



ÖLÇÜM CİHAZLARI KALİBRASYONU VE KALİBRASYON
PERİYODUNUN BELİRLENMESİ

İbrahim AKDAĞ
2018

ATAKENT 3.ETAP B.32 Blok D.14 Atakent Mah. 34303 Küçükçekmece-İSTANBUL
Tel: 0212-698 73 01 Cep:0505-652 78 14
E-Posta: ibrahim@uzmanakreditasyon.com Web: <http://www.uzmanakreditasyon.com>

İçindekiler

Giriş.....	3
Tanımlar	3
Analiz Laboratuvarlarında Kullanılan Cihazlar	3
Fiziksel Ölçüm Yapan Cihazların Kalibrasyonu.....	5
1.Grup Cihazların Kalibrasyonu:.....	5
Hacim Kapları:	5
pH metre kalibrasyonu	6
İletkenlik Ölçüm Cihazı.....	6
2.Grup Cihazların Kalibrasyonu:.....	6
3.Aletli Cihazların Kalibrasyonu	7
Miktar Tayini Yapan Aletli Cihazların Kalibrasyonu (Analitik Kalibrasyon).....	7
Aletli Cihazların Validasyonu (Performans testleri).....	8
UV/Vis Spektrofotometre Validasyonu	8
Hazır Kitle Yapılan Spektrometrik Analizler.....	10
Atomik Absorpsiyon Cihazı Validasyonu.....	10
Kromatografik Cihazların Validasyonu (HPLC)	10
Kromatografik Cihazların Kalibrasyonu(GC)	11
Sistem Uygunluğu Testleri	12
Analitik Kalibrasyon.....	12
Cihaz Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi.....	12
Başlangıç Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi	13
Normal Kullanım Süresinde Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi	14
Sonuç	14
Kalibrasyon Sertifikasındaki Bilgilerin Kullanımı	15

ÖLÇÜM CİHAZLARININ KALİBRASYONU VE KALİBRASYON PERİYOTLARININ BELİRLENMESİ

Giriş

Bir ölçüm cihazı ile yapılan ölçüm sonucunun doğruluğu ve güvenilirliği, ölçüm cihazının izlenebilir standartlara karşı kalibrasyonunun yapılması ile mümkündür. Cihazların kalibrasyon kararlılığı bir çok faktöre bağlı olarak farklılıklar göstermektedir. Cihazların kullanım süresi içerisinde zamanla kalibrasyonunda sapmalar olması doğaldır. Bu nedenle tüm ölçüm cihazları kullanım süresince periyodik olarak kalibre edilmeleri gerekmektedir. Ölçüm cihazlarının ölçüm amacına uygun doğrulukta ölçüm yapması uygun aralıklarla kalibrasyon yaparak sağlanabilir. Bu nedenle ölçüm cihazlarının kalibrasyon periyodunu belirlemek büyük önem taşımaktadır.

Tanımlar

Ölçme: Bir büyüklüğün değerinin bulunmasına yönelik işlemler dizisidir.

Ölçüm Tekniği : Ölçüm metodunun dayandığı ölçümü yapılan kimyasal bileşen ile ölçüm cihazının verdiği sinyal arasındaki ilişkiyi açıklayan fiziksel ve /veya kimyasal prensipler.

Ölçme Metodu : Bir ölçümün gerçekleştirilmesinde kullanılan işlemlerin genel olarak tanımlanmış mantıklı dizisidir.

Analiz : Verilen bir maddeyi veya malzemeyi oluşturan yapı taşlarını bulmak için yapılan işlemler dizisidir.

Test : Bir ürün veya cihazın belirlenen şartlara uygunluğunun kontrol edilmesidir.

Kalibrasyon: Belli koşullarda bir ölçüm cihazının gösterdiği değer ile değeri bilinen ölçülen büyüklük arasındaki ilişkiyi belirlemek için yapılan işlemlerdir

Cihaz kalibrasyonu: Ölçüm cihazının ölçüm yaptığı büyüklüğün kalibrasyonu (örneğin dalga boyu, absorbans, akış hızı gibi)

Analitik kalibrasyon: Ölçüm cihazının kimyasal bir bileşen için verdiği sinyal ile ölçümü yapılan kimyasal bileşenin değeri arasındaki bağıntıyı belirleme işlemidir. Konsantrasyon ile ölçüm sinyali arasındaki bağıntıyı belirleme işlemidir.

Validasyon: Bir cihazın veya sistemin belirlenen spesifik koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.

Doğrulama (Verifikasyon): Bir cihazın veya sistemin belirli koşulları yerine getirdiğinin test edilerek onaylanmasıdır.

Kualifikasyon : Validasyon sürecinin belli bir bölümünü oluşturan kısmının performansını ölçmek için yapılan testlerdir.

Analiz Laboratuvarlarında Kullanılan Cihazlar

Analiz yapan laboratuvarlarda çok çeşitli cihazlar kullanılmaktadır. Kimyasal analiz süreci arka arkaya bir çok sayıda işlemlerden ve ölçümlerden oluşmaktadır. Kimyasal analiz yaparken, analiz sürecinde yapılan ölçme işlemlerinde ve fiziksel ve /veya kimyasal işlemlerde (çözme, ekstraksiyon, sürecinde kullanılan cihazlar kullanım bakımından iki ana gruba ayrılabilir.

Birinci gruptaki cihazlarla analiz sonucunun hesaplanmasında kullanılan ölçümlerin yapıldığı cihazlar. Bu cihazlarla yapılan ölçüm değerleri doğrudan analiz sonucunun hesaplanmasında kullanılır. Bu cihazlara örnek olarak, tartım işleminde kullanılan terazi, hacim ölçümünde kullanılan hacim kapları (balon, Pipet, büret gibi) Aletli cihazlar ile yapılan belli bir kimyasal bileşene ait sinyal okumaları (spekrofotomerede absorbans, gaz ve sıvı kromatografi cihazlarında okunan sinyal) ve sinyal-miktar kalibrasyon grafiğinden miktar hesaplaması.

İkinci gruptaki cihazlar deneysel işlemlerin uygulanmasında kullanılan cihazlardır. Bu cihazlar örneğin çözülmesi sırasında kullanılan su banyosu, ısıtıcı tabla, etüv, kül fırını, santrifuj gibi cihazlar ile aletli cihazlar bu gruba giren cihazlardır.

Birinci grupta kullanılan cihazların kalibrasyonları doğrudan analiz sonucunu etkilemekte iken ikinci grupta kullanılan cihazların kalibrasyonları analiz sonucunu dolaylı yoldan etkilemektedir.

Her iki gruptaki cihazların kalibrasyonları yapılan ölçümün analiz sonucuna etkisi değerlendirilerek kullanılan cihazların kalibrasyon gerekliliği belirlenmelidir.

Not: Doğrudan analiz sonucuna etkileyen ölçüme örnek olarak, stok çözelti hazırlarken yapılan tartım işlemi, çözeltinin tamamlandığı hacim doğrudan hazırlanan çözelti derişim değerini etkiler.

Dolaylı olarak yapılan analiz sonucunu etkileyen cihaz değerine örnek olarak, nem tayini yapılırken kullanılan etüvün sıcaklık değeri dolaylı olarak yapılan nem tayini sonucunu (kurutma süresi sabit tutulduğunda etüv sıcaklığındaki farklılık nem sonucuna etkileyecektir) etkileyecektir.

Analiz sonucuna etkisi olmayan cihaz ölçüm değerine örnek olarak, katı maddeyi çözmek için kullanılan su banyosu sıcaklığı çözünen katı madde miktarını etkilemeyecektir.

Bu üç örnekte kullanılan cihazların kalibrasyonlarının sonuca etkileri farklı olmaktadır. Üçüncü örnekte kullanılan su banyosu sıcaklık kalibrasyonu, sonuca etkilemeyecektir. Üçüncü örnekte kullanılan su banyosu sıcaklık kalibrasyonu, sonuca etkilemeyecektir.

Birinci örnekte kullanılan terazi ve hacim kabı kalibrasyonu doğrudan sonuca etki etmektedir. İkinci örnekte kullanılan etüvün sıcaklık kalibrasyonu nem tayini sonucunu dolaylı olarak etkileyecektir.

Kimyasal analiz laboratuvarlarında kullanılan cihazları kalibrasyon gereksinimleri bakımından üç gruba ayırmak mümkündür.

- 1. Grup Cihazlar: Ölçüm sonuçları doğrudan analiz sonucunun hesaplanmasında kullanılan cihazlar
- 2. Grup Cihazlar: Ölçüm sonuçları dolaylı olarak analiz sonucuna etki eden cihazlar
- 3. Grup Cihazlar: Ölçüm sonucunun analiz sonucuna etkisi olmayan veya ihmal edilecek olan cihazlar
- 4. Grup cihazlar: Test amacıyla kullanılan cihazlar. (Testin belirlediği kapsam dahilinde kullanılması gereken cihazlar)

Tablo-1 de Kimyasal analiz laboratuvarında en yaygın olarak kullanılan cihazlar verilmiştir.

1. Grup Cihazlar	2. Grup Cihazlar	2. Grup Cihazlar
Terazi	Etüv	UV-Vis Spektrometre
Otomatik Titrator	Kül Fırını	Atomik Absorpsiyon Spektrofotometre

Pipet	Istıcı Tablalar	IC-OES
Büret	Su Banyosu	ICP-MS
Balon Joje	Mikrodalga Çözme Fırını	FT-IR Spektrometre
pH Metre	Santrifuj	Gaz Kromatografi (GC, GC-MS)
İletkenlik Ölçer	Döner Buharlaştırıcılar	Sıvı Kromatografi (HPLC, HPLC-MS)
Çözünmüş Oksijen ve İyon metre	Mezür	

Kimyasal analiz laboratuvarında kullanılan cihazları ölçtüğü büyüklüğe göre, fiziksel kalibrasyon ve kimyasal kalibrasyon olarak iki ana gruba ayrılabilir. Kimyasal analiz laboratuvarında kullanılan cihazların büyük çoğunluğu fiziksel büyüklükleri ölçmektedir. Bu cihazların kalibrasyonu ölçtüğü büyüklük cinsinden ve referans standartlar kullanılarak kalibrasyonu yapılır.

Fiziksel Ölçüm Yapan Cihazların Kalibrasyonu

Laboratuvarlarda kullanılan çeşitli cihazların doğru ölçüm yapması için periyodik olarak izlenebilir kalibrasyon standartları ile kalibrasyonu yapılmalıdır. Kalibrasyon sonucu ve ilgili cihazın teknik özelliklerinde belirtilen değerlerden sapma var ise ayar yapılmalı veya düzeltme faktörü kullanılarak cihazla yapılan ölçümler düzeltilmelidir. Analog cihazlarda veya dijital göstergeli cihazlarda kalibrasyon sonucundan sapma, izin verilen değerlerden fazla ise ayar yapılarak cihazın izin verilen sapma değerlerinde ölçüm yapması sağlanır. Günümüzde kullanılan mikro işlemcili cihazların çoğunda kalibrasyon programı kullanılarak, kalibrasyonla birlikte düzeltme faktörü de hesaplanarak cihaz mikro işlemci hafızasına kaydedilebilir.

Örneğin pH metre, pH ölçüm cihazı ve elektrottan oluşan bir sistemdir. Gaz kromatografi cihazı enjektör, kolon fırını, kolon detektörden oluşan bir sistemdir. Sıvı kromatografi cihazı, enjektör ünitesi, pompa ünitesi, detektör ünitesi ve kolondan oluşan bir sistemdir. Bu cihazların analitik kalibrasyonu analiz edilen saf maddeden hazırlanmış kalibrasyon standartları ile kalibrasyonu yapılmaktadır.

1.Grup Cihazların Kalibrasyonu:

Terazi Kalibrasyonu: Kimyasal analiz laboratuvarlarında kullanılan temel cihazlardan biridir. Her analitik çalışma genellikle tartım işlemi ile başlar. Bu nedenle kullanılan terazinin kullanım amacına bağlı olarak terazinin özellikleri ve kalibrasyon gereksinimi belirlenmelidir. Nalitik amaçla genellikle 0.1 mg veya 0.01 mg hassasiyetli analitik teraziler kullanılmalıdır. Kalibrasyon periyodu kullanım sıklığına bağlı olarak belirlenir. Ayrıca kalibrasyon doğrulaması belirlenen aralıklarla periyodik olarak yapılmalıdır.

Analitik teraziler için uygun kalibrasyon periyodu 6 ay ile bir yıl olarak belirlenebilir. Doğrulama periyodu terazini kullanım sıklığına göre günlük veya haftalık olarak belirlenebilir. Kalibrasyon periyodu süresi içinde yapılan doğrulama sonucu belirlenen kriterler dışında olduğu görüldüğünde kalibrasyon süresinin dolmasını beklemeden kalibrasyon yapılmalı ve gerekiyorsa kalibrasyon periyodu kısaltılmalıdır.

Kullanılan kalibrasyon kütleleri ulusal ve uluslararası standartlara izlenebilir olmalıdır. Kalibrasyon kütleleri ve kontrol kütleleri belli periyotlarla (3-5 yıl) kalibre ettirilmelidir.

Hacim Kapları:

Laboratuvarlarda değişik hacim kapları kullanılmaktadır. Hacim ölçümünün niteliğine göre kullanılacak hacim kapları ve kalibrasyon gereksinimleri belirlenmelidir. Laboratuvarlarda pipet, mikro pipet, büret, otomatik pipet, dispenset, balon joje ve mezür hacim ölçümü amacıyla kullanılmaktadır. Kullanılacak hacim kaplarının kapasitesi, ölçüm aralığı, sınıfı ve kalibrasyon

sıklığı amaca uygun olarak belirlenmelidir. Analiz metodunda deęişik ařamalarda kullanılacak hacim kaplarının özellikleri ve kriterleri belirlenmiř olmalıdır.

Cam hacim kapları kullanım amacına göre A veya B sınıf olarak seçilebilir. Cam kaplar tek tek sertifikalandırıldıęı gibi parti olarakta sertifikalandırılmaktadır. Cam uygun kořullarda kullanıldıęında yeniden kalibrasyona pek gerek olmamaktadır. Buna raęmane kalite sistemi gereęi 3-5 yılda bir kalibrasyonları yapılması önerilebilir.

Balon joje kullanım amacına göre A veya B sınıf seçilebilir. Örnek veya standart hazırlamada kullanıldıęında kalibrasyonu önemlidir.

Pipetler seyreltme amacıyla kullanıldıęında sınıfı ve kalibrasyonu önemlidir.

Mikro pipetler ve otomatik pipetler ekanik olarak çalıştıklarından cam pipetlere göre daha sık periyotlarla kalibrasyonlarını yapılması gerekmektedir.

Otomatik büretler ve büretler titrasyon amacıyla kullanıldıęından kalibrasyonları belli periyotlarla yapılmalıdır. Mezür ve dispanset gibi hacim kapları kaba ölçümler için kullanıldıęından bunların periyodik kalibrasyonuna gerek olmamaktadır. Metotta belirtilen doğrulukta hacim kabının seçilmesi yeterli olmaktadır.

Metotta belirtilen özellikleri saęlayan hacim kapları kullanılmalıdır. Kalibrasyon periyodu kullanılan hacim kaplarının özelliklerine ve kullanım sıklıęına göre belirlenmelidir.

pH metre kalibrasyonu

pH metre cihazı, cihazın kendisi (voltmetre) ve pH elektrodundan oluřmaktadır. Cihaz elektrottan aldıęı mili volt olan sinyali kalibrasyon yaparak pH birimi cinsinden göstermektedir. pH metre sistem kalibrasyonu (elektrot + mili voltmetre) için pH deęeri bilinen standart pH çözeltileri kullanılarak mV-pH kalibrasyonu yapılır. Kalibrasyon doğrusu mikro işlemcili pH metrelerde cihaz hafızasına kaydedilir. Daha sonra bilinmeyen çözeltilerin pH ölçümü yapılır. Kalibrasyon kullanılan cihazın özellięine veya ölçüm aralıęına göre 1-2-3 noktalı kalibrasyon yapılabilir. pH ölçümünde sıcaklık önemli bir parametre olduęu için kalibrasyon doğrusu ve ölçülen çözeltilerin pH deęeri sıcaklıęa baęlı olarak deęiřecektir. Bu nedenle sıcaklık düzeltilmesi yapmak gerekir.

pH metre sistemi kalibrasyon kararlılıęı, pH metreye, elektroda ve ölçülen örneklerin yapısına baęlı olarak deęiřeceęinden kalibrasyon periyodu bu parametrelere baęlı olarak her gün ve gün içinde belli aralıklarla yapılmalıdır.

Bir çok mikro işlemcili pH metre sistemi kalibrasyonu sertifikalı standart pH çözeltileri kullanılarak otomatik olarak (tek ,2 ,3..noktalı) yapılabilir.

İletkenlik Ölçüm Cihazı

İletkenlik ölçüm cihazları da pH metrelere benzer özellikler tařır. Cihaz yine mili voltmetre ve iletkenlik probundan oluřmaktadır. İletkenlik de sıcaklıęa baęlı olarak deęiřtięinden kalibrasyon ve ölçümde sıcaklıęın etkisi göz önüne alınmalı ve sıcaklık düzeltilmesi yapılmalıdır. İletkenlik probu daha karalı olduęundan kalibrasyon periyodu (kullanılan prob tipine baęlı olarak) daha uzun süre olmaktadır. Mikro işlemcili iletkenlik ölçüm cihazları her ölçüm kademesi için uygun sertifikalı iletkenlik çözeltileri kullanılarak otomatik olarak yapılabilir.

Kalibrasyon periyodu kullanım sıklıęına göre 6 ay ile 1 yıl olarak belirlenebilir.

2.Grup Cihazların Kalibrasyonu:

Bu grupta kullanılan cihazlar genellikle laboratuvarında örnek hazırlama ařamasında veya test amacıyla kullanılmaktadır. Bu amaçla kullanılan cihazların teknik özellikleri ve kriterleri ilgili metotta belirlenmiř

olmalıdır. Laboratuvar bu cihazların teknik özelliklerini belirlerken yapacağı analizlere göre optimum özelliklerde cihaz belirleyebilir veya birden fazla cihazla gereksinimlerini karşılayabilir. Örneğin laboratuvarda kullanılan etüv kurutma amacıyla kullanıyorsa kalibrasyon doğudan sonuca ve belirsizliğe etkisi olmadığından metotta belirtilen koşulları sağladığı kontrol esilerek kullanılabilir. Örnek çözme amacıyla kullanılan ısıtıcı tabla, su banyosu gibi cihazların sıcaklık kontrolü yapılarak kullanılabilir.

3.Aletli Cihazların Kalibrasyonu

Miktar Tayini Yapan Aletli Cihazların Kalibrasyonu (Analitik Kalibrasyon)

Kimyasal kalibrasyon veya analitik kalibrasyon için ölçümü yapılan kimyasal bileşenin ait saf standartlar kullanılarak analitik kalibrasyon yapılır.

Kimyasal ölçüm yapan cihazların bazıları spesifik olup sadece tek bir parametrenin ölçümünde kullanılırlar. Örneğin pH metre, oksijen-metre ve iletkenlik ölçer cihazı sadece bir parametre ölçmek için kullanılan cihazlardır. Bu cihazların kalibrasyonu sertifikalı standartlar kullanılarak yapılır.

Kimyasal analiz laboratuvarında kullanılan aletli cihazlar birden fazla kimyasal bileşenin analizinde kullanılan genel amaçlı cihazlardır. Bu cihazlar genellikle elektronik sinyal okuyan kısmı ve detektör kısmından oluşmaktadır. Bu nedenle ölçüm cihazı yerine ölçüm sisteminden bahsetmek daha doğrudur.

Analitik Kalibrasyon Periyodu: Yapılan bu kalibrasyonun kararlılığı cihaza ve tekniğe göre değişmektedir. Kalibrasyon süresi bir gün (bazen daha da kısa olabilir) ile 1-3 ay arasında değişebilmektedir. Ayrıca cihazla yapılan ölçüm değeri saf standartla elde edilen sinyal ile örnekle elde edilen sinyal farklı olabilmektedir. Bu nedenle bu cihazlarla ölçüm yapılırken her defasında kalibrasyonun yeniden yapılması gerekmektedir.

Kullanılan cihaz veya sistemin kalibrasyonu ve kalibrasyon periyodu amaca uygun olarak belirlenmelidir. Kalibrasyon için kullanılan standartlar, hazırlanması ve kullanım süreleri de büyük farklılıklar göstermektedir. Kalibrasyonun sertifikalı standartlar kullanılarak ve belirlenen kalibrasyon periyoduna göre tekrarlanması gerekmektedir. Ayrıca kalibrasyon periyodu süresince de kalibrasyonun geçerliliği ara kontrollerle doğrulanması gerekmektedir.

Kimyasal analiz cihazlarının bu özelliği nedeniyle kalibrasyonları ancak analiz yapılan laboratuvar ve analizi yapan kişi tarafından yapılabilir.

Kalibrasyon için kullanılacak standartlar ya çözelti halinde hazırlanmış sertifikalı standartlar olabilir. Ya da belli salıktaki sertifikalı veya sertifikasız standartlar kullanılarak kalibrasyon çözeltileri hazırlanabilir. Saf kimyasal maddelerden hazırlanan kalibrasyon standartları doğrudan kullanılabilirdiği gibi bazen başka standartlara karşı (primer standartlarla) kalibrasyonu yapılarak da kullanılabilir.

Günümüzde analiz laboratuvarında yapılan analizlerin büyük çoğunluğu aletli analiz cihazları olarak adlandırılan cihazlarla yapılmaktadır. Bu cihazlar çok geniş aralıkta ve çok farklı kimyasal maddelerin analizinde kullanılmaktadır. Bu cihazlarla analiz yapılırken analiz yapılan bileşene göre analitik kalibrasyonu yapılarak analiz yapılmaktadır. Analitik kalibrasyon ise genellikle her gün yapılmakta ve kalibrasyonun kontrolü analiz sırasında belli periyotlarla kontrol edilmektedir. Bu kalibrasyon başka nedelerede bağlı olduğundan cihazlarla yapılan analitik kalibrasyon sadece cihaza bağlı bir parametre olmayıp diğer faktörlere (cihazda ölçüm yapılan kadar yapılan ön işlemlere ve bu sırada kullanılan kimyasallara) bağlı olduğundan kalibrasyon her gün yeniden yapılmakta ve belli aralıklarla kontrol

edilmektedir. Bazı spesifik cihazlar sadece bir veya birkaç parametre için kalibrasyonu yapılmakta ve bu kalibrasyon daha uzun süre kararlı olabilmektedir. Bu durumda kalibrasyon belli aralıklarla kontrol edilmelidir. (Taşınabilir gaz ölçüm cihazları bu tür cihazlara örnek olarak verilebilir.) Bu cihazlarla yapılan analitik kalibrasyon kullanılan cihazın teknik özelliklerine ve performansına bağlıdır.

Aletli Cihazların Validasyonu (Performans testleri)

Aletli cihazların analitik kalibrasyona etki eden özelliklerinin kalibrasyonu ve diğer performans özelliklerinin kontrolü için yapılan işlem Cihaz validasyonu (SQ-IQ-OQ-PQ) olarak tanımlanır. Cihaz validasyonu dört aşamalı bir çalışmadan oluşmaktadır.

Bunlar;

- Spesifikasyon Kualifikasyonu (SQ)
- Montaj Kualifikasyonu (IQ)
- Çalışma Kualifikasyonu (OQ)
- Perormans Kualifikasyon(PQ)

Laboratuvarda kullanılan aletli cihazların validasyonu belirtilen bu kriterlere yapılmalıdır.

Laboratuvar yeni cihaz alacağı zaman SQ, işlemlerini aldıktan sonra IQ ;OQ ve PQ işlemlerini yapmalıdır. Kullanım süresince periyodik bakımlardan sonra ve cihazda parça değişimi ve tamirlerden sonra OQ testlerin ve PQ testlerini yapmalıdır.

Spesifikasyon Kualifikasyonu (SQ): Cihaz ilk defa alınırken yapılacak çalışmadır. Metotta belirtilen özellikleri veya laboratuvarın ihtiyaçlarını karşılayacak cihazın teknik özelliklerinin belirlenmesidir. Bu aşamada cihazın teknik özellikleri dışında kullanım özellikleride değerlendirilerek amaca uygun cihaz seçimi yapılmalıdır.

Montaj Kualifikasyonu (IQ): Laboratuvar belirlediği cihazın laboratuvarda montajının uygun olarak yapılmasını sağlamak için yapılan işlemleri içerir.

Çalışma Kualifikasyonu (OQ): Laboratuvarda montajı yapılan cihazın teknik özelliklerinde belirlenen fonksiyonları yaptığını doğrulamak için yapılan işlemlerdir.

Perormans Kualifikasyon(PQ): Cihazın teknik özelliklerinde veya metotta belirtilen performansı sağladığını kanıtlamak için yapılan işlemlerdir. PQ işlemi periyodik olarak belli aralıklarla yapılmalıdır.

UV/Vis Spektrofotometre Validasyonu

UV/vis spektrofotometrik cihazlarda ölçüm, ölçümü yapılan bileşenin belli bir bileşiminin ışığı spesifik bir dalga boyunda absorplama özelliğinden yararlanarak yapılır. Maddenin belli dalga boyunda ışığı absorplama oranı ölçülür. Ölçülen absorbans maddenin derişimi ile orantılıdır. Bu orantı bulunarak (analitik kalibrasyon yapılarak) bilinmeyen madde miktarı hesaplanmaktadır.

Cihazda yapılan absorbans deęerini etkileyen bir ok parametre vardır. Bu parametreleri zaman ierisinde kontrol etmek pratikte pek mmkn olmadıęından veya kalibrasyon grafięindeki deęişimleri en aza indirmek iin, kalibrasyon her lmnden nce yapılmalıdır. Yapılan kalibrasyonun geerlilięi, kullanılan standarda, reaktiflere ve deneysel prosedrn uygulanmasına, renk oluřunu iin kullanılan reaktife ve cihazın kararlılıęına baęlı olarak deęişmektedir. Pratik uygulamada her analizle birlikte yeniden kalibrasyon yapılp analiz yapılmasıdır. Gn ierisinde yapılan analizlerde aynı gn ierisinde yapılan kalibrasyon kontrol edilerek kullanılabilir.

UV/vis Spektrofotometre ile yapılan absorbans lmnn tekrarlanabilirlięi ařaęıdaki parametrelere baęlıdır. Cihazın absorbans lm parametrelerinin kontrol, cihazın spesifikasyona uygunluk (performans kontrol) kontrol yapılarak yapılır. UV/vis spektrofotometrenin lm parametreleri, seilen dalga boyu, band geniřlięi, optik yol uzunluęudur. Cihazın bu performans zelliklerinin kalibrasyonu cihaz kalibrasyonu olarak bilinmektedir. Bu parametrelerin kalibrasyonu ve kontrol cihazın absorbans okuma kararlılıęını ve cihazın hassasiyetini etkilemektedir.

- Spesifikasyon Kualifikasyonu (SQ): UV/vis Spektrofotometre cihazın teknik zellikleri laboratuvarın ihtiyalarına gre belirlenmelidir. Tipik olarak dalga boyu taraması yababilen UV-Vis spektrometre iin spesifikasyon parametreleri ařaęıda verilmiřtir.
- Dalga boyu doęruluęu
- Dalga boyu tekrarlanabilirlięi
- Band geniřlięi
- Dalga boyu rezolsyonu
- Fotometrik doęruluęu
- Fotometrik tekrarlanabilirlięi
- Sinyal grlt oranı
- Kaak ışınlar
- Taban izgisi dzgnlię
- Fotometrik kararlılık
- alıřma Kualifikasyonu (OQ): Dalga boyu tarama zellięi olan UV-Vis Spektrofotometre iin yapılacak OQ+PQ testleri ařaęıda verilmiřtir.
- Dalga boyu doęruluęu ve tekrarlanabilirlięi
- Absorbans doęruluęu ve tekrarlanabilirlięi
- Rezolsyon (Bandwidth)
- Kaak ışık (Stray Light)
- Grlt (Noise)
- Kayma (Drift)

Aıklayıcı Not:

Cihazın bu performans zelliklerinin kontrol ve cihaz kalibrasyonu cihaz zelliklerine ve kullanım kořullarına gre periyodik olarak (yılda en az bir defa ve periyodik bakım ve para deęişimlerinden sonra) yapılmalıdır. Kalibrasyon iin sertifikalı kalibrasyon filtreler veya zeltileri kullanılabilir. Bu kalibrasyonu cihaz kullanıcısı veya bakım yapan kiřiler kalibrasyon prosedrne gre yapabilirler. Modern cihazlarda bu kalibrasyon ok kolaylıkla cihaz yazılımı kullanılarak yapılabilir.

Hazır Kitle Yapılan Spektrometrik Analizler

Hazır kitle analiz yapan spektrometreler üretici firmaların geliştirdikleri hazır kimyasallar kullanılarak ve belli boyuttaki spektrometre kuvvetleri ile yapılmıştır. Kalibrasyon faktörü cihaz yazılımına kaydedilmiştir. Hazır kit kullanılarak yapılan ölçümlerin doğruluğu, sertifikalı standartlar bu analiz kitleri ile ölçülerek kalibrasyonun geçerliliği kontrol edilebilir veya yeniden kalibrasyon yapılabilir. Bu tür cihazlarda kalibrasyon tek noktali olarak yapıldığından ölçüm aralığına uygun kalibrasyon faktörü kullanılmalıdır.

Atomik Absorpsiyon Cihazı Validasyonu

Metal belirlemesi için kullanılan AAS cihazlarında, her metal için spesifik lamba kullanıldığından, her metal için ayrı bir kalibrasyon yapılmalıdır. Cihazda okunan absorbans bir çok faktöre bağlı olarak değiştiğinden, kalibrasyon cihaz her açıldığında analize başlamadan önce yapılmalı ve analiz süresince belli aralıklarla (belli sürede veya analiz arasında belli periyotlarla) kalibrasyon kontrolü yapılmalı ve kalibrasyon tekrar edilmelidir.

Spesifikasyon Kualifikasyonu (SQ): AAS cihaza ait spesifikasyon özelliklerini teknik özellikler, kullanıma ait özellikler ve emniyet özellikleri göz önüne alınarak belirlenmelidir. Cihazın performans özellikleri, cihazla okunan absorbans tekrarlanabilirliğini, cihazın hassasiyetini ve en düşük tayin sınırı belirlemektedir.

Montaj Kualifikasyonu (IQ): Laboratuvar belirlediği cihazın laboratuvarında montajının uygun ve emniyetli olarak yapılmasını sağlamak için yapılan işlemleri içerir.

Çalışma Kualifikasyonu (OQ): Montajı yapılan cihazın teknik özelliklerinde belirlenen fonksiyonları yaptığını doğrulamak için yapılan işlemlerdir.

Perormans Kualifikasyon(PQ): Cihazın teknik özelliklerinde veya metotta belirtilen performansı sağladığını kanıtlamak için yapılan işlemlerdir. PQ işlemi periyodik olarak belli aralıklarla yapılmalıdır.

PQ işlemi kullanım moduna göre üretici firmanın önerdiği prosedüre göre yapılmalıdır.

Cihazın bu performans özelliklerinin kontrolü cihaz özelliklerine ve kullanım koşullarına göre periyodik olarak (yılda en az bir defa ve periyodik bakım ve parça değişimlerinden sonra) yapılmalıdır. Kalibrasyon için sertifikalı kalibrasyon filtreleri veya çözeltileri kullanılabilir. Bu kalibrasyonu, cihaz kullanıcısı veya bakım yapan kişiler kalibrasyon prosedürüne göre yapabilirler.

AAS Analitik Kalibrasyon ve performans kontrolü

AAS cihazının günlük performans kontrolü her element için önceden belirlenen performansı (hasasiyet, absorbans tekrarlanabilirliği) sağlayıp sağlamadığı kontrol edildikten sonra analiz metodunda belirlenmiş prosedüre göre sertifikalı standart çözeltilerden hazırlanan kalibrasyon standartları kullanılarak analitik kalibrasyon (lineer kalibrasyon aralığında) yapılarak analiz yapılmalıdır. Kalibrasyon her analizden önce yeniden yapılmalı ve belli aralıklarla önceden belirlenmiş kriterlere göre kalibrasyon kontrolü yapılmalıdır..

Kromatografik Cihazların Validasyonu (HPLC)

Sıvı kromatografi sistemi birden fazla cihazdan meydana gelen bir sistemdir. Cihaz sistemini oluşturan her cihaz modülünün ayrı ayrı kalibrasyonu yapıldıktan sonra sistem olarak da belli performans parametreleri test edilmelidir. Tipik bir sistem oto-enjektör, pompa detektör, kolon fırını ve kolondan oluşmaktadır.

HPLC Sistemi(Pompa-Oto örnekleyici- UV/Vis Dedektör) Spesifikasyon Qualifikasyon (SQ) Parametreleri

Pompa için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Akış doğruluğu
- Akış kesinliği
- Solvent karışım doğruluğu
- Solvent karışım kesinliği

Oto-enjektör için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Enjektör hacim doğruluğu
- Enjektör hacim kesinliği
- Enjektör hacim lineerliği
- Enjektör carry-over

Detektör (UV/vis) için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Detektör dalga boyu doğruluğu
- Detektör sinyal lineerliği
- Detektör gürültü seviyesi (ASTM standart E 685-93)
- Detektör sinyal kayması

Çalışma Kualifikasyonu (OQ): Montajı yapılan HPLC cihazın her modülü için spesifikasyonda belirtilen özellikleri ve fonksiyonların test edilerek doğrulanmalıdır.

Performans Kualifikasyonu (PQ): Sistem performans testleri C18 kolon ve performans test çözeltisi kullanılarak belli sayıda enjeksiyon yapılarak elde edilen kromatogramlardan aşağıdaki performans deerleri hesaplanmalıdır.

- RT kesinliği (%RSD)
- Pik alanı kesinliği (%RSD)
- Pik yüksekliği kesinliği (%RSD)
- Enjeksiyon hacmi lineerliği (5,10,20,50 µl ile R<0.999)

Sistem Uygunluğu Testleri ve Analitik Kalibrasyon

Her analiz için, analiz yapılan örnek ile aşağıdaki parametrelerin testi yapılarak, belirlenen kriterleri karşıladığı doğrulanmalıdır.

- RT kesinliği (%RSD)
- Pik alanı kesinliği (%RSD)
- Resolution (ilgili pikler için)
- USP tailing kesinliği (< 2%RSD)

HPLC ile yapılan tüm analizlerde her madde için sertifikalı standart çözeltilerden hazırlanan kalibrasyon standartları kullanılarak analitik kalibrasyon (lineer kalibrasyon aralığında) yapılarak analiz yapılmalıdır. Kalibrasyon her analizden önce yeniden yapılmalı ve belli aralıklarla kalibrasyon kontrol edilmelidir.

Kromatografik Cihazların Kalibrasyonu(GC)

Taşıyıcı Gaz kontrolü ünitesi için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Gaz kaçak testi
- Akış hızı doğruluğu
- Akış hızı tekrarlanabilirliği
- Basınç doğruluğu
- Basınç Tekrarlanabilirliği

Kolon fırını sıcaklık kalibrasyonu için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Kolon fırını sıcaklık doğruluğu
- Kolon fırını sıcaklık tekrarlanabilirliği

Oto-enjektör için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Enjektör hacim doğruluğu
- Enjektör hacim kesinliği
- Enjektör hacim lineerliği
- Enjektör carry-over

Detektör için aşağıdaki parametrelerin kalibrasyonu yapılmalıdır.

- Detektörün hassasiyeti
- Detektör gürültü (noise) testi
- Detektör kayma (drift testi) testi
- Detektör lineer ölçüm aralığı (lineerlik testi)
- Detektör dinamik ölçüm aralığı
- Tayin sınırı

Sistem performans testleri (test kolon ve performans test çözeltisi ile yapılmalıdır)

- RT kesinliği (%RSD olarak)
- Pik alanı kesinliği (%RSD olarak)
- Pik yüksekliği kesinliği (%RSD olarak)
- USP tailing kesinliği (%RSD olarak)
- Enjeksiyon hacmi lineerliği (0.1,0.5,1,2,5 µl ile R<0.999)

Sistem Uygunluğu Testleri

Her analiz için, analiz yapılan örnek ile aşağıdaki parametrelerin testi yapılarak belirlenen kriterleri karşıladığı doğrulanmalıdır.

- RT kesinliği (<X %RSD)
- Pik alanı kesinliği (< X%RSD)
- Resolution (ilgili pikler için)
- USP tailing kesinliği (< 2%RSD)

Analitik Kalibrasyon

GC ile yapılan tüm analizlerde, her madde için sertifikalı standart çözeltilerden hazırlanan kalibrasyon standartları kullanılarak analitik kalibrasyon (lineer kalibrasyon aralığında) yapılarak analiz yapılmalıdır. Kalibrasyon her analizden önce yeniden yapılmalı ve belli aralıklarla kalibrasyon kontrol edilmelidir.

Cihaz Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi

Ölçüm cihazları, cihazın kalibrasyon kararlılığına, ölçüm sıklığına ve kullanım koşullarına göre önceden belirlenmiş kriterlere göre belli periyotlarla kalibre edilmeleri gerekmektedir.

Kalibrasyon ;

- Periyodik bakımlardan sonra
- Cihaz tamir gördükten sonra
- Kontrol standardı ile kontrollerde belirlenen limitler dışında ölçüm yapıyorsa
- Önceden belirlenmiş periyotlarda yapılmalıdır.

Genel kural olarak cihazlar periyodik bakımlardan sonra ve cihaz tamir gördüğünde mutlaka kalibrasyonu yapılmalıdır. Cihazlar belirlenen iki kalibrasyon periyodu arasında kontrol standardı ile belli aralıklarla kontrol edilerek, kalibrasyon değerinde belirlenen limitler dışında sapma olup olmadığı kontrol edilmeli ve belirlenen limitler dışında sapma varsa yine kalibrasyon periyodunun dolması beklenmeden kalibrasyon yapılmalıdır. Cihazların, önceden belirlenmiş periyotlarda kalibrasyonları yapılmalıdır. Periyodik kalibrasyon süresi, önceden yapılan kalibrasyon sonuçlarına göre ve kontrol standardı ile yapılan kontrollerde elde edilen sonuçlara göre kısaltılabilir veya uzatılabilir. Genel kriter olarak bir cihaz kalibrasyon yapıldığında büyük olasılıkla (%95 ya da daha yüksek güvenilirlik düzeyinde) kalibrasyon kriterlerini sağlamalıdır.

Başlangıç Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi

Bir cihazın başlangıç kalibrasyon periyodunu belirlemek daha zordur. İlgili cihazlarla ilgili mühendislik bilgi ve deneyimi gerektirir. Bu tür bilgi ve deneyim cihaz üreticilerinden ve aynı tür cihazı kullanan diğer kullanıcılardan edinilebilir. Bir cihazın başlangıç kalibrasyon periyodu aşağıdaki faktörlere bağlı olarak belirlenmelidir.

Bu faktörler;

- Cihazın cinsi
- Üretici firmanın önerileri
- Cihazın kullanım sıklığı
- Ölçüm koşullarının ve ortam koşullarının etkisi
- Ölçüm sonucu için belirlenmiş kriterler
- Daha önceki kalibrasyon sonuçlarının değişimi
- Cihazın geçirdiği bakım ayar ve kalibrasyonlar,
- Cihazın kararlılığı
- Kontrol standardı ile yapılan kontrollerin sıklığı
- Hatalı kalibrasyonla yapılacak ölçüm sonuçlarının önemi
- Kalibrasyon maliyeti

Tüm bu koşullar göz önünde bulundurularak kalibrasyon periyotlarının belirlenmesi bir optimizasyon gerektirmektedir. Bu kriterlerin etkisini önceden ölçerek kalibrasyon periyodunu belirlemek olanaklı değildir. Kalibrasyon periyodunu belirlerken temel iki faktör göz önüne alınmalıdır.

1-Kalibrasyon kabul kriterleri dışında kalmış bir cihazla ölçüm yapma olasılığını en aza indirmek.

2-Kalibrasyon maliyetini en aza indirmek.

Bu kriterlere göre başlangıç kalibrasyon periyodu belirlendikten sonra, cihaz rutin kullanımda iki kalibrasyon tarihi arasında belli aralıklarla kontrol standardı ile kalibrasyon kontrolü yapılarak bir grafiğe kaydedilir. Bu şekilde kalibrasyon kararlılığı belirlenen kalibrasyon tarihine kadar izlenir.

a- Kalibrasyon kararlılığı belirlenen sınır değerler içinde ise belirlenen kalibrasyon tarihi uygun olarak belirlenmiştir ve aynı şekilde kullanılır.

b- Belirlenen kalibrasyon tarihinden önce kontrol standardı ile yapılan kontrollerde kontrol standardı sonuçları limit değerlerin dışında kalmışsa kalibrasyon periyodu kısaltılır.

c- Kalibrasyon kararlılığı belirlenen sınır değerlerin çok altında ise belirlenen kalibrasyon periyodu uzatılabilir. Kalibrasyon periyodunu uzatırken daha emniyetli davranmak gerekir. Bu nedenle en az iki kalibrasyon periyodu süresince kalibrasyon kararlılığı limit değerler içerisinde kaldığında kalibrasyon periyodu önce belirlenen kalibrasyon süresinin bir buçuk katına çıkarılmalıdır.

Normal Kullanım Süresinde Kalibrasyon Periyodunun Belirlenmesi

Normal kullanım süresince kalibrasyon periyodunu belirlemek için değişik metotlar kullanılmaktadır. Başlangıçta belirlenen kalibrasyon periyodu belirlenen kriterlere uygun olmayabilir. Optimum kalibrasyon periyodu değişik metotlarla belirlenebilir. Her metodun avantajlı ve dezavantajlı yönleri bulunmaktadır. Laboratuvar kendisi için uygun olan metodu belirleyerek kullanabilir. Her cihaz veya her laboratuvar için uygulanacak tek bir metot belirlemek mümkün değildir.

1. Metot: Belirlenen bir periyotta düzenli olarak kalibrasyon yapılır. Her kalibrasyon yapıldığında bulunan sonuçlar bir önceki kalibrasyon değerleri ile karşılaştırılır. Bulunan sonuçlar tolerans değerleri dışında ise kalibrasyon periyodu kısaltılır. Bulunan sonuçlar tolerans değerleri içinde ve tolerans değerlerden çok uzaksa (kalibrasyon çok karalı ise) ise kalibrasyon periyodu uzatılır. Bu değerlendirme her kalibrasyon sonrası yapılarak kalibrasyon periyodu kısaltılır, uzatılır veya değiştirilmez. Bu yöntemin dezavantajı her kalibrasyon sonrası değerlendirme yapılarak kalibrasyon periyodunu değiştirmek düzgün bir çalışma performansı sağlamayabilir.

2. Metot-Kontrol Grafiği Metodu: Bu metotta aynı kalibrasyon noktasında bulunan kalibrasyon değerleri zamana karşı bir grafiğe çizilerek zamana karşı değişim ve kayma izlenir. Bu grafikten cihazın uzun dönemli kararlılığı belirlenebilir. Grafikteki kararlılık incelenerek kalibrasyon periyodu belirlenir.

3. Metot-Kullanım Süresine Göre Periyot Belirleme: Bu metotta cihazın gerçek kullanım süresi ölçülür (saat veya gün olarak) ve cihaz belirlenen kullanım süresini doldurduğunda kalibrasyonu yapılır. Bu metodun avantajı, cihazın gerçek kullanım süresine göre kalibrasyon yapıldığından kalibrasyon maliyetinin daha az olmasıdır.

Bu metodun dezavantajları:

- Bu metot pasif cihazlar ve ölçüm standartları için uygun değildir (direnç kapasitör gibi)
- Kullanılmadığı durumlarda bile kayma gösteren cihaz ve standartlar için uygulanamaz.
- Cihazların kalibrasyon periyotlarını izlemek daha zordur.
- Cihazlarda kullanım süresini ölçecek zaman sayacı olmalıdır. Bu da ek maliyet gerektirir.

4. Metot: Bu metot birinci ve ikinci metodun bileşkesi olarak karmaşık cihazlar için uygulanır. Cihazın kritik parametreleri daha sık aralıklarla kontrol edilir. Eğer bu parametreler uygun çıkmazsa tam kalibrasyon gerçekleştirilir. Bu metodun avantajı kullanıcıya büyük kullanım kolaylığı sağlamasıdır. Dezavantajı kritik parametrelerin doğru olarak belirlenmesinin zorluğudur.

Sonuç

Laboratuvarlar kullandıkları cihazla güvenilir ölçüm yaptıklarını kanıtlayacak koşulları sağlamaları ve bunu yazılı dokümanlarla göstermeleri gerekmektedir. Bunun için ölçümlerde kullandıkları cihazların belirlenen amaca uygun olduğunu, cihazların izlenebilir standartlarla kalibrasyonunun yapılmış olduğunu yazılı olarak göstermeleri gerekir. Yapılan ölçümlerin doğruluğu ve güvenilirliği kalibrasyonun doğruluğuna ve geçerliliğine bağlıdır. Kullanılan cihazların doğru ve güvenilir ölçüm yapabilmesi için uygun periyotlarla

kalibrasyonu yapılmalıdır. Bu nedenle kalibrasyon periyodunun optimum şekilde belirlenmesi büyük önem taşımaktadır. Böylece seçilen cihazın belirlenen amaca uygun metrolojik kriterlerle (tekrarlanabilirlik, belirsizlik) ölçüm yaptığı kanıtlandıktan sonra cihaz ölçüm için kullanılmalıdır. Ölçüm yapan laboratuvarın ölçümde kullanılacak cihazın teknik özelliklerini, kalibrasyon prosedürünü, kalibrasyon kabul kriterlerini ve kalibrasyon periyotlarını belirten yazılı prosedürleri bulunmalı ve bu prosedürlere göre kalibrasyon ve ölçüm yapılmalıdır.

Kalibrasyon Sertifikasındaki Bilgilerin Kullanımı

Kalibrasyon işleminin yapılaş şekline göre kalibrasyon sertifikasındaki bilgiler ölçülen değerlerin raporlanmasında kullanılmalıdır.

1. Kalibrasyon işlemi cihazın gösterdiği değere karşılık referans standardın değeri verilerek verilmişse bu veriler şu şekilde kullanılır.

1.1.Cihazı gösterdiği değer cihazın izin verilen değerler içinde, standardın gösterdiği değerle aynıdır. Bu durumda cihazın gösterdiği değer doğrudan raporlanır. Ölçüm sonucu belirsizliği kalibrasyon belirsizliği ve ölçüm tekrarlanabilirliği belirsizliğinden hesaplanır.

Örnek: 0-100 °C aralığında ölçüm yapan dijital termometre spesifikasyonu ve kalibrasyon sonuçları aşağıda verilmiştir.

Spesifikasyon ± 0.4 °C

Referans termometre değeri 50 °C

Dijital termometre ölçüm değeri 50.2 °C

Bu termometrenin ölçtüğü sıcaklık izin verilen tolerans değeri içinde olduğundan ölçüm sonucu doğrudan raporlanır.

1.2. Cihazı gösterdiği değer cihazın izin verilen değerler içinde , standardın gösterdiği değerden farklıdır. Bu durumda cihaz ayarlanabiliyorsa ayarlandıktan sonra kalibre edilmelidir. Ayarlanamıyorsa düzeltme faktörü hesaplanarak ölçülen değer bu faktörle çarpılarak hesaplanmalıdır. Ölçüm sonucu belirsizliği kalibrasyon belirsizliği ve ölçüm tekrarlanabilirliği belirsizliğinden hesaplanır.

Örnek: 0-100 °C aralığında ölçüm yapan dijital termometre spesifikasyonu ve kalibrasyon sonuçları aşağıda verilmiştir.

Spesifikasyon ± 0.2 °C

Referans termometre değeri 50 °C

Dijital termometre ölçüm değeri 51.2°C

Bu termometrenin ölçtüğü sıcaklık izin verilen tolerans değeri dışında olduğundan düzeltme faktörü hesaplanıp, ölçüm sonucu bu faktörle çarpılarak düzeltilmelidir.

Düzeltilme faktörü: $f = 50/51.2 = 0.976$

Düzeltilmiş sonuç $= 0.976 \times 51.2 = 50$ °C

Kalibrasyon yaptırılan cihaza ait kalibrasyon sertifikası incelenerek kalibre edilen cihazın kalibrasyon sonuçlarının nasıl kullanılacağı belirlenmelidir. Kalibrasyon yapan laboratuvar cihazın veya laboratuvarın kullandığı tolerans değerlerini bilmediğinden kalibrasyon sonuçlarından düzeltme faktörü kullanılıp kullanılmayacağını belirtmemektedir. Kalibrasyon sertifikasındaki bilgilerin doğru kullanımı cihazı kullanan

laboratuvarın sorumluluğundadır. Cihaz üzerine yapıştırılan etiket kalibrasyonun uygunluğunu veya cihazın ayarlanmış olduğunu veya düzeltme faktörünün cihazın hafızasına girildiği anlamına gelmemektedir.

2. Kalibrasyon işlemi kalibrasyon işlemi sırasında referansın değeri cihaza değer olarak girilip otomatik kalibrasyon yapan cihazlar kalibrasyonu yapıldıktan sonra doğrudan ölçüm sonuçları raporlanabilir. Günümüzde laboratuvarlarda kullanılan mikro işlemcili cihazlar (pH metre, iletkenlik ölçer, dijital büret, ototitratör, taşınabilir gaz ölçüm cihazları gibi) bu tür kalibrasyon programlarına sahiptir.

Kaynaklar:

1. ISO 10012-1 Quality assurance requirements for measuring equipment Part 1: Metrological confirmation system for measuring equipment
2. ISO 10012-2 Quality assurance requirements for measuring equipment Part 2: Guidelines for control of measurement processes
3. OIML International Document No:10-Guidelines for the determination of recalibration intervals of measuring equipment used in testing laboratories
4. Guidance on Equipment Qualification of Analytical Instruments: UV-Visible Spectro(photo)meters (UV-Vis) Version 1.0 – September 2000 GC/VAM/2000/079 LGC (Teddington) Ltd, 2000
5. ILAC G-24 Guidelines for the determination of calibration intervals of measuring instruments Edition 2007