



شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
معاونت نظارت بر بهره‌برداری
دفتر نظارت بر بهداشت آب و فاضلاب

**راهنمای برنامه‌ریزی
کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی**

کد سند: GC01

ویرایش نخست: آذر ماه 1395

به نام او، به یاد او و برای او

با توجه به اهمیت و جایگاه انجام کالیبراسیون صحیح در استاندارد مدیریت کیفیت آزمایشگاه و به منظور کنترل صحت و دقت پارامترهای مترولوژیکی دستگاه‌های آزمون، وسایل اندازه‌گیری و کلیه تجهیزاتی که عملکرد آن‌ها بر کیفیت فرآیند انجام آزمون و نتایج حاصل از آن تاثیرگذار می‌باشد و همچنین اطمینان از تطابق اندازه‌گیری‌های انجام شده با استانداردهای جهانی، کمیته کالیبراسیون دفتر نظارت بر بهداشت آب و فاضلاب شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور اقدام به تهیه «راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی» نموده است.

ضمن تقدیر از تهیه کنندگان راهنمای مذکور امید است با به کارگیری این راهنما در آزمایشگاه‌های شرکت‌های آب و فاضلاب شهری و روستایی، گامی موثر در راستای افزایش اطمینان به دقت و صحت نتایج آزمون‌های آب و فاضلاب برداشته شود.

حمیدرضا تشیعی

معاون نظارت بر بهره‌برداری

آذر ماه 1395

نام، نام خانوادگی و سمت تهیه کنندگان به ترتیب حروف الفبا:

- مهتاب باغبان: مدیر کنترل کیفی شرکت آب و فاضلاب استان تهران
- امین عسکری: کارشناس شرکت آب و فاضلاب شیراز
- نعیمه کاظمیان: کارشناس شرکت آب و فاضلاب استان آذربایجان شرقی
- محبوبه کلاته: مدیر آزمایشگاه مرکزی شرکت آب و فاضلاب روستایی استان خراسان رضوی
- مهدی نورس فرد: مدیرعامل آزمایشگاه کالیبراسیون بهینه فرآیند آزما

نام، نام خانوادگی و سمت تاییدکنندگان به ترتیب حروف الفبا:

- مرتضی برغمندی: ناظر عالی امور آزمایشگاه‌های شرکت آب و فاضلاب روستایی خراسان رضوی
- محمد حسن ربیعی راد: مدیر کنترل کیفی شرکت آب و فاضلاب استان اصفهان
- نوشین سهراب نیا: کارشناس معاونت بهره‌برداری شرکت آب و فاضلاب استان تهران
- زاله فرهادپور: کارشناس دفتر نظارت بر بهداشت آب شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
- بیبا گرکانی: کارشناس مسئول آزمایشگاه دستگاهی شرکت آب و فاضلاب استان البرز
- حمیده نکودری: کارشناس آزمایشگاه مرجع شرکت آب و فاضلاب استان تهران


ویراستار: مرتضی برغمندی

Contents

2	1- هدف.....
2	2- دامنه کاربرد.....
3	3- واژه نامه و اصطلاحات:.....
6	4- تجهیزات مستقر در آزمایشگاه باکتریولوژی.....
6	4-1 آن.....
6	4-1-1 کالیبراسیون آن.....
6	4-1-2 حد مجاز خطا.....
6	4-1-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
7	4-1-4 کنترل میانی.....
8	4-2 اتوکلاو.....
8	4-2-1 کالیبراسیون اتوکلاو - دما و فشار.....
8	4-2-2 حد مجاز خطا.....
8	4-2-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
9	4-2-4 کنترل میانی.....
10	4-3 انکوباتور.....
10	4-3-1 کالیبراسیون انکوباتور.....
10	4-3-2 حد مجاز خطا.....
10	4-3-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
11	4-3-4 کنترل میانی.....
13	4-4 بن ماری.....
13	4-4-1 کالیبراسیون بن ماری.....
13	4-4-2 حد مجاز خطا.....
13	4-4-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
14	4-4-4 کنترل میانی.....
15	4-5 pH متر و الکتروود pH.....
15	4-5-1 کالیبراسیون pH متر - دما و pH.....
15	4-5-2 حد مجاز خطا.....
15	4-5-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
15	4-5-4 کنترل میانی.....
16	4-6 ترازو.....
16	4-6-1 کالیبراسیون ترازو.....
16	4-6-2 حد مجاز خطا.....
16	4-6-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
17	4-6-4 کنترل میانی.....
18	4-7 ظروف حجم سنجی غیر پیستونی.....
18	4-7-1 کالیبراسیون ظروف حجم سنجی غیر پیستونی.....
18	4-7-2 حد مجاز خطا.....
18	4-7-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون.....
18	4-7-4 کنترل میانی.....

19	8-4 ظروف حجم‌سنجی پیستونی
19	1-8-4 کالیبراسیون ظروف حجم‌سنجی پیستونی.....
19	2-8-4 حد مجاز خطا.....
19	3-8-4 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
20	4-8-4 کنترل میانی.....
21	9-4 هدایت سنج.....
21	1-9-4 کالیبراسیون هدایت‌سنج - دما و هدایت.....
21	2-9-4 حد مجاز خطا.....
21	3-9-4 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
22	4-9-4 کنترل میانی.....
23	10-4 هود باکتریولوژی (لامینار یا هود بیولوژی ایمنی یا هود ایمنی باکتریولوژیولوژی).....
23	1-10-4 آزمون هود های لامینار
23	2-10-4 حد مجاز خطا.....
23	3-10-4 کنترل میانی.....
24	11-4 یخچال.....
24	1-11-4 کالیبراسیون یخچال
24	2-11-4 حد مجاز خطا.....
24	3-11-4 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
25	4-11-4 کنترل میانی.....
26	12-4 کدورت‌سنج.....
26	1-12-4 کالیبراسیون کدورت‌سنج.....
26	2-12-4 حد مجاز خطا.....
26	3-12-4 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
26	4-12-4 کنترل میانی.....
27	5 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه فیزیکوشیمیایی
27	1-5 اُون.....
27	1-1-5 کالیبراسیون اُون.....
27	2-1-5 حد مجاز خطا.....
27	3-1-5 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
28	4-1-5 کنترل میانی.....
29	2-5 ترازو
29	1-2-5 کالیبراسیون ترازو.....
29	2-2-5 حد مجاز خطا.....
29	3-2-5 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
29	4-2-5 کنترل میانی.....
31	3-5 اسپکتروفتومتر.....
31	1-3-5 کالیبراسیون اسپکتروفتومتر.....
31	2-3-5 حد مجاز خطا.....
31	3-3-5 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
32	4-3-5 کنترل میانی.....
33	6 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه فاضلاب.....
33	1-6 انکوباتور یخچال‌دار (BOD).....
33	1-1-6 کالیبراسیون انکوباتور.....
33	2-1-6 حد مجاز خطا.....

33	6-1-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
34	6-1-4 کنترل میانی
35	6-2-2 راکتور حرارتی (COD)
35	6-2-1 کالیبراسیون راکتور حرارتی
35	6-2-2 حد مجاز خطا
35	6-2-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
36	6-2-4 کنترل میانی
37	7 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه آنالیز دستگاہی
37	7-1 کروماتوگرافی گازی (کروماتوگرافی گازی با طیف‌سنج جرمی)
37	7-1-1 کالیبراسیون کروماتوگرافی گازی
37	7-1-2 حد مجاز خطا
37	7-1-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
37	7-1-4 کنترل میانی
39	7-2 کروماتوگرافی مایع
39	7-2-1 کالیبراسیون کروماتوگرافی مایع
39	7-2-2 حد مجاز خطا
39	7-2-3 کنترل میانی
40	8 تجهیزات عمومی
40	8-1 دماسنج و رطوبت‌سنج محیطی
40	8-1-1 کالیبراسیون دماسنج و رطوبت‌سنج محیطی
40	8-1-2 حد مجاز خطا
40	8-1-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
41	8-2 وزنه‌های مورد استفاده جهت کنترل میان دوره‌ای
41	8-2-1 کالیبراسیون وزنه
41	8-2-2 حد مجاز خطا
41	8-2-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون
43	تجهیزاتی که کالیبراسیون خارجی نیاز ندارند
44	ضمیمه اول- فرم تعیین دوره تناوب کالیبراسیون
45	ضمیمه دوم- فرم درخواست کالیبراسیون خارجی
46	مراجع

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 1 از 53	راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

مقدمه

اصولاً برای هر نوع تجزیه و تحلیل در آزمایشگاه، نیاز به داده‌های دقیق و درستی می‌باشد که این موضوع همواره به صورت پیش فرض مورد توجه قرار می‌گیرد. حال اگر داده‌های حاصل از دستگاه‌های اندازه‌گیری در مراحل مختلف آزمایش دقیق و درست نباشند، مبنای تجزیه و تحلیل مناسبی در آزمایشگاه نبوده و روند تولید و اهداف کیفی شرکت‌ها را به بیراهه می‌کشاند و حتی در بسیاری از موارد موجب خسارت‌های جبران ناپذیری خواهد شد. به همین علت است که در تمامی نظام‌های مدیریت کیفیت، کالیبراسیون و یا کنترل تجهیزات اندازه‌گیری به طور جدی مورد توجه قرار گرفته و باید به عنوان یکی از ارکان اصلی و پایه تعریف شده و به بهترین شکل ممکن به اجرا در آید.

کالیبراسیون و اهمیت انجام آن در قرن 21 و در پنجاه سال اخیر نمود پیدا کرده است. در جامعه‌ی امروز که تمامی عوامل رو به صنعتی شدن پیش می‌روند و از طرفی مشخصه‌های عملکرد دستگاه‌ها در طول عمر، تحت تاثیر عوامل فرسودگی، شرایط محیطی و نحوه استفاده از دستگاه، به تدریج تغییر پیدا می‌کند، اهمیت کالیبراسیون بیش از پیش آشکار شده است.


کالیبراسیون فقط ارائه گواهی‌نامه و برجسب‌زدن نیست، بلکه اعتبار بخشیدن به تمام اندازه‌گیری‌های انجام شده در آزمایشگاه می‌باشد. پس می‌توان گفت که کالیبراسیون موجب درستی، اعتماد و اطمینان، هم‌خوانی، وحدت و رسیدن به مقدار واقعی کمیت می‌گردد.

تعیین دوره کالیبراسیون نیز یکی از تصمیمات مهم است که هدف آن برنامه‌ریزی جهت انجام کالیبراسیون مجدد در فواصل زمانی بهینه می‌باشد، به طوری که بین هزینه کالیبراسیون و هزینه‌های ناشی از عدم کالیبراسیون تعادل ایجاد شود. در حال حاضر فواصل کالیبراسیون مجدد دستگاه‌ها را می‌توان از مشخصاتی مانند طول و زمان استفاده، سوابق نگهداری و تعمیرات، شرایط محیطی، توصیه سازنده دستگاه و ... به دست آورد.

لذا توجه به مقوله کالیبراسیون، دوره‌های انجام آن، کنترل میانی و استفاده بهینه از گواهی‌های صادر شده برای دستگاه‌ها از اهمیت زیادی برخوردار بوده که پیش نیاز الزامی آن‌ها، مطالعه‌ی اولیه کاتالوگ‌ها و راهنماهای نصب و استفاده از دستگاه‌های آزمایشگاه توسط کارشناسان محترم و کاربران گرامی می‌باشد.

فرآیند درخواست کالیبراسیون خارجی

- 1) تکمیل فرم درخواست کالیبراسیون خارجی (ضمیمه 2)
- 2) استفاده از این راهنما در تکمیل فرم درخواست کالیبراسیون خارجی (ضمیمه 2)
- 3) درخواست از شرکت کالیبره‌کننده مبنی بر تفسیر گواهی کالیبراسیون بر اساس این راهنما و ارائه گواهی‌نامه‌های کالیبراسیون تفسیر شده ترجیحاً در رنگ‌های مختلف بر اساس نتایج تفسیر Pass-Fail-Conditional


<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 2 از 53</p>	<p style="text-align: center;">راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	---	--

1- هدف

هدف از تدوین این راهنما تعیین حداقل نیازمندی‌های انجام کالیبراسیون خارجی تجهیزات آزمایشگاهی، چگونگی انجام کنترل میانی تجهیزات به همراه زمان مناسب انجام آن، حدود خطای مجاز تجهیزات، تحلیل گواهی‌نامه‌های کالیبراسیون و همچنین تناوب دوره کالیبراسیون تجهیزات آزمایشگاهی می‌باشد.

2- دامنه کاربرد

دامنه کاربرد این راهنما مربوط به بخشی از تجهیزات مستقر در آزمایشگاه‌های باکتریولوژی، فیزیکوشیمیایی و آنالیز دستگاهی در شرکت‌های آب و فاضلاب است..

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 3 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

3- واژه نامه و اصطلاحات:

کالیبراسیون¹

عملیاتی است که تحت شرایط مشخص انجام می‌شود به طوری که در گام اول بین مقادیر کمیت و عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری ارتباط برقرار می‌کند. این عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری توسط استانداردهای اندازه‌گیری و نشاندهی‌های² [مقدار کمیت که یک دستگاه اندازه‌گیری یا سیستم اندازه‌گیری فراهم می‌کند] متناظر، به همراه عدم قطعیت‌های اندازه‌گیری مربوط فراهم می‌شود و در گام دوم از این اطلاعات برای برقراری رابطه‌ای جهت دستیابی به نتیجه اندازه‌گیری از نشاندهی استفاده می‌شود. [1]

یادآوری 1- کالیبراسیون می‌تواند با اظهاریه، تابع کالیبراسیون، نمودار کالیبراسیون، منحنی کالیبراسیون یا جداول کالیبراسیون بیان شود. در برخی حالات نیز مقدار تصحیح نشاندهی به صورت اضافه کردن یک مقدار یا ضرب در یک ضریب، همراه با عدم قطعیت اندازه‌گیری داده می‌شود.

یادآوری 2- کالیبراسیون نباید با تنظیم سیستم اندازه‌گیری که اغلب به اشتباه «خود کالیبراسیون» نامیده می‌شود و یا با تصدیق کالیبراسیون اشتباه گرفته شود.

یادآوری 3- اغلب مرحله اول در تعریف بالا به تنهایی به عنوان کالیبراسیون شناخته می‌شود.

گواهی کالیبراسیون³

گواهی کالیبراسیون گزارشی از نتایج کالیبراسیون دستگاه است. این گزارش حاوی اطلاعاتی در خصوص آزمایشگاه کالیبراسیون‌کننده و روش کالیبراسیون است. [1]


معمولاً، نتایج کالیبراسیون انجام شده در آزمایشگاه‌های کالیبراسیون در دو بخش تهیه می‌گردد. بخش اول گواهی کالیبراسیون⁴ و بخش دوم گزارش کالیبراسیون⁵ نام دارد. اطلاعات مندرج در این گزارش بایستی نیازمندی‌های استاندارد ملی و ISO/IEC17025:2005 را برآورده نماید.

خطا:

خطای اندازه‌گیری⁶

مقدار کمیت اندازه‌گیری شده منهای مقدار کمیت مرجع. [1]

-
- 1 Calibration
 - 2 Indication
 - 3 Certificate of Calibration
 - 4 Calibration Certificate
 - 5 Calibration Report
 - 6 Measurement Error

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 4 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

عدم قطعیت^۱

عدم قطعیت اندازه گیری^۲

پارامتر غیر منفی که پراکندگی مقادیر کمیت را که بر اساس اطلاعات مورد استفاده، به اندازه ده نسبت داده شده است، مشخص می کند. [1]

عدم قطعیت اندازه گیری تشریح این واقعیت است که برای یک اندازه ده و نتیجه یک اندازه گیری یک مقدار واحد وجود ندارد بلکه تعداد نامحدودی مقادیر وجود دارد که در اطراف نتیجه به دست آمده گسترده شده اند.

دلایل نوسانات مربوط به نتایج اندازه گیری های تکرار شده، کمیت های تاثیر گذار می باشند که می توانند نتیجه اندازه گیری را تحت تاثیر قرار دهند. تعیین تمام کمیت های تاثیر گذار روی نتیجه اندازه گیری غیرممکن است. آن هایی که بیشترین تاثیرات را دارند را می توان شناسایی نمود و میزان تاثیر آن ها بر نتیجه اندازه گیری را تخمین زد.

ضریب پوشش^۳

عددی بزرگتر از یک که در عدم قطعیت اندازه گیری استاندارد مرکب^۴ [عدم قطعیت اندازه گیری استاندارد که با استفاده از عدم قطعیت های اندازه گیری استاندارد جداگانه مربوط به کمیت های ورودی در یک مدل اندازه گیری به دست می آید] ضرب شده تا عدم قطعیت اندازه گیری گسترده^۵ به دست آید. [1]

یادآوری- ضریب پوشش معمولاً با k نشان داده می شود.

تصحیح^۶

جبران اثر سیستماتیک برآورد شده.

مقداری که برای جبران خطای سیستماتیک به صورت جبری به نتیجه تصحیح نشده اندازه گیری اضافه می شود. [1]

ضریب تصحیح^۷

عددی که برای جبران خطای سیستماتیک در نتیجه تصحیح نشده یک اندازه گیری ضرب می شود. [1]

تفکیک پذیری^۸

¹ Uncertainty

² Measurement uncertainty

³ Coverage factor


⁴ Combined standard measurement Uncertainty or Combined standard Uncertainty

⁵ Expanded measurement Uncertainty or Expand Uncertainty

⁶ Correction

⁷ Correction factor

⁸ Resolution


<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 5 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	---	--

کوچکترین تغییر در کمیت تحت اندازه‌گیری که باعث تغییر محسوس در نشان‌دهی متناظر شود.[1]

بررسی میان دوره‌ای¹

بررسی‌های لازم برای حفظ اطمینان از وضعیت کالیبراسیون استانداردهای اندازه‌گیری مرجع، اولیه، انتقالی یا استانداردهای اندازه‌گیری کاری و مواد مرجع [1].

¹ Intermediate Check

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 6 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

4- تجهیزات مستقر در آزمایشگاه باکتریولوژی

4-1 آون

کاربرد آون‌های آزمایشگاهی در آزمایشگاه‌های باکتریولوژی جهت انجام استریلیزاسیون خشک می‌باشد. آون به عنوان یک محفظه گرمایی که قادر است در گستره اندکی بالای دمای محیط تا ماکزیمم 200، 250 یا 300 درجه سانتی‌گراد را کنترل کند، تعریف می‌شود.

از آون در آزمایشگاه برای خشک کردن و استریل کردن ظروف شیشه‌ای و فلزی استفاده می‌شود.

4-1-1 کالیبراسیون آون

الف- دوره تناوب کالیبراسیون آون در آزمایشگاه‌های باکتریولوژی حداکثر دو سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون آون عبارتند از:

- برای استریل نمودن وسایل دمای $+170^{\circ}\text{C}$

نکته: در صورتی که آون برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون آون‌های با ظرفیت حجم کمتر از 500 لیتر، دو نقطه و برای حجم‌های بیشتر حداقل چهار نقطه خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن آون به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

4-1-2 حد مجاز خطا

- برای استریل نمودن وسایل حداکثر خطای مجاز $\pm 10^{\circ}\text{C}$

- برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

4-1-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون


اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول آون مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از آون باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

نکته:

- در صورتی که از آون برای چند دما استفاده شود، برای هر دما شرایط فوق باید بررسی شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 7 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می باشد.

4-1-4 کنترل میانی

- پایش مستمر دما در هر بار استفاده
- استفاده از چسب شیمیایی دما
- استفاده از اندیکاتور بیولوژیکی با تواتر ماهیانه

کنترل میانی آون روزانه (در صورت استفاده) صورت می گیرد. برای انجام کنترل می توان از دماسنج ها یا ثبات های دمای مناسب استفاده نمود.

در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه (در صورت استفاده) صورت پذیرد.

در صورتی که از ثبات های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما حداقل 10 دقیقه بوده و در همان روز لاگر بایستی تخلیه شده و پایش دمای آن سری استریل انجام گردد.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:


If A = Correction in calibration certificate of Oven, B = Correction in calibration certificate of thermometer

If C = Temperature indicator of Oven, D = Average temperature of thermometer

IF ABS ((D+B)-(C+A)) ≤ P ⇒ Result = Pass & ABS ((D+B)-(C+A)) > P ⇒ Result = Recalibration

*ABS: Absolute value

*P: Maximum permissible error of Oven

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 8 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

4-2 اتوکلاو

اتوکلاو وسیله‌ای است برای استریل کردن مواد و اشیاء با استفاده از فشار بخار آب.

این دستگاه را می‌توان برای کارهای دیگر مانند استریل کردن با گرما و عملیات حرارتی که با توجه به شرایط آزمایشگاه و ماهیت بار انتخاب می‌شود نیز مورد استفاده قرارداد. [5]

4-2-1 کالیبراسیون اتوکلاو – دما و فشار

الف- دوره تناوب کالیبراسیون خارجی اتوکلاو حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط مورد نیاز برای کالیبراسیون اتوکلاو عبارتند از:

- برای استریل نمودن محیط‌های کشت دمای 121°C + و فشار 1.2 bar (15 psi)

نکته: در صورتی که اتوکلاو برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دما و فشارهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- ارایه نمودار پایداری دما پس از رسیدن دمای اتوکلاو به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

تبصره: فشارسنج اتوکلاو در گستره 0.5 ... 2.0 bar می‌تواند به تنهایی کالیبره شده و گواهی صادر شود و یا کالیبراسیون همزمان دما و فشار در مدت زمان استریل با استفاده از دیتالاگرهای دما و فشار انجام شده و گواهی دما - فشار صادر گردد.

4-2-2 حد مجاز خطا

برای استریل نمودن محیط کشت حداکثر خطای مجاز دمای اتوکلاو $\pm 1^{\circ}\text{C}$

4-2-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون


1- برای اتوکلاوهایی که امکان تنظیم دما وجود دارد:

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول اتوکلاو مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از اتوکلاو باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

2- برای اتوکلاوهایی که امکان تنظیم دما وجود ندارد:

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 9 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
---	---	--

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، تنها شرط تایید کالیبراسیون عبارت خواهد بود از:

$$P \leq \sqrt{(U^2 + C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

فشارسنج دستگاه ابزار کنترلی بوده، لذا خطای مربوط به فشارسنج در نتایج کنترل میانی کاربرد دارد.

- گواهی اتوکلاو فاقد امکان تغییر در تنظیم دما برای اپراتور:

گواهی نامه زیر برای یک اتوکلاو (که امکان تغییر در تنظیم دما برای اپراتور وجود ندارد) صادر شده است:

Sample's Indication (°C)	Reference Value (°C)	Correction (°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+121.5	+123.4	+1.9	± 0.3


$$P = \pm 1 \text{ } ^\circ\text{C}, C = 1.9 \text{ } ^\circ\text{C}, U = \pm 0.3 \text{ } ^\circ\text{C} \Rightarrow P > U \text{ \& } P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$$

نتیجه: اپراتور برای رسیدن به دمای درخواستی باید $1.9 \text{ } ^\circ\text{C}$ دمای تنظیمی دستگاه را کاهش داده و آن را روی $+119.6 \text{ } ^\circ\text{C}$ تنظیم نماید و چون این امکان در اختیار اپراتور قرار ندارد، دستگاه غیرقابل استفاده خواهد بود.

4-2-4 کنترل میانی

کنترل میانی اتوکلاوها باید به شکل زیر انجام شود:

- ثبت دما، فشار و زمان استریل در هر بار استفاده، مقایسه داده ها با یکدیگر
- استفاده از چسب اتوکلاو در هر بار استفاده
- استفاده از تست های شیمیایی بخار نواری در هر بار استفاده
- استفاده از اندیکاتور بیولوژیکی با تواتر ماهیانه

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 10 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-3 انکوباتور

انکوباتورهای آزمایشگاهی دستگاه‌هایی هستند که رشد مناسب میکروارگانیسم‌ها را در دمای ثابت و در شرایط آزمایشگاهی ممکن می‌سازد. [6]

4-3-1 کالیبراسیون انکوباتور

الف - دوره تناوب کالیبراسیون انکوباتور حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون انکوباتور عبارتند از:

- برای آزمون کل کلیفرم دمای 35 درجه سانتی‌گراد

نکته: در صورتی که انکوباتور برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون انکوباتورهای با حجم کمتر و برابر با 500 لیتر، حداقل دو نقطه و برای حجم‌های بیشتر حداقل چهار نقطه خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن انکوباتور به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

4-3-2 حد مجاز خطا

- برای آزمون کل کلی‌فرم حداکثر خطای مجاز $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$
- برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

4-3-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) و U و تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:


1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \text{ \& } P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \text{ \& } P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول انکوباتور مورد تایید بوده و نیازی به اعمال تصحیح نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از انکوباتور باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

نکته:

- در صورتی که از انکوباتور برای چند دما استفاده شود، شرایط فوق برای هر دما باید جداگانه بررسی شود.

¹ توصیه می‌شود از انکوباتورهایی که دارای تفکیک‌پذیری 0.1°C می‌باشد، استفاده شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 11 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می باشد.

4-3-4 کنترل میانی

کنترل میانی انکوباتورها روزانه (در صورت وجود نمونه درون انکوباتور) صورت می گیرد. برای انجام کنترل می توان از دماسنج ها یا ثبات های دمای مناسب استفاده نمود.

در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه، اول و آخر وقت صورت پذیرد.

در صورتی که از ثبات های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از 10 دقیقه باشد و در فواصل زمانی حداکثر یک هفته ای داده ها تخلیه و پایش گردند.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Incubator, B = Correction in calibration certificate of Thermometer

If C = Temperature indicator of Incubator, D = Average temperature of thermometer

IF ABS ((D+B)-(C+A)) ≤ P ⇒ Result = Pass & ABS ((D+B)-(C+A)) > P ⇒ Result = Recalibration

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه انکوباتور صادر شده است:

Sample's Indication (°C)	Reference Value (°C)	Correction (°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+35.0	+34.75	-0.25	± 0.19

$$P = \pm 0.5 \text{ } ^\circ\text{C}, C = -0.25 \text{ } ^\circ\text{C}, U = \pm 0.19 \text{ } ^\circ\text{C} \Rightarrow \sqrt{(U^2 + C^2)} = 0.31 \Rightarrow P > \sqrt{(U^2 + C^2)} \Rightarrow \text{Result} = \text{pass}$$

نتیجه: برای استفاده از انکوباتور، کافی است دمای تنظیمی بر روی $35.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ تنظیم گردد.

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه انکوباتور صادر شده است:

Sample's Indication (°C)	Reference Value (°C)	Correction (°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+34.5	+35.25	0.75	± 0.25

$$P = \pm 0.5 \text{ } ^\circ\text{C}, C = 0.75 \text{ } ^\circ\text{C}, U = \pm 0.25 \text{ } ^\circ\text{C} \Rightarrow \sqrt{(U^2 + C^2)} = 0.79 \Rightarrow P < \sqrt{(U^2 + C^2)} \Rightarrow$$

$$:P \quad U = 0.25 \text{ } ^\circ\text{C} \ \& \ P < C = 0.75 \text{ } ^\circ\text{C} \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$$


نتیجه: برای استفاده از انکوباتور، باید عمل اصلاح روی تنظیم دما صورت پذیرد، دمای تنظیمی به جای $35.0 \text{ } ^\circ\text{C}$ بهتر است بر روی $34.3 \text{ } ^\circ\text{C}$ ($35.0 - 0.75$ (correction) ≈ 34.3) انجام شود.

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه انکوباتور صادر شده است:

Sample's Indication (°C)	Reference Value (°C)	Correction (°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+34.5	+35.25	0.75	± 0.65

$$P = \pm 0.5 \text{ } ^\circ\text{C}, C = 0.75 \text{ } ^\circ\text{C}, U = \pm 0.65 \text{ } ^\circ\text{C} \Rightarrow P < U \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$$

نتیجه: استفاده از انکوباتور مجاز نمی باشد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 12 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه انکوباتور صادر شده است:

Sample's Indication (°C)	Reference Value (°C)	Correction (°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+34.5	+35.25	0.75	±0.25

و گواهی نامه زیر برای دماسنج کنترل میانی در دمای $+35.0\text{ }^{\circ}\text{C}$:


Reference Value(°C)	Sample's Indication(°C)	Correction(°C)	Expanded Uncertainty (°C)
+35.0	+34.8	+0.2	± 0.3

اگر در زمان کنترل میانی، دمای نشان داده شده توسط دستگاه انکوباتور $C=+35.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ و دمای دماسنج (یالاگر)

$D=+34.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ باشد:

$$A=0.75\text{ }^{\circ}\text{C}, B=+0.2\text{ }^{\circ}\text{C}, C=+35.2\text{ }^{\circ}\text{C}, D=+34.8\text{ }^{\circ}\text{C} \Rightarrow \text{Result} = |(D+B)-(C+A)| = 0.95\text{ }^{\circ}\text{C}$$

$$P=\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C} < \text{Result} \Rightarrow \text{Recalibration}$$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 13 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-4 بن ماری

وسیله‌ای است برای تامین دمای مناسب جهت رشد باکتری‌های فکال کلی فرم

4-4-1 کالیبراسیون بن ماری

الف - دوره تناوب کالیبراسیون بن ماری حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون بن ماری جهت آزمون فکال کلی فرم؛ دمای $+44.5$ درجه سانتی گراد است.

نکته: در صورتی که بن ماری برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون بن ماری دو عدد خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن بن ماری به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

4-4-2 حد مجاز خطا

- برای آزمون فکال کلی فرم حداکثر خطای مجاز $\pm 0.5^{\circ}\text{C}^1$

- برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

4-4-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح

مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول بن ماری مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از بن ماری باید


تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

نکته:

- در صورتی که از بن ماری برای چند دما استفاده شود، برای هر دما شرایط فوق باید بررسی شود.

- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می‌باشد.

¹ حد مجاز تعیین شده براساس شرایط موجود آزمایشگاه‌های سطح کشور و توانمندی‌های حوزه کالیبراسیون کشور مشخص شده است.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 14 از 53	راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-4-4 کنترل میانی

کنترل میانی بن‌ماری روزانه (در صورت وجود نمونه) صورت می‌گیرد. برای انجام کنترل می‌توان از دماسنج‌ها یا ثبات‌های دمای مناسب استفاده نمود.


در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه و پس از رسیدن دما به مقدار ثابت صورت پذیرد. در صورتی که از ثبات‌های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از 10 دقیقه بوده و در فواصل زمانی حداکثر هفته‌ای داده‌های حاصل از ثبات تخلیه و پایش گردند.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Water Bath, B = Correction in calibration certificate of thermometer

If C = Temperature indicator of Water Bath, D = Average temperature of thermometer

IF $ABS ((D+B)-(C+A)) \leq P \Rightarrow \text{Result} = \text{Pass}$ & $ABS ((D+B)-(C+A)) > P \Rightarrow \text{Result} = \text{Recalibration}$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 15 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-5 pH متر و الکتروود pH

pH متر وسیله‌ای است برای اندازه‌گیری pH محلول‌ها.

4-5-1 کالیبراسیون pH متر - دما و pH

دمای pH متر می‌تواند توسط سنسور مستقل اندازه‌گیری شود و یا بخشی از الکتروود pH باشد.

الف - دوره تناوب کالیبراسیون pH مترها (pH و دما) حداکثر دو سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط مورد نیاز برای کالیبراسیون pH متر عبارتند از:

- کالیبراسیون دستگاه با استفاده از کالیبراتور اختلاف پتانسیل (در صورتی که دستگاه قابلیت قرائت mV را داشته باشد) در گستره ± 400 میلی‌ولت، بررسی خطی بودن عملکرد دستگاه

کالیبراسیون دمای دستگاه در گستره 15 تا +35 درجه سانتی‌گراد الزامی است.

4-5-2 حد مجاز خطا

- در صورت استفاده از دمای خودکار دستگاه، حد مجاز خطا در دما: ± 1.0 °C

- حداکثر خطای مجاز pH متر: در میلی‌ولت صفر: ± 1 mV و در سایر مقادیر ± 3 mV

4-5-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) و U و تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، تنها شرط تایید کالیبراسیون عبارت خواهد بود از:

$$P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

بخشی از یک گواهی‌نامه pH را به صورت زیر فرض نمایید:

Reference value (mV)	Sample's Indication (mV)	Expanded uncertainty(mV)
414.1	418	± 1.0

$$P \text{ (at 414 mV)} = \pm 3 \text{ mV, } C = 414.1 - 418 = -3.9 \text{ mV, } U = \pm 1.0 \text{ mV}$$


$$\Rightarrow P < \sqrt{(U^2+C^2)} = 4.0 \text{ mV} \Rightarrow \text{Result} = \text{Fail}$$

نتیجه: اپراتور حق استفاده از دستگاه pH متر را ندارد.

4-5-4 کنترل میانی

دستگاه pH متر کنترل میانی ندارد ولی کنترل میانی (آزمون) الکتروود pH متر باید روزانه و کالیبراسیون قبل از استفاده (CBU) با استفاده از حداقل دو بافر استاندارد انجام شود.

ثبت فرم روزانه زیر برای کنترل میانی الکتروود pH الزامی است. حدود مجاز خطا و شرایط پذیرش الکتروود در فرم آمده است.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 16 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

OK	pH Asymmetry	Response Time (RT) (4-7) D	Slope 7-10 C	mV (pH=10)	Slope 7-4 B	mV 7-4	mV (pH=4)	mV (pH=7) A	دما	ساعت	تاریخ
	C) Slope C \pm 0.034 slope B D) RT 4(10)- 7>30(60)s (7.00 \pm 0.03)	mV Slope= 3 Slope نظری E) 6.4-8	1) 1.025-0950(1.050-0920) B) 2) slope- 0.034<slope<slope+0.034 روز اول	1) 0 \pm 15(\pm 25) 7 \pm 0.3(\pm 0.5) A) 2) mV-6<mV<mV+6 روز اول							معیار پذیرش

4-6 ترازو

ترازو وسیله‌ای است که جرم یک جسم را با استفاده از اثر گرانش بر آن جسم، تعیین می‌کند. این دستگاه ممکن است برای تعیین سایر کمیت‌ها، مقادیر، پارامترها و یا ویژگی‌های مرتبط با جرم تعیین شده نیز بکار رود... [3]

در آزمایشگاه، ترازو برای بخشی از فعالیت‌های کنترل کیفی (ابزارهایی مانند پیپت‌ها)، تهیه مخلوطی از ترکیبات با نسبت‌های از قبل تعیین شده و همچنین تعیین چگالی و یا وزن کاربرد دارد. [7]

4-6-1 کالیبراسیون ترازو

- الف- دوره تناوب کالیبراسیون ترازو در آزمایشگاه باکتریولوژی حداکثر دو سال تعریف می‌شود.
- ب- کالیبراسیون ترازو در کل گستره اسمی انجام می‌شود.
- ج- در صورت تنظیم دستگاه، مقادیر تنظیمی قبل و بعد از کالیبراسیون الزامی است.
- د- گزارش خطی بودن حداقل در پنج نقطه از گستره، خطای خارج از مرکز، رفت و برگشت (خطای پسماند) و تکرارپذیری الزامی است.

4-6-2 حد مجاز خطا

برای ترازوهای باکتریولوژی خطای مجاز 0.1 g تعریف می‌شود.


4-6-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضرب پوشش $k=2$) U و حداکثر تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

- $IF P \geq \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow Result = Pass$
- $IF P < \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow Result = Fail$

فرض کنید در گواهی‌نامه ترازوی صادر شده حداکثر اختلاف میان وزنه‌های مرجع و مقادیر قرائت شده ترازو برابر 0.005 g و عدم قطعیت گزارش شده 0.012 g باشد

$$P = \pm 0.1 \text{ g}, C_{\max} = 0.005 \text{ g}, U = \pm 0.012 \text{ g} \Rightarrow P > \sqrt{(U^2 + C^2)} = 0.013 \text{ g} \Rightarrow Result = Pass$$

<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 17 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	--	---

4-6-4 کنترل میانی

کنترل میانی ترازو با استفاده از وزنه‌های استاندارد صورت می‌گیرد. وزنه‌های استاندارد خود باید کالیبره شده و خطایی حداکثر در سطح کلاس F2 داشته باشند. برای کنترل میانی ترازوها انجام تست‌های زیر الزامی است:

- 1) کنترل روزانه (اگر در اندازه‌گیری در آن روز وجود دارد): بررسی خطای تجهیز با استفاده از حداقل یک وزنه استاندارد (وزنه مناسب در محدوده کاری) - حداکثر خطای مشاهده شده را E می‌نامیم.
- 2) کنترل سه ماهه : ثبت انحراف معیار ناشی از ده بار تکرار داده‌های وزنه میانی را انحراف معیار یا SD می‌نامیم.

جهت پایش عمل کنترل میانی ترازوها باید توجه داشت که:

$$IF E \leq 0.1 g \rightarrow Result = Intermediate Check is OK$$

$$IF SD \leq 0.03 g \rightarrow Result = Intermediate Check is OK$$



شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور

راهنمای برنامه ریزی

کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی

کد سند: GC01
تاریخ تدوین: 1395/07/20
شماره بازنگری: صفر
صفحه 18 از 53

4-7 ظروف حجم سنجی غیر پیستونی

ظروف حجم سنجی غیر پیستونی شامل انواع پی پت، بورت، بالن، استوانه مدرج و ... می باشد.

4-7-1 کالیبراسیون ظروف حجم سنجی غیر پیستونی

الف - دوره تناوب کالیبراسیون ظروف حجم سنجی غیر پیستونی یک سال (در صورت عدم وجود کنترل میانی) و دو سال (در صورت وجود حداقل سه دوره کنترل میانی) تعریف می شود.

ب- کالیبراسیون برای تجهیزات حجم سنجی غیر پیستونی مدرج در کل گستره کاری (یا اسمی) انجام می شوند.

ج - حداقل نقاط کالیبراسیون برای تجهیزات حجم سنجی مدرج سه نقطه در کل گستره این تجهیزات خواهد بود.

د- ارائه خطای مجاز در گواهی نامه تجهیزات الزامی است.

4-7-2 حد مجاز خطا

- حد مجاز خطا برای این تجهیزات براساس نوع و کلاس آنها متفاوت می باشد. خطای مدرج روی این تجهیزات و یا استانداردهای ساخت تجهیزات حجم سنجی غیر پیستونی ملاک عمل خواهد بود.

4-7-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مدرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مدرج در گواهی نامه را C بنامیم، تنها شرط تایید کالیبراسیون عبارت خواهد بود از:

$$P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

گواهی نامه زیر برای یک بالن حجمی 100 cc کلاس A صادر شده است:

Nominal value (ml)	Reference value (ml)	Correction (ml)	Expanded uncertainty (ml)
100	100.02	+0.02	± 0.03

$$P=\pm 0.1 \text{ ml}, C=0.02 \text{ ml}, U=\pm 0.03 \text{ ml} \Rightarrow \sqrt{(U^2+C^2)}=0.036 \text{ ml} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه پی پت ژوزه 20 ml کلاس A صادر شده است:


Nominal value (ml)	Reference value (ml)	Correction (ml)	Expanded uncertainty (ml)
20	19.94	-0.06	± 0.010

$$P=\pm 0.03 \text{ ml}, C=-0.06 \text{ ml}, U=\pm 0.01 \text{ ml} \Rightarrow \sqrt{(U^2+C^2)}=0.06 \text{ ml} \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$$

پی پت ژوزه غیر قابل استفاده می باشد.

4-7-4 کنترل میانی

کنترل میانی ظروف حجم سنجی غیر پیستونی شش ماه یکبار صورت می گیرد. برای انجام کنترل میانی باید از روش توزین و متناسب با استانداردهای مربوطه از جمله ASTM 542 استفاده نمود. برای تجهیزات حجم سنجی مدرج، حداقل یک نقطه میانی باید کنترل شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 19 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-8 ظروف حجم سنجی پیستونی

ظروف حجم سنجی پیستونی شامل انواع میکروپیپت (سمپلر)، بورت های دیجیتال و سرنگ ها می باشد.

4-8-1 کالیبراسیون ظروف حجم سنجی پیستونی

الف- دوره تناوب کالیبراسیون ظروف حجم سنجی پیستونی یک سال (در صورت عدم وجود کنترل میانی) و دو سال (در صورت وجود حداقل سه دوره کنترل میانی) تعریف می شود.

ب- کالیبراسیون برای تجهیزات حجم سنجی غیر پیستونی مدرج در کل گستره کاری (یا اسمی) انجام می شوند.

ج- حداقل نقاط کالیبراسیون برای تجهیزات حجم سنجی پیستونی مدرج سه نقطه در کل گستره این تجهیزات خواهد بود.

د- ارائه خطای مجاز در گواهی نامه تجهیزات الزامی است.

ه- ارائه انحراف معیار ناشی از حداقل ده بار تکرارپذیری (یا اعلام CV) در گزارش کالیبراسیون الزامی است.

4-8-2 حد مجاز خطا

- حد مجاز خطا برای این تجهیزات براساس نوع و کلاس آن ها متفاوت می باشد. خطای مندرج روی این تجهیزات و یا استانداردهای ساخت تجهیزات حجم سنجی پیستونی ملاک عمل خواهد بود. حد مجاز خطا براساس Systematic Error و Random Error بیان می شود. حد مجاز خطای کل به صورت $P = \text{Bias} + 2SD$ تعریف می شود. (Systematic Error=Bias و Random Error=SD)

4-8-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای کل دستگاه را p ، انحراف معیار در گواهی نامه کالیبراسیون SD (یا عدم قطعیت با ضریب پوشش $k=2$ تقسیم بر دو) و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، آنگاه $E = |C| + 2SD$: تنها یک حالت برای پذیرش تجهیز وجود خواهد داشت:

$$P \quad E \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

گواهی نامه زیر برای یک بورت دیجیتال به طور مثال در حجم 25 ml صادر شده است:


Nominal value (ml)	n	Reference value (ml)	Correction (ml)	CV (%)
25.00	10	25.014	+0.014	0.03

برای تعیین حد مجاز خطا، کاتالوگ دستگاه را بررسی می نماییم. (یکی از روش های تعیین حد مجاز خطا)

ORDERING INFORMATION

	Accuracy within* $\leq \pm$		Coefficient of Variation* \leq	
	μL	%	μL	%
Digital Buret™ III				
25mL	50	0.2	25	0.1

$$P = \text{Bias} + 2SD \text{ OR } P = \text{Accuracy} + 2SD, \text{ CV} = SD/\text{Mean} \Rightarrow P = 50 + 2 * 25 = 100 \mu\text{l} = 0.100 \text{ ml}$$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 20 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

E (from Calibration Certificate) = Correction + 2SD = Correction + 2*CV*reference value

$E = 0.014 + 0.015 = 0.019 \text{ ml}$: P E \Rightarrow result = Pass

گواهی نامه زیر برای یک دستگاه سمپلر 100 μl صادر شده است:

Nominal value (μl)	n	Reference value (μl)	Correction (μl)	CV (%)
100	10	99.82	-0.18	0.8

خطای مجاز (یکی از روش های تعیین حد مجاز خطا) مطابق با استاندارد DIN ISO 8655 برای سمپلر فوق به صورت

زیر می باشد:

$P = \text{Bias} + 2\text{SD}$ OR $P = \text{Accuracy} + 2\text{SD}$, $\text{CV} = \text{SD} / \text{Mean} \Rightarrow P = 0.8 + 2 * 0.3 = 1.4 \mu\text{l}$


E (from Calibration Certificate) = Correction + 2SD = Correction + 2*CV*reference value

$E = |-0.18| + 1.6 = 1.78 \mu\text{l}$: P < E \Rightarrow result = Fail

نتیجه : سمپلر غیر قابل استفاده می باشد.

4-8-4 کنترل میانی

کنترل میانی ظروف حجم سنجی پیستونی شش ماه یکبار صورت می گیرد. برای انجام کنترل میانی باید از روش توزین و متناسب با استانداردهای مربوطه از جمله BS ISO 8655 استفاده نمود. برای تجهیزات حجم سنجی مدرج، حداقل یک نقطه میانی باید کنترل شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 21 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-9 هدایت سنج

هدایت سنج وسیله‌ای است برای اندازه‌گیری هدایت محلول‌ها.

4-9-1 کالیبراسیون هدایت سنج - دما و هدایت

این روش هدایت سنج‌های با ثابت سل کمتر و برابر با 0.1 cm^{-1} را شامل نمی‌شود.

الف- دوره تناوب کالیبراسیون هدایت سنج‌ها حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط مورد نیاز برای کالیبراسیون هدایت عبارتند از:

- در گستره هدایت 10 میکروزیمنس تا 20 میلی زیمنس حداقل سه نقطه کالیبره شود. یکی از نقاط باید نقطه تنظیم هدایت (ترجیحاً نقطه میانی) باشد.

ج- در صورت دسترسی به ثابت سل در دستگاه، گزارش ثابت سل قبل و بعد از کالیبراسیون الزامی است.

د- کالیبراسیون دمای دستگاه در گستره +15 تا +35 درجه سانتی‌گراد الزامی است.

4-9-2 حد مجاز خطا

- در صورت استفاده از دمای خودکار دستگاه، حد مجاز دما: $\pm 1.0 \text{ }^\circ\text{C}$

- حداکثر خطای مجاز هدایت $1\% \text{ Reading} + 1 \text{ Resolution}$

4-9-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) و U و تصحیح

مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P \ U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P \ C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P \ C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول هدایت سنج مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از هدایت سنج باید


تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

بخشی از یک گواهی نامه هدایت را (کالیبره شده در هدایت $1408 \mu\text{S/cm}$) به صورت زیر فرض نمایید:

Cell constant (cm^{-1})	Reference value ($\mu\text{S/cm}$)	Sample's Indication ($\mu\text{S/cm}$)	Expanded uncertainty ($\mu\text{S/cm}$)
0.475	1408.3	1412	8

$P = \pm(1\% \text{ Reading} + 1 \text{ resolution}) = \pm(14+1) = \pm 15 \mu\text{S/cm}$, $C = 1408.3 - 1412 = -3.7 \mu\text{S/cm}$, $U = \pm 8 \mu\text{S/cm}$

$\Rightarrow P > \sqrt{(U^2+C^2)} = 8.5 \Rightarrow \text{Result} = \text{pass}$

<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 22 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	--	---

4-9-4 کنترل میانی

کنترل میانی هدایت سنجها با استفاده از استاندارد هدایت و به صورت ماهیانه انجام می شود. در صورتی که تفاوت میان مقادیر اندازه گیری شده در ماه های متوالی کمتر از حد مجاز خطا باشد، می توان دوره کنترل میانی را حداکثر تا شش ماه افزایش داد.


جهت پایش عمل کنترل میانی هدایت سنجها باید توجه داشت که:

If A = value of conductivity before Adjust (or cell constant before Adjust)

, B = value of conductivity after Adjust (or cell constant after Adjust)

IF (A-B) \leq P \Rightarrow Result = Interval of intermediate check is OK

IF (A-B) $>>$ P \Rightarrow Result = Interval of intermediate check is Not OK

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 23 از 53	راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-10 هود باکتریولوژی (لامینار یا هود بیولوژی ایمنی یا هود ایمنی باکتریولوژی)

محفظه‌ای با هوای تهویه شده جهت تضمین حفاظت کاربر و محیط، از ذرات آئروسول ناشی از کارکردن با میکروارگانیسم‌های خطرناک یا بالقوه خطرناک، با قابلیت فیلتر هوای تخلیه شده به اتمسفر. [8]

این وسیله برای کنترل ذرات ریز معلق میکروبی یا سمی در هوا در نتیجه فعالیت‌هایی مانند مخلوط کردن، سانتریفوژ کردن، پیپت کردن و بازکردن در ظرف‌های خلأدار کاربرد دارد. هودهای بیولوژی با ایجاد جریان هوای مناسب از کاربر، محیط اطراف و نمونه حفاظت می‌کند. واژه‌های دیگر این وسیله هود جریان هوای یکنواخت لایه‌ای¹ و هود ایمنی است. [7]

4-10-1 آزمون هود های لامینار


الف- دوره تناوب آزمون هودهای لامینار حداکثر دو سال (با شرط داشتن کنترل میانی به فواصل ماهیانه) تعریف می‌شود.
 ب- آزمون هودهای لامینار شامل تست‌های ذرات، سرعت هوا، اختلاف فشار، شدت لامپ UV، نورسنجی، صوت‌سنجی، لرزش، بیشینه دما و رطوبت خواهد بود.

4-10-2 حد مجاز خطا

خطای آزمون مطابق با استانداردهای مربوطه در گزارش آزمون ارائه می‌گردد.

4-10-3 کنترل میانی

کنترل میانی هودها یک ماه یکبار و با استفاده از آزمون باکتریولوژی صورت می‌گیرد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 24 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-11 یخچال

وسيله‌ای است برای نگهداری محیط‌های کشت استریل شده و نمونه‌ها.

یخچال و فریزر در حال حاضر از مهمترین تجهیزات در آزمایشگاه محسوب می‌شوند. آن‌ها یک محیط و دمای کنترل شده (سرد) برای مایعات و مواد گوناگون فراهم می‌کنند. چون در دماهای پایین‌تر، فعالیت شیمیایی و بیولوژی کمتری وجود دارد، مایعات و مواد بهتر نگهداری می‌شوند. برای دستیابی به این منظور، دمای یخچال باید کمتر از دمای محیط باشد. [7]

4-11-1 کالیبراسیون یخچال

الف- دوره تناوب کالیبراسیون یخچال حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون یخچال عبارتند از:

- گستره دمایی 2 تا 6 درجه سانتی‌گراد

نکته: در صورتی که یخچال برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون یخچال دو نقطه خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن یخچال به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

4-11-2 حد مجاز خطا

- حداکثر خطای مجاز $\pm 2^{\circ}\text{C}$

- برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

4-11-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح

مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P > U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$


در حالت اول یخچال مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از یخچال باید تصحیح

نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

نکته:

- در صورتی که از یخچال برای چند دما استفاده شود، برای هر دما شرایط فوق باید بررسی شود.

- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می‌باشد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 25 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-11-4 کنترل میانی

کنترل میانی یخچال روزانه (در صورت وجود نمونه) صورت می گیرد. برای انجام کنترل می توان از دماسنجها یا ثباتهای دمای مناسب استفاده نمود.

در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه و در دو ابتدا و انتهای ساعت کاری صورت پذیرد.


در صورتی که از ثباتهای دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از 10 دقیقه بوده و در فواصل زمانی حداکثر هفته ای داده های حاصل از ثبات تخلیه و پایش گردند.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Refrigerator, B = Correction in calibration certificate of thermometer

If C = Temperature indicator of Refrigerator, D = Average temperature of thermometer

IF ABS ((D+B)-(C+A)) ≤ P ⇒ Result = Pass & ABS ((D+B)-(C+A)) > P ⇒ Result = Recalibration

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 26 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

4-12 کدورت سنج

کدورت سنج وسیله‌ای است برای اندازه‌گیری کدورت محلول‌ها.

4-12-1 کالیبراسیون کدورت سنج

الف - دوره تناوب کالیبراسیون کدورت سنج‌ها حداکثر شش ماهه تعریف می‌شود.

ب- نقاط مورد نیاز برای کالیبراسیون کدورت سنج‌ها براساس الزامات ارائه شده توسط سازنده دستگاه تعیین می‌شود.

4-12-2 حد مجاز خطا

حداکثر خطای مجاز برای هر دستگاه توسط سازنده دستگاه ارائه می‌گردد (در صورت عدم ارائه خطای مجاز، عموماً Reading +1 Resolution 2% خطای مجاز تعریف می‌شود).

4-12-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{(U^2 + C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول کدورت سنج مورد تایید بوده و نیازی به تصحیح نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از کدورت سنج باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

بخشی از یک گواهی نامه کدورت را (کالیبره شده در کدورت 20 NTU) به صورت زیر فرض نمایید:

Reference value (NTU)	Sample's Indication (NTU)	Expanded uncertainty(NTU)
20	20.9	± 0.2


$$P = \pm(2\% \text{ Reading} + 1 \text{ resolution}) = \pm(0.4 + 0.1) = \pm 0.5 \text{ NTU}$$

$$C = 20 - 20.9 = 0.9 \text{ NTU} \Rightarrow P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$$

نتیجه: اپراتور اضافه نمودن مقدار 0.9 NTU به نتایج خروجی دستگاه را در 20 NTU

4-12-4 کنترل میانی

کنترل میانی کدورت سنج‌ها با استفاده از استاندارد کدورت (در دامنه کاری) و به صورت دو هفته یکبار انجام می‌شود. در صورتی که تفاوت میان مقادیر اندازه‌گیری شده در ماه‌های متوالی کمتر از حد مجاز خطا باشد، می‌توان دوره کنترل میانی را افزایش داد. استانداردهای کدورت می‌تواند از نوع ژل یا محلول باشد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 27 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

5 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه فیزیکوشیمیایی

5-1 آون

آون به عنوان یک محفظه گرمایی که قادر است در گستره اندکی بالای دمای محیط تا ماکزیمم 200، 250 یا 300 درجه سانتیگراد را کنترل کند، تعریف می شود.

از آون برای خشک کردن موادشیمیایی و استریل کردن ظروف شیشه‌ای و فلزی استفاده می‌شود.

5-1-1 کالیبراسیون آون

الف - دوره تناوب کالیبراسیون آون حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون آون عبارتند از:

○ برای آزمون TS دمای $+104^{\circ}\text{C}$

○ برای آزمون TDS دمای $+180^{\circ}\text{C}$

نکته: در صورتی که آون برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج - حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون آون با حجم کمتر از 500 لیتر، حداقل دو نقطه و برای حجم‌های بیشتر حداقل چهار نقطه خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن آون به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

5-1-2 حد مجاز خطا

○ برای آزمون TS حداکثر خطای مجاز $\pm 1^{\circ}\text{C}$

○ برای آزمون TDS حداکثر خطای مجاز $\pm 2^{\circ}\text{C}$


○ برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

5-1-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول آون مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از آون باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 28 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

نکته:

- در صورتی که از آون برای چند دما استفاده شود، برای هر دما شرایط فوق باید بررسی شود.
- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می باشد.

5-1-4 کنترل میانی

کنترل میانی آون روزانه (در صورت استفاده) صورت می گیرد. برای انجام کنترل می توان از دماسنج ها یا ثبات های دمای مناسب استفاده نمود.

در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه صورت پذیرد.

در صورتی که از ثبات های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از یک دقیقه بوده و در فواصل زمانی حداکثر هفته ای داده های حاصل از ثبات تخلیه و پایش گردند.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Oven, B = Correction in calibration certificate of thermometer

If C = Temperature indicator of Oven, D = Average temperature of thermometer

IF ABS ((D+B)-(C+A)) ≤ P ⇒ Result = Pass & ABS ((D+B)-(C+A)) > P ⇒ Result = Recalibration



5-2 ترازو

ترازو وسیله‌ای است که جرم یک جسم را با استفاده از اثر گرانش بر آن جسم، تعیین می‌کند. این دستگاه ممکن است برای تعیین سایر کمیت‌ها، مقادیر، پارامترها و یا ویژگی‌های مرتبط با جرم تعیین شده نیز بکار رود [3].

5-2-1 کالیبراسیون ترازو

- الف- دوره تناوب کالیبراسیون ترازو در آزمایشگاه شیمی حداکثر یک سال تعریف می‌شود.
- ب- کالیبراسیون ترازو در کل گستره اسمی (حداقل 20 mg تا حداکثر 300 g) انجام می‌شود.
- ج- در صورت تنظیم دستگاه، ثبت مقادیر تنظیمی در گواهی‌نامه کالیبراسیون قبل و بعد از کالیبراسیون الزامی است.
- د- گزارش خطی بودن حداقل در پنج نقطه از گستره، خطای خارج از مرکز، رفت و برگشت (خطای پسماند) و تکرارپذیری الزامی است.

5-2-2 حد مجاز خطا

- برای ترازوهای با تفکیک پذیری 0.1 mg خطای مجاز به صورت زیر تعریف می‌شود:
Up to 50 g : P=±1 mg ; 50 ... 200 g: P=±2 mg; up to 200 g : P=±3 mg
- برای آزمون TDS و ترازوهای با تفکیک پذیری 0.01 mg خطای مجاز به صورت زیر تعریف می‌شود:
Up to 50 g : P=±1 mg ; 50 ... 200 g: P=±2 mg; up to 200 g : P=±3 mg

5-2-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون


اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و حداکثر تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. $IF P \geq \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow Result = Pass$
2. $IF P < \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow Result = Fail$

5-2-4 کنترل میانی

کنترل میانی ترازو با استفاده از وزنه‌های استاندارد صورت می‌گیرد. وزنه‌های استاندارد خود باید کالیبره شده و خطایی حداکثر در سطح کلاس F1 داشته باشند. برای کنترل میانی ترازوها انجام تست‌های زیر الزامی است:

- 1) کنترل روزانه (اگر در اندازه‌گیری در آن روز وجود دارد): بررسی خطای تجهیز با استفاده از حداقل سه وزنه استاندارد (یک وزنه کمتر از یک گرم، وزنه دوم یک تا ده گرم و وزنه سوم بیشتر از پنجاه گرم) - حداکثر خطای مشاهده شده را به ترتیب E1, E2, E3 می‌نامیم.
- 2) کنترل سه ماهه: ثبت انحراف معیار ناشی از ده بار تکرار داده‌های وزنه میانی را انحراف معیار یا SD می‌نامیم.


<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 30 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
--	---	--

جهت پایش عمل کنترل میانی نرازوها باید توجه داشت که:

IF E1 or E2 ≤ 1 mg → Result = Intermediate Check is OK

IF E3 ≤ 2 mg → Result = Intermediate Check is OK

IF SD ≤ 0.3 mg → Result = Intermediate Check is OK

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 31 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

5-3 اسپکتروفتومتر

اسپکتروفتومتر دستگاهی است جهت آنالیز کمی و کیفی مواد و محلول‌ها.

در آزمایشگاه اسپکتروفتومتر برای تعیین و میزان غلظت یک ماده در محلول کاربرد دارد و بنابراین با روش‌های اسپکتروفتومتری می‌توان نمونه را مورد تجزیه و تحلیل کمی و کیفی قرارداد. [7]

5-3-1 کالیبراسیون اسپکتروفتومتر

الف- دوره تناوب کالیبراسیون اسپکتروفتومتر حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- کالیبراسیون اسپکتروفتومتر در کل گستره اسمی (ناحیه مرئی و ماوراء بنفش در اسپکتروفتومترهای UV-Vis و ناحیه مرئی در اسپکتروفتومترهای Vis) انجام می‌شود.

ج- گزارش خطای طول موج حداقل در سه نقطه، خطای جذب فتومتری در ناحیه ماوراء بنفش در چهار طول موج و حداقل در دو مقدار جذب، خطای جذب فتومتری در ناحیه مرئی در پنج طول موج و در سه مقدار جذب، گزارش نور پراکنده حداقل در دو طول موج (برای اسپکتروفتومترهای UV-Vis) و یک طول موج در اسپکتروفتومترهای Vis. [4]

5-3-2 حد مجاز خطا

- برای اسپکتروفتومتر حد خطای مجاز به صورت زیر تعریف می‌شود:

$$MPE \lambda \geq 1 \text{ nm}, \text{ Stray Light} \geq 0.1\% T,$$

$$\text{Accuracy} \geq 1\% \text{ Readnig}$$

$$(\text{Absorbance} \leq 0.5 A: MPE = 0.005A, 0.5 A < \text{Absorbance} \leq 1 A:$$

$$MPE = 0.010A, 2 < \text{Absorbance} \leq 1.0 A: MPE = 0.020A)$$

5-3-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش k=2) و بیشترین تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

$$1. \text{ IF } P \geq \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow \text{Result} = \text{Pass}$$

$$2. \text{ IF } P < \sqrt{(C^2 + U^2)} \rightarrow \text{Result} = \text{Fail}$$

موارد فوق برای طول موج دستگاه و جذب فتومتری باید بررسی شود.

فرض کنید در گواهی نامه اسپکتروفتومتر صادر شده حداکثر اختلاف میان طول موج مرجع و مقادیر قرائت شده 0.5 nm و عدم قطعیت گزارش شده برای طول موج 0.2 nm باشد:

$$P = \pm 1 \text{ nm}, C_{\max} = 0.5 \text{ nm}, U = \pm 0.2 \text{ nm} \Rightarrow P > \sqrt{(U^2 + C^2)} = 0.54 \text{ nm} \Rightarrow \text{Result} = \text{Pass}$$

Wavelength (nm)	440	465	546	590	635
-----------------	-----	-----	-----	-----	-----



شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور

راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی

کد سند: GC01
تاریخ تدوین: 1395/07/20
شماره بازنگری: صفر
صفحه 32 از 53

Reference value	0.2668	0.5457	1.0935	0.2416	0.4970	1.0058	0.2525	0.5050	1.0025	0.2915	0.5604	1.0645	0.2944	0.5513	1.0225
Sample's Indication	0.267	0.546	1.092	0.242	0.498	1.006	0.254	0.509	1.006	0.291	0.565	1.070	0.297	0.553	1.028

فرض کنید در گواهی نامه اسپکتروفتومتر صادر شده مقادیر جذب مرجع و مقادیر جذب قرائت شده در محدوده مرئی به

شکل زیر باشد:

عدم قطعیت به صورت $\text{Expanded Uncertainty: } \pm(0.3\% \text{ Reading} + 1 \text{ Resolution})$ گزارش شده است.

حال تصحیح، عدم قطعیت و حد مجاز خطا (برحسب A) را برای هر مقدار محاسبه می کنیم:

Correction	0.000	0.000	0.001	0.000	-0.001	0.000	-0.002	-0.004	-0.004	0.001	-0.005	-0.006	-0.003	-0.002	-0.006
Uncertainty	0.002	0.003	0.004	0.002	0.002	0.004	0.002	0.003	0.004	0.002	0.003	0.004	0.002	0.003	0.004
P	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.010	0.005	0.005	0.010
result	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass	pass


5-3-4 کنترل میانی

- کنترل میانی دستگاه باید توسط استانداردهای گواهی شده (CRM) و با استفاده از روش های توصیه شده توسط

استاندارد متد صورت پذیرد.

غلظت محلول کنترلی	انجام کنترل کیفیت	نام آزمون
20 ppm	5 درصد نمونه ها	سولفات
5 ppm		فلوئور
0.5 ppm		نیترات
20 ppm		نیتريت
0.1 ppm		آمونیم به روش نسلر
0.5 ppm		آمونیم به روش فنات
0.2 ppm		فسفات
0.2ppm		

● غلظت محلول کنترلی می تواند براساس غلظت های اندازه گیری شده معمول در آزمایشگاه تعیین شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 33 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

6 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه فاضلاب

6-1 انکوباتور یخچال دار (BOD)

انکوباتورهای آزمایشگاهی دستگاه‌هایی هستند که رشد مناسب میکروارگانیسم‌ها را در دمای ثابت و در شرایط آزمایشگاهی ممکن می‌سازد [6]

6-1-1 کالیبراسیون انکوباتور

الف- دوره تناوب کالیبراسیون انکوباتور یخچال دار حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون انکوباتور عبارتند از:

- دمای 20 درجه سانتی‌گراد

نکته: در صورتی که انکوباتور یخچال دار برای روش‌های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- نقاط مکانی برای کالیبراسیون انکوباتورهای با حجم کمتر از 500 لیتر، حداقل دو نقطه و برای حجم‌های بیشتر حداقل چهار عدد خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن انکوباتور به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

6-1-2 حد مجاز خطا

○ حداکثر خطای مجاز $\pm 1^{\circ}\text{C}$

○ برای سایر آزمون‌ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

6-1-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت‌های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:


1. If $P \leq \sqrt{U^2 + C^2} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P > U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول انکوباتور مورد تایید بوده و نیازی به اعمال نتایج نمی‌باشد. در حالت دوم برای استفاده از انکوباتور باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت‌های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

نکته:

- در صورتی که از انکوباتور برای چند دما استفاده شود، برای هر دما شرایط فوق باید بررسی شود.

- مقادیر تصحیح در رابطه فوق قدر مطلق می‌باشد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 34 از 53	راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

6-1-4 کنترل میانی

کنترل میانی انکوباتورها روزانه (در صورت وجود نمونه درون انکوباتور) صورت می‌گیرد. برای انجام کنترل می‌توان از دماسنج‌ها یا ثبات‌های دمای مناسب استفاده نمود.


در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید روزانه و در دو مرحله در ابتدا و انتهای ساعات کاری صورت پذیرد. در صورتی که از ثبات‌های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از 10 دقیقه بوده و در فواصل زمانی حداکثر هفته ای داده های حاصل از ثبات تخلیه و پایش گردند.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Incubator, B = Correction in calibration certificate of Thermometer

If C = Temperature indicator of Incubator, D = Average temperature of thermometer

IF $ABS ((D+B)-(C+A)) \leq P \Rightarrow \text{Result} = \text{Pass}$ & $ABS ((D+B)-(C+A)) > P \Rightarrow \text{Result} = \text{Recalibration}$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 35 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

6-2 راکتور حرارتی (COD)

6-2-1 کالیبراسیون راکتور حرارتی

دستگاهی جهت ایجاد حرارت مناسب برای انجام آزمایش COD

الف - دوره تناوب کالیبراسیون راکتور حرارتی حداکثر یک سال تعریف می شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون راکتور عبارتند از:

- دمایی 150 درجه سانتی گراد

نکته: در صورتی که راکتور حرارتی برای روش های دیگر استفاده شود، بایستی کالیبراسیون در دماهای ذکر شده در روش نیز انجام شود.

ج- حداقل نقاط مکانی برای کالیبراسیون راکتور حرارتی دو نقطه و برای حجم های بیشتر حداقل چهار نقطه خواهد بود.

د- ارائه نیم ساعت نمودار پایداری و یکنواختی دما پس از رسیدن آنکوباتور به شرایط تعادل دمایی، الزامی خواهد بود.

6-2-2 حد مجاز خطا

- حداکثر خطای مجاز $\pm 2^{\circ}\text{C}$

- برای سایر آزمون ها، خطای مجاز در روش ملاک عمل خواهد بود.

6-2-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

1- برای راکتور حرارتی که امکان تنظیم دما وجود دارد:

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:


1. If $P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P \ U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P \ C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P < U \ \& \ P \ C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول راکتور حرارتی مورد تایید بوده و نیازی به تصحیح نتایج نمی باشد. در حالت دوم برای استفاده از راکتور حرارتی باید تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

2- برای راکتور حرارتی که امکان تنظیم دما وجود ندارد:

اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) U و تصحیح مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، تنها شرط تایید کالیبراسیون عبارت خواهد بود از:

$$P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 36 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

6-2-4 کنترل میانی

کنترل میانی راکتور حرارتی ماهیانه صورت می‌گیرد. برای انجام کنترل می‌توان از دماسنج‌ها یا ثبات‌های دمای مناسب استفاده نمود. در صورتی که از دماسنج استفاده شود، ثبت دما باید صورت پذیرد.


در صورتی که از ثبات‌های دمایی استفاده گردد، فاصله ثبت دما نباید بیشتر از یک دقیقه باشد.

در مواردی که دستگاه یا دماسنج مورد استفاده در کنترل میانی شامل حالت مشروط (Conditional) باشند، جهت پایش عمل کنترل میانی باید توجه داشت که:

If A = Correction in calibration certificate of Reactor, B = Correction in calibration certificate of Thermometer

If C = Temperature indicator of Reactor, D = Average temperature of thermometer

IF $ABS ((D+B)-(C+A)) \leq P \Rightarrow \text{Result} = \text{Pass}$ & $ABS ((D+B)-(C+A)) > P \Rightarrow \text{Result} = \text{Recalibration}$

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 37 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

7 تجهیزات مستقر در آزمایشگاه آنالیز دستگاہی

7-1 کروماتوگرافی گازی (کروماتوگرافی گازی با طیفسنج جرمی)

کروماتوگرافی گازی و کروماتوگرافی گازی با طیفسنج جرمی دستگاہی برای جداسازی و اندازه گیری سموم و مواد آلی فرار یا با نقاط جوش پایین در نمونه های آبی می باشند.

7-1-1 کالیبراسیون کروماتوگرافی گازی

الف - دوره تناوب کالیبراسیون کروماتوگرافی گازی حداکثر یک سال تعریف می شود.

ب- آزمون های انجام شده برای کالیبراسیون عبارتند از: فلو گازها، صحت و گرادیان دما، صحت و خطی بودن آشکارساز

7-1-2 حد مجاز خطا

- خطای مجاز دستگاہ عموماً توسط سازنده اعلام می شود. از جدول زیر می توان برای خطای مجاز استفاده نمود.

Module	Performance Attribute	General Expectations
Gas Flow	Flow Rate Accuracy	$\pm 10\%$ of the set flow rate
Injector	Repeatability and Carry Over	R^2 0.999 , 2%
Column Oven	Temperature Accuracy	$< \pm 2^\circ C$
	Temperature Gradient	correlation coefficient > 0.998
Detector	Repeatability	RSD 2 %
	Linearity	R^2 0.999

7-1-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون

- خطاهای مندرج در گواهی نامه برای پارامترهای مختلف با حدود خطای مجاز مقایسه شده و نتیجه اعلام می گردد.

7-1-4 کنترل میانی

- در هر 10 نمونه حداقل یک استاندارد با غلظت مشخص در محدوده کالیبراسیون می باشد و در صورتی که تعداد نمونه ها در یک روز از 10 نمونه کمتر باشد آنگاه بایستی یک نمونه استاندارد با غلظت مشخص در محدوده کالیبراسیون به دستگاہ داده شود.




شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور

راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی

کد سند: GC01
تاریخ تدوین: 1395/07/20
شماره بازنگری: صفر
صفحه 38 از 53

نام تجهیز	نام پارامتر	حدود خطای مجاز
کروماتوگرافی گازی	کلروفرم	20 درصد مقدار خوانده شده (استاندارد متد)
	برمو دی کلرومتان	
	دی برمو کلرومتان	
	برمو فرم	
	آلاکلر	35 درصد مقدار خوانده شده (EPA)
	کلردان	
	آلدین	
	تری فلور آلین	
	متوکسی کلر	
	هیپتا کلر اپوکساید	
هیپتا کلر		

نام تجهیز	نام پارامتر	حدود خطای مجاز	گستره کاری ($\mu\text{g/L}$)
کروماتوگرافی گازی با طیف سنج جرمی	مولینات	35 درصد مقدار خوانده شده (EPA)	0.5-0.05
	ایزوپروتورون		0.5-0.05
	تری فلور آلین		0.5-0.05
	کلر تلورون		0.5-0.05
	سیلوکس		0.5-0.05
	سیمازین		0.5-0.05
	آترازین		0.5-0.05
	هیپتا کلر		0.5-0.05
	آلدین		0.5-0.05
	پرومترین		0.5-0.05
	پندی متالین		0.5-0.05
	کلردان		0.5-0.05
	دیلدین		0.5-0.05
	د.د.ت.		0.5-0.05
پرمترین	0.5-0.05		

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 39 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

7-2 کروماتوگرافی مایع

کروماتوگراف مایع دستگاهی برای اندازه گیری سموم و مواد آلی می باشد.

7-2-1 کالیبراسیون کروماتوگرافی مایع

الف- دوره تناوب کالیبراسیون کروماتوگرافی مایع حداکثر یک سال تعریف می شود.

ب- آزمون های انجام شده برای کالیبراسیون عبارتند از: فلو و گرادیان پمپ، تکرارپذیری و مقدار باقی مانده انژکتور، صحت دما، صحت طول موج و خطی بودن آشکارساز


7-2-2 حد مجاز خطا

- خطای مجاز دستگاه عموماً توسط سازنده اعلام می شود. از جدول زیر می توان برای خطای مجاز استفاده نمود.

Module	Performance Attribute	General Expectations
Pump	Flow Rate Accuracy	$\pm 2\%$ of the set flow rate
	Gradient Accuracy	$\pm 1\%$ of the step gradient composition
Injector	Repeatability and Carry Over	r 0.999
Column	Temperature Accuracy	$\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$
Detector	Wavelength Accuracy	$\pm 2\text{ nm}$
	Linearity	r 0.999

7-2-3 کنترل میانی

- در هر 10 نمونه حداقل یک استاندارد با غلظت مشخص در محدوده کالیبراسیون می باشد و در صورتی که تعداد نمونه ها در یک روز از 10 نمونه کمتر باشد آنگاه بایستی یک نمونه استاندارد با غلظت مشخص در محدوده کالیبراسیون به دستگاه داده شود.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 40 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

8 تجهیزات عمومی

8-1 دماسنج و رطوبت سنج محیطی

8-1-1 کالیبراسیون دماسنج و رطوبت سنج محیطی

الف- دوره تناوب کالیبراسیون دماسنج و رطوبت سنج محیطی حداکثر یک سال تعریف می شود.

ب- نقاط دمایی مورد نیاز برای کالیبراسیون دماسنج و رطوبت سنج محیطی عبارتند از:

- دمای 15 تا 30 درجه سانتی گراد
- رطوبت 20 تا 60 درصد

8-1-2 حد مجاز خطا

- حداکثر خطای مجاز $\pm 2^{\circ}\text{C}$ و $\pm 5\% \text{rH}$

8-1-3 تحلیل گواهی نامه کالیبراسیون


اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) و U تصحیح

مندرج در گواهی نامه را C بنامیم، حالت های زیر جهت بررسی وجود خواهد داشت:

1. If $P \leq \sqrt{(U^2 + C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$
2. If $P > U \ \& \ P < C \Rightarrow \text{result} = \text{Conditional}$
3. If $P < U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$
4. If $P > U \ \& \ P > C \Rightarrow \text{result} = \text{Fail}$

در حالت اول دستگاه مورد تایید بوده و نیازی به تصحیح نتایج نمی باشد. در حالت دوم برای استفاده از دستگاه باید

تصحیح نتایج صورت گیرد. در حالت های سوم و چهارم دستگاه غیرقابل استفاده بوده و باید تعمیر یا تعویض گردد.

کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 41 از 53	راهنمای برنامه ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی	 شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
--	---	--

8-2 وزنه‌های مورد استفاده جهت کنترل میان دوره‌ای

8-2-1 کالیبراسیون وزنه

وزنه‌ها اجسام صلبی هستند که برای استاندارد برای تصدیق دستگاه‌های توزین و یا برای تصدیق و کالیبراسیون وزنه‌هایی با رده درستی پایین‌تر کاربرد دارند [2]

رده درستی وزنه‌ها به رده‌های E1 تا M3 (با محدود خطایی برابر با جدول 1) تقسیم می‌شوند. [2]

الف- دوره تناوب کالیبراسیون وزنه حداکثر یک سال تعریف می‌شود.

ب- با توجه به دامنه کاربرد ترازوها، حداقل وجود سه وزنه در گستره کمتر از یک گرم، بین یک تا ده گرم و بیش از پنجاه گرم (برای ترازوهای مورد استفاده در آزمایشگاه فیزیکوشیمیایی) و یک وزنه در محدوده توزین (برای ترازوهای مورد استفاده در آزمایشگاه‌های باکتریولوژی) الزامی خواهد بود.

8-2-2 حد مجاز خطا

وزنه‌ها برای ترازوهای مورد استفاده در آزمایشگاه شیمی در کلاس F1 (یا بهتر) و برای ترازوهای مورد استفاده در آزمایشگاه باکتریولوژی در کلاس F2 (یا بهتر) قرار می‌گیرند. [2]

8-2-3 تحلیل گواهی‌نامه کالیبراسیون


اگر حد مجاز خطای دستگاه را P ، عدم قطعیت مندرج در گواهی‌نامه کالیبراسیون (با ضریب پوشش $k=2$) و U و تصحیح مندرج در گواهی‌نامه را C بنامیم، تنها شرط تایید کالیبراسیون عبارت خواهد بود از:

$$P \sqrt{(U^2+C^2)} \Rightarrow \text{result} = \text{Pass}$$



Table 1 Maximum permissible errors for weights ($\pm \delta m$ in mg)

Nominal value*	Class E ₁	Class E ₂	Class F ₁	Class F ₂	Class M ₁
5 000 kg			25 000	80 000	250 000
2 000 kg			10 000	30 000	100 000
1 000 kg		1 600	5 000	16 000	50 000
500 kg		800	2 500	8 000	25 000
200 kg		300	1 000	3 000	10 000
100 kg		160	500	1 600	5 000
50 kg	25	80	250	800	2 500
20 kg	10	30	100	300	1 000
10 kg	5.0	16	50	160	500
5 kg	2.5	8.0	25	80	250
2 kg	1.0	3.0	10	30	100
1 kg	0.5	1.6	5.0	16	50
500 g	0.25	0.8	2.5	8.0	25
200 g	0.10	0.3	1.0	3.0	10
100 g	0.05	0.16	0.5	1.6	5.0
50 g	0.03	0.10	0.3	1.0	3.0
20 g	0.025	0.08	0.25	0.8	2.5
10 g	0.020	0.06	0.20	0.6	2.0
5 g	0.016	0.05	0.16	0.5	1.6
2 g	0.012	0.04	0.12	0.4	1.2
1 g	0.010	0.03	0.10	0.3	1.0
500 mg	0.008	0.025	0.08	0.25	0.8
200 mg	0.006	0.020	0.06	0.20	0.6
100 mg	0.005	0.016	0.05	0.16	0.5
50 mg	0.004	0.012	0.04	0.12	0.4
20 mg	0.003	0.010	0.03	0.10	0.3
10 mg	0.003	0.008	0.025	0.08	0.25
5 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20
2 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20
1 mg	0.003	0.006	0.020	0.06	0.20

<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 43 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
--	---	--

تجهیزاتی که کالیبراسیون خارجی نیاز ندارند.

- فلیم‌فتمتر

- جذب اتمی



شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور

راهنمای برنامه ریزی

کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی

کد سند: GC01

تاریخ تدوین: 1395/07/20

شماره بازنگری: صفر


صفحه 44 از 53

ضمیمه اول - فرم تعیین دوره تناوب کالیبراسیون

ردیف	عوامل تعیین کننده	وزن سؤال (A)	وزن جواب (B)	وزن سؤال (A) ضرب در وزن جواب (B)
1	نوع وسیله در آزمون			
2	پیشنهاد و توصیه کارخانه سازنده			
3	اطلاعات مربوط به انحراف مقادیر بدست آمده از روی سوابق قبلی کالیبراسیون			
4	سوابق مربوط به تعمیر و نگهداری تجهیزات و کنترل میانی			
5	طول زمان استفاده، تعداد دفعات استفاده و چگونگی استفاده از دستگاه			
6	تمایل به فرسودگی و تغییر تدریجی با گذشت زمان			
7	شرایط محیطی (دما، رطوبت، ارتعاش، صدا، فشار هوا، آلودگی و ...)			
8	جابجایی تجهیزات اندازه گیری			
9	دقت اندازه گیری			
10	نظر کارشناسان و اپراتورهای دستگاه			


کم اهمیت: 0/4 - مهم: 0/6 - خیلی مهم: 0/8 - حیاتی: 1

- 1-وزن جواب به اهمیت وسیله در استفاده و مقدار تاثیر آن در عدم قطعیت روش بر می گردد.
- 2-وزن جواب به اهمیت کالیبراسیون دستگاه در دفترچه طرز کار دستگاه بر می گردد.
- 3-وزن جواب به اختلاف میان مقادیر خطاها در گواهی نامه های کالیبراسیون بر می گردد. اگر اختلافها زیاد باشد عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 4-وزن جواب به اهمیت داشتن روش نگهداری و کنترل میانی بر می گردد. اگر فاقد روش نگهداری و کنترل باشد عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 5-وزن جواب به اهمیت تعداد استفاده از تجهیز بر می گردد. اگر تعداد استفاده زیاد باشد عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 6-وزن جواب به اهمیت خراب شدن تجهیز بر می گردد. اگر احتمال خرابی دستگاه زیاد باشد یا مارک خوبی نباشد عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 7-وزن جواب به اهمیت داشتن شرایط محیطی مناسب بر می گردد. اگر فاقد شرایط محیطی مناسب باشد عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 8-وزن جواب به اهمیت تغییر مکان دستگاه بر می گردد. اگر دستگاه جابه جا نشود عدد کمتری انتخاب می شود.
- 9-وزن جواب به تناسب دقت ارائه شده توسط سازنده و استفاده کننده بر می گردد. اگر دو عدد به هم نزدیک باشند عدد بالاتری انتخاب می شود.
- 10-وزن جواب به اهمیت دستگاه از نظر کارشناسان و استفاده کنندگان بر می گردد.

<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 45 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	--	---

ضمیمه دوم - فرم درخواست کالیبراسیون خارجی

نام آزمایشگاه:		آدرس:		تلفن:	
ردیف:		مستول کالیبراسیون:		تاریخ:	
ملاحظات	گستره کاری	خطای مجاز	نقاط اندازه گیری	نام دستگاه	ردیف

<p>کد سند: GC01 تاریخ تدوین: 1395/07/20 شماره بازنگری: صفر صفحه 46 از 53</p>	<p>راهنمای برنامه‌ریزی کالیبراسیون خارجی و کنترل میانی تجهیزات آزمایشگاهی</p>	 <p>شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور</p>
---	--	---

مراجع

- (1) واژه‌نامه اندازه‌شناسی مفاهیم پایه و عمومی و اصطلاحات مربوط- استاندارد ملی ایران 4723
- (2) OIML R 111 ,Weights of classes E1, E2, F1, F2, M1, M1-2, M2, M2-3 and M3, Edition 2004 (E)
- (3) OIML R 76 ,Non-automatic weighing instruments ,Edition 2006 (E)
- (4) ASTM E925 - 09(2014) Standard Practice for Monitoring the Calibration of Ultraviolet- Visible Spectrophotometers whose Spectral Bandwidth does not Exceed 2 nm
- (5) اتوکلاوهای آزمایشگاهی - ویژگی‌های طراحی، ساخت ایمنی و عملکرد استاندارد ملی ایران - شماره 4583
- (6) انکوباتور آزمایشگاهی استاندارد ملی ایران- شماره 6036
- (7) کتاب راهنمای نگهداشت تجهیزات آزمایشگاهی- سازمان بهداشت جهانی- ویرایش دوم
- (8) معیارهای عملکرد هودهای ایمنی میکروبیولوژی استاندارد ملی ایران - شماره 16112



شرکت مهندسی آب و فاضلاب کشور
معاونت نظارت بر بهره‌برداری
دفتر نظارت بر بهداشت آب و فاضلاب

