



ΕΛΛΗΝΙΚΗ ΔΗΜΟΚΡΑΤΙΑ
Εθνικόν και Καποδιστριακόν
Πανεπιστήμιον Αθηνών

Έλεγχος και Διασφάλιση Ποιότητας

Ενότητα 6: Διακρίβωση ογκομετρικών σκευών

Κουπάρης Μιχαήλ

Τμήμα Χημείας

Εργαστήριο Αναλυτικής Χημείας

ΣΤΑΘΜΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟΣ ΔΙΑΚΡΙΒΩΣΗΣ ΟΓΚΟΜΕΤΡΙΚΩΝ ΣΚΕΥΩΝ ΜΕΤΑΦΟΡΑΣ ΟΓΚΩΝ

ISO 8655-6



ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΟΣ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ

- Αναλυτικός ζυγός με διακριτική ικανότητα κατάλληλη για τον όγκο της εξεταζόμενης συσκευής.
- Αποθήκη υγρού, κατάλληλης χωρητικότητας για τον έλεγχο όλης της σειράς.
- Φιαλίδια ζυγίσεως. Προσοχή στην απώλεια ύδατος από εξάτμιση κατά τη μεταφορά και ζύγιση. Για μικρούς όγκους τα φιαλίδια να έχουν λόγο ύψος / διάμετρο τουλάχιστον 3:1.
- Χρονόμετρο με τυπική αβεβαιότητα ≤ 1 s.
- Θερμόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 0,2$ °C.
- Υγρόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 10\%$.
- Βαρόμετρο με τυπική αβεβαιότητα $\leq 0,5$ kPa.
 - Σημείωση: Όλες οι αβεβαιότητες με συντελεστή κάλυψης $k = 1$.



ΕΛΑΧΙΣΤΕΣ ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΖΥΓΟΥ

| Ελεγχόμενος (Ονομαστικός) Όγκος V | Διακριτική Ικανότητα (Resolution) mg | Επαναληψιμότητα και γραμμικότητα mg | Τυπική Αβεβαιότητα Μέτρησης mg |
|--|---|---|---|
| $1 \mu\text{L} \leq V \leq 10 \mu\text{L}$ | 0,001 | 0,002 | 0,002 |
| $10 \mu\text{L} \leq V \leq 100 \mu\text{L}$ | 0,01 | 0,02 | 0,02 |
| $100 \mu\text{L} \leq V \leq 1000 \mu\text{L}$ | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| $1 \text{ mL} \leq V \leq 10 \text{ mL}$ | 0,1 | 0,2 | 0,2 |
| $10 \text{ mL} \leq V \leq 200 \text{ mL}$ | 1 | 2 | 2 |



ΥΓΡΟ ΕΛΕΓΧΟΥ

- Χρησιμοποιείται νερό απεσταγμένο ή απιονισμένο που ανταποκρίνεται στο Grade 3 του ISO 3696, απαρωμένο ή εξισορροπημένο στον αέρα.
- Το νερό βρίσκεται σε θερμοκρασία δωματίου.



ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΕΛΕΓΧΟΥ (1)

- Συσκευές που αποσυναρμολογούνται σε βάση ρουτίνας (π.χ. για καθαρισμό) πρέπει να γίνει τούτο τουλάχιστον μια φορά πριν τη διακρίβωση.
- Οι συσκευές πρέπει να χειρίζονται σύμφωνα με τις οδηγίες του κατασκευαστή.
- Η διακρίβωση γίνεται σε δωμάτιο χωρίς ρεύματα με σταθερές περιβαλλοντικές συνθήκες:
 - Σχετική υγρασία > 50 %
 - Σταθερή θερμοκρασία ($\pm 0,5$ °C) στην περιοχή 15 – 30 °C
- Η προς διακρίβωση συσκευή και το νερό ελέγχου παραμένουν στο δωμάτιο για ικανό χρόνο, τουλάχιστον 2 ώρες για εξισορρόπηση.



ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΕΛΕΓΧΟΥ (2)

Εξάτμιση

- Για όγκους μικρότερους των 50 μL , πρέπει να λαμβάνονται υπόψη σφάλματα λόγω εξάτμισης του υγρού κατά τη ζύγιση.
 - Κρίσιμος σχεδιασμός φιαλιδίου ζύγισης (μικρή επιφάνεια)
 - Κρίσιμος ο χρόνος κύκλου
- Χρήση ζυγού με κατάλληλη παγίδα εξάτμισης.
- Χρήση τριχοειδών σωλήνων για πλήρωση.
- Το σφάλμα λόγω εξάτμισης μπορεί να προσδιορισθεί και να περιληφθεί στον υπολογισμό αβεβαιότητας.



ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΕΛΕΓΧΟΥ (3)

Χρόνος Κύκλου Ελέγχου

- Ο χρόνος κύκλου ελέγχου (χρόνος ζύγισης ενός μεταφερόμενου όγκου) πρέπει να διατηρείται ελάχιστος.
- Δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 60 s.
- Είναι σημαντικό να είναι κανονικός, εντός του κύκλου και μεταξύ των κύκλων έτσι, ώστε να μπορεί να εφαρμοσθεί μαθηματική διόρθωση λόγω εξάτμισης.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (1)

Ελεγχόμενος Όγκος

- Σε περιπτώσεις συσκευής σταθερού όγκου, ο ελεγχόμενος όγκος είναι ονομαστικός όγκος της συσκευής.
- Σε περιπτώσεις συσκευών μεταβαλλόμενου όγκου, ελέγχονται τουλάχιστον 3 όγκοι:
 - Ονομαστικός όγκος
 - Περίπου στο 50% του ονομαστικού όγκου
 - Το μικρότερο όριο χρήσιμης περιοχής όγκου ή 10% του ονομαστικού όγκου (όποιο είναι μεγαλύτερο)
- Μέτρηση σε επιπλέον όγκους είναι προαιρετική.
- Το σύστημα ρύθμισης της συσκευής (στροφές, κλίμακα) πρέπει να είναι κατάλληλο για την επιλογή των όγκων ελέγχου.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (2)

Αριθμός Μετρήσεων Ανά Όγκο Ελέγχου

- Για σκοπούς διακρίβωσης χρησιμοποιούνται 10 μετρήσεις για κάθε ελεγχόμενο όγκο.
- Για σκοπούς ελέγχου ποιότητας, μπορεί να μειωθεί ο αριθμός των μετρήσεων.
- Εκτός από τη σταθμική μέθοδο (μέθοδο αναφοράς) μπορεί να χρησιμοποιηθούν εναλλακτικές μέθοδοι, εφόσον συσχετίζονται με τη σταθμική μέθοδο.
 - Π.χ. φασματοφωτομετρική μέθοδος για διακρίβωση ογκομετρικών συσκευών μικρού όγκου.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (3)

Διαδικασία Ζύγισης

- Για συσκευές σχεδιασμένες να μεταφέρουν (to deliver) (Ex) ο ελεγχόμενος όγκος μεταφέρεται στο φιαλίδιο ζυγίσεως.
- Για συσκευές σχεδιασμένες να περιέχουν (to contain) (In) ο ελεγχόμενος όγκος απομακρύνεται από το φιαλίδιο ζύγισης.
 - Παράδειγμα ο όγκος που αναρροφάται κατά τη χρήση αραιωτή (dilutor).



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (4)

Συνθήκες Ελέγχου Κατά Διαδικασία Ζύγισης

- Στην αρχή και στο τέλος της διαδικασίας ζύγισης, η θερμοκρασία του νερού ελέγχου στον περιέκτη καταγράφεται στο πλησιέστερο 0,2 °C.
- Η ατμοσφαιρική πίεση στο δωμάτιο ελέγχου πρέπει να καταγράφεται στο πλησιέστερο 1kPa και η σχετική υγρασία στο πλησιέστερο 10%.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (5)

Διακρίβωση Πιπέτας Ενός Καναλιού

- A) Τοποθετείται νερό στο φιαλίδιο ζύγισης σε βάθος τουλάχιστον 3 mm.
- B) Καταγράφεται η θερμοκρασία του ύδατος και η ατμοσφαιρική πίεση και σχετική υγρασία του δωματίου.
- Γ) Τοποθετείται το ακροφύσιο (tip) στην πιπέτα.
- Δ) Πληρώνεται το ακροφύσιο με νερό και απορρίπτεται στα απόβλητα 5 φορές (εξισορρόπηση υγρασίας στο νεκρό όγκο αέρα).
- Ε) Τοποθετείται το φιαλίδιο με το προστεθέν νερό στο δίσκο του ζυγού.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (6)

Διακρίβωση Πιπέτας Ενός Καναλιού (1)

Στ) Εκτελείται ο ακόλουθος κύκλος ελέγχου:

- 1) Αντικαθίσταται το ακροφύσιο στην πιπέτα.
- 2) Γεμίζεται το ακροφύσιο με νερό, με βύθισμα 2-3 mm κάτω από την επιφάνεια του νερού. Αφαιρείται η πιπέτα κάθετα και προσεκτικά από την επιφάνεια του νερού.
- 3) Απορρίπτεται το νερό στα απόβλητα για προ-ύγρανση του ακροφύσιου και επαναγεμίζεται.
- 4) Καταγράφεται η μάζα m_0 του φιαλιδίου με το νερό ή μηδενίζεται το απόβαρο ($m_0 = 0$). Ενεργοποιείται το χρονόμετρο.



ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ (7)

Διακρίβωση Πιπέτας Ενός Καναλιού (2)

- 5) Μεταφέρεται το νερό στο φιαλίδιο ζύγισης, ακουμπώντας το άκρο του ακροφύσιου στο εσωτερικό τοίχωμα του φιαλιδίου ακριβώς πάνω από την επιφάνεια του υγρού σε γωνία περίπου 30° έως 45° και σέρνοντάς το για 8 – 10 mm στο εσωτερικό τοίχωμα για τη απομάκρυνση κάθε σταγόνας γύρω από το ακροφύσιο.
- 6) Καταγράφεται η μάζα m_1 του φιαλιδίου ή εάν έγινε μηδενισμός απόβαρου η μάζα m_i .
- 7) Επαναλαμβάνεται ο κύκλος ελέγχου 10 φορές για να καταγραφούν οι μάζες m_1 έως m_{10} .



ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ (1)

- Υπολογισμός Απώλειας Μάζας Ανά Κύκλο: $(m_{10} - m_{11}) / 10$.
- Υπολογισμός Διορθωμένης Μάζας Κάθε Μεταφερόμενης Ποσότητας:
 - Εάν δεν χρησιμοποιήθηκε μηδενισμός απόβαρου υπολογίζεται η μάζα m_i με αφαίρεση $m_1 - m_0, m_2 - m_1, \dots, m_{10} - m_{11}$.
 - Προστίθεται η απώλεια μάζας ανά κύκλο σε κάθε μεταφερόμενη ποσότητα.



ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ (2)

- Μετατροπή της μάζας m_i σε όγκο V_i , λαμβάνοντας υπόψη την πυκνότητα του νερού και την άνωση του αέρα. Χρησιμοποιείται ο παράγοντας διόρθωσης (Z correction factor)

$$V_i = m_i \times Z$$

- Προστίθενται οι 10 όγκοι ($n = 10$) V_i και διαιρούνται δια 10 για να υπολογισθεί ο μέσος όγκος \bar{V} εκφραζόμενος σε μL ή mL

$$\bar{V} = \sum V_i / 10$$



ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ (3)

- Εάν η θερμοκρασία ελέγχου είναι διαφορετική από τη θερμοκρασία ρύθμισης της πιπέτας (20 °C) και εάν ο θερμικός συντελεστής διόρθωσης της πιπέτας Y είναι γνωστός η σχέση μετατροπής γίνεται:

$$V_i = m_i Z Y$$



Υπολογισμός Συστηματικού Σφάλματος (Ακρίβεια)

- Υπολογίζεται το συστηματικό σφάλμα e_s της συσκευής σε μL ή % χρησιμοποιώντας τις σχέσεις (V_s = όγκος ελέγχου):

$$e_s = \bar{V} - V_s$$

$$\%e_s = \left[\frac{\bar{V} - V_s}{V_s} \right] \times 100$$



Υπολογισμός Τυχαίου Σφάλματος (Επαναληψιμότητα)

- Υπολογίζεται το τυχαίο σφάλμα της πιπέτας, ως τυπική απόκλιση επαναληψιμότητας, s_r

$$s_r = \sqrt{\frac{\sum (V_i - \bar{V})^2}{n - 1}}$$

$$CV = \frac{s_r}{\bar{V}} \times 100$$



ΑΞΙΟΛΟΓΗΣΗ ΣΥΜΜΟΡΦΩΣΗΣ

- Το συστηματικό σφάλμα συγκρίνονται με το μέγιστο ανεκτό σφάλμα (ISO 8655).
- Το τυχαίο σφάλμα συγκρίνεται με το απόλυτο ή σχετικό μέγιστο επιτρεπτό τυχαίο σφάλμα (ISO 8655).
- Η αβεβαιότητα της πιπέτας υπολογίζεται λαμβάνοντας υπόψη όλες τις συνιστώσες σφάλματος.



Τέλος

Χρηματοδότηση

- Το παρόν εκπαιδευτικό υλικό έχει αναπτυχθεί στο πλαίσιο του εκπαιδευτικού έργου του διδάσκοντα.
- Το έργο «**Ανοικτά Ακαδημαϊκά Μαθήματα στο Πανεπιστήμιο Αθηνών**» έχει χρηματοδοτήσει μόνο την αναδιαμόρφωση του εκπαιδευτικού υλικού.
- Το έργο υλοποιείται στο πλαίσιο του Επιχειρησιακού Προγράμματος «Εκπαίδευση και Δια Βίου Μάθηση» και συγχρηματοδοτείται από την Ευρωπαϊκή Ένωση (Ευρωπαϊκό Κοινωνικό Ταμείο) και από εθνικούς πόρους.



Σημειώματα

Σημείωμα Ιστορικού Εκδόσεων Έργου

Το παρόν έργο αποτελεί την έκδοση 1.0.

Έχουν προηγηθεί οι κάτωθι εκδόσεις:

- Έκδοση διαθέσιμη [εδώ](#).



Σημείωμα Αναφοράς

Copyright Εθνικών και Καποδιστριακών Πανεπιστημίων Αθηνών, Κουμπάρης Μιχαήλ 2015. Κουμπάρης Μιχαήλ. «Έλεγχος και Διασφάλιση Ποιότητας». Έκδοση: 1.0. Αθήνα 2015.

Διαθέσιμο από τη δικτυακή διεύθυνση:

<http://opencourses.uoa.gr/courses/CHEM103/>



Σημείωμα Αδειοδότησης

Το παρόν υλικό διατίθεται με τους όρους της άδειας χρήσης Creative Commons Αναφορά, Μη Εμπορική Χρήση Παρόμοια Διανομή 4.0 [1] ή μεταγενέστερη, Διεθνής Έκδοση. Εξαιρούνται τα αυτοτελή έργα τρίτων π.χ. φωτογραφίες, διαγράμματα κ.λ.π., τα οποία εμπεριέχονται σε αυτό και τα οποία αναφέρονται μαζί με τους όρους χρήσης τους στο «Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων».



[1] <http://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>

Ως **Μη Εμπορική** ορίζεται η χρήση:

- που δεν περιλαμβάνει άμεσο ή έμμεσο οικονομικό όφελος από την χρήση του έργου, για το διανομέα του έργου και αδειοδόχο
- που δεν περιλαμβάνει οικονομική συναλλαγή ως προϋπόθεση για τη χρήση ή πρόσβαση στο έργο
- που δεν προσπορίζει στο διανομέα του έργου και αδειοδόχο έμμεσο οικονομικό όφελος (π.χ. διαφημίσεις) από την προβολή του έργου σε διαδικτυακό τόπο

Ο δικαιούχος μπορεί να παρέχει στον αδειοδόχο ξεχωριστή άδεια να χρησιμοποιεί το έργο για εμπορική χρήση, εφόσον αυτό του ζητηθεί.



Διατήρηση Σημειωμάτων

Οποιαδήποτε αναπαραγωγή ή διασκευή του υλικού θα πρέπει να συμπεριλαμβάνει:

- το Σημείωμα Αναφοράς
- το Σημείωμα Αδειοδότησης
- τη δήλωση Διατήρησης Σημειωμάτων
- το Σημείωμα Χρήσης Έργων Τρίτων (εφόσον υπάρχει)

μαζί με τους συνοδευόμενους υπερσυνδέσμους.

