



JORNADAS DE DESARROLLO E INNOVACION
OCTUBRE 2000

Instrumentación, Control y Metrología

Publicación autorizada por el Cliente

Desarrollo Tecnológico

Metrología en gases - Experiencia en la certificación de un material de referencia

Celia Puglisi, Departamento de Patrones Nacionales de Medida, INTI
Juan Jose Miguel, Gases Especiales, AGA Argentina, S.A.Planta Pilar.



Antecedentes

El análisis de la composición de gases es de gran importancia para resolver una amplia variedad de problemas, entre los que pueden mencionarse las mediciones de calidad de aire, el control de emisiones de chimeneas y de caños de escape de vehículos, la calidad de combustibles gaseosos, etc. En el país se realizan mediciones de composición de gases pero los aspectos metroológicos han sido descuidados. Esto pudo comprobarse en reuniones técnicas sobre el tema, como la organizada por la Asociación Argentina de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente (AIDIS) (Rosario, mayo de 1998) y el Taller sobre Contaminación de Aire Urbano organizado por el Ministerio de Salud y Acción Social (Rosario, agosto 1999). En estas reuniones se expusieron trabajos relacionados con la instalación de detectores ya sean fijos o móviles para control de calidad de aire o de emisión de contaminantes gaseosos aunque no se percibe una preocupación por la calibración de los aparatos o la validación de los métodos de medición. Teniendo en cuenta el aumento de la contaminación ambiental y la creciente preocupación por el control de la misma, es de esperar un incremento considerable de las mediciones. En algunas ciudades de nuestro país se están instalando medidores (ej. Mendoza, diario Los Andes, 8/9/99) en la Capital Federal se está planeando la instalación de un número importante de estaciones de control y en Córdoba se cuenta ya con estaciones móviles. Para la calibración de estos equipos se requieren materiales de referencia gaseosos y los requerimientos de las Normas de Calidad vigentes exigen que pueda demostrarse la trazabilidad de los mismos.

Los gases de referencia certificados con trazabilidad reconocida (NIST, EPA, etc.) son muy costosos y su importación es dificultosa dado que se trata de envases pesados, presurizados y considerados material de riesgo, por lo cual sería conveniente contar con materiales fabricados en el país y que pudieran demostrar su trazabilidad.

El desarrollo de un sistema metroológico para gases es muy costoso y requiere, según el ejemplo de otros países, varios años de trabajo para su puesta a punto.

Por lo aquí expuesto, la División Materiales de Referencia del Departamento de Patrones Nacionales de Medida del INTI, propone una metodología de trabajo que permita darle jerarquía a los certificados emitidos por empresas locales en un tiempo razonable, y adquirir experiencia en la certificación de estos materiales para poder planificar posteriores mejoras al sistema.

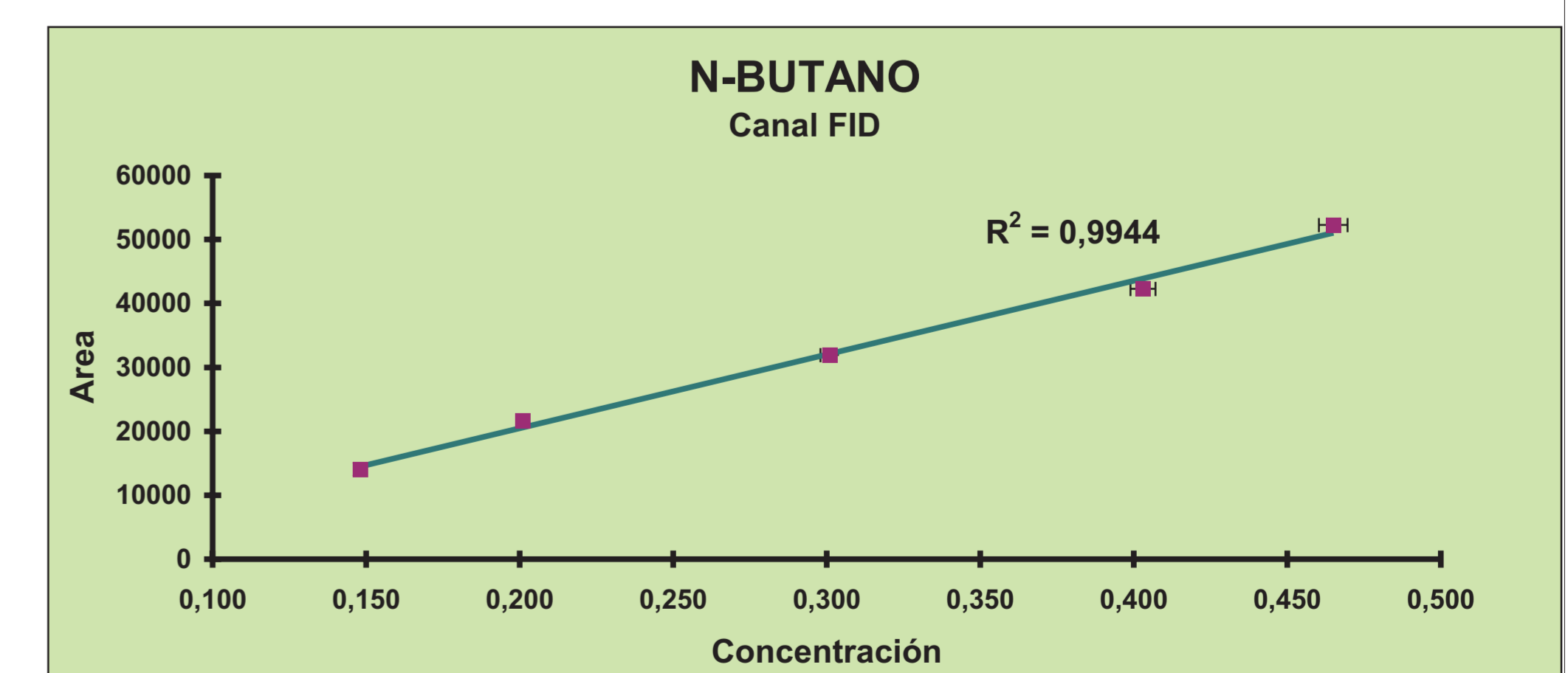
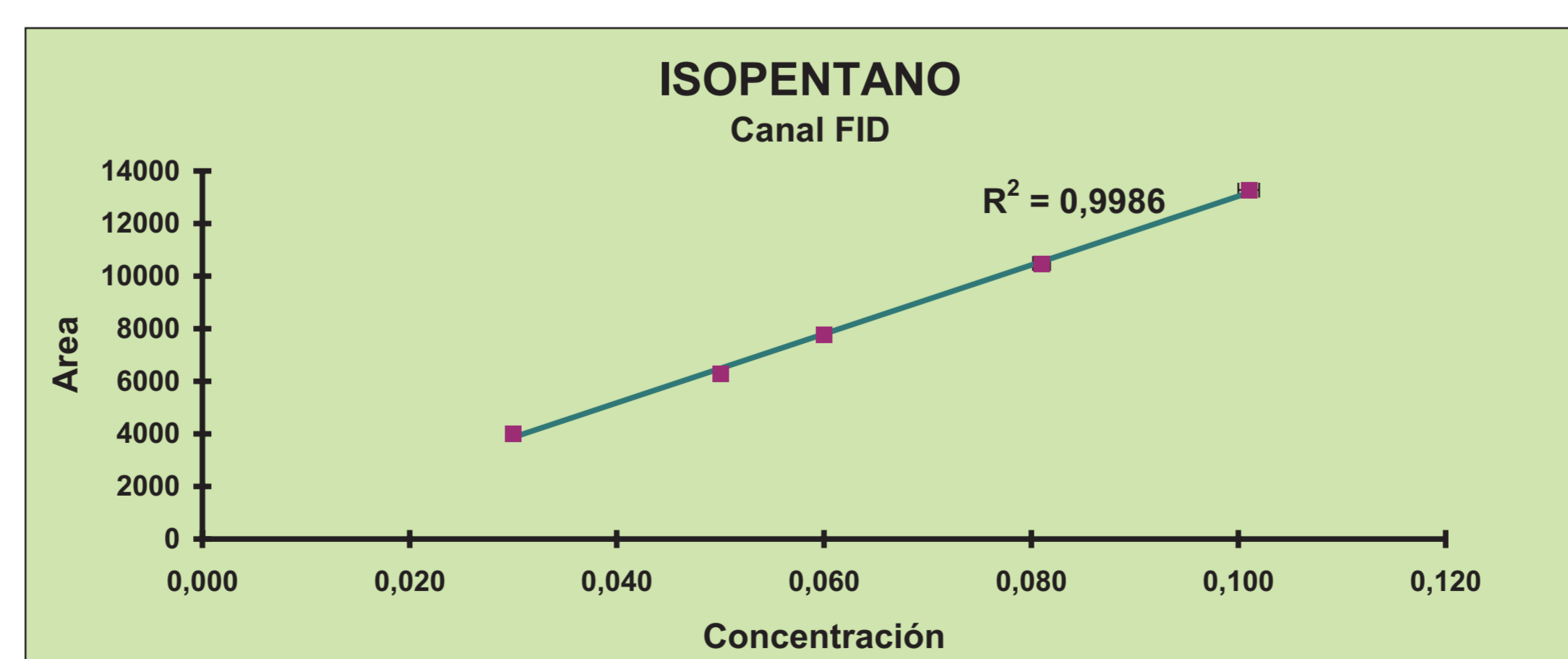
Propuesta de trabajo

La propuesta está basada en la Norma ISO 6143 Gas Analysis - Determination of composition of calibration gas mixtures - Comparison Method . Permite contrastar los valores asignados por la empresa productora a la composición de las mezclas de gases con patrones certificados con trazabilidad internacional.

- Se utilizan los equipos de medición de concentración ya existentes que dispone la empresa para medir la composición de las distintas mezclas que producen.
- Se diseñó un procedimiento de calibración para estos equipos utilizando en cada caso por lo menos dos materiales de referencia certificados por una institución reconocida internacionalmente (NIST, NMI, etc.) Se diseñó un procedimiento de validación del método.
- Se verifica que el personal del laboratorio de la empresa involucrado conozca el procedimiento y pueda llevar a cabo la calibración con una frecuencia que será fijada experimentalmente.
- Se desarrolla una metodología para la evaluación de la incertidumbre en la calibración.
- Se establecerá un plazo para auditorías que dependerá de la cantidad de mediciones realizadas.
- La empresa utiliza el equipo así calibrado para contrastar los valores asignados a sus mezclas con los de los materiales de referencia certificados, según la mencionada Norma ISO 6143.
- Cuando este sistema esté completamente implementado la Empresa podrá incluir en el certificado de concentración de las mezclas que ahora emite, una constancia avalada por INTI donde se diga que los equipos de medición han sido calibrados por INTI con patrones trazables (indicar cuales). INTI podrá establecer que esos equipos son aptos

Implementación

Dada la importancia económica de la explotación y comercialización del gas natural en nuestro país se comenzó a trabajar con esa mezcla gaseosa con AGA Argentina. Se describen en el trabajo los resultados obtenidos hasta el presente en la implementación del plan mencionado más arriba.



Determinación de la linealidad

Utilizando gases certificados por LINDE (UK) se verificó la linealidad del intervalo de trabajo para cada componente. Estos datos se compararon con los obtenidos utilizando mezclas producidas por la Empresa. Se cuenta además con un patrón certificado por el NMI, Laboratorio Nacional de Holanda, con trazabilidad internacional avalada por intercomparaciones con otros laboratorios nacionales como NIST(USA), NPL(UK), BAM(Alemania) par verificar el límite inferior del intervalo de trabajo.

Límite de detección

Se determinó también el límite de detección para cada componente, encontrándose que está por lo menos en un orden de magnitud por debajo de las concentraciones típicas para gas natural.