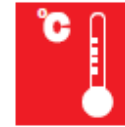




Spaelti-TS AG



Temperatur



Volumen



Kalibrierung

Messunsicherheit Volumen mittels Kolbenhubpipetten

Autor: Christoph Spälti

30.Sept. 2011

Adresse: Wiesenstrasse 13

Tel 056 223 33 77

E-Mail info@spaelti-ts.ch

CH-5412 Gebenstorf

Fax 056 223 33 70

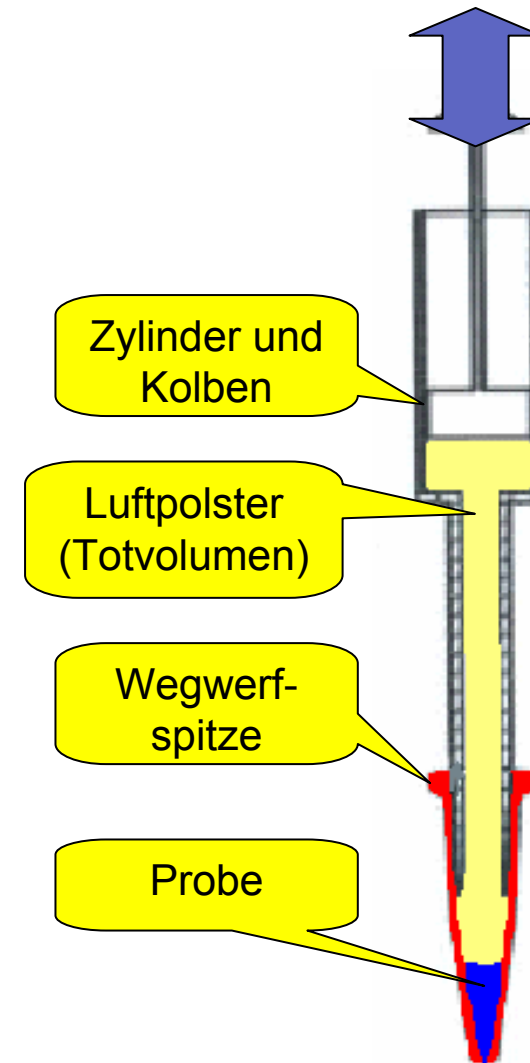
www.spaelti-ts.ch



■ Die Kolbenhubpipette: ein Präzisionsmessinstrument

■ Messprinzip:

- Mit dem Kolben wird die Probe in die Wegwerfspitze eingezogen. Durch Kolbendurchmesser und Weg ist das Volumen bestimmt.
- Die eingezogene Probe wird in ein Wägegefäss abgegeben und das Gewicht der Probe bestimmt.
- Das Gewicht wird anhand vom spezifischen Gewicht von Wasser in Volumen umgerechnet.



Messunsicherheit Volumen mittels Kolbenhubpipetten



Spaelti-TS AG



Spaelti-TS AG



Von der Schweizerischen Akkreditierungsstelle akkreditierte Kalibrierstelle
Laboratoire d'étalonnage accrédité par le Service d'Accréditation Suisse
Calibration Laboratory accredited by the Swiss Accreditation Service

Akkreditierungs-Nr.
No d'accréditation
Accreditation No. **SCS 109**

The Swiss Accreditation Service is one of the signatories to the EA Multilateral Agreement for the recognition of calibration certificates

Zertifikat Nr.
No du certificat
Certificate No. **11_0636A**

Seite
Page **1** von de of **2** Seiten
pages

Kunde
Client
Customer **Spaelti-TS AG
Christoph Spälti
Wiesenstrasse 13
CH-5412 Gebenstorf**

Auftrags-Nr., Datum
No de commande, date **17.03.11**

SCS KALIBRIERZERTIFIKAT CERTIFICAT D'ETALONNAGE CALIBRATION CERTIFICATE SCS

Gegenstand Objet Object	Pipette Variabel		
Hersteller Fabricant Manufacturer	Eppendorf		
Typ Type Model	Reference 10 bis 100 µl		
Serien-Nr. N° de série Serial No	1833824		
Bemerkungen Remarques Remarks	Interne Nummer: Spä_352		
Datum der Kalibrierung Date de l'étalonnage Date of calibration	17.03.11 15:08:56		
Dieses Kalibrierzertifikat dokumentiert die Rückverfolgbarkeit auf nationale Normale zur Darstellung der physikalischen Einheiten (3).			
Ce certificat d'étalonnage confirme le recourcement aux étalons nationaux qui matérialisent les grandeurs physiques (3).			
This calibration certificate documents the traceability to national standards, which realize the physical units of measurements (3).			
Messergebnisse, Messunsicherheiten mit Vertrauensbereich und Messverfahren sind auf den folgenden Seiten aufgeführt und sind Teil des Zertifikates.			
Les résultats, les incertitudes avec le niveau de confiance et les méthodes de mesure sont données aux pages suivantes et font partie du certificat.			
The measurements, the uncertainties with confidence probability and calibration methods are given on the following pages and are part of the certificate.			
Leiter der Kalibrierstelle Chef du laboratoire d'étalonnage Head of the Calibration Laboratory	Christoph Spälti	Für die Prüfung Pour l'étalonnage For the calibration	
Stempel Datum Timbre et date Stamp and date	Spaelti-TS AG CH-5412 Gebenstorf 17.03.11	S. Finkbeiner Susanne Finkbeiner	

Der Inhalt dieses Zertifikates darf nur in vollständiger Form veröffentlicht oder weitergegeben werden.
La publication ou la reproduction de ce certificat n'est autorisée que dans sa forme intégrale.
This certificate shall not be published or reproduced other than in full.

Wiesenstrasse 13
CH - 5412 Gebenstorf
Tel +41 (0)56 223 33 77 Fax +41 (0)56 223 33 70 E-Mail: info@spaelti-ts.ch

Version: 00-100-02: 5.8.09



Spaelti-TS AG



Von der Schweizerischen Akkreditierungsstelle akkreditierte Kalibrierstelle
Laboratoire d'étalonnage accrédité par le Service d'Accréditation Suisse
Calibration Laboratory accredited by the Swiss Accreditation Service

Akkreditierungs-Nr.
No d'accréditation
Accreditation No. **SCS 109**

The Swiss Accreditation Service is one of the signatories to the EA Multilateral Agreement for the recognition of calibration certificates

Zertifikat Nr.
No du certificat
Certificate No. **11_0636A**

Seite
Page **2** von de of **2** Seiten
pages

Messbedingungen
Conditions de mesure
Conditions of measuring Die Prüfung erfolgte gemäss EN ISO 8655-6:2002 gravimetrische Prüfverfahren. Am Prüfling war das Schälvolumen eingestellt. Die durch den Prüfling aus einem Vorratsgefäss aufgenommene bioestillierte Wassermenge wurde in das Wäggefäss zugegeben.

Das von der Waage ausgegebene Gewicht in g wurde mit dem Faktor Z in µl umgerechnet. Der Faktor Z gemäss EN ISO 8655-6:2002 bezieht sich auf die Dichte von Wasser bei 20°C. Es wurden vom Hersteller empfohlene Original-Spitzen verwendet.

Umgebungsbedingungen Conditions de l'environnement Conditions of environment	Temperatur Temperature Temperature 23.6 °C	Feuchte Humidité Moistress 50 %r.H
	Luftdruck Pression atmosphérique Barometric pression 980 hPa	Korrekturfaktor Z Valeur de correction Z Correction factor Z 1.0036 µl/g

Referenzprüfmittel
Equipment of reference
Equipment used
Spä_177 Waage Mettler Toledo AT261 DeltaRange SN:1116073620
Spä_218 Hygrometer Elpro ECOLOG TH1 SN:52387 & 200619021

Messergebnisse Résultats mesurés Measured results	Sollvolumen in µl	Mittelwert in µl	Messunsicher- heit in % 2.54	Messabweichung in % Systematisch zufällig 2.24 0.15	Hersteller-Fehlergrenzen in % Systematisch zufällig Konform 2.50 0.70		
50	50.21	0.58	0.41	0.08	0.80	0.30	<input checked="" type="checkbox"/>
100	100.40	0.63	0.40	0.12	0.80	0.15	<input checked="" type="checkbox"/>

Messunsicherheiten
Incertitudes
Uncertainties Die angegebene erweiterte Messunsicherheit ist die Standardunsicherheit multipliziert mit einem Erweiterungsfaktor k=2, was bei einer Normalverteilung einem Vertrauensniveau von etwa 95% entspricht.

Bemerkungen
Remarques
Remarks Der Mittelwert wurde aus 4 Einzelwerten berechnet.

Der Inhalt dieses Zertifikates darf nur in vollständiger Form veröffentlicht oder weitergegeben werden.
La publication ou la reproduction de ce certificat n'est autorisée que dans sa forme intégrale.
This certificate shall not be published or reproduced other than in full.

Wiesenstrasse 13
CH - 5412 Gebenstorf
Tel +41 (0)56 223 33 77 Fax +41 (0)56 223 33 70 E-Mail: info@spaelti-ts.ch

Version: 00-100-02: 5.8.09



■ Auszug aus dem Kalibrierzertifikat:

Messergebnisse Résultats mesurés Measured results	Sollvolumen	Mittelwert	Messunsicher	Messabweichung in %		Hersteller-Fehlergrenzen in %		
	in µl	in µl	-heit in %	Systematisch	zufällig	Systematisch	zufällig	Konform
	10	10.22	2.54	2.24	0.15	2.50	0.70	<input checked="" type="checkbox"/>
	50	50.21	0.58	0.41	0.08	0.80	0.30	<input checked="" type="checkbox"/>
	100	100.40	0.63	0.40	0.12	0.80	0.15	<input checked="" type="checkbox"/>

Messunsicherheiten
Incertitudes
Uncertainties

Die angegebene erweiterte Messunsicherheit ist die Standardunsicherheit multipliziert mit einem Erweiterungsfaktor $k=2$, was bei einer Normalverteilung einem Vertrauensniveau von etwa 95% entspricht.



■ Die korrekte Bedienung ist Voraussetzung für eine genaue Dosierung

Fehler	Auswirkung
Pipette tropft, ist undicht <ul style="list-style-type: none"> • Lose Spitze, ungeeignete Spitze • Zerkratzter Arbeitskonus • Dichtungen undicht 	Abweichung vom Sollvolumen 1% bis 50%
Ungleichmässige Kraftverlauf <ul style="list-style-type: none"> • Ungleichmässiges durchdrücken • Ungleicher Rhythmus • Hubknopf schwergängig 	Abweichung vom Sollvolumen bis 1.5%
Pipette schräg gehalten	Es wird ein <u>grösseres</u> Volumen abgegeben 0.5% bis 1% vom Sollvolumen
Temperaturunterschiede zwischen Gerät/Umgebung und Probe	Es wird ein <u>kleineres</u> Volumen abgegeben bis 0.3%/°C Beispiel: Pipette 22°C / Probe 4°C: es wird ca. 5.4% weniger als das eingestellte Sollvolumen abgegeben
Pipette nicht <u>vorbefeuchtet</u>	Fehlergrenzen werden nicht eingehalten, bis 3% vom Sollvolumen
<u>Aenderung</u> der Luftfeuchtigkeit im Labor	Fehlermöglichkeit bis 3% vom Sollvolumen Abhilfe: <u>Spitzen vorbefeuchten</u>
Geographische Lage / <u>Aenderung</u> des Luftdruckes	Einfluss gering, < 0.1% bis auf <u>ca</u> 1000müM
Abweichung der Dichte der zu <u>pipettierenden</u> Flüssigkeit von der Dichte des bei der Justierung verwendeten Wassers	Bis 1.0% Fehlereinfluss Beispiel: $\rho = 1.1\text{g/cm}^3$ ergibt einen Fehler von -0.4% vom Sollvolumen
Abweichung des Dampfdruckes der zu <u>pipettierenden</u> Flüssigkeit zum Dampfdruck von Wasser bei der Justierung	Abweichung von bis zu 2% vom Sollvolumen
Viskosität / Fließverhalten / Benetzungseigenschaft der zu <u>pipettierenden</u> Flüssigkeit	Abweichung durch Testmessungen ermitteln



■ Wenn die Pipette „ISO 8655 Konform“ ist, können folgende Unsicherheitsbeiträge eingesetzt werden:

- | | | |
|-----------------------|-------------|--------------------------|
| ■ 10µl Nennvolumen | +/- 0.28 µl | +/- 2.8% vom Nennvolumen |
| ■ 100 µl Nennvolumen | +/- 1.4 µl | +/- 1.4% |
| ■ 1000 µl Nennvolumen | +/- 14 µl | +/- 1.4% |
| ■ 5000 µl Nennvolumen | +/- 70 µl | +/- 1.4% |
| ■ Multipipette 100 µl | +/- 2.7 µl | +/- 2.7% |
- Die Unsicherheit berechnet sich aus dem systematischen + (2 x Zufälligen) Fehlergrenzwerten
 - Die Unsicherheit ist die Standardunsicherheit k=2, Vertrauensniveau 95%
 - Sie beinhaltet:
 - Unsicherheiten aus Konstruktion, Produktion und Fertigung der Pipette
 - Unsicherheiten aufgrund der Justierung
 - Unsicherheiten beim Handling durch den Anwender, vorausgesetzt er beachtet die möglichen Fehlereinflüsse.

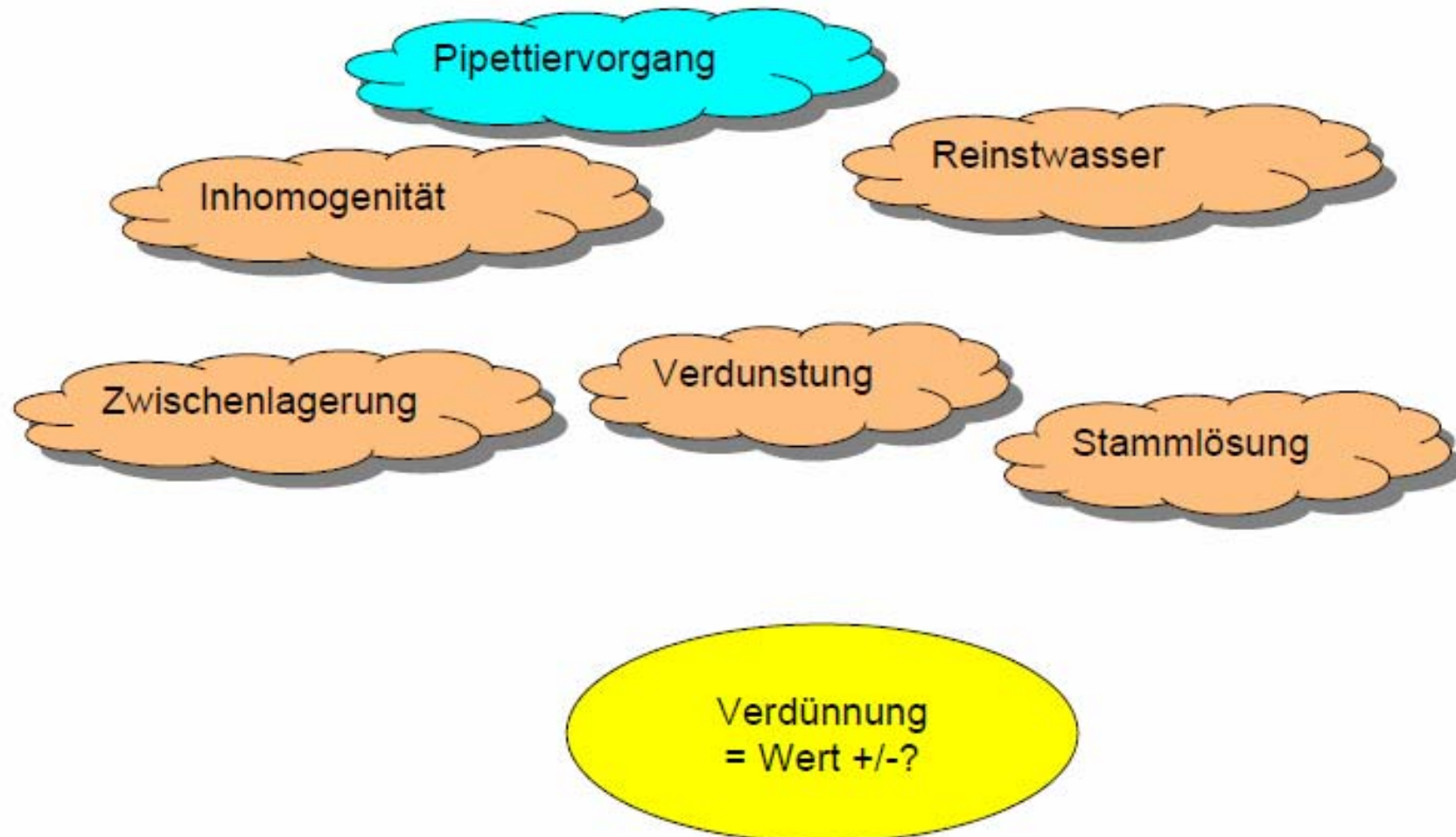


■ Messunsicherheitsbudget einer Verdünnungsreihe

- Ein Stammlösung (ST) enthält 10 % Substanz X
- Es wird eine Verdünnung mit Wasser auf 1 % hergestellt, indem mit einer 100 μ l Pipette 100 μ l Stammlösung und mit einer 1000 μ l Pipette 900 μ l Reinstwasser in ein Probengefäss pipettiert wird.

■ Eingangswerte

- Ein Stammlösung (ST) enthält 10 % Substanz X, Unsicherheit +/- 1%
- Pipette A 100 μ l Nennvolumen, Unsicherheit von 1.4% vom Nennvolumen
- Pipette B 1000 μ l Nennvolumen, Unsicherheit 1.4% vom Nennvolumen
- Reinstwasser mit einer Verunreinigung von < 0.01%
- Inhomogenität der Stammlösung wird mit 2.5% geschätzt
- Haltbarkeit der Stammlösung bei 20°C ist 14 Tage
- Verdunstung der Stammlösung 10 μ l/Std
- Verdunstung vom Wasser ist 20 μ l/Std





	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P
12	Messunsicherheitsbudget															
13	Grösse	Nennvolumen	Schätzwert	Halbe Weite der Verteilung		Wahrscheinlichkeitsverteilung		Teiler	Standardmessunsicherheit		Empfindlichkeitskoeffizient		Unsicherheitsbeitrag		Bemerkung	
14	Xi		xi	a		P(xi)		k	u(Xi)		ci		ui(y)			
15																
16	Stammlösung															
17	St	100 ul	10 ul	1 %		Normal		2	0.5 ul		1		0.50000 ul		K=2	
18	δV(Pipette A 100ul)			1.4 %		Normal		2	0.07 ul		1		0.07000 ul		K=2	
19	δV(Inhomogen)			2.5 %		Rechteck		1.73205	0.14434 ul		1		0.14434 ul			
20	δV(Lagern)		0.50 Std	14 Tage		Rechteck		1.73205	0.02976 ul/Std		0.01488 1/Std		0.00044 ul			
21	δV(Verdunsten)		0.50 Std	10 ul/Std		Rechteck		1.73205	0.04167 ul/Std		0.02083 1/Std		0.00087 ul			
22	V1 enthält Stammlösung			10 ul							u(V1)		0.71565 ul			
23																
24	Wasser															
25	δV(Wasser)	100 ul	90 ul	0.01 %		Normal		2	0.005 ul		1		0.00500 ul		K=2	
26	δV(Pipette A 100ul)			1.4 %		Normal		2	0.7 ul		1		0.70000 ul		K=2	
27	δV(Inhomogen)			2.5 %		Rechteck		1.73205	1.29904 ul		1		1.29904 ul			
28	δV(Verdunsten)		0.50 Std	20 ul/Std		Rechteck		1.73205	0.18750 ul/Std		0.09375 1/Std		0.01758 ul			
29	V1 enthält Wasser aus ST			90 ul							u(V1)		2.02162 ul			
30																
31	Wasser															
32	δV(Wasser)	1000 ul	900 ul	0.01 %		Normal		2	0.05 ul		1		0.05000 ul		K=2	
33	δV(Pipette B 1000ul)			1.4 %		Normal		2	7 ul		1		7.00000 ul		K=2	
34	δV(Verdunsten)		0.50 Std	20 ul/Std		Normal		2	1.87500 ul/Std		0.93750 1/Std		1.75781 ul			
35	V1 enthält Wasser			900 ul							u(V1)		8.80781 ul			
36																
37	Zusammenfassung Verdünnung 1															
38	Anteil Wasser		990 ul	max	1000.83 ul		min	979.17 ul		u(Wasser)		10.82943 ul				
39	Anteil ST		10 ul	max	10.72 ul		min	9.28 ul		u(ST)		0.71565 ul				
40				max	1.09 %		min	0.93 %		uy		0.08 %				
41	Stammlösung verdünnt V1			1.01 %							K=2 uy		0.17 %			
42																