq 0.999$), wird das Feld R^2 automatisch rot gefärbt.

www.hellma.com/de/hellma/downloads

Format → Tools/Präsentationen wählen und Tool herunterladen

Flüssigfilter

10.4.5 Kalibrierung mit Flüssigfiltern – Interpretation der Messergebnisse (Wellenlängengenauigkeit und photometrische Genauigkeit)

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER PHOTOMETRISCHEN GENAUIGKEIT

Da die Maxima und Minima im Absorptionsspektrum relativ breit sind, können die Kaliumdichromat-Flüssigfilter oder die Niacin-Flüssigfilter auch mit einer von den Angaben im Kalibrierschein abweichenden Spaltbreite ausgemessen werden. Bei großen Spaltbreiten (> 2 nm) ist jedoch damit zu rechnen, dass leichte Abweichungen zu den im Kalibrierschein festgehaltenen Werten entstehen. Deshalb sollte im Zweifelsfall immer möglichst die im Kalibrierschein angegebene Spaltbreite gewählt werden. Optimal wird über mehrere Messungen gemittelt, um Fehler bei der Auswertung zu vermeiden.

INTERPRETATION DER MESSERGEBNISSE BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER PHOTOMETRISCHEN GENAUIGKEIT UND DER WELLENLÄNGENGENAUIGKEIT

Die auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten beschreiben nur die Messungen im Hellma Analytics Kalibrierlabor und gelten nur für die dort vorliegenden Messbedingungen (für das verwendete Spektralphotometer, Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, verwendete Referenzmaterialien etc.).

Die kleinstmögliche beim Anwender zu erreichende Messunsicherheit ergibt sich durch die statistische Kombination der auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit **zuzüglich allen Unsicherheitsbeiträgen beim Anwender** wie z. B. der Toleranz der Wellenlängenskala des verwendeten Spektralphotometers und anderer Einflüsse auf die Messgenauigkeit (Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, etc.). Weiterführende Literatur zur Berechnung der Messunsicherheit finden Sie im Kapitel 9 dieser Handhabungshinweise.



Dokumentation mit Zielwertkarte

„Die Dokumentation der Messergebnisse auf der Zielwertkarte gibt eine wertvolle Übersicht und hilft Tendenzen und Abweichungen schnell zu erkennen.“

Birgit Kehl,
Compliance Beauftragte Kalibrierlabor


Regelkarten für optische Referenzmaterialien

Um genaue Messergebnisse zu erhalten, ist es wichtig das Spektralphotometer in regelmäßigen Abständen zu überprüfen und die erhaltenen Messergebnisse zu dokumentieren. Solch eine Dokumentation kann z. B. über Regelkarten erfolgen, in welchen die Messwerte auch graphisch dargestellt werden. Ein Beispiel eines Regelkartentyps ist die unten verwendete Zielwertkarte.

Hier wird der im Hellma Analytics Kalibrierschein angegebene Wert als Zielwert angesetzt. Als Ausschlussgrenze

dient die selbst festgelegte Messunsicherheit (Messunsicherheit aus dem Kalibrierschein zuzüglich eigener Messunsicherheit), d. h. alle gemessenen Werte müssen innerhalb der Spanne der Messunsicherheit liegen, ansonsten liegt eine Außer-Kontroll-Situation vor.

Um Ihnen bei der Auswertung ein Hilfsmittel zur Verfügung zu stellen, können Sie auf unserer Website [https://www.hellma.com/de/hellma/downloads/Format „Tools/Präsentationen“](https://www.hellma.com/de/hellma/downloads/Format%20Tools/Pr%C3%A4sentationen) wählen.



Messung Neutralglasfilter F2 (0,25 Abs)


Messgerät: xxxxx

Werte aus dem Hellma Analytics Kalibrier-Zertifikat:

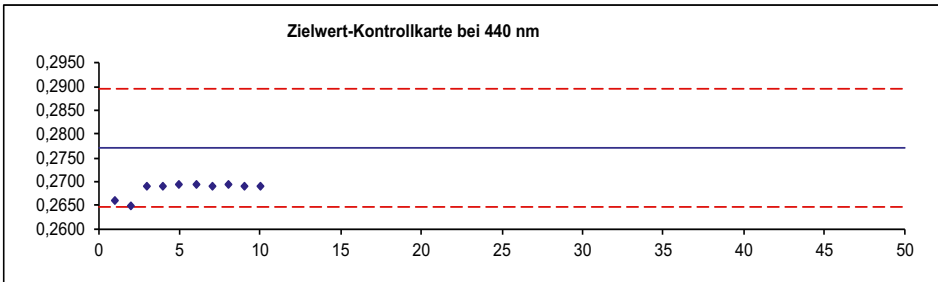
| | | | | | |
|--------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Zielwert: | 0,2771 | 0,2428 | 0,2399 | 0,2545 | 0,2543 |
| obere Ausschlussgrenze: | 0,2895 | 0,2552 | 0,2523 | 0,2669 | 0,2667 |
| untere Ausschlussgrenze: | 0,2647 | 0,2304 | 0,2275 | 0,2421 | 0,2419 |

| Ihre Werte: | Wellenlängen (aus dem Kalibrierschein) | | | | |
|-------------|--|--------|----------|--------|--------|
| Datum | 440 nm | 465 nm | 546,1 nm | 590 nm | 635 nm |
| 19.04.16 | 0,2660 | 0,2500 | 0,2401 | 0,2500 | 0,2588 |
| 09.05.16 | 0,26 | | | | |
| 25.06.16 | 0,26 | | | | |
| 09.08.16 | 0,26 | | | | |
| 13.09.16 | 0,26 | | | | |
| 26.10.16 | 0,26 | | | | |
| 28.11.16 | 0,26 | | | | |
| 20.12.16 | 0,26 | | | | |
| 24.01.17 | 0,26 | | | | |
| 22.02.17 | 0,26 | | | | |

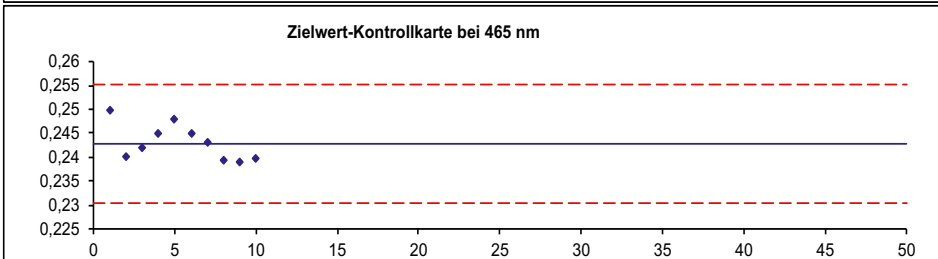
Zielwert-Kontrollkarte F2 (0,25 Abs)



Zielwert-Kontrollkarte bei 440 nm



Zielwert-Kontrollkarte bei 465 nm



0,2950
0,2900
0,2850
0,2800
0,2750
0,2700
0,2650
0,2600

0 5 10 15 20 25 30 35 40 45 50

Flüssigfilter



Messung nach Ph. Eur. und
USP <857> Methode B

10.5 Kalibrierung mit Flüssigfiltern (Streulichtanteil und Auflösungsvermögen)

10.5.1 Vorgehensweise bei der Überprüfung des Streulichtanteils nach Ph. Eur. und USP <857> Methode B sowie Interpretation

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung Ihres Geräteherstellers. Nehmen Sie entsprechend der verwendeten Lösung die von der jeweiligen Pharmakopöe vorgegebene Wellenlänge für diese Lösung (siehe Tabelle Punkt 8; z. B. Kaliumchlorid: 198 nm).
- 3 Wählen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebene Spaltbreite an Ihrem Spektralphotometer aus.
- 4 Führen Sie eine Nullpunkteinstellung (Autozero) durch.
- 5 Die Messung wird in der Regel gegen einen mit Wasser gefüllten Referenzfilter (bei Aceton Messung gegen Luft) durchgeführt. Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung in die Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 6 **Messung im Einstrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie den mitgelieferten Referenzfilter vorsichtig in den Küvettenhalter ein. Starten Sie die Messung. Messen Sie anschließend das optische Referenzmaterial. Ziehen Sie dann den Wert der Referenzmessung vom Wert der Messung mit dem optischen Referenzmaterial ab.
- 7 **Messung im Zweistrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie das optische Referenzmaterial vorsichtig in den Probenhalter und den Referenzfilter in den Referenzprobenhalter ein. Starten Sie die Messung.
- 8 Das Akzeptanzkriterium ist abhängig vom verwendeten Filter und der jeweiligen Pharmakopöe (EP/USP) siehe beigefügte Tabelle:

| Filter / Lösung | Anforderungen Europäische Pharmakopöe Absorption bei Wellenlänge | Anforderungen USP<857> Methode B Absorption bei Wellenlänge |
|------------------------|--|---|
| Kaliumchlorid (12 g/L) | ≥ 2,0 Abs bei 198 nm | ≥ 2,0 Abs bei 198 nm |
| Natriumiodid (10 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 220 nm | ≥ 2,0 Abs bei 220 nm |
| Kaliumiodid (10 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 250 nm | ≥ 2,0 Abs bei 220 nm |
| Aceton (rein) | | ≥ 2,0 Abs bei 300 nm |
| Natriumnitrit (50 g/L) | ≥ 3,0 Abs bei 340 und 370 nm | ≥ 2,0 Abs bei 340 nm |

- 9 Der Lichtanteil (Rest Transmissionswert), welcher bei der jeweils vorgegebenen Wellenlänge gemessen wird, ist Streulicht.

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DES STREULICHTANTEILS

Um den Streulichtanteil realistisch einschätzen zu können, sollte ein Filter gewählt werden, dessen Cut-Off-Wellenlänge möglichst nah oberhalb der benötigten Wellenlänge liegt. Der Test auf Streulicht wird dann bei der Wellenlänge durchgeführt, bei der der Streulichtfilter vollständig absorbiert. Die vom Gerät bei der Messwellenlänge angezeigte Resttransmission entspricht dem Streulichtanteil. Da dieser Wert je nach Eigenschaften des Messsystems unterschiedlich ausfällt, beschränkt sich der Kalibrierschein des Filters auf den Nachweis der Eignung als Streulichtfilter. Es wird bestätigt, dass der Filter im Messbereich eine praktisch vollständige Absorption aufweist und die Flanke zu hohen Transmissionen steil ist.



HINWEIS

Interpretation der Messergebnisse bei der Überprüfung von Streulicht: Um eine Aussage über den Fehleranteil der Probenmessung aufgrund von Streulicht zu machen, setzen Sie den von Ihnen ermittelten Streulichtanteil zu der Signalstärke bei der Probenmessung in Beziehung. Beispielsweise haben Sie bei einem Streulichtwert von 0,1 % Transmission und einer Probe, die eine Absorption von etwa 1 Abs hat, einen Messfehleranteil aufgrund von Streulicht von etwa 0,4 %. Wenn der von Ihnen festgestellte Streulichtanteil wesentlich höher ist als in den Gerätespezifikationen angegeben, prüfen Sie zunächst, ob dieses Ergebnis durch Fremdlicht von außen verfälscht wurde. Kann Fremdlicht ausgeschlossen werden, nehmen Sie bitte Kontakt zu einem Servicetechniker Ihres Geräteherstellers auf.



ZUR INFO

Zusätzlicher Nutzen des Referenzfilters 667-UV12, welcher mit Reinstwasser gefüllt ist: Mit diesem Filter können Sie den unteren Absorptionsbereich Ihres Spektralphotometers überprüfen. Der Absorptionsverlauf des Filters ist oberhalb von 200 nm bis ins NIR praktisch nur durch die Reflexionsverluste an den beiden Glas/Luft-Übergängen bestimmt. Mit den gemessenen Werten bei 198, 200, 300 und 400 nm können Sie die Anzeige Ihres Gerätes bei sehr niedrigen Absorptionswerten überprüfen. Bei deutlichen Abweichungen von den im Kalibrierschein aufgeführten Werten, insbesondere wenn die gemessenen Werte kleiner als 0,02 Abs sind, sollten Sie sich mit dem Kundendienst des Geräteherstellers in Verbindung setzen.

Flüssigfilter



Messung nach
USP <857> Methode A

10.5.2 Vorgehensweise bei der Überprüfung des Streulichtanteils nach USP <857> Methode A sowie Interpretation

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Flüssigfiltern“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass alle im Kalibrierschein des Filters aufgelisteten Werte erfasst werden.
- 3 Wählen Sie möglichst die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer aus.
- 4 Stellen Sie das Spektralphotometer auf eine Wellenlänge von ca. 20 nm oberhalb der Cut-Off-Wellenlänge für den jeweils verwendeten Streulichtfilter mit 10 mm Schichtdicke ein (starten Sie bei Kaliumchlorid (UV1) beispielsweise bei 220 nm) und scannen Sie bis ca. 20 nm unterhalb der Cut-Off-Wellenlänge.
- 5 Führen Sie, wenn möglich, eine Basislinienkorrektur durch.
- 6 Die Messung wird gegen einen mit gleicher Lösung gefüllten Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke durchgeführt. Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung in die Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 7 **Messung im Einstrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie den mitgelieferten Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke vorsichtig in den Küvettenhalter ein. Starten Sie die Messung. Messen Sie anschließend den mit der gleichen Lösung gefüllten Filter mit 10 mm Schichtdicke. Ziehen Sie dann die Werte der Referenzmessung von den Werten der Messung des optischen Referenzmaterials ab.
- 8 **Messung im Zweistrahl-Spektralphotometer:** Setzen Sie den Filter mit 10 mm Schichtdicke vorsichtig in den Probenhalter und den mit der gleichen Lösung gefüllten Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke in den Referenzprobenhalter ein.
- 9 Starten Sie die Messung und scannen Sie einen Bereich von 20 nm um den Cut-Off herum.
- 10 Erfassen Sie den gemessenen maximalen Absorptionswert ΔA .
- 11 Verifizieren Sie ob der erfasste Absorptionswert $\geq 0,7$ Abs ist.
- 12 Verwenden Sie anschließend zur Berechnung des Streulichtanteils die folgende Formel:

$$s_{\lambda} = 0,25 \times 10^{-2\Delta A}$$
 s_{λ} ist der Streulichtwert, in Transmission (T).
 ΔA ist die maximale beobachtete Absorption.
- 13 Verifizieren Sie ob $S_{\lambda} \leq 0,01$ ist.



Messung nach USP <857>
Methode A

667-UV105H Flüssigfilter-Set zur Überprüfung von Streulicht nach USP <857> Methode A

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DES STREULICHTANTEILS

Um den Streulichtanteil realistisch einschätzen zu können, sollte das Filter-Set gewählt werden, dessen Cut-Off-Wellenlänge möglichst nah oberhalb der benötigten Wellenlänge liegt. Der Test auf Streulicht wird dann mit dem geeigneten Filter-Set durchgeführt, bestehend aus einem Streulichtfilter mit 10 mm Schichtdicke und dem zugehörigen Referenzfilter mit 5 mm Schichtdicke, beide Filter sind mit der gleichen Lösung gefüllt. Der mit Hilfe der Formel berechnete Streulichtanteil s_λ entspricht dem Streulichtanteil vom Gerät bei der Messwellenlänge. Da dieser Wert und auch die Lage des Peak-Maximums je nach Eigenschaften des Messsystems unterschiedlich ausfällt, beschränkt sich die Angabe im Kalibrierschein auf den Nachweis der Eignung des Filterpaares als Streulichtfilter nach USP <857> Methode A.

INTERPRETATION DER MESSERGEBNISSE BEI DER ÜBERPRÜFUNG VON STREULICHT

Wenn der von Ihnen festgestellte Streulichtanteil nicht den Vorgabekriterien der USP <857> Methode A entspricht, d. h. die Absorption im Peak-Maximum ist kleiner als 0,7 Abs und der berechnete Streulichtwert bei der Wellenlänge des Peak-Maximums s_λ ist größer als 0,01, so prüfen Sie zunächst, ob ihr Ergebnis durch Fremdlicht von außen zustande kam. Kann Fremdlicht ausgeschlossen werden, nehmen Sie bitte Kontakt zu einem Servicetechniker Ihres Geräteherstellers auf.

Flüssigfilter

10.5.3 Vorgehensweise bei der Überprüfung des Auflösungsvermögens sowie Interpretation

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen zur Kalibrierung mit Flüssigfiltern“ nach Kapitel 10.4.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Spektralphotometer ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass die beiden benötigten Peaks erfasst werden.
- 3 Stellen Sie die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Spektralphotometer ein.
- 4 Führen Sie, wenn möglich, eine Basislinienkorrektur durch.
- 5 Die Messung wird gegen einen mit Hexan gefüllten Referenzfilter durchgeführt. Die Messung gegen Luft ist ebenfalls möglich, sofern das Spektrum bei 300 nm zu Null korrigiert wird. Beachten Sie dabei die allgemeinen Handhabungshinweise für Flüssigfilter. Die Filter sollten immer in der gleichen Orientierung in die Küvettenhalter eingesetzt werden, z. B. immer mit dem Hellma-Schriftzug zur Lichtquelle.
- 6 **Messung im Einstrahlspektralphotometer:** Setzen Sie den mitgelieferten Hexan-Referenzfilter vorsichtig in den Küvettenhalter ein. Starten Sie die Messung. Messen Sie anschließend das optische Referenzmaterial, welches Toluol in Hexan enthält. Ziehen Sie dann die Werte der Referenzmessung von den Werten der Messung des optischen Referenzmaterials ab.
- 7 **Messung im Zweistrahlsspektralphotometer:** Setzen Sie den Flüssigfilter, Toluol in Hexan, vorsichtig in den Probenhalter und den Hexan-Referenzfilter in den Referenzprobenhalter ein. Starten Sie die Messung.
- 8 Messen Sie die Absorptionswerte im tatsächlichen Minimum bei ca. 266 nm und im tatsächlichen Maximum bei ca. 269 nm. (Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden).
- 9 Führen Sie, wenn möglich, nach jeder Änderung der Spaltbreite eine Basislinienkorrektur durch.
- 10 Bilden Sie den Quotienten aus den beiden gemessenen Werten wie auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegeben.



MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DES AUFLÖSUNGSVERMÖGENS

Bei der Messung des Auflösungsvermögens wird der Lichtstrahl des Spektralphotometers durch den eingesetzten Flüssigfilter in einem schmalen Wellenlängenband (5 nm) deutlich unterschiedlich absorbiert. Der Filter zeigt ein deutliches Maximum und Minimum innerhalb des schmalen Bandes. Nach Einsatz des Flüssigfilters in das Spektralphotometer wird das Scanprogramm im definierten Wellenlängenbereich durchgeführt, das gemessene Peak-Maximum bei $\lambda_{\max} = 269$ nm wird durch das gemessene Peak-Minimum bei $\lambda_{\min} = 266$ nm dividiert. Der sich ergebende Quotient zeigt das Absorptionsverhältnis, welches im direkten Zusammenhang zur Spaltbreite steht. Weicht der Quotient deutlich (z. B. 15 %) nach unten ab, sollte Kontakt mit dem Hersteller des Gerätes aufgenommen werden. Beachtet werden muss jedoch, dass das Ergebnis auch von den Messbedingungen abhängt; so sollte insbesondere bei kleinen Spaltbreiten eine ausreichend große Integrationszeit gewählt werden.

INTERPRETATION DER MESSERGEBNISSE BEI DER ÜBERPRÜFUNG DES AUFLÖSUNGSVERMÖGENS

Es können sich aus den Regelwerken oder internen Anwendungen und Messverfahren Anforderungen an den zu erreichenden Quotienten ergeben. Des Weiteren kann durch den Vergleich der ermittelten Quotienten mit den Werten im Kalibrierschein ein Anhaltspunkt für die tatsächliche Spaltbreite des verwendeten Gerätes gewonnen werden.

ANMERKUNG

Die USP<857> fordert, dass die Spaltbreite des verwendeten Spektralphotometers bei 2 nm oder kleiner liegen sollte, bzw. der berechnete Quotient zwischen Maximum und Minimum nicht kleiner als 1,3 ist.

ÜBERSICHT: ABSORPTIONSVERHÄLTNISS PEAKMAXIMUM/PEAKMINIMUM IN ABHÄNGIGKEIT DER SPALTBREITE

| SPALTBREITE | ABSORPTIONSVERHÄLTNISS (BEISPIEL) |
|-------------|-----------------------------------|
| 0,5 | 2,2 |
| 1,0 | 2,0 |
| 2,0 | 1,4 |
| 3,0 | 1,1 |

(siehe: Standards and Best Practice in Absorption Spectrometry, edited by C. Burgess & T. Frost)



ZUR INFO

Bitte beachten Sie, dass der Filtersatz zur Bestimmung des Auflösungsvermögens nicht unserem Akkreditierungsumfang* unterliegt und ihm deshalb kein DAkkS-Kalibrierschein* und keine Kalibriermarke zugeordnet werden kann.

* Durch die DAkkS nach DIN EN ISO/IEC 17025 akkreditiertes Kalibrierlabor. Die Akkreditierung gilt nur für den in der Urkundenanlage D-K-18752-01-00 aufgeführten Akkreditierungsumfang.

Referenzplatten

10.6 Allgemeine Handhabungshinweise für Referenzplatten

Die Referenzplatten besitzen mit Metallionen bzw. Seltenen Erden dotierte Gläser, die spannungsfrei in den schwarz eloxierten Präzisionsrahmen aus Aluminium montiert wurden. Sie sind so konstruiert, dass sie in **Mikrotestplatten-Reader** passen. Zur eindeutigen Identifizierung ist auf jeder Referenzplatte der Referenzplattentyp und die Seriennummer eingraviert. Die für den jeweiligen Filter ermittelten Werte der Absorption bzw. der Peaklagen können dem dazugehörigen Kalibrierschein entnommen werden. Achten Sie bitte darauf, die Glasflächen der Filter nicht zu berühren. Schmutz und Staub sowie Beschädigungen können deutliche Verfälschungen der Messergebnisse zur Folge haben. Der eloxierte Aluminiumrahmen sollte nicht mit Säuren oder Laugen in Berührung kommen.

LAGERUNG / TRANSPORT

Es wird empfohlen, die Referenzplatte nach Gebrauch in der mitgelieferten Verpackung an einem trockenen, staubfreien lichtgeschütztem Ort zu lagern.

Lagerung: rel. Feuchte nicht kondensierend bei Temperaturen von 4 - 40 °C.

Transport: rel. Feuchte nicht kondensierend bei Temperaturen von 4 - 40 °C, kurzzeitige Überschreitungen sind zulässig.

SONSTIGE EINFLÜSSE AUF DIE MESSUNG

Schmutz (z. B. Fingerabdrücke) und Staub sowie Beschädigungen (Kratzer, Korrosion) der Glasflächen können deutliche Verfälschungen der Messwerte zur Folge haben. Bewahren Sie die Referenzplatte immer in der mitgelieferten Verpackung auf und vermeiden Sie jede Verunreinigung der optischen Fenster. Fassen Sie die Referenzplatte immer nur am Rahmen an.

REINIGUNG

Der regelmäßige Gebrauch hinterlässt häufig Verschmutzungen auf den optischen Oberflächen. Entfernen Sie diese am besten mit einem fusselfreien Tuch und etwas Alkohol.

TEMPERATUREINFLUSS AUF DIE MESSUNG

Der Temperatureinfluss auf die Messwerte ist sehr gering und liegt zwischen 20 °C und 24 °C innerhalb der im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit. Führen Sie die Messungen in diesem Bereich durch, um einen möglichen Temperatureinfluss auf die Messung gering zu halten.

10.7 Kalibrierung mit Referenzplatten

10.7.1 Vorbereitungen

- 1 Der Mikrotestplatten-Reader sollte solange aufwärmen, bis eine konstante, richtige Betriebstemperatur erreicht wird z. B. eine Stunde. Beachten Sie hierzu auch die Hinweise Ihres Geräteherstellers.
.....
- 2 Führen Sie zunächst eine Basislinienkorrektur mit leerem Probenraum durch.
.....
- 3 Überprüfen Sie die richtige Messposition der Referenzplatte im Strahlengang, indem Sie zunächst die Fenster ohne Glas (in der Regel Spalte 1 und 2) messen. Die Seriennummer der Referenzplatte muss oben sichtbar sein.
.....
- 4 Prüfen Sie, ob die Anzeige des Gerätes unverändert geblieben ist. Bei Mikrotestplatten-Readern mit sehr großem Strahl ist es möglich, dass der Messstrahl am Fensterrahmen streift. In diesem Fall werden Sie eine veränderte Anzeige am Gerät feststellen.
→ Verändern Sie, wenn nötig, die Positionierung des Referenzplattenhalters, bis der Lichtstrahl ungehindert durch die Leer-Fenster geht.
→ Die Referenzplatte ist richtig positioniert, wenn sich die Anzeigenwerte der in Schritt 2 (Basislinienkorrektur) vorgenommenen Nulleinstellung nicht verändern.
.....
- 5 Führen Sie die Messung der Referenzplatte genauso sorgfältig wie eine Probenmessung bei geschlossenem Probenraum durch (ein geöffneter Probenraum verfälscht die Ergebnisse).
.....

Referenzplatten

10.7.2 Vorgehensweise bei der Überprüfung der photometrischen Genauigkeit mit Referenzplatten

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.7.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Wellenlängen-Auswahlprogramm an Ihrem Mikrotestplatten-Reader ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Verwenden Sie die im Kalibrierschein genannten Wellenlängen.
- 3 Stellen Sie die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Mikrotestplatten-Reader ein. Ist dies nicht möglich, wählen Sie die Integrationszeit nicht zu kurz aus.
- 4 Führen Sie eine Nullpunkteinstellung (Autozero) durch.
- 5 Legen Sie die Referenzplatte in den Plattenhalter. Achten Sie darauf, dass die Kennzeichnung der Referenzplatte auf der Oberseite sichtbar ist. Die Referenzplatte muss immer in der gleichen Orientierung in den Plattenhalter eingesetzt werden.
- 6 Starten Sie das Programm zur Messung der Absorptionswerte bei den auf dem Kalibrierschein angegebenen Wellenlängen – gemessen werden die mit Neutralgläsern belegten Positionen.
- 7 Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
- 8 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den im Kalibrierschein angegebenen Werten.

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER PHOTOMETRISCHEN GENAUIGKEIT

Grundsätzlich können Referenzplatten auch mit einer von den Angaben im Kalibrierschein abweichenden Spaltbreite ausgemessen werden. Bei großen Spaltbreiten ist jedoch damit zu rechnen, dass leichte Abweichungen zu den im Kalibrierschein festgehaltenen Werten entstehen. Des Weiteren kann eine zu große Strahlbreite zum Streifen des Strahls am Rahmen und somit zu verfälschten Messergebnissen führen. Deshalb sollte im Zweifelsfall immer eine möglichst kleine Spaltbreite gewählt werden. Optimal wird über mehrere Messungen gemittelt, um Fehler bei der Auswertung zu vermeiden.



Zusammensetzung der Messunsicherheit

„Die Messunsicherheit setzt sich insbesondere aus der gerätespezifischen Messabweichung des verwendeten Spektralphotometers sowie den im Kalibrierschein aufgelisteten Messunsicherheiten zusammen.“

Thomas Brenn,
Produktmanager

10.7.3 Vorgehensweise bei der Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit mit Referenzplatten

- 1 Führen Sie zunächst die „Vorbereitungen“ nach Kapitel 10.7.1 durch.
- 2 Stellen Sie das Scanprogramm an Ihrem Mikrotestplatten-Reader ein. Beachten Sie dazu die Hinweise in der zugehörigen Bedienungsanleitung. Wählen Sie die Grenzen des Scanbereichs so, dass alle im Kalibrierschein des Filters aufgelisteten Peaks erfasst werden.
- 3 Stellen Sie die auf dem mitgelieferten Kalibrierschein angegebenen Messparameter an Ihrem Mikrotestplatten-Reader ein. Wählen Sie eine möglichst langsame Scangeschwindigkeit und ein kleines Datenintervall.
- 4 Führen Sie, wenn möglich, eine Basislinienkorrektur durch.
- 5 Legen Sie die Referenzplatte in den Plattenhalter. Achten Sie darauf, dass die Kennzeichnung der Referenzplatte auf der Oberseite sichtbar ist. Die Referenzplatte muss immer in der gleichen Orientierung in den Plattenhalter eingesetzt werden.
- 6 Starten Sie die Messung der mit Holmiumglas belegten Positionen (in der Regel Spalte 11 + 12).
- 7 Ermitteln Sie die Lage der Peaks bei den auf dem Kalibrierschein genannten Wellenlängen.
- 8 Führen Sie mehrere Messungen durch und mitteln Sie Ihre gemessenen Werte, um Fehler zu vermeiden.
- 9 Vergleichen Sie die erhaltenen Messwerte mit den im Kalibrierschein angegebenen Werten.

MESSPARAMETER BEI DER ÜBERPRÜFUNG DER WELLENLÄNGENGENAUIGKEIT

Bei der Aufnahme der Absorptionskurve zur Ermittlung der Peaklagen ist auf die richtige Wahl der Messparameter des Gerätes zu achten. Falsch eingestellte Parameter können zu einer Verzerrung der Absorptionskurve führen und damit eine Verschiebung der wahren Peaklagen zur Folge haben. Die richtigen Einstellungen entnehmen Sie bitte dem beiliegenden Kalibrierschein. Es ist zu beachten, dass eine Veränderung der Spaltbreite des Mikrotestplatten-Readers zu leichten Verschiebungen der Absorptionsmaxima führen kann. Der Einfluss der spektralen Bandbreite im Bereich von 1 nm bis 2 nm auf die Peaklage ist zu vernachlässigen. Allerdings variiert die Höhe der Peaks aufgrund ihrer Schmalbandigkeit stark mit einer Änderung der Spaltbreite. Filter zur Überprüfung der Wellenlängengenauigkeit können daher in der Regel nicht zur Überprüfung der Absorptionsgenauigkeit verwendet werden.

INTERPRETATION DER MESSERGEBNISSE BEI REFERENZPLATTEN ZUR ÜBERPRÜFUNG DER PHOTOMETRISCHEN GENAUIGKEIT UND DER WELLENLÄNGENGENAUIGKEIT

Die auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten beschreiben nur die Messungen bei Hellma Analytics und gelten nur für die dort vorliegenden Messbedingungen (für das verwendete Spektralphotometer, Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, verwendete Referenzmaterialien etc.).

Die kleinstmögliche beim Anwender zu erreichende Messunsicherheit ergibt sich dann durch die statistische Kombination der auf dem Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheit zuzüglich allen Unsicherheitsbeiträgen beim Anwender wie z. B. der Toleranz der Wellenlängenskala des verwendeten Mikrotestplatten-Readers und anderer Einflüsse auf die Messgenauigkeit (Umwelteinflüsse wie z. B. Temperatur und Luftfeuchtigkeit, Bedienerinfluss, etc.). Weiterführende Literatur zur korrekten Berechnung der Messunsicherheit finden Sie im Kapitel 9 dieser Handhabungshinweise.

ASIA

Hellma Asia Pte Ltd
1 Commonwealth Lane
#09-33 One Commonwealth
Singapore 149544
Singapore
phone +65 6397 4138
info.asia@hellma.com

EUROPE

Hellma GmbH & Co. KG
Klosterrunsstraße 5
79379 Müllheim
Germany
phone +49 7631 182 1010
info.de@hellma.com

Hellma Benelux BVBA
Hogen Akkerhoekstraat 14
9150 Kruibeke
Belgium
phone +32 3 877 33 27
info.be@hellma.com

Hellma France S.A.R.L.
35 rue de Meaux
75019 Paris
France
phone +33 1 42 08 01 28
info.fr@hellma.com

Hellma Italia S.r.l.
Via Gioacchino Murat, 84
20159 Milano
Italy
phone +39 02 261 164 19
info.it@hellma.com

Hellma Schweiz AG
Furtbachstrasse 17
8107 Buchs ZH
Switzerland
phone +41 44 918 23 79
info.ch@hellma.com

Hellma UK LTD
Cumberland House
24-28 Baxter Avenue
Southend on Sea,
Essex SS2 6HZ
United Kingdom
phone +44 1702 335 266
info.uk@hellma.com

THE AMERICAS

Hellma USA INC.
120 Terminal Drive
Plainview, NY 11803
USA
phone +1 516 939 0888
info.us@hellma.com

Hellma Canada Ltd.
7321 Victoria Park Avenue,
Unit 108
Markham, Ontario L3R 2Z8
Canada
phone +1 905 604 5013
info.ca@hellma.com

**Auf unserer Website finden
Sie weitere Adressen.**
www.hellma.com/kontakt

Sprechen Sie uns an, wir beraten Sie gerne.



+49 7631 182 1010

SALES.ANALYTICS@HELLMA.COM