

光学氧-校准操作说明

适用于发酵/细胞培养应用



光学氧

关键词： 光学氧 InPro6860i 校准 发酵 细胞培养

1. 校准的必要性

关于校准，变送器操作手册中同样有详述。

一般在更换光学帽、在线灭菌或高压锅灭菌后需要进行校准。


光学氧原理因测得相值和真实氧含量值之间的关联关系并非线性，光学氧传感器必须进行精确的校准。错误的校准可能会严重影响测量精确度，并导致动态寿命指示值(DLI)和校准提示值(ACT)不准确。


每支光学氧传感器都有自己的零点相角值(phi 0)和饱和空气满度值(phi 100)。这两个值会因光学帽更换或使用消耗而有不同程度的变化，因此需要校准。


不同类型的光学氧都有几种校准方法。空气和零点气体(例如纯度至少为99.99%的氮气或二氧化碳气体)两点校准可以获得最高精确度的测量值。

校准类型

Sensor type	1-point (Air)	2-point	Process
InPro 6860i	•	•	•
InPro 6870i	•	•	•
InPro 6880i	•	•	•
InPro 6960i	•	•	•
InPro 6970i	–	•	•

 注意：光学传感器的校准需要使用带智能功能的变送器或iSense软件。

 注意：检查所使用的传感器是否需要重新校准，擦干后把传感器置于空气中检查读数是否接近100%。如果不是，传感器需要重新校准。请考虑输入正确的空气压力值和湿度。空气中校准±3%的偏差一般主要是由于湿度和过程压力设定不同导致的。如测溶解氧，传感器自动设置湿度为100%。

 常用注意事项:

- 在气体(空气)中校准时，光学帽必须保持干燥，因为水份黏附会导致溶氧值测量错误。
- 确保校正饱和氧浓度时设置正确，并在校准期间保持不变。
- 在水或者样品溶液中校准时，必须确保液体和空气分压之间已达平衡。氧气在水溶液和空气之间的交换过程非常缓慢。因此水溶液需要很长时间才能达到氧饱和。
- 发酵罐或生物反应器中的溶氧校准应在灭菌后进行并采用过程校准
- 保持所有参数，例如温度和压力等是恒定的
- 校准操作一直需要输入精确的压力值和温度值。只有过程迁移操作不受这些参数影响。
- 操作细节请同时参考变送器操作说明书

2. 工厂校准

传感器出厂前已预校准，供随时使用。

出厂前的校准，传感器所有参数都是固定数值，储存在传感器内，并不可修改。对于连续型生产过程，建议根据您的精确度要求、过程操作习惯和您的生产经验，定期重新校准。具体重新校准的频率完全取决于应用情况。

3. 关于一点校准的说明(校准斜率或过程校准)

对于大多数发酵/细胞培养应用来说，我们只需要一点校准即可。个别情况需要使用全量程测量则必须做两点校准。执行一点校准操作时，在某个氧浓度值例如100%氧浓度(phi 100)时获得实际相值。相应的校准曲线也会自动计算出来。

4. 校准斜率

对于大多数发酵/细胞培养应用来说，氧浓度范围(%air)一般在10%-200%之间，一点斜率校准足以满足这类应用的精度要求。

校准介质采用空气或已知氧浓度的校准气体或是已知氧浓度的水溶液。

对于发酵/细胞培养应用，大多数情况关注的是溶氧相对值，在空气中校准时，向变送器内输入正确的压力和湿度，一般湿度输入50%，压力为1bar，能满足使用要求。如果有认证要求或者发酵/细胞培养过程关注溶氧绝对值例如高耗氧发酵，需自备湿度计和压力计，输入实际值，详细如何输入数值，可参照仪表说明书。

 **注意:压力值输入错误是导致测量误差大、精确度低最常见的原因。**

举例: 变送器内设置的压力值和实际环境压力之间差50mbar，就会导致空气中5%的测量误差。

在气体中校准，须待传感器温度读数稳定，且该温度值表征的是真正的气体温度时再进行校准。

传感器信号稳定后，测量系统校至100%，并显示所需测量值，例如100%air, 20.95% O₂, 或者8.26ppm(25°C或77°F, 常压)，具体设置参见变送器操作手册。

5. 过程校准

过程校准操作有两种:

-过程迁移 (Process scaling)

-过程校准 (Process calibration)

过程迁移 (Process scaling)是发酵或细胞培养过程中常用的校准方式，灭完菌，充料后、固定风量、固定搅拌转速下，接种前将所测值调整至所需值(例如满度值100%)。**过程迁移 (Process scaling)** 操作不会改变相值，只是将显示值和nA输出迁移到所需值。以M400变送器为例操作路径如下:

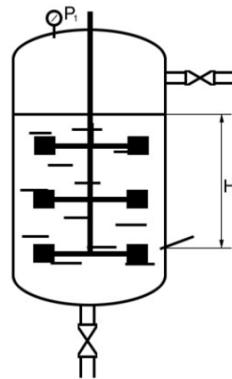
第一步: Menu→Configure→Measurement→Measurement Setup→Channel Setup→O₂ Optical→连续按5次回车至ProCal=Scaling→回车保存。

第二步: Cal→Enter→Type=Process→Enter→显示当前溶氧读数→回车即抓取当前溶氧值并保存。

第三步: Cal→两行, 第二行显示的是上一步抓取的溶氧值, 第一行光标闪动位置可以修改成所需值例如满度值100%→回车。

过程校准 (Process calibration), 如果传感器无法从过程中取出来, 可以使用过程校准调校。**注意**发酵或细胞培养过程不推荐使用该功能, 除非整个过程的压力已知且有准确的参考溶氧值。饱和氧浓度(%air或%O₂)或饱和气体(ppm)情况下, 仅需输入过程压力值即可。过程压力补偿值为P, $P=P_0+P_1$, 如右图一所示。在校准过程中, 校准曲线的相值会相应的调整。

传感器信号稳定后, 测量系统校至100%, 并显示所需测量值, 例如100%air, 20.95% O₂, 或者8.26ppm(25°C或77°F, 常压), 具体设置参见变送器操作手册。



压力补偿计算公式:
 $P = P_0 + P_1$
*校准和测定时的压力补偿均可采用
其中:
P-压力补偿值 (Bar)
P₀-大气压 1.013Bar
P₁-罐压 (表压, Bar)

图一

注意: 对于过程校准 (Process calibration), 输入正确的压力值并获得精确的参考值是非常重要的。

6. 两点校准

个别情况需要全量程测量, 必须做两点校准才能保证最高精度的测量。

光学帽更换后必须做两点校准。

通过两点校准确定零点相角(phi 0)和满度相角(phi 100)值。

第一点: 纠正斜率(用空气或其它已知氧浓度值的校准介质)

传感器信号稳定后, 测量系统校至100%, 并显示所需测量值, 例如100%air, 20.95% O₂, 或者8.26ppm(25°C或77°F, 常压), 具体设置参见变送器操作手册。

第二点: 零点

传感器信号稳定后, 测量系统完全校至0%, 并获得所需测量值, 例如0%air, 0.0% O₂, 或者0ppm(25°C或77°F, 常压), 具体设置参见变送器操作手册。

注意: 错误的零点校准是很常见的测量误差原因。为保证获得准确的校准结果, 我们建议使用纯度为99.99%以上的氮气或其它不含氧介质。

99.99%纯度的氮气可以外购钢瓶装氮气, 配套溶氧校准流通池方便校准, 如右图二所示。进口流通池货号(P/N):30021219, 或国产流通池货号(P/N):30021219(仅适用于120mm长光学氧传感器)。



图二