



III Conferencia Internacional sobre Gestión de Olores en el Medio Ambiente, Bilbao

Control de calidad en olfatómetros según Norma UNE-EN 13725

*Quality control of Olfactometers in accordance with
UNE-EN 13725*



Autores

Director Técnico: Emma Antolínez
eantolinez@calygas.com

Técnico de Calibración: Claudia Atienza
catienza@calygas.com

Bienvenidos a Calygas.com

www.calygas.com/presentacion.html

Calibración de analizadores de gas, S.L.

Presentación

Servicios

Calibraciones

Campos de aplicación

Conócenos

Contacto y solicitud de oferta

PRESENTACIÓN

Somos una empresa con gran experiencia en lo relacionado con gases.

Se fundó en 2003 con la idea de cubrir una necesidad existente en calidad,

LA CALIBRACIÓN.

Así, obtuvimos la acreditación según ISO 17025, dada por ENAC en 2004 con el número actual **145/LC10.103**.

Nuestras actividades principales son:

- Calibración de analizadores de gas
- Calibración de caudalímetros
- Realización de ensayos

Otras actividades importantes son:

- Calibración de parámetros físicos
- Distribución de canister de gases
- Asesoramiento en calidad



Olores.org

III Conferencia Internacional sobre Gestión de Olores
en el Medio Ambiente, Bilbao

GAS CAL GAS CAL GAS CAL GAS CAL
calibración de analizadores de gas S.L.



Especialistas en cada campo

Exigente sistema de calidad

Atención personalizada

Formación en gases y calidad



III Conferencia Internacional sobre Gestión de Olores en el Medio Ambiente, Bilbao

Laboratorio



In situ



Cementeras



Medio ambiente emisión e inmisión



Salas blancas



Tratamiento de residuos



Prevención de riesgos



Medicinal



Automoción



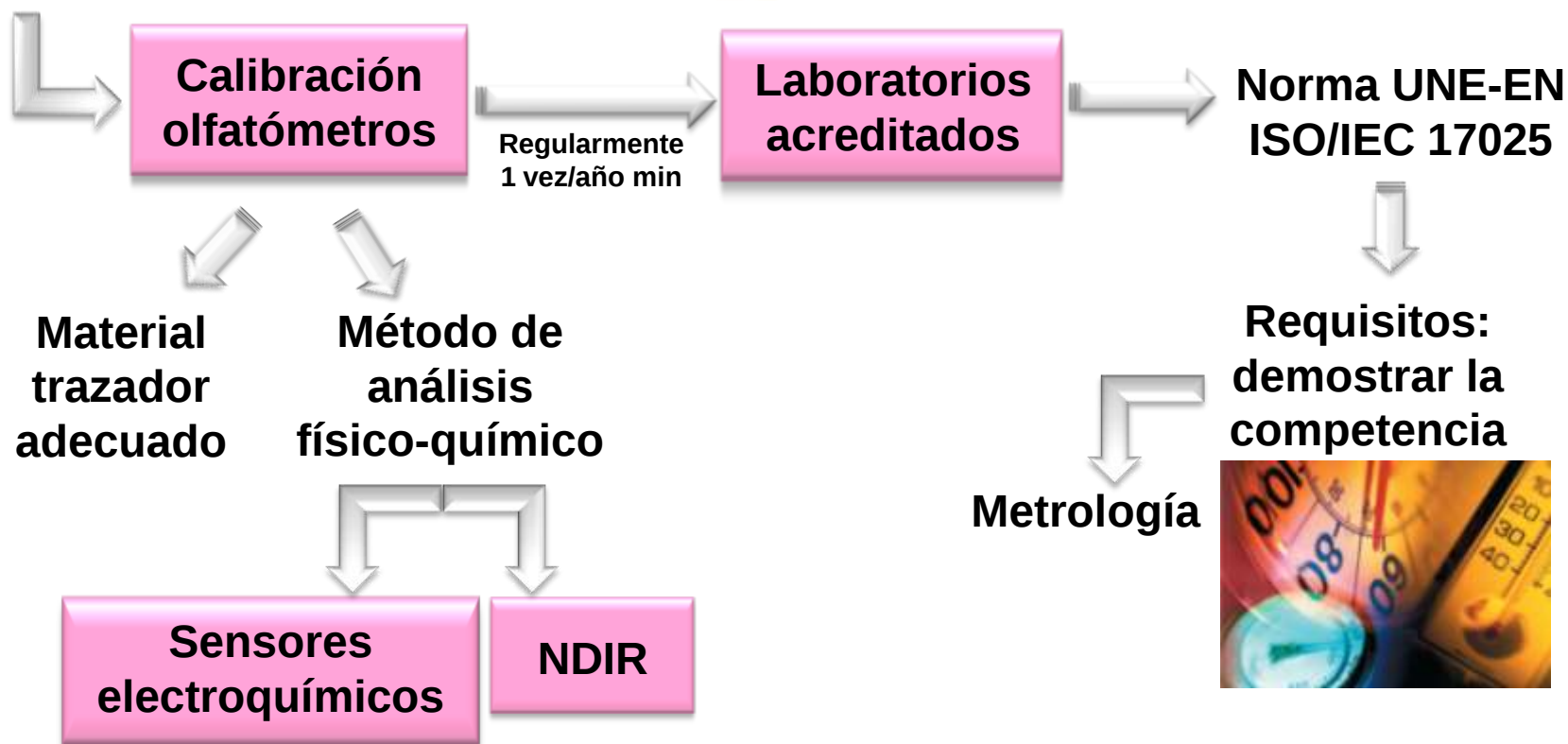
Alimentación



Olfatometría

III Conferencia Internacional sobre Gestión de Olores en el Medio Ambiente, Bilbao

Requisitos de calidad de la Norma UNE-EN 13725



Norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005**¿Qué es una calibración?**

Conjunto de operaciones que bajo condiciones especificadas establecen una relación entre los valores de magnitudes indicados por un sistema de medición y los correspondientes valores aportados por patrones

Sistema de
gestiónTécnicamente
competentesResultados
técnicamente
válidos**¿Cómo debe establecerse la incertidumbre de una medida?**

VIM: Parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mesurando

Variabilidad de las condiciones
ambientales

Actuación del operador



Equipos utilizados

Patrones de referencia o materiales de
referencia utilizados

Norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005

¿Cómo deben reflejarse los resultados obtenidos
en un informe de ensayo o calibración?



Manera clara y precisa
Información relevante
Formato normalizado

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN
Certificate of calibration

Nº: P10000
Página (grupo) 1 de 2

INSTRUMENTO:
Equipment

FABRICANTE:
Manufacturer

MODELO:
Model

IDENTIFICACIÓN:
Identification

SOLICITANTE:
Customer

FECHAS DE CALIBRACIÓN:
Dates of calibration

Signatarios autorizados/
Authorized signatories

Fecha de emisión
Date of issue

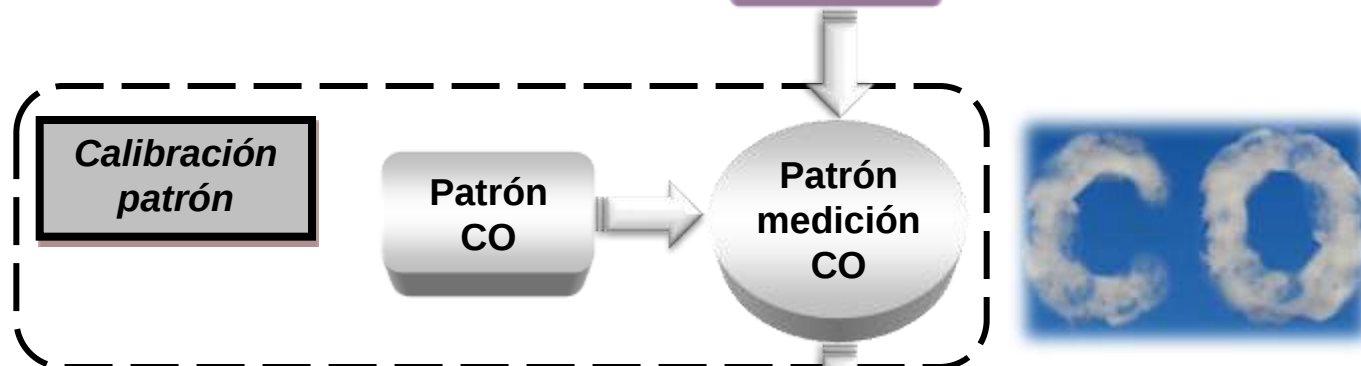
Director Técnico
CALIBRACIÓN DE ANALIZADORES DE GAS S.L.

- Título
- Nombre y dirección del laboratorio
- Lugar de calibración
- Identificación única
- Nombre y dirección del cliente
- Identificación del método utilizado
- Descripción del ítem ensayado
- Fecha de ejecución y emisión
- Referencia a los procedimientos utilizados
- Resultados con sus unidades de medida
- Autorización

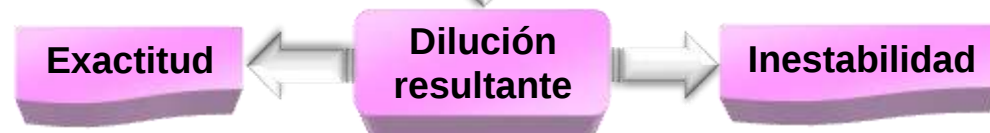
Proceso de calibración

Norma UNE-EN-13725

“5. Requisitos de calidad de funcionamiento”



“5.4.2. Criterios de calidad para el funcionamiento del aparato de dilución”



Calibración del equipo patrón

1. Estabilización equipo { Recomendaciones fabricante
Secuencia de calentamiento
> 2 h
2. Condiciones ambientales { Registro: estación meteorológica
Limitaciones de funcionamiento
3. Anotar valores iniciales
4. Conexión en condiciones aptas
5. Gas cero
6. Gas span: preferencia patrón directo (eliminar influencias)
7. Ajuste (si es necesario) { menú equipo
potenciómetro
software



Uexp $\pm 3\%$ o inferior



	Sensor electroquímico	NDIR
Tiempo de vida	≤ 2 años	≥ 5 años (hasta 20 años)
Fiabilidad	Menor	Mayor
Sensibilidad	Menor	Mayor
Resolución	~ 1 ppm	~ 0.01 ppm
Interferencias	Si	No
Deterioro a altas concentraciones	Si (necesario t_{limpieza})	No (necesario volver a realizar el ajuste)
Mantenimiento	No	Si (componentes del equipo: filtro, conexiones, bomba, etc.)
Autonomía	~ 8 horas	No

Calibración olfatómetro: INESTABILIDAD

5 presentaciones

10 Observaciones

	ud	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Media	Desv.	Inest.
1	15,70	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,65	14,65	14,64	0,004	0,056
2	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,65	0,004	0,056
3	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	0,000	0,000
4	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,64	14,65	0,005	0,065
5	15,70	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	0,000	0,000

C. PATRÓN

1004,8

DILUCIÓN

64

 2^6 DILUCIÓN
RESULTANTE

68,62

Media

14,643

0,003

0,035

Srd=

0,008

Dilución → 5 presentaciones (i) → 10 observaciones (o_j) → ~ 5 s

Dilución resultante

$$\text{Dilución} = \frac{1}{\frac{y_{w,d}}{G_{REF}}}$$

 G_{REF}

Gas de referencia

 $y_{w,d}$

Promedio de las 5 i

Calibración olfatómetro: INESTABILIDAD

ud	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Media	Desv.	Inest.
1	15,70	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,65	14,65	14,64	0,004	0,056
2	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,65	0,004	0,056
3	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	0,000	0,000
4	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,64	14,65	0,005	0,065
5	15,70	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	0,000	0,000

C. PATRÓN DILUCIÓN DILUCIÓN
 1004,8 64 RESULTANTE
 68,62

Media 14,643 0,003 0,035

Srd= 0,008

Inestabilidad

$$I_d = \frac{t * S_{i,d}}{y_{i,d}} * 100\%$$



$$S_{I,d} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (o_j - y_{i,d})^2}{(n-1)}}$$

Cálculo de la Inestabilidad

Id= 0,04 ≤ 5 %



t valor estadístico t de Student

$S_{i,d}$ desviación típica de la inestabilidad de cada i

$y_{i,d}$ promedio de las 10 o_j en cada i

Calibración olfatómetro: EXACTITUD

Intervalo de confianza al 95%

$$d_{w,d} - A_{w,d} \cdot r_d \leq \partial_{w,d} \leq d_{w,d} + A_{w,d} \cdot r_d$$

 $d_{w,d}$ sesgo de la dilución $A_{w,d}$ factor del intervalo de confianza al 95% r_d límite de repetibilidad instrumental $A_{w,d}$ factor estadístico

$$A_{w,d} = \sqrt{\frac{1}{2 \cdot n}}$$

n : número de medidas

Sesgo: valor medido - valor esperado

$$d_{w,d} = \overline{y_{w,d}} - u_d$$

 $y_{w,d}$ promedio de las 5 i μ_d valor esperado

	ud	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Media	Desv.	Inest.
1	15,70	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,65	14,65	14,64	0,004	0,056
2	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,65	0,004	0,056
3	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	0,000	0,000
4	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,64	14,65	0,005	0,065
5	15,70	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	0,000	0,000

Repetibilidad instrumental

$$r_d = 0,032$$

$$r_d = t \cdot \sqrt{2} \cdot S_{r,d}$$

$$S_{r,d} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (y_{i,d} - \bar{y}_{w,d})^2}{(n-1)}}$$

 t
 $S_{r,d}$ valor estadístico de la t de Student
desviación típica de la repetibilidad
instrumental

Intervalo de confianza al 95 %

$$-1,057 \quad -0,010 \leq d_{w,d} \leq -1,057 \quad 0,010$$

Media 14,643 0,003 0,035

Sesgo del proceso de dilución

$$d_{w,d} = -1,06$$

$$(dw,d) = -6,73$$

Calibración olfatómetro: EXACTITUD

	ud	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Media	Desv.	Inest.
1	15,70	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,64	14,65	14,65	14,64	0,004	0,056
2	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,65	0,004	0,056
3	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	0,000	0,000
4	15,70	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,65	14,64	14,64	14,64	14,65	0,005	0,065
5	15,70	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	14,63	0,000	0,000

C. PATRÓN

1004,8

DILUCIÓN

64

DILUCIÓN
RESULTANTE

68,62

Media 14,643 0,003 0,035

Srd= 0,008

Repetibilidad instrumental

rd= 0,0316

Sesgo del proceso de dilución

d_{w,d}= -1,06

Intervalo de confianza al 95 %

-1,057 -0,010 ≤ d_{w,d} ≤ -1,057 0,010

Cálculo de la exactitud

Ad= 0,068 ≤ 0,2

Awd= 0,32



Exactitud

$$A_d = \frac{|d_{w,d}| + (A_{w,d} \cdot r_d)}{u_d}$$

Tablas de dilución recogidas
en un informe de ensayo

Medidas recogidas de ensayo			Patrón (ppm)			Dilución			Valor teórico (ppm)				
			99700			1/2000			49.85				
Nº	y ₁	y ₂	y ₃	y ₄	y ₅	y ₆	y ₇	y ₈	y ₉	y ₁₀	y _{i.d}	S _{i.d}	I _d
	Unidades (ppm)											(%)	
1	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.60	0.01	0.03
2	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.6	50.5	50.5	50.5	50.5	50.55	0.02	0.07
3	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.5	50.48	0.01	0.05
4	50.5	50.5	50.5	50.5	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.44	0.01	0.02
5	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.4	50.44	0.00	0.02
Cálculo de inestabilidad													
Media de las 5 medidas (Y _{med.d})=							50.50 ppm						
Media de la inestabilidad (I _{med})=							0.04 < 5%						
Cálculo de precisión instrumental													
Desviación standard de la repetibilidad (S _{r.d})=							0.07 ppm						
Límite de repetibilidad (r _d)=							0.28 ppm						
Error de dilución (d _{w.d})=							0.65 ppm			<>		1.31 %	
Factor de confianza al 95 % (A _{w.d})=							0.32						
Exactitud de la dilución (A _d)=							0.01 < 0.20						
Dilución resultante							1/ 1974.19						



Equipos de predilución

Predilución de las
emisiones de gases



Temperatura
Humedad



Integridad de la muestra



Evitar contaminación del olfatómetro
por muestras altamente olorosas



Sondas de dilución



Prediluidores



Olfatómetros

Fijos y portátiles

Olfatómetros de campoMonitorización de olores *in situ*

Evaluación de la intensidad de los
olores ambientales mediante la técnica
de “Dilución hasta el umbral” D/T

III Conferencia Internacional sobre Gestión de Olores
en el Medio Ambiente, Bilbao $P_{\text{ENTRADA DE MUESTRA}}$ 

Bolsas de muestreo acondicionadas

Presión ≤ 2 baresPVF/Tedlar®
PET/Nalophan®

Materiales



Inodoros, baja permeabilidad, adecuados para su uso

PTFE



Gomas

 $P_{\text{ENTRADA DE GAS NEUTRO}}$ 

3-4 bares

Aire comprimido: compresor sin aceite, filtro de partículas, humedad
Nitrógeno o aire sintético

Caudal de aire



20 L/min

Según el apartado “6.5.3. Interfase entre nariz y olfatómetro”

Portabilidad



Transporte seguro

Software



Manejo adecuado



Concentración gas muestra

CO > 10.9 % vol, se trabaja con N₂ en vez de aire como
gas cero ya que existe riesgo de inflamabilidad

Limpieza



Placas, conexiones, accesorios



MUCHAS GRACIAS POR SU ATENCIÓN

www.calygas.com



Autores

Director Técnico: Emma Antolínez
eantolinez@calygas.com

Técnico de calibración: Claudia Atienza
catienza@calygas.com