



AHORA SÍ LA CALIBRACIÓN MULTINIVEL PARA GASES RESULTA DE GRAN INTERÉS

Nicolas Bouton, Laurent Courthaudon, Julien Leprovost, Yvan Messenger.

AlyTech, Juvisy-sur-Orge, Francia.

La calibración de un analizador en diferentes niveles de concentración con un solo patrón de gas resulta de gran interés y ahora es posible.

Los usuarios de analizadores de gases están bajo presión para ejecutar sus analizadores conforme a lo descrito en los métodos oficiales. Las pruebas de Round-Robin y los entornos validados imponen procedimientos cada vez más estrictos a los jefes de laboratorio para seguir el rendimiento de sus analizadores. Los instrumentos deben ser calibrados periódicamente, siguiendo la metodología oficial como ISO, EN, EPA, etc.

Casi todas las técnicas analíticas requieren una calibración periódica de los analizadores y esta calibración debe ser revisada periódicamente. Esto se puede hacer antes, después o incluso durante un lote de análisis.

Diferentes formas de calibrar el analizador son posibles: externa, interna, normalizada se encuentran entre las más utilizadas. El Análisis de patrón añadido también se utiliza, principalmente para análisis de trazas.

¡Cuatro puntos son mejor que uno!

Si hay que hacer una curva de calibración lineal, generalmente se admite que tienen que ser establecidos 4 puntos. Al menos tres puntos se necesitan a fin de evaluar la linealidad a través del coeficiente de regresión lineal. Siempre es mejor un cuarto punto para confirmar el funcionamiento de un detector en caso de que un punto quede algo fuera de la curva (ver Figura 1). El cuarto punto aportará la confirmación final (ver Figura 2).

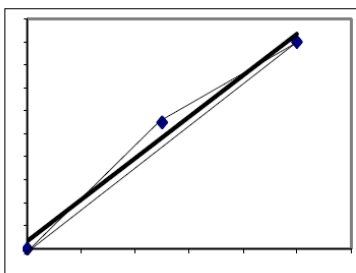


Figura 1. Con tres puntos de calibración, ¿Qué curva elegimos?

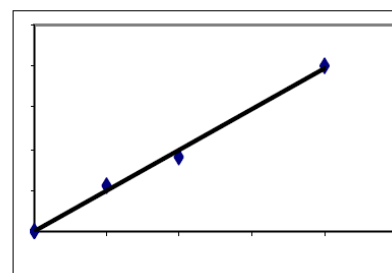
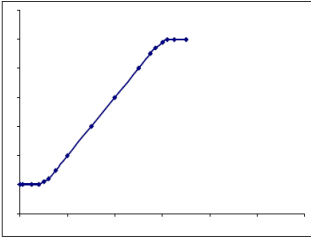


Figura 2: El cuarto punto confirma la elección.

Linealidad y propiedad dinámica

Otro punto importante a tener en cuenta es la respuesta en forma de S mostrada por muchos detectores.



La concentración se reporta en el eje x, mientras que la respuesta del detector se representa en el eje y:

- . para bajas concentraciones, por debajo del límite de detección, el detector está “ciego”,
- . luego la respuesta se convierte en lineal, esto sucede por el rango de concentración que se corresponde con la ventana dinámica del detector,
- . en el rango alto, los detectores se saturan: la respuesta sigue siendo la misma cualquiera que sea la cantidad de analito.

La curva de calibración y los errores relacionados

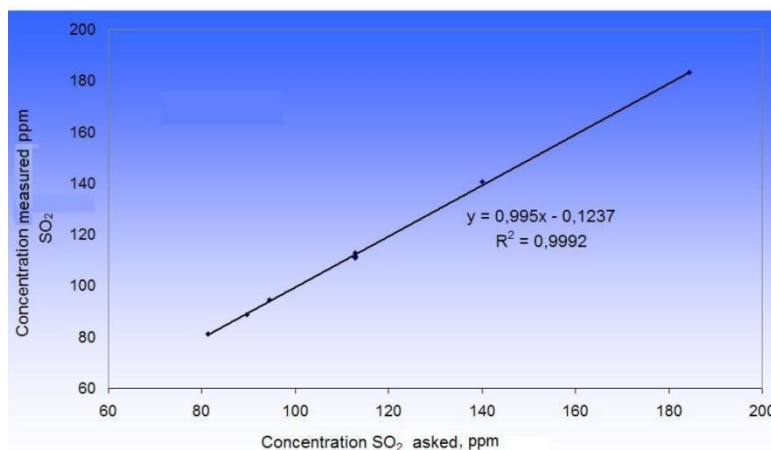
El error relacionado con una concentración depende del número de puntos utilizados para trazar la curva. Este error disminuye a medida que aumenta el número de puntos de medición. Si una curva de calibración $y = ax + b$ es trazada a partir de un único punto, el error en la pendiente puede ser alto, y la intersección y se fija y se considera igual a cero.

El límite de detección (LOD) y límite de cuantificación (LOQ)

Para calcular el límite de detección (LOD) y cuantificación (LOQ), se realizan las inyecciones de blanco. Se determinan su media M y desviación standard. Estos valores $M + 3\sigma$ y $M + 10\sigma$ se comparan con la curva de calibración para dar el límite de detección y cuantificación. De ahí la importancia de tener una calibración buena y fiable.

Condiciones experimentales

GasMix™ nos permite hacer frente a las dos cuestiones mediante la dilución de mezclas de patrón gas para preparar on site diferentes patrones gas que serán utilizados para construir una curva de calibración. Por ejemplo, a partir de un patrón con 505ppm de SO₂ en nitrógeno, se hace una curva de calibración entre 80 y 180 ppm de SO₂. Esta calibración se realiza en un analizador de azufre Antek 9000.



GasMix™ es completamente automático, todo el procedimiento descrito se realizó de forma totalmente desatendida. Esto permite una importante reducción de la carga de trabajo para el responsable del laboratorio. Preparar una inyección de gas o simplemente una secuencia automática completa no supone tiempo extra para operador.

Conclusión

Una calibración de un punto puede ser la fuente de errores importantes en la metrología y validación de un analizador de gases: la pendiente y el valor de intersección **y** pueden no ser correctos. Los valores calculados LOD y LOQ por tanto, podrían ser inexactos. Todo ello debido a que el laboratorio tenga un solo patrón de gas en stock.

GasMix™ hace al analizador más fiable, permite un mejor uso del instrumento dentro de su rango dinámico y todo ello sin aumentar la carga de trabajo del operador. GasMix™ está controlado por ordenador y es conforme a método ISO.

PARA MÁS INFORMACIÓN



GALLPE-AC
Soluciones y Servicios Profesionales, S.L.

Apartado 287
28400 Collado Villalba (Madrid)
Tel.: 91 849 90 18 • Fax: 91 849 90 24
www.gallpe.com • info@gallpe.com