همایش کالیبراسیون حجمی دستگاه ها

برگزارکننده: معاونت غذا و دارو دانشگاه علوم پزشکی تهران

محل برگزاری: دانشکده طب سنتی دانشگاه تهران

تاریخ برگزاری: پنجم مرداد ۱۳۹۰

آموزش دهنده: مهندس رضوانی از شرکت فرتاش داد

کالیبراسیون (بدست آوردن خطای یک وسیله (وسیله ای که برای اندازه گیری استفاده می شود)):

مبانی مترولوژی:

هر کمیتی که اندازه گیری می شود مثلاً دما، جرم، حجم خروجی است که به آن measurand (اندازه ده) می گویند. این کمیت یک عدد دارد که به آن measurand result یا نتیجه اندازه گیری می گویند. نتیجه اندازه گیری با واحد یا یکا (unit) بیان می شود مانند $^{\circ}C$

میانگین ، تخمین بهتری از نتیجه اندازه گیری خواهد بود.

$$\bar{y} = \frac{y_1 + y_2 + y_3 + \ldots y_n}{N}$$

–عبارت resolution زینه یا زینه بندی / تفکیک پذیری یا ریز نگری

به کوچکترین تقسیم بندی یک وسیله، زینه می گویند . مثلاً ترازویی که زینه آن ۰/۰۰۱ گرم است (نه دقت پس این دقت نیست بلکه زینه ترازو است . دقت یک ویژگی کیفی است نه کمی)

Tolerance(رواداری) $۵۰\pm۰/۰۳$

ماکسیمم خطایی که یک دستگاه تعریف و خودش قبول می کند که با عبارت ($\pm$) تعریف می شود در صورتی که خطا گزارش نشود نصف زینه را خطا می گیرند مثلا دماسنجی که زینه آن $^{\circ}C$ ۱ است خطای آن می شود

$۵۰\pm۰/۰۳$

خطا با عدم قطعیت (u) تفاوت دارد uncertainty

در یک فرآیند مجموع خطاهای وسایل مختلفی که حین فرآیند استفاده می شود خطای فرآیند یا خطای نتیجه نهایی نامیده می شود .

–Rang(گستره)

به حدابتدایی و انتهایی اندازه گیری یک وسیله می گویند مثلا دماسنجی از $^{\circ}C$ ۲۰– تا $^{\circ}C$ ۱۲۰ می تواند اندازه گیری کند ، گستره آن می شود ۲۰–تا $۱۲۰^{\circ}C$

–Span گستردگی یا بهینه

به قدر مطلق حد بالایی دستگاه منهای حد پائینی دستگاه می گویند

گستردگی = $|$حد پایینی – حد بالایی$|$

–خطا error

عواملی که تاثیر گذار بر یک فرآیند اندازه گیری هستند ایجاد خطا در نتیجه اندازه گیری می کنند.

$e = y_i - y$

y_1= نتیجه اندازه گیری

y= مقداری که باید باشد

عوامل خطاها می توانند محیطی باشند یا توسط اپراتور باشند

e_s خطای سیستماتیک یا نظامند: خطایی که در گواهی کالیبراسیون بیان می شود e_s است $e_s=\bar{y}-y$

er خطای تصادفی یا رندوم : $e_r = y_i - \bar{y}$

e خطا: مجموع خطای رندوم و سیستماتیک است به e خطای مطلق هم گفته می شود که یکاهم دارد

$e = e_s + er$

$e_{نسبی} = \frac{y_1 - y}{y}$

e_s نسبی $\frac{\bar{y}-y}{y}$

$e_{r\,نسبی} = \frac{y_i - \bar{y}}{y}$

اگر خطا در صد ضرب شود می شود درصد خطا واگر در قدر مطلق گذاشته شود می شود قدر مطلق خطا

دقت: نزدیکی چند تکرار اندازه گیری Precision

صحت یا درستی: نزدیکی : نزدیکی به مقدار واقعیaccurancy

صحت و دقت دو عبارت کیفی هستند و به آنها عدد نمی دهند

برای دقت از هر شاخص پراکندگی می شود استفاده کرد مانند R,Sd یا CiVi

$CV = \frac{sd}{m}$

$sd = \sqrt{\frac{(y1-\bar{y})^2}{n-1}}$

عدم صحت inaccurancy همان خطای سیستماتیک است

در مترولوژی مرجع ISO است.

A در کاتولوگ دستگاه ها همان Accuracy یا همان خطای سیستماتیک است.

Repeatability تکرار پذیری:

به دقت یا نزدیکی خروجی های یک اندازه گیری در شرایط یکسان تکرار پذیری می گویند

تجدید پذیری: نزدیکی خروجی ها در شرایط تغییر کرده

Bias یا بایاس: همان خطای سیستماتیک وسیله است . خطای سیستماتیک اندیکاتور وسیله که به صورت درصد هم گاهی بیان می شود.

driftt یا انحراف: مثلا عقربه یک وسیله به مرور زمان به سمتی برود. drift میتواند مثبت یا منفی باشد

بعضی اصطلاحات نوشته شده روی وسایل شیشه ای بر اساس ISO 17025

– EXبه معنی Td یا to deliver در انتقال

–iN به معنی TC یا to container در نگهداری

–EX یا TD جهت تخلیه یا تحویل مانند پیپت

–IN یا TC جهت نگهداری مانند بالن

–IN وEX نوعی کالیبراسیون شرکتی است

–BLOW out فوت آخر

–TD یعنی هرچه تحویل می دهد درست است و نیاز به فوت کردن نیست

دو نوع پیپت داریم:

۱. Parcial deliver تخلیه نسبی یا یک خط

۲. Total deliver تخلیه کلی یا دوخط

–N.V حجم نامی یا اسمی

وقتی پیپت از ۰ تا ۹ درج شده باشد total deliver است

روی پیپت یک زمان انتظار waiting time با حروف S نوشته شده است که باید آن زمان نوک پیپت با زوایـه30CC کنـار جـدار ظرف نگهداشته شود تا به طور کامل تخلیه شود

اگر پیپت فیلتر اتوماتیک داریم یا تفنگی، همیشه موقع تخلیه روی حداقل سرعت گذاشته شود و دکمه Blow out را فشار ندهید

در هنگام تخلیه پیپت دو خط، پیپت را عمود گرفته ظرف را با زاویه به نوک پیپت بچسبانید در صورتی که بـه جـدار پیپـت قطـره ای از محلول بچسبد بدلیل کثیف بودن پیپت است

پیپت برای کشیدن مایعات خیلی ویسکوز ، کف زا یا دارای فشار بخار بالا نمی توان استفاده کرد برای این مایعات از سـمپلرهای positive dispenment استفاده شود.

شیشه آلات از لحاظ درستی به دو دسته AوB تقسیم می شوند

۱. A: خطای کمتر و accuracy بیشتر دارد تولرانس آن نصف B است

AS در دسته A که همان کلاس A می باشد و زودتر مایع را تحویل می دهدSweat delivery

۲. B: صحت کمتر و خطای بیشتری دارد

شیشه آلات کلاس A بدون برگه Certification تقلبی هستند

کالیبراسیون توسط سه گروه زیر انجام می شود

–شرکت سازنده manufacture Cal

–شرکت وارد کننده یا پخش کننده

–استفاده کننده user cal

در برگه Certification اطلاعاتی مانند پائین نوشته شده است

حجم نامی ۱۰
تولرانس (نصف زینه)±
زینه ۰/۱
Delivery time

روش کالیبراسیون دستگاه های حجمی سنجی

اساس کالیبراسیون:

با ظرف مورد نظر حجم آب مقطر برداشته با ترازویی که ۱۰ برابر قویتر است وزن کرده در فرمول دانسیته آب قرار می دهیم $d = \frac{m}{S}$ و حجم را بدست می آوریم

هنگام کالیبراسیون دما بین ۳۰ °c به ۱۵ ، رطوبت نسبی ۲۰ تا ۹۰٪ باشد و تولرانس دمای آزمایشگاه هم از ۱°c ± بیشر نشود یعنی حین کار تغییرات دما بیشتر از یک نباشد

وسایل حجمی:

۱. شیشه ای یا پلیمری که شیشه آلات هستند شیشه جامد نیست سیال است جسم نرمی است که با مواد مختلف تغییر می کند
۲. سیلندری پیستونی

–شیشه آلات کلاس A دیرتر احتیاج به کالیبراسیون دارند ولی مبرا از کالیبراسیون نیستند

–وسایل شیشه ای هر یک تا ۳ سال باید کالیبره شوند. در صورتی که زیاد استفاده شوند و موادی مانند اسیدها زیاد در آن ریخته شود یکسال یکبار کالیبره شوند.

–کالیبراسیون باید سر یک تاریخ مشخص انجام شود.

وسایل لازم جهت کالیبراسیون:

–ارلن مایر

–ترمومتر یا دماسنج با زینه ۰/۱ °c و عدم قطعیت ۰/۲٪

–ترازو (اگر حجم کالیبره بزرگتر از 10cc ترازو 0/001gr اگر حجم کالیبراسیون کوچکتر از 10cc ترازو 0/0001gr)

–تنظیف

–بارومتر

–آب مقطر 3grade براساس استاندارد ۷۲۸ یکبار تقطیر یا یون زدایی شده

مراحل انجام کالیبراسیون:

۱. ارلن مایر خالی یا ظرف مورد نظر را توزین کنید(m1)
۲. ظرف را تا خط نشانه از آب مقطر پر کرده و دوباره توزین کنید(m2)
۳. دمای آب مقطر را بدست آورید(T)

در صورتی که وسیله ای قرار است کالیبره شود پیپت یا بورت باشد به این صورت عمل شود

۱. ابتدا یک ارلن مایر برداشته ۳cc–۲ آب مقطر کف آن ریخته آن را توزین و بعد ترازو را صفر کنید
۲. پیپت را با پیپت فیلر از آب مقطر پر و در ارلن مایر خالی کنید.
۳. نزدیک خط انتهایی بورت wating time 30 s که ۳۰ ثانیه صبر کنید تا بورت یا پیپت به طور کامل خالی شود.

سپس اعداد بدست آمده از توزین در فرمول زیر قرار دهید:

$$V_{20}=(N2-N1)\left(\frac{1}{Pw-pl}\right)\left(1-\frac{p_l}{p_G}\right)[1-s(1-z)]$$

PW از جدول در دمای آزمایشگاه (T) بدست آورید که دانسیته هوای آزمایشگاه می باشد

اگر بارومتر نباشد از فشار ۱۰ ۱۰ استفاده کنید

PG دانسیته ترازو ۸ گرم بر میلی لیتر می گذارید.

S ضریب انبساط حجمی شیشه که برای جنس های مختلف متفاوت است آن را از جدول بدست آورید. در صورتی که در جدول نباشد عدد ۱۵×۱۰^{-۶} بگذارید

V_{20}کالیبراسیون در دمای ۲۰ است

–عمل کالیبراسیون سه بار تکرار و میانگین بگیرید

میانگین کالیبراسیون منهای مقداری که روی شیشه نوشته شده است می شود خطای سیستماتیک

کالیبراسیون روی ۳ نقطه انجام دهید مثلا نقطه ۱و۵و10cc از پیپت و بعد نمودار بکشید تا سایر نقاط بدست آید.

کالیبراسیون دستگاه های پیستونی و سیلندری:

مانند سمپلر dispensers (که روی بطری ها نصب می شود)piston burettes ، رقیق کننده هاdiluters

سمپلر از لحاظ مکانیسم به دو دسته تقسیم می شوند

۱. Air displacement pipette که مایع با بیستون در تماس نیست اگر سمپلرها از این نوع هستند

این نوع سمپلرها سه محدودیت دارند : مایعات ویسکوز، مایعاتی که زود تبخیر می شوند یا فشار بخار زیادی دارند و مایعاتی که تمایل به کف کردن دارند با این نوع سمپلرها نمی شود کشید. برای این مایعات از سمپلر نوع دوم استفاده می شود

۲. Positive dispensment pipette پیستون و مایع با هم تماس دارند برای مایعات ویسکوز کاربرد دارد.

روش کار با سمپلر:

–ابتدا عدد حجم تعیین شود

–Step اول فشار دهید

–۳–۲ میلی متر از نوک آن رابه طور کاملاً عمود وارد محلول کرده ، آن را آرام راها کنید .

–قطره هایی که به جدار سر سمپلر چسبیده با لبه ظرف تمییر شود (با انگشت یا پارچه تمیز نکنید)

–برای تخلیه سمپلر را ۳۰ درجه مایل گرفته و تا STEP دوم فشار دهید تا تخلیه شود

–خطی که روی نوک سمپلر کشیده شده درست نیست سر سمپلر باید جنس PP پلی پروپیلن باشد و همان مقدار که سمپلر در خطا اهمیت دارد سر سمپلر هم اهمیت دارد

–هیچگاه سمپلر حاوی مایع کج نکنید چون مایع با پیستون تماس پیدا کرده و به مرور زمان خراب می شود

قبل از کشیدن مایع ، یکبار سمپلر را کر دهید

–نحوه کار با سمپلر را باید روی manual آن خواند

–بادترژیت وایزو پروپانول ٦٠٪ قسمت های داخلی سمپلر را می توان شستشو داد

–کالیبراسیون سمپلر هر ۳ ماه تا ۱۲ ماه انجام شود

–پس از اتوکلاو سمپلرهایی که قابل اتوکلاو هستند مقدار خیلی کم با فرچه ازژل سلیکاژل همراه سمپلر به آن بزنید

لوازم مورد نیاز برای کالیبراسیون:

۱. ظروف دردار مثل قوطی نگاتیو عکاسی

۲. ترمومتر با resolution ۰/۱

۳. ترازو با الزامات جدول (ترازو ۰۰۰۱/ هم جواب می دهد)

مقداری آب مقطر در ظرف ریخته(۳-۲ میلی متر)

عدد را روی بالاترین حجم بگذارید

قبل از کالیبره برای تعادل بخار هوا ۵ بار سمپلر را با آب مقطر پروخالی کنید

(برای اینکه ببینیم سمپلر درست کار می کند یا نه سمپلر را پر کنید ۱۰ ثانیه عمود نگه داشته نباید قطره ای از آن خارج شود)

سمپلر را پر کرده در ظرف ترازو خالی کنید وزن آن(x_1) را بدست آورید این کار تا x_{10} تکرار شود(در صورتی که سر سمپلر خوب باشد و قطره ای در آن نمانده باشد از همان سر سمپلر استفاده شود و تعویض نشود)

میانگین توزین ها را به دست آورید(X) . X را در Z ضرب کنید تاV یا حجم بدست آید

عدد z از جدول بدست آورید دما را با دماسنج اندازه گرفته و فشار از ۱۰۱/۳ استفاده شود $V=X.Z$

با گذاشتن در فرمول خطای سیستماتیک، cvوsd را بدست آورید.

$e=|v-v|$

اعداد به دست آمده با اعداد موجود در جدول مقایسه کرده در صورتی که اعداد کمتر از حد جدول باشد سمپلر مشکلی ندارد.

این کار روی کمترین عدد و عدد وسط هم باید انجام شود.

در صورتی که بیشتر از حدود جدول بود باید سمپلر با توجه به manual آن adjust شود

–استاندارد ملی ٦-١١٥٠٤ استاندارد کالیبراسیون سمپلر

–استاندارد ISO 4T 87 کالیبراسیون وسایل شیشه ای

–جداول مورد نیاز کالیبراسیون در سی دی فرتاش داد می باشند

چند اصطلاح:

exp عدم قطعیت

BMC کوچکتر بهتر

SCOP کاری یعنی اداره استاندارد در چه مواردی به شرکت اجازه کار داده است.