



Mikrogravimetrie

Dynamisch hergestellte Referenzgasgemische

Messgeräte zur Quantifizierung gasförmiger Stoffe werden üblicherweise mit gravimetrisch hergestellten, zertifizierten Gasgemischen aus Druckflaschen kalibriert. Sind Gasgemische aufgrund ihrer Reaktivität oder Instabilität nicht in dieser Form erhältlich, müssen sie vor Ort hergestellt werden. Hierfür betreibt METAS zwei mikrogravimetrische Primärnormale, mit denen Gasmischungen höchster Genauigkeit dynamisch hergestellt werden. Dabei werden die zu prüfenden Stoffe (Analyte) mit einem Trägergas auf die gewünschte Konzentration verdünnt.

Dieses Verfahren hat sich bewährt, um Gasgemische mit Spuren von NO_2 , NH_3 , SO_2 , Benzol und Toluol herzustellen. Stoffmengenanteile in Gasgemischen unterhalb eines Mikromols pro Mol ($\mu\text{mol}\cdot\text{mol}^{-1}$) bzw. eines parts per mil-

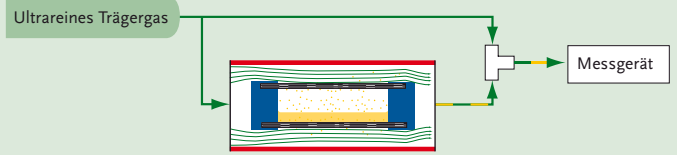
lion (ppm) werden als Spurenbereich bezeichnet. Mit diesen Referenzgasgemischen werden einerseits Messgeräte kalibriert oder charakterisiert. Spezifische Eigenschaften eines Messgeräts wie Linearität, Nachweis- und Bestimmungsgrenzen können gleichzeitig ermittelt werden. Andererseits ist es auch möglich, den Stoffmengenanteil des Analyts in einem Gasgemisch zu quantifizieren. Solche Gemische können aus Druckflaschen stammen oder sie werden ihrerseits dynamisch erzeugt.

Kalibrierte Messgeräte und Gasgemische der erwähnten Stoffe werden hauptsächlich im Umweltbereich eingesetzt. Das am METAS entwickelte mikrogravimetrische Verfahren lässt aber zu, mit einer Vielzahl weiterer Analyte Gasgemische herzustellen. Das erweitert den Anwendungsbereich in Richtung Medizinal- sowie Reinraum- und Lebensmitteltechnik.

Messmöglichkeiten Mikrogravimetrie

Gasgemisch bzw. Messgerät	Messgrösse	Messbereich	Erweiterte Messunsicherheit /%	Bemerkungen
NO_2 -Gasgemisch	Stoffmengenanteil	$50 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 300 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	3 ... 2	
NH_3 -Gasgemisch	Stoffmengenanteil	$50 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 1000 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	5 ... 2	
Gasgemisch mit Anteilen von Benzol, Toluol, Ethylbenzol, m-Xylol, o-Xylol	Stoffmengenanteil	$2 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 100 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	5 ... 1	Binäres oder Multikomponenten-Gasgemisch
NO -Gasgemisch	Stoffmengenanteil	$25 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 1000 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	2 ... 1.2	
NO_x -Messgerät	Stoffmengenanteil an NO und NO_2	$50 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 300 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	$\text{NO}: 2.5 \dots 1.5$ $\text{NO}_2: 3 \dots 2$	
NH_3 -Messgerät	Stoffmengenanteil	$30 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 1000 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	3 ... 2	
BTEX-Messgerät	Stoffmengenanteil von Benzol, Toluol, Ethylbenzol und Xylenen (BTEX)	$2 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1} \dots 100 \text{ nmol}\cdot\text{mol}^{-1}$	5 ... 1	Binäres oder Multikomponenten-Gasgemisch
Permeationseinheit mit NO_2 , NH_3 , SO_2 , Benzol, Toluol, Ethylbenzol, m-Xylol, o-Xylol	Massenfluss durch Membran	$30 \text{ ng}\cdot\text{min}^{-1} \dots 10\,000 \text{ ng}\cdot\text{min}^{-1}$	5 ... 0.5	Auch weitere, leicht kondensierbare Stoffe

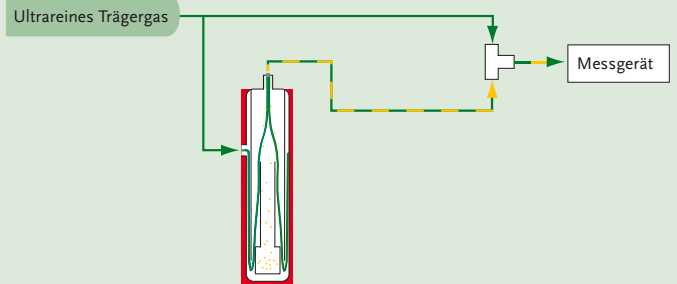
Permeationsverfahren



Volumetrische Verdünnung



Diffusionsverfahren



Dynamische Herstellung von Referenzgasgemischen höchster Genauigkeit.

Referenzgasgemische höchster Genauigkeit

- METAS stellt Referenzgasgemische einerseits mittels *Permeationsverfahren* nach ISO 6145-10 dynamisch her. Hier diffundieren Gasmoleküle des Analyten entlang eines Konzentrationsgefälles durch eine Membran in ein inertes Trägergas. Anschliessend wird im Gasgemisch durch eine weitere Verdünnung mit einem Inertgas der gewünschte Stoffmengenanteil in Nanomol pro Mol eingestellt.
- Andererseits stellt METAS Referenzgasgemische auch mittels *volumetrischer Verdünnung* nach ISO 6145-7 her. Hier wird ein aus einer Druckflasche stammendes Referenzgasgemisch mittels kontrollierten Gasflusses mit einem ebenfalls kontrollierten Inertgasfluss homogen gemischt. Beide Flüsse werden mit Massendurchflussreglern eingestellt und gemessen.
- Für schwer kondensierbare Stoffe mit kleinem Dampfdruck wendet METAS die *Diffusionsverfahren* nach ISO 6145-8 an. Hier diffundieren Gasmoleküle des Analyten direkt in ein inertes Trägergas. Anschliessend wird der gewünschte Stoffmengenanteil in Nanomol pro Mol im Gasgemisch durch eine weitere Verdünnung mit einem Inertgas eingestellt.

Kantonale und kommunale Lufthygienefachstellen und andere Messnetzbetreiber nehmen die Kalibriermöglichkeiten des METAS mit dynamisch hergestellten Referenzgasgemischen in Anspruch, um die Rückverfolgbarkeit ihrer Messergebnisse auf ein nationales Normal zu sichern und damit die Zuverlässigkeit ihrer Ergebnisse sicherzustellen.

Das am METAS entwickelte mikrogravimetrische Verfahren eignet sich für weitere Anwendungen: Gashersteller schätzen die Möglichkeit, Referenzgasgemische, die nicht im Geltungsbereich ihrer Akkreditierung liegen, bei METAS kalibrieren zu lassen. Und Hersteller bzw. Lieferanten von Analysengeräten nutzen die Dienstleistungen des METAS, um ihre Neuentwicklungen charakterisieren zu lassen.



Kontakt

Telefon +41 31 32 33 111
permeation@metas.ch

Dienstleistungen

www.metas.ch/services

Aktuelle Internetseite

www.metas.ch/permeation

METAS ist das nationale Metrologieinstitut der Schweiz. Es realisiert und vermittelt international abgestimmte und anerkannte Referenzmasse mit der erforderlichen Genauigkeit.

Die Sektion *Analytische Chemie* erbringt Dienstleistungen für die Verwendung von Messmitteln in den Bereichen Umwelt und Gesundheit. Sie stellt Normale für die Messung von Luftfremdstoffen sowie für die Bestimmung der chemischen Aktivität physiologisch wichtiger Stoffe bereit.

Mai 2008. Änderungen vorbehalten.

Bundesamt für Metrologie METAS

Lindenweg 50, CH-3003 Bern-Wabern, Telefon +41 31 32 33 111, www.metas.ch