

Laboratóriumi gázok analitikához

Nagytisztaságú és kalibráló gázok, gázkeverékek analitikai eljárásokhoz



1. Nagytisztaságú gázok

3

Gáztisztaság, palack típusok és méretek, szelepcsatlakozás, biztonsági adatlap

2. Különleges gázok az analitikában

6

Gázkromatográfia, atomemissziós spektroszkópia, atomabszorpciós spektrometria, vivőgázok, kalibráló és egyéb segédgázok

3. Gázkeverékek

9

Koncentráció egységek, gázkeverék típusok, előállítási módok

4. Akkreditált gázanalitikai labor

12

Az akkreditált gázanalitikai kalibráló laboratórium tevékenysége, analitikai szolgáltatások, mért komponensek, bizonylatok



1. Nagytisztaságú gázok

Magas minőség és igényre szabott gázellátás

A Messer nagytisztaságú gázok széles spektrumát kínálja partnereinek, mely a levegőgázoktól (nitrogén, oxigén és argon) kezdve a szén-dioxidon, szén-monoxidon, hidrogénen, nemesgázokon (hélium, neon, kripton és xenon) keresztül egészen a legfontosabb szerves (pl. metán, etán, etilén, acetilén) és szervesetlen gázokig (pl. ammónia, klór, kén-dioxid) terjed.

A nagytisztaságú gázok – a különböző felhasználásokhoz alkalmazkodva – különböző termékminőségben (tisztasági fokozatban) és kiserelésben állnak rendelkezésre. A termékekre vonatkozó valamennyi szükséges információt (pl. specifikációk, palackméretek) a termékadatlapok tartalmazzák, melyek a www.messer.hu weboldalról letölthetőek.

Termékminőség és tisztasági fokozat

A nagytisztaságú gázok minőségét a jelenlévő szennyező anyagok fajtája és megengedett maximális koncentrációja határozza meg. A gáztartalmat %-ban, a szennyező-komponensek maximális koncentrációját pedig ppm-ben (parts per million) vagy ppb-ben (parts per billion) adjuk meg. Ezek a dimenzió nélküli koncentrációegységek általában térfogatrészt jelentenek: %(V/V) és ppm(V/V).

Dimenzió nélküli egységek összefüggései:

- 1 % = 0,01 (század rész)
- 1 ppm = 0,000001 (milliomod rész = parts per million)
- 1 ppb = 0,000000001 (milliárdod rész, a ppm ezred része = parts per billion)
- 1 % = 10 000 ppm = 10 000 000 ppb



Tisztasági fokozat jelölése

A termékminőség egyszerű jelölésére a pontjelölést alkalmazzák: pl. hélium 5.0. Az első számjegy a térfogatszázalékban megadott gáztartalom „kilences” számjegyeinek számát, a pont utáni második számjegy a kilencesek utáni decimális jegyet adja meg, ami a gázban jelenlévő szennyezők összesített mennyiségét mutatja. Például a 99,9995 %-os gáztisztaságot 5.5-ös jelöléssel rövidítjük, melyben a szennyezők maximum mennyisége 5 ppm lehet.

Oxigén 4.8

Az első számjegy (itt a 4-es szám) a százalékban megadott tiszta gáztartalom 9-es számjegyeinek a számát jelenti:

Tisztaság:
 $\geq 99,998\%$

A második számjegy (jelen esetben a 8-as) a százalékban megadott gáztartalom kilencesek utáni számjegyét adja meg:

Tisztaság:
 $\geq 99,998\%$

Tisztasági fokozat pontjelölésének magyarázata

Tisztasági fokozat pontjelöléssel	Tisztaság %(V/V)-ban	Szennyezők max. mennyisége
5.5	99,9995	5 ppm
5.7	99,9997	3 ppm
6.0	99,9999	1 ppm

Tisztasági fokozat, tiszta gáztartalom és a szennyezők megengedett összes mennyisége közti összefüggés

Sűrített gáz palackok

A sűrített ipari gázok nagynyomású, üres palackjai általában 200 bar vagy ennél még nagyobb, 300 bar maximális töltési nyomásra készülnek. A méretátlázat néhány jellemző palacktípus méreteire és gáztöltetére vonatkozó irányértékeket foglal össze. A palackok méreteire és üres tömegére vonatkozó adatok tájékoztató jellegűek. Ezen kívül – a gáz fajtájától függően – a táblázatitól eltérő anyagú és űrtartalmú palackok, vagy palackkötegek is előfordulnak.

A szállítási forma megnevezésére megadott rövidített jelölés tájékoztatást ad a gáztároló egység:

- fajtájáról (P: palack, B12: bündel/palackköteg 12 palackból)
- geometriai térfogatáról (literben) és
- anyagáról (acél, Alu: alumínium)
- a töltési nyomásáról (pl. 200 bar).



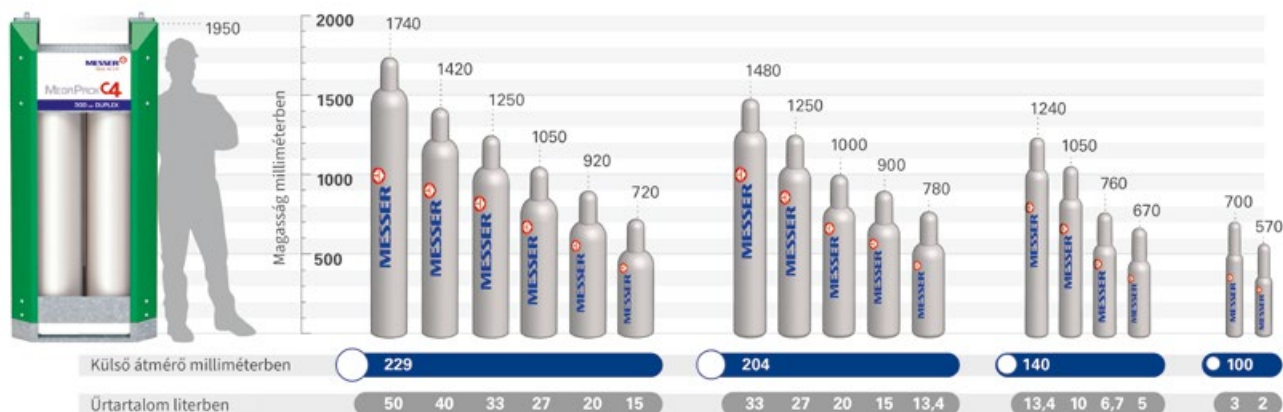
Például: Az P50 200 bar jelölés egy 50 literes acél gázpalackot jelöl, melynek töltési nyomása 200 bar. Ezen kívül – a gáz fajtájától függően – számos eltérő palack létezik, pl. palackok töltőmasszával (acetilénhez), vagy speciális hordók néhány szerves vagy szervetlen gázhoz.

Méretek és töltési adagok

Sűrített gáz palackok szokásos adatai és töltési adagjai

Palacktípus	Gáztartalom ⁽¹⁾	Külső átmérő (d)	Magasság (h)	Nettó tömeg (tara)
	<i>m³ (1 bar, 15 °C)</i>	<i>mm</i>	<i>mm</i>	<i>kg</i>
P 2 200 bar	0,4	100	350	2,5
P 5 200 bar	1,0	140	440	7,0
P 10 150 / 200 bar	1,5 / 2,0	140	820	12
P 14 150 bar	2,0	140	1150	25
P 20 150 / 200 bar	3,0 / 4,0	204	840	23
P 20 300 bar	6,0	204	825	33
P 27 150 bar	4,0	204	1220	40
P 40 150 bar	6,0	205	1615	73
P 50 200 bar	10,0	229	1500	60
P 50 300 bar	15,0	229	1500	70
P 2 Alu 200 bar	0,4	117	336	3,2
P 5 Alu 200 bar	1,0	140	525	6,5
P 10 Alu 150 / 200 bar	1,5 / 2,0	140	1060 / 970	12
P 20 Alu 200 bar	4,0	204	940	24
P 31,5 Alu 200 bar	6,0	230	1160	37,5
P 40 Alu 150 / 200 bar	6,0 / 8,0	229	1455	46
B 12 x P 50 200 bar	128,0	/980	w 760 h 2000	1010
B 12 x P 50 300 bar	182,0	/980	w 760 h 2000	1130
MegaPack 4 (B4 x F150 300 bar)	180	/870	w 890 h 2260	1020

1) A gáztartalom oszlopban, m³-ben megadott értékek nem veszik figyelembe az egyes gázok különböző kompresszibilitását, vagyis az ideális gáztörvény alapján számítottak.



Palackcsatlakozások és szerelvények

A különböző gázfajtákhoz tartozó szelepcsatlakozás függ a mindenkor érvényes nemzeti szabványoktól. Például:

- magyar szabvány MSZ 5992
- német szabvány DIN 477
- francia szabvány AFNOR

A Messer Hungarogáztól kiszállított palackok esetében általában a **DIN 477** német szabvány érvényesül, de egyes gázok és gázkeverékek (pl. 4.8-nál kisebb tisztaságú argon és nem éghető, argontartalmú gázkeverékek, továbbá 4.5-nél kisebb tisztaságú oxigén) esetén a szelepcsatlakozás még a régi, de nem visszavont **MSZ 5992** magyar szabvány szerinti is lehet.

A 300 bar-os töltési technológia megjelenésével a palackszelepeket számos gáztermékre vonatkozóan egységesítették, így lehetségessé vált, a gázfajtának megfelelően, ugyanannak a nyomásszabályozónak a használata egész Európában. A 300 bar töltési nyomású palackok csatlakozásait EU-szerte az **EN ISO 5145** előírásai szabályozzák.

Általános szabály, hogy az acetilén kivételével (melynek palackszelep csatlakozása a többi iparigáz palackétól eltérően kengyeles), a menetes csatlakozások az éghető gázok esetén balmenetűek, a semleges és oxidáló gázok esetében pedig jobbmenetűek. Ettől az általános szabálytól eltér a kalibráló és más egyedi gázkeverékek palackszelepeinek DIN 477 általi szabályozása, amely M 19 x 1,5 LH balmenetet ír elő a gáz éghetőségi tulajdonságától függetlenül, míg a Messer Hungarogáz által előállított ilyen gázkeverékek esetén a szelep kivezető csatlakozása az alapgáz szerint van meghatározva.

A gáz biztonságos felhasználásához szükség van a fokozott gáztisztasági követelmények megfelelő gázélvételi szerelvé-

nyekre, a legegyszerűbb esetben, pl. egy nyomáscsökkentőre. Több felhasználó hely esetén optimálisabb egy központi gázellátó rendszer kiépítése. Ilyenkor a gáztároló egységet (palack, tartály) a felhasználás helyétől eltérő tárolóhelyen (egy külön helyiségben, vagy akár az épületen kívül) helyezik el. A gázlefejtő állomásokon keresztül csökkentett nyomáson egy csővezeték-hálózatba jut a gáz, amelynek nyomása a különböző felhasználási helyeken tovább csökkenthető, vagy a berendezésre csatlakoztatható.

Termékadatlapok

A gázfajtától, minőségi követelményektől és a mennyiségi szükséglettől függően a nagytisztaságú gázoknál különböző minőségi fokozatok és palackok állnak rendelkezésre. Ezek skálája az 1 literes laborpalacktól a nagyméretű palackkötetekig (bündel) terjed. A termékekre, ezen belül is a specifikációkra és a sztenderd palackméretekre vonatkozó információkat a termékadatlapok tartalmazzák. Tájékoztatásul a gáztartalom m³-ben (15°C hőmérsékleten és 1 bar nyomáson), illetve kg-ban van megadva. A termékadatlapon minden lényeges információ megtalálható továbbá az egyes gázok fizikai tulajdonságairól, a fontosabb biztonságtechnikai paraméterekről, valamint a szelepcsatlakozásokról és az ajánlott gázélvételi szerelvényekről.

Biztonsági adatlapok

A gázok és gázkeverékek esetén a biztonsági adatlap átfogóan informál a gázok tulajdonságairól, veszélytényezőiről, valamint a biztonságos kezeléssel, tárolással és szállítással kapcsolatos tudnivalókról. A biztonsági adatlapokon található információk összhangban vannak a REACH és GHS/CLP mindenkori előírásaival.



2. Különleges gázok az analitikában

Az analitikai módszerek alkalmazási területe rendkívül sokrétű. Mindegy, hogy élelmiszerek minőségellenőrzéséről, gépjármű motorok tesztjéről, a gyógyszer- vagy vegyiparban, az orvostudomány-ban, metallurgiában, vagy a környezetfelügyeletben folyamatok vezérléséről van-e szó, a minőségbiztosításhoz, vagy a törvényi előírások betartásának igazolásához mindenhol alkalmaznak analitikai módszereket.

Az elérhető eredmények megbízhatósága és pontossága sok határfeltételtől függ, melyek között gyakran az alkalmazott vizsgáló és kalibráló gázok, vivő- és egyéb segédgázok minősége játszik döntő szerepet. A Messer a nagytisztaságú gázok, standard és egyedi gázkeverékek, valamint a szükséges gázellátó rendszerek széles választékát kínálja az analitikai mérésekhez.

Megfelelő gázt a megfelelő célra

Az alkalmazási területekhez hasonlóan változatosak az analitikai módszerek és feladatok is. A gázanalitika, mint a szerves és szerves analitika különleges területe az utóbbi évtizedekben viharos gyorsasággal fejlődött: míg a hetvenes évek elején még a klasszikus analitikai módszerek jelentették az átlagos ipari gyakorlatot, és a gázkromatográfia még ritkaságnak számított, addig ma már a műszeres analitikát részesítik előnyben. Az alkalmazástól függően különböző módszerek terjedtek el, a közös bennük, hogy nagytiszta gázokkal és gázkeverékekkel dolgoznak, kalibrálási célra pedig kifejezetten nagy pontosságú vizsgáló gázokat használnak. A detektálási hatás, az analízis pontossága és az eredmények megbízhatósága gyakran az alkalmazott gázok minőségének a függvénye.

Gázkromatográfia

A gázkromatográfiában használt kalibráló és munkagázok az analitikai mérések igényei szerint a legkülönbözőbbek lehetnek.

Vivőgázként, a viszonylag gyors analízis idő miatt, leggyakrabban hélium, nitrogén, vagy hidrogén használatos. A vivőgáz szükséges tisztasága a vizsgálandó anyag fajtájától és koncentrációjától, a kívánt mérési pontosságtól függ. A kolonnából kilépő minta egyes komponenseinek koncentrációit egy arra alkalmas detektorral határozzák meg. A vivőgázok mellett kiegészítésként szükséges segédgáz igény közvetlenül a feladattól és az alkalmazott detektortól függ.

A **hővezetőképességi detektor (TCD)** univerzális, elvileg bármely anyagminta meghatározására alkalmas, kimutatási képessége azonban nem kiemelkedő, a detektálási határ a ppm-től a %-os tartományig terjed. Az 5.0, vagy ennél nagyobb tisztaságú vivőgáz mellett nem igényel további segédgázt.

A **lángionizációs detektorral (FID)** minden éghető anyag mérhető, a hidrogén kivételével. A láng táplálásához 5.0-6.0 tisztaságú hidrogén és szénhidrogén-mentes levegő elege szükséges. Az autóiparban tiszta hidrogén helyett gyakran hélium és hidrogén (60:40) keverékét használják. A szénhidrogéneknek a kimutatási határ általában a felső ppb-tartományban található.

A halogén-tartalmú vegyületek speciális kimutatásához alkalmazzák a különösen érzékeny **elektronbefogási detektort (ECD)**, mely alsó ppb-tartományban lévő kimutatási határral rendelkezik. Speciálisan ehhez a detektorhoz kínálunk „ECD-minőségű” gázokat, amelyekben az előírt halogénezett szénhidrogén szennyeződés kisebb, mint 1 ppb (v/v). Az általában használt „ECD-minőségű” hélium, vagy nitrogén vivőgáz mellett a működéshez még egy ún. „make-up” gáz is szükséges. Ezzel az öblítő gázzal magából a detektorból távolítjuk el azt a szennyeződést, amely a detektor-katódra rakódhatott. Erre a feladatra 5% vagy 10% metánt argonban tartalmazó keverék vált be, de az ECD-minőségű nitrogén is alkalmas erre a célra.

Gázkromatográfiában használt munkagázok

Detektor	Vívógáz	Segédgáz	Zavaró szennyeződés	Gáztisztaság mérőtartományonként		
				< 100 ppb	< 10 ppm	> 10 ppm
TCD	H ₂ , He, Ar, N ₂		H ₂ , O ₂		5.5	5.0
FID	H ₂ , He, N ₂	H ₂	HC, CO	6.0	5.5	5.0
		szintetikus levegő		szénhidrogén-mentes		
ECD	H ₂ , He, N ₂	N ₂ , Ar/CH ₄	hal. HC, SF ₆	ECD - minőség		
FPD	H ₂ , He, N ₂	H ₂	HC, CO	6.0	5.5	5.0
		szintetikus levegő		szénhidrogén-mentes		
HID	He		H ₂ , O ₂	7.0 - 6.0	6.0	
DID	He		H ₂ O, O ₂ , HC, CO, CO ₂ , hal. HC	7.0 - 6.0	6.0	6.0
AED	He			6.0	6.0	
		N ₂		6.0	5.5	
		H ₂ , O ₂		5.0	5.0	
		CH ₄		4.5	4.5	
MS	He		H ₂ O, O ₂	7.0 - 6.0	6.0	

Atomemissziós spektrometria

Az **atomemissziós spektrometria (AES)** a fémtartalmú minták analízisének módszere. Energiabevitelrel a minta fém komponenseit ionizálják és gerjesztik.

Ha a gerjesztés lánggal történik, **lángfotometriáról** beszélünk. Ez gyakran az alkáli és alkáliföldfémeknél alkalmazott módszer. Égőgázként propán 2.5, vagy acetilén 2.6 használatos.

Univerzálisabb eljárás az **ICP-spektroszkópia** (Inductive Coupled Plasma), mellyel majd minden anyagösszetétel kimutatható. Nagyfrekvenciás indukcióval argonplazma keletkezik, amely az energiát a minta komponenseire átviszi. Az alkalmazott argon tisztasága döntő szerepet játszik, mivel a néhány ppm koncentrációban jelenlévő oxigén és nedvesség-tartalom a plazmában nem kívánatos mellékreakciókhoz vezethet. A minta egyes komponensei esetleg oxid, vagy hidroxid formájában jelennek meg a redukált forma helyett. Ezért argon 5.0 alkalmazását javasoljuk, vagy a spektrometriai célokra gyártott Spectro argont csökkentett szennyező oxigén- és nedvesség-tartalommal. A kimutatási határok gáztisztító patronokkal javíthatóak (Oxysorb, Hydrosorb).

Módszer	Gázalkalmazás	Gáz
Atomemissziós spektrometria (AES)		
Lángfotometria	Égő gáz	Propán 2.5, Acetilén 2.6
	Oxidáló gáz	Szintetikus levegő
ICP-spektrometria	Plazmagáz/Vivőgáz	Ar 5.0, Ar spektrometriához
Szikraeróziós spektroszkópia	Plazmagáz	Ar 5.0, Ar spektrometriához, Ar/H ₂ keverék

Atomabszorpciós spektroszkópia

Az **atomabszorpciós spektroszkópia (AAS)** a lángfotometria módosított formája. Az AAS alapja az, hogy a mintából termikusan előállított szabad atomokat az adott elemre jellemző hullámhosszúságú fénnel besugározva mérjük a fényelnyelést. A gerjesztéstől függően eltérő módszerek léteznek.

A **láng-AAS**-nél a minta atomokra bontása lánggal történik, amihez égő és oxidáló gáz szükséges. Általában acetilén 2.6 és levegő keverékével táplált láng (2400 °C) elegendő a legtöbb fém meghatározásához. Az erős oxidképzőkhöz, mint a króm vagy vanádium, gyakran dinitrogén-oxidot alkalmaznak oxidáló gázként (kb. 2800 °C forró lánghoz). A könnyű alkáli, vagy földalkáli fémekhez gyakran hidrogén 5.0 és levegő keverékével táplált „hidegebb” láng (2100 °C) a legjobb energiaforrás.

Az atomokra bontáshoz szükséges energiát (3000 °C) **grafitcsöves kemencében** elektromos úton is előállíthatják. Itt argont (min. 5.0 tisztaság), vagy argon-hidrogén keveréket használnak védőgázként a grafitcsövek oxidációjának elkerülésére.

Módszer	Gázalkalmazás	Gáz
Atomabszorpciós spektroszkópia (AAS)		
Láng-AAS	Égő gáz	Acetilén 2.6, H ₂ 5.0
	Oxidáló gáz	Környezeti levegő, Szintetikus levegő, O ₂ , N ₂ O 2.5
Grafitkemencés-AAS	Védőgáz	Ar 5.0-nál nagyobb tisztaságban, Ar/H ₂ keverék
Ionizációs kamra	Töltőgáz	5/10 térf. % CH ₄ Ar-ban (P5 ill. P10 gáz)



Kalibráló gázok

Az analizáló készülékeket kvantitatív mérések előtt kalibrálni kell. Gázanalitika esetében ez általában egy null-, valamint egy, vagy több meghatározott összetételű kalibráló gázzal történik.

Minden analitikai módszer kisebb, vagy nagyobb mértékben érzékenyen reagál az olyan zavaró szennyeződésekre, mint pl. az oxigén, vagy a nedvesség. Más mellékkomponensek is növelhetik a null-vonalat, illetve a zajokat, és ezáltal eltolják a kimutathatósági határt. Ezért legalább 5.0 (99,999 térf.%), vagy ennél nagyobb 6.0 (99,9999 térf.%) tisztaságú gázokat kell alkalmazni. Szükség esetén lehetőség van a felhasználás helyén („point-of-use”) meghatározott szennyeződések eltávolítására a gázáramból megfelelő gáztisztító eljárással (gáztisztító patronok alkalmazásával).

Kiegészítő gázigény

A készülékek, illetve analizátorok közvetlen üzemeltetéséhez szükséges tiszta gázok és gázkeverékek mellett az analitikai felhasználásoknál még egy sor további gáz kerül alkalmazásra: pl. speciális detektorok cseppfolyós nitrogénnel, vagy akár cseppfolyós héliummal való hűtést igényelnek (Nuclear Magnetic Resonance - NMR), optikai rendszerek öblítését gyakran tiszta nitrogénnel végzik, és a minták előkészítésénél is alkalmaznak gázokat. A szén-dioxiddal végzett szuperkritikus extrakcióhoz (SFC) speciális minőségű CO₂ gázt kínálunk, opcionálisan hélium párnával is.



3. Gázkeverékek

A tiszta gázok mellett számos esetben meghatározott gázkeverékekre is szükség lehet. A legkülönbözőbb területeken történő rutinszerű gázfelhasználásra – a banánérlelésétől kezdve a lézeres alkalmazásokig – a Messer **standard gázkeverékek** széles skáláját kínálja partnereinek. A mindig azonos összetétel révén ezek a keverékek nagyobb mennyiségben állíthatók elő, és raktárról szállíthatók. Az egyes standard gázkeverékekre vonatkozó információkat a termékadatlapok foglalják össze.

Számos felhasználásnál azonban, például mérőműszerek ellenőrzéséhez vagy kalibrálásához, **egyedi keverékekre** van szükség. Az alkotórészek összetételét, azaz koncentrációját és számát a felhasználási cél határozza meg. A keverékeket a felhasználó igényeinek megfelelően állítjuk elő, figyelembe véve a fizikai és kémiai lehetőségeket, valamint a biztonságtechnikai előírásokat.

A Messer Európában Zwijndrecht-ben (Belgium), Mitry-Mory-ban (Franciaország), Lenzburgban (Svájc), Gumpoldskirchenben (Ausztria), Budapesten (Magyarország), valamint Pacevóban (Szerbia) üzemelteti a különleges gázok és gázkeverékek töltőüzemeit. A Messer sokéves tapasztalata és munkatársaink szakértelme a fejlesztés, gyártás és analitika területén folyamatosan biztosítják ügyfeleink számára a magas minőségi igények teljesítését.

Egyedi gázkeverékek specifikációja

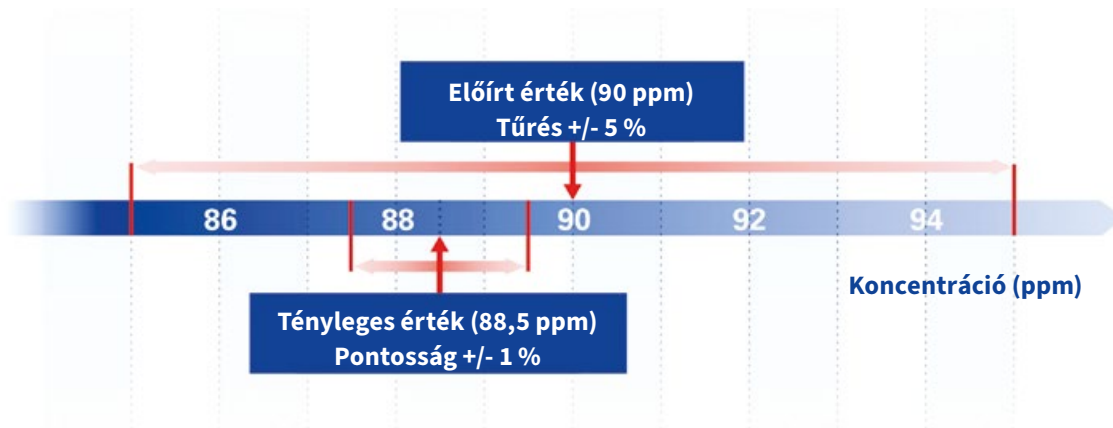
A **gázkeverékek** különböző gázok és gőzök homogén keverékei. A rendelkezésre álló alkotórészek nagy száma szinte korlátlan mennyiségű kombinációs lehetőséget biztosít. A keverék alkotórészeit (gázokat, gőzöket, folyadékokat) **komponenseknek** nevezik, a keverék fő alkotórészét, főkomponensét pedig „**vivőgáznak**” vagy „**alapgáznak**”.

Kalibrálógázok esetében az alapgáz melletti olyan komponens vagy komponenseket, amelyekkel általában valamilyen analitikai műszer kalibrálását végezzük, **kalibráló vagy mérő komponensnek** nevezzük. Ha nem kalibrálógázról, hanem valamilyen technológiai, mérés technikai, vagy egyéb célú gázkeverékről van szó, akkor a vonatkozó technológia, illetve működtetés szempontjából lényeges komponens vagy komponenseket **funkcionális komponensnek** hívhatjuk. Ilyen funkcionális komponens például a nukleáris mérés technikai detektorokban használt metán-argon keverékekben (PR-gázban) a CH₄, amely a láncreakciószerű ionizációt megakadályozza.

A gázkeverékeknek is vannak olyan, kis koncentrációjú komponensei, amelyek nem tartoznak a specifikációs összetételhez, hanem az előállítási alapanyagok szennyeződéseiből származnak. Ezek a felhasználás szempontjából részben zavaró **szennyező-komponensek**, amelyek megengedhető maximális koncentrációja a specifikációs előírásokban szerepel, illetve egyedi gázkeverékek esetén azt a felhasználás igénye szerint tisztázni kell.

A **koncentráció** különböző mennyiségi egységekben adható meg. Az anyagmennyiség hányadának jelölésére gyakran ppm (n/n)-t használnak, mivel ez az egység független a nyomástól és a hőmérséklettől. Továbbá elterjedt a térfogat-rész, valamint a tömegkoncentráció megadása is. Ezenél a nyomás- és hőmérsékletfüggő egységeknél a normál állapotot veszik alapul (0°C és 1013 mbar nyomás).

A gázkeverék **előállíthatóságát** korlátozzák a kémiai, fizikai és biztonságtechnikai szempontok. Például éghető és gyúlékony komponenseket is tartalmazó gázkeverékek előállítása csak bizonyos feltételek mellett lehetséges. A Messer szakértőinek tapasztalt csapata ezért minden egyes gázkeverék esetében, melyet először állítanak elő, pontosan megvizsgálja és meghatározza az előállítási folyamat paramétereit. A szükséges számításokhoz egy speciálisan erre a célra kifejlesztett termodinamikai szoftvert alkalmaznak.



Gázkeverék tűrése és pontossága egy példán: 90 ppm NO Topline (tűrés +/- 5 %, pontosság +/- 1 %)

A **tűrés** a komponens tényleges koncentrációjának (tényleges értékének) megengedett eltérését adja meg az előírt koncentrációtól (előírt érték). Az eljárástól függően a gyártási tűrés általában 5% -10% az alkotórészek tartalmától, fajtájától és számától függően.

A komponens tényleges értéke csak bizonyos **pontossággal** adható meg. Matematikailag a bizonytalanságot az $U = k \cdot s$ képlet alapján határozzák meg, amelyben az „s” a standard eltérést, „k” a „megnövelt bizonytalansági” tényezőt jelenti. A Messer a megnövelt bizonytalanság meghatározásakor $k=2$ értékkel számol. A szükséges elemzési eljárást az alkotórész fajtája és mennyisége szerint választják ki. Az elérhető pontosság az eljárástól függően 1-10% relatív. Bonyolult gyártói eljárással 1% alatti relatív pontossági értékek (Topline) is elérhetők.

A mérőkészülékek kalibrálásához használt vizsgáló gázok és gázkeverékek esetében a gázpalackok tartalma gyakran több hónapra elegendő. Ezért a **stabilitási idő** a gyártás időpontjától számított időtartamot adja meg, amelyre az analitikai tanúsítványban szereplő tényleges értékek érvényesek. Ez az időtartam általában 12 hónap, természetesen ennél hosszabb stabilitási időtartamok is lehetségesek (Longlife opció). Ebben az összefüggésben a nagynyomású gázpalackok belső kezelése döntő szerepet játszik. Stabil gázkeverékek, kalibráló gázok előállítására csak a palack következetes előkezelésével, többszöri öblítési és vákuumozási ciklusokkal, megfelelően magas hőmérséklet megválasztásával lehetséges.

Gázkeverékek kategóriái

A gázkeverékekkel szemben támasztott eltérő követelményeknek megfelelően a Messer különböző keverékkategóriákban kínálja termékeit, amelyeket a tűrés, a pontosság és a stabilitási idő határoz meg:

A *Tecline* kategóriájú keverékeket a standard specifikációknak megfelelően tanúsítvány nélkül szállítják. A *Tecline* keverékeket jellemzően üzemi vagy folyamatgázokként alkalmazzák. A *Labline* keverékek kategóriájában a tanúsítvánnyal ellátott vizsgáló gázokat foglalják össze. A tűrés 5%, a pontosság általában 2%. A rendkívüli pontosságot igénylő mérési feladatokhoz, a keverékekkel történő kalibráláshoz az 1 %-nál is nagyobb pontosságú *Topline* kategóriát ajánljuk. A nyomonanalitikához a *Traceline* kategóriát alkalmazzuk ppb területen belüli koncentrációkkal.

Gázkeverékek előállítása

Dinamikus eljárás

A Messer különböző eljárásokat használ a gázkeverékek előállításához. **Dinamikus eljárással** nagy mennyiségű, azonos összetételű gázkeverék palackozható. Ennek során átfolymérő segítségével beállítják a komponensek és az alapgáz térfogatáramát. A keveréket egy keverőkamrában homogenizálják, és szükség esetén a keveréket a keverőkamra után analizálják, majd palackokba töltik nagy nyomáson. A keverékek összetétele egy töltés során minimális eltéréssel azonos. Így a dinamikus előállítás a standard keverékek (*Tecline*) előállításának megfelelő módszere.

Manometrikus előállítás

Gázkeverékek **manometrikus előállításakor** a komponensek parciális nyomása a Raoult törvény szerint összeadódik. Ennél az eljárásnál mindegyik keverékkomponens hozzáadása alatt és után meghatározott hőmérsékleten méri a palackban jelentkező nyomásnövekedést. Az előállításnál jelentkező tűrés alapvetően a nyomásmérő és a hőmérsékletmérés pontosságától függ. Ennek a módszernek az előnye a nagy flexibilitásban rejlik, mivel így minden keveréktípus előállítható, ha a parciális nyomás eléri a mérhető nagyságrendet. A módszer hátránya a szisztematikusan kisebb pontosság. Az egyes palackok befejezésésként elvégzett analízissel a komponensek tényleges értéke rendszerint sokkal pontosabban meghatározható. Ezért az analíziseredményekre és azok bizonytalanságára vonatkozóan állítanak ki tanúsítványt.

Gázkeverék típusa	Pontosság (rel.%)	Tűrés (rel.%)	Koncentráció	Stabilitás (hónap)
Tecline	nincs minősítés	2-10 %	1-100%	
Traceline	5 %	10 %	5-1000 ppb	< 12
Labline	2 %	5 %	1 ppm-100 %	12
Topline	<1 %	<5 %	10 ppm - 100%	12

Longlife-opció 24/36/60: megnövelt stabilitási időszak (24-36-60 hónap)
Accredited-opció: kalibrálási tanúsítvánnyal az ISO 17025 szerint akkreditált

Gázkeverék kategóriák

Gravimetrikus módszer

A **gravimetrikus módszernél** az egyes komponensek be-mérése közvetlenül a palackban történik tömegméréssel. Az így kapott tömegrészek anyagmennyiség-hányadokká számíthatók át. Ez a mérési eljárás az egyike a legpontosabb fizikai mérési eljárásoknak. Ezért ezzel a módszerrel a gázkeverékek a legnagyobb pontossággal állíthatók elő. Az ellenőrző mennyiségi analízissel általában nem érhető el ez a pontosság. Ez csupán a folyamat paramétereinek igazolását szolgálja. A méréssel meghatározott értékre, és annak bizonytalanságára vonatkozóan állítanak ki tanúsítványt.

Amennyiben a szükséges pontosság a komponensek közvetlen adagolásával nem érhető el (pl. a könnyebb anyagok

kis hányada miatt), akkor egy vagy több gravimetrikusan előállított, a kívánt komponens nagyobb hányadával rendelkező előkeveréket használunk fel a végleges keverék előállításához

Homogenizálás

A gravimetrikus, illetve a manometrikus töltés után közvetlenül a nyomás alatti palackban az egyes komponenseknél rétegeképződés jelentkezhet. A homogén keveredést a palack megközelítőleg vízszintes pozícióba történő forgatásával biztosítják.



Gázkeverékek előállítása gravimetrikus módszerrel

4. Akkreditált Gázanalitikai Kalibráló Laboratórium

A Messer Hungarogáz Kft. Gázanalitikai Kalibráló Laboratóriuma 2003 óta ISO 17025 szabvány szerint akkreditált kalibráló laboratóriumként folytatja tevékenységét.

A laboratórium tevékenységi köre

Laboratóriumunk tevékenységi köre két nagy csoportra terjed ki:

1. Gázösszetételi anyagminták (használati gázetalonok) kalibrálása (meghatározása) tömegméréssel.

Ez a gyakorlatban két-, vagy többkomponensű gravimetrikus gázkeverékek készítését jelenti, és azt, hogy a megrendelésre így elkészített kis mérési bizonytalanságú kalibráló-gázok vagy egyedi gázkeverékek az országos és nemzetközi tömegetalonra visszavezethetők. Akkreditált keverékek esetén akkreditált bizonyítvánnyal ellátva használati etalonként alkalmazhatók.

2. Különféle gázelegyek összetétel-meghatározása (analízise) gravimetrikus gázetalonok segítségével.

Ez a tevékenység

- a cégünk által manometrikusan előállított gázkeverékek (kalibrálógázok, egyedi összetételű gázkeverékek) összetétel-meghatározását,
- ügyfeleink által, vevői megrendelés alapján beküldött, Messer Hungarogáz gyártmányú gázkeverékek recalibrálását (újralibrálását) foglalja magában.

Töltse le a Kalibrálási szolgáltatások jegyzékét a www.messer.hu weboldaltól.

Az alapgáz általában hélium, hidrogén, nitrogén, oxigén, argon vagy szintetikus levegő, de a megrendelt összetételtől függően például metán is lehet.

A mért komponenseket bizonyos esetekben már tized ppm-es tartományban is tudjuk mérni. Az akkreditált keverékek esetén 5 ppm fölött adhatunk ki bizonylatot. A kalibrálókomponens koncentrációja 5 ppm-től akár 50%-ig terjedhet. Az összetételt a Laboratórium a nyomástól és hőmérséklettől független mólkonzentrációban, azaz ppm(n/n)-ben, illetve %(n/n)-ben adja meg, de kérésre átszámítja például 1 bar nyomáson és 15 °C hőmérsékleten érvényes mg/m³-re is.

A Messer Hungarogáz Kft. a fentiektől eltérő komponenseket tartalmazó kalibrálógázokra is teljesít megrendeléseket a felhasználóval való egyeztetés alapján, a bizonyítvány akkreditálását ilyenkor a Messer Csoport vonatkozó laboratóriuma biztosítja.



Megbízható és nagy pontosságú analitika biztosítja a gáztermékek minőségét.

Mért gázkomponensek

- nitrogén (N_2)
- oxigén (O_2)
- argon (Ar)
- hélium (He)
- neon (Ne)
- kripton (Kr)
- xenon (Xe)
- hidrogén (H_2)
- szén-monoxid (CO)
- szén-dioxid (CO_2)
- nitrogén-oxid (NO)
- dinitrogén-oxid (N_2O)
- 4 szénatomszámig terjedő szénhidrogének (CH_4 , C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 , ...)
- kén-dioxid (SO_2) igény szerinti különböző variációkban és koncentrációkban.

Bizonylatok

Az akkreditált keverékek esetén megrendelőink részére a mérési (kalibrálási) eredményekről minden esetben **gravimetricus** vagy **elemzési kalibrálási bizonyítványt** adunk ki attól függően, hogy a gázelegy a fentiekben felsorolt két csoport közül melyikbe sorolható.

Az Akkreditált Gázelemző Kalibráló Laboratórium által kiadott, **EN ISO 17025** szabvány szerinti bizonyítvány tartalmazza a következőket:

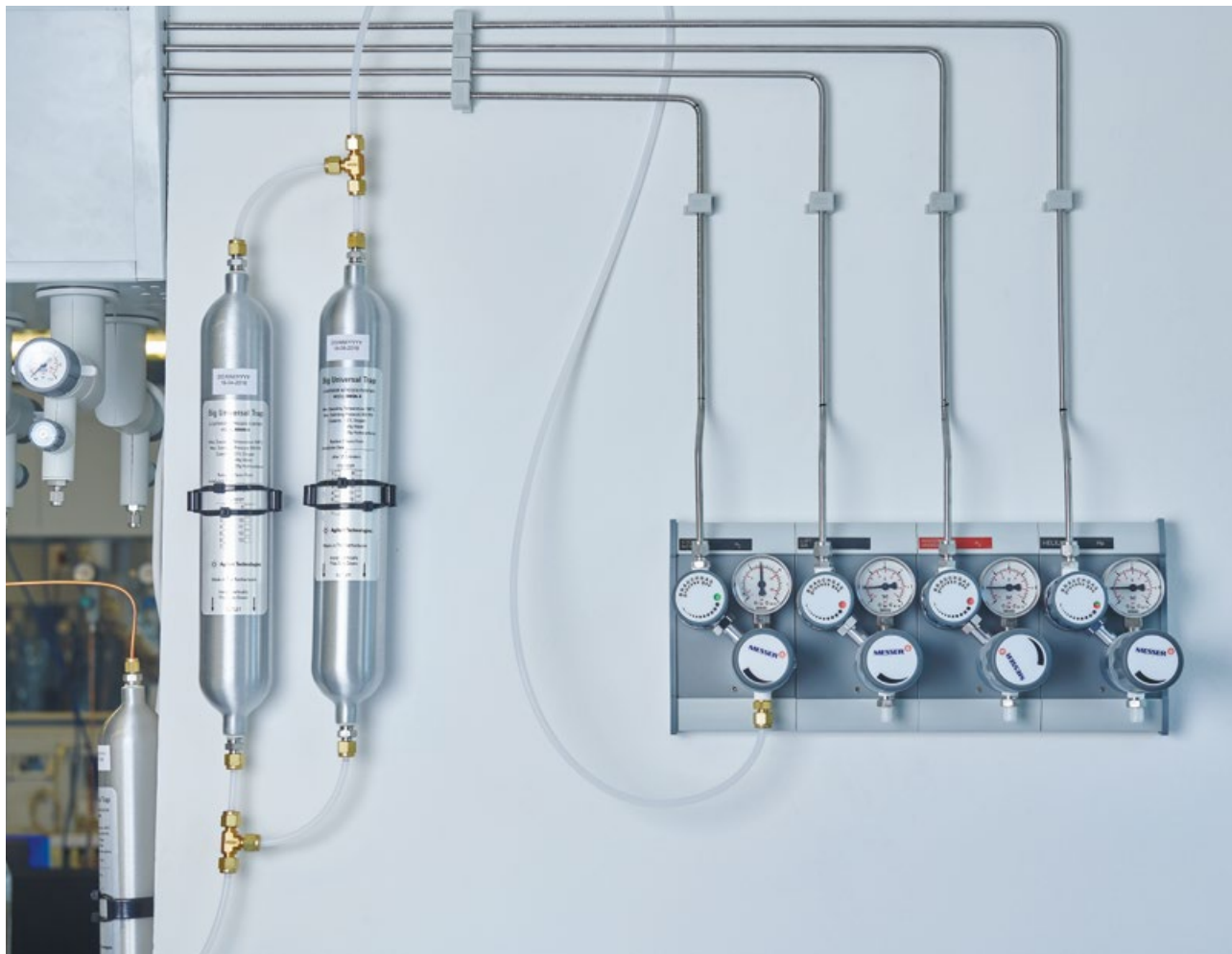
- a felhasználó megnevezése,
- a palack száma, űrtartalma és típusa,
- töltési nyomás és minimális felhasználási nyomás,
- a kalibrálás módja és körülményei,
- a kalibráló gáz (gázkeverék) összetétele és a megadott koncentrációértékek kiterjesztett mérési bizonytalansága az EA-4/02 előírásai szerint és
- a kalibrálás (mérés, analízis) időpontja és a garantált összetétel-stabilitás időtartama.



Gázok alkalmazása

A gázok kezelése a felhasználótól biztonsági és minőségi szempontból nagy gondosságot kíván. Csak megfelelő szerelvények és csővezetékek alkalmazásával garantálható, hogy a gáz minősége (tisztasága) a gáz-tároló egységtől a felhasználási helyig vezető úton nem csökkenjen. Ahol csak lehet, központi gázellátó rendszer kiépítését javasoljuk, amelynél a gázpalackok a laboratóriumon kívül helyezhetők el, egy külső raktárhelységben.

Szakembereink segítenek felmérni és megtervezni az adott laboratórium gázigényéhez legoptimálisabb gázellátó rendszer kiépítését. A gázellátó szerelvényekről és a központi gázellátó rendszerek felépítéséről, követelményeiről a *Gázellátó eszközök laborgázokhoz* kiadványunkban olvashat bővebben.



MESSER 
Gases for Life

Messer Hungarogáz Kft.
1044 Budapest, Váci út 117.
Tel: +36 (1) 435 1100
info@messer.hu
www.messer.hu