

Kalibrerings standarder i forbindelse med gass kvalitative analyser

ved/ Ivar Ugland, Air Liquide Norway AS.

Innledning

I forbindelse med hydrokarbon prosesser, det være seg öpstreamö eller ödownstreamö, er det behov for nøyaktige kvalitative analyser for optimering av produksjon, kontroll av kvalitet i forbindelse kjøp/salg, osv.

Nøyaktighet og presisjon knyttet til kvalitative / analytiske målinger lar seg påvirke av forskjellige faktorer, som anvendelse av korrekt kalibrerings standard, korrekt valg av utstyr, etc..

Kalibrering som betyr å finne frem til avviket mellom indikert verdi (måleredskapets angivelse) og sann verdi (referanse angivelse) er en forutsetning for å kunne gjøre tiltak som sikrer at nøyaktighet og presisjon holder seg innenfor fastlagte grenser. Standardene som benyttes i forbindelse med kalibrering kan være sporbare til nasjonale / internasjonale referanser og på den måten sikre at nøyaktighet (usikkerhet) og presisjon kan kvantifiseres.

Riktig valg av komponenter som inngår i et gass analyse system er vesentlig for og nå oppsatte mål og vi skal her sette lys på noen vurderinger som bør gjøres i forbindelse med valg av gass referanse standarder.

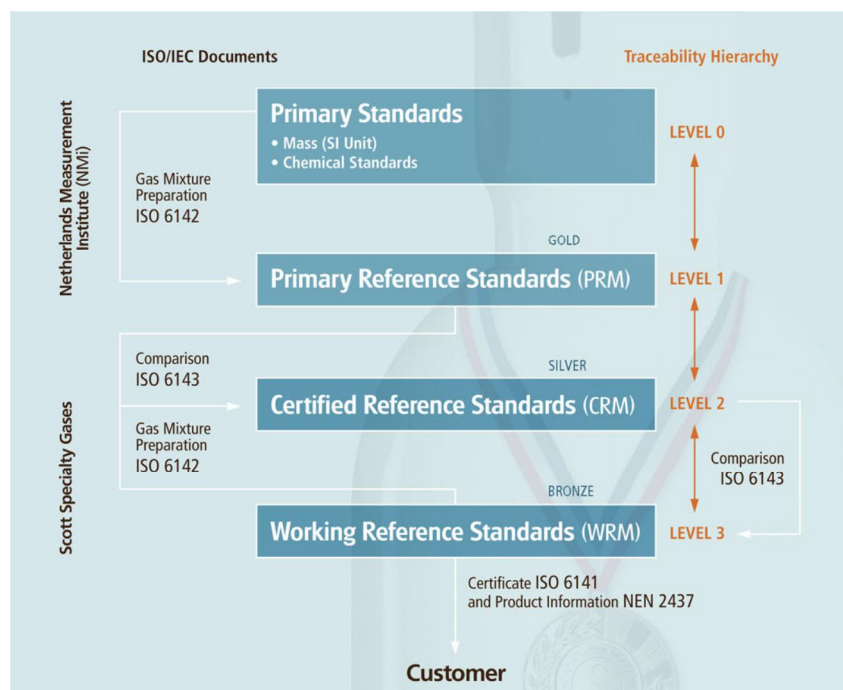
Gass kalibrering standarder

Presise Analytiske målinger er nødvendige for å oppnå kvalitative og kvantitative verdi bestemmelser. En forutsetning for å oppnå tillit til de måleverdiene som kommer ut av en analysator / instrument er at det er kalibrert i henhold til internasjonale standarder eller ö beste praksisö dokumenter.

Kalibrerings standarder er et mål for den eksakte verdien som analysator / instrument skal sammenliknes mot.

Basert på at kalibreringsreferansen er premissgiver for analysator / instrument som skal kalibreres er det viktig at det velges kalibrering standarder som er tilpasset kravene som gjelder for oppgaven som skal løses.

Faktorer som behov for sporbarhet, presisjon og akkreditert sertifisering må vurderes i forbindelse med valg av kalibrering standarder.



Figur 1: Sporbarhet

Sporbarhet til nasjonale standard organisasjoner er definert i ISO 17025, se for øvrig tabell 1 med hensyn de viktigste forskjellene mellom ISO 9001 og ISO 17025.

ISO 9001

- Notified Body (Certification)
- Process Certification
- Commercial pressure allowed
- General competence requirements of staff
- One level of QC
- Validation voluntary
- No certificate requirements
- Traceability and Uncertainty open to many interpretations

ISO 17025

- Accreditation Body
- Product Certification
- Free of commercial pressures
- Detailed competence requirements of Lab staff
- 3 levels of QC
- Validation Obligatory
- Detailed certificate requirements
- SI Traceability and EA Uncertainty (95% & $k=2$)

Tabell 1: Forskjeller mellom ISO 9001 og ISO 17025

En kost / nytte vurdering av tilgjengelige standarder er også å anbefale, ref at det eksempelvis ikke er noen garanti for at den dyreste og mest nøyaktige analysatoren i henhold til tester utført i kontrollerte omgivelser gir best resultat under skiftene prosess betingelser.

Mange ganger er det omkringliggende faktorer som setter grenser for hvilken maksimal nøyaktighet som kan oppnås, ref at en barriere aldri blir sterkere enn det svakeste leddet.

Sertifiserte gass blandinger brukes i mange gass analytiske sammenhenger for å etablere en sporbar presisjonsverdi, som kan brukes for å dokumentere at målingen(ene) imøtekommer krav fremsatt i myndighets forskrifter eller gjeldene avtaler inngått mellom forskjellige parter.

Kostnadene knyttet til sertifisering og dokumentering av gass blandinger som skal brukes som kalibrerings referanser er betydelige, og det er derfor særdeles viktig å forstå hva man egentlig trenger slik at unødvendig bruk av tid og ressurser kan unngås.

Usikkerhet er forskjell mellom indikert / målt verdi og verdien til kalibreringsreferansen (ofte omtalt som den sanne verdi). Husk imidlertid at enhver vare, også kalibrering standarder har en viss holdbarhets dato dersom spesifisert nøyaktighet skal oppnås.

Gass kalibrering standarder som er en miks av flere enkelte gass komponenter vil i stor grad begrenses av den gass komponenten som er mest følsom ovenfor ytre påvirkninger, eksempelvis vil den tyngste gass komponenten være den som først kondenserer ut og derav setter krav til laveste temperatur kalibreringsreferansen kan utsettes for, uten å forringe sin beskaffenhet.

Riktig valg av materiell som benyttes i flasker, tilkoplingsrør, regulatorer og andre komponenter som er en del av kalibrerings oppsett til en gass analysator er en forutsetning for at en ønsket nøyaktighet skal kunne oppnås og opprettholdes.

Kondisjonering av materialene kan være påkrevd, spesielt dersom det skal opprettholdes stabilitet på gass komponenter med lave konsentrasjoner (mindre enn 10 ppm) over tid.

Gasser som inngår i en mikset kalibrerings standard kan kjemisk reagere og gi forskjellig adsorbering grad i forhold til valg av materiell og omgivelses verdier som eksempelvis temperatur.

En forutsetning for å oppnå en presis kalibrering av gass analysatorer / instrumenter er at man har kontroll over alle elementene som vil kunne påvirke systemet på en negativ måte

Konklusjon

Presisjon til en gass analysator, eksempelvis en gass kromatograf, er knyttet til mange kritiske parametere, slik som material valg, stabilitet i forhold til prosess variasjoner og tid, samt kalibrering standard sin plassering i sporbarhetskjeden.

Betraktninger med hensyn på kritiske parametere er en forutsetning for å etablere et gass analyse system som rapporterer i henhold til oppsatte spesifikasjoner.

Hjelp knyttet til det å velge riktig kalibreringsgass og / eller velge riktig materiell for en gitt applikasjon kan skaffes tilveie av forskjellige firmaer, eksempelvis produsenter av kalibreringsgasser som i sitt daglige virke står ovenfor disse påkrevde betraktningene