



## Die Zuverlässigkeit von Kalibriergasen – Laborakkreditierung nach ISO/IEC 17025

Die meisten heute angewandten Analyseverfahren sind im Grunde Vergleichsverfahren. Der Analysator muss kalibriert werden, bevor quantitative Messungen möglich sind. Bei der Analyse von Gasen erfolgt dies in der Regel durch Messen eines "Nullgases" sowie eines oder mehrerer Kalibriergase mit bekannter Zusammensetzung. Die Analyseergebnisse hängen ganz wesentlich von der Zuverlässigkeit der verwendeten Kalibriergase ab.

### Die Herstellung von Kalibriergasen

Beim **manometrischen Verfahren** zur Befüllung von Druckgasflaschen werden die Partialdrücke der einzelnen Komponenten nach dem Raoult'schen Gesetz addiert. Bei diesem Verfahren wird der Druckanstieg nach Zugabe jeder Komponente bei definierter Temperatur gemessen. Die Herstelltoleranz hängt wesentlich von der Genauigkeit der Druck- und Temperaturmessung ab. Der Vorteil dieses Verfahrens liegt in seiner hohen Flexibilität: Alle Gemischarten können hergestellt werden, solange der Partialdruck einen messbaren Wert erreicht. Der Nachteil dieses Verfahrens ist seine systembedingt höhere Prozessunsicherheit.

Eine anschließende Analyse der einzelnen Druckgasflaschen nach **ISO 6143** (Gasanalyse - Ver-

gleichsverfahren zur Bestimmung und Prüfung der Zusammensetzung von Kalibriergasgemischen) ermöglicht im Allgemeinen eine sehr viel genauere Bestimmung des tatsächlichen Werts der Komponente. Daher werden hier die Analysewerte und deren Unsicherheiten zertifiziert.

Um das volle Potenzial der manometrischen Befüllung zu erschließen, wird ein zuverlässiges Verfahren zur Berechnung der Dosierung der verschiedenen Komponenten bei verschiedenen Drücken benötigt. Zu diesem Zweck verwendet Messer hochmoderne Zustandsgleichungen, die in einem eigens entwickelten Softwarepaket implementiert sind.



*Labor Mitry-Mory, Frankreich*

Bei dem **gravimetrischen Verfahren** nach **ISO 6142** (Gasanalyse - Herstellung von Prüfgasen - Wägeverfahren) werden die einzelnen Komponenten gewogen. Der Massenanteil wird direkt bestimmt und kann dann in den Stoffmengenanteil umgewandelt werden (früher "Molenbruch"). Das Wägeverfahren ist eines der genauesten bekannten physikalischen Messverfahren. Mit diesem Verfahren lassen sich daher hochgenaue Gasgemische herstellen. Quantitative Kontrollanalysen erzielen normalerweise keine derart hohe Genauigkeit. Sie werden allerdings zur Überprüfung der Verfahrensparameter herangezogen. Für die nach dem gravimetrischen Wägeverfahren hergestellten Gasgemische werden die gravimetrisch bestimmten Werte und deren Unsicherheit zertifiziert.



Abfüllanlage in Lenzburg, Schweiz

### Rückführbarkeit

Wie bereits erwähnt, werden bei Messer in der Herstellung vorwiegend **Vergleichsverfahren** als Analyseverfahren eingesetzt, also relative Verfahren. Um sicherzustellen, dass die erzielten Ergebnisse durch direkten Vergleich mit anerkannten Bezugsnormen rückführbar sind, müssen entsprechende Maßnahmen ergriffen werden. Bei der gravimetrischen quantitativen **Gemischherstellung** erfolgt dies durch Kalibrieren der verwendeten Waage mit zertifizierten Massenormalen.



Massenormale in Lenzburg, Schweiz

Daraus folgt, dass die mit diesen Waagen erzielten Ergebnisse, d.h. die Konzentrationen der gravimetrisch erzeugten Gasgemische, direkt bis zum nationalen Massenormal des betreffenden Herstellerlandes rückführbar sind.

Quantitative Analysen beruhen auf den in unseren Laboratorien verwendeten Kalibriergasen. Hierzu kommen ausschließlich hochgenaue, gravimetrisch hergestellte Gasgemische zum Einsatz, wobei die Ergebnisse auch hier wieder bis zum Massenormal rückführbar sind. Falls möglich, werden diese Gemische zudem durch direkten Vergleich mit Standard-Referenzmaterialien (SRM) aus metrologischen Instituten bestätigt, z.B. **NIST** (National Institute of Standards and Technology, USA), **VSL** (Van Swinden Laboratorium, Niederlande), **BAM** (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Deutschland), **LNE** (Laboratoire National de Métrologie et d'Essais, Frankreich), **METAS** (Metrologie und Akkreditierung Schweiz, Schweiz) oder **NPL** (National Physical Laboratory, Großbritannien). Wenn eine quantitative Analyse mithilfe eines direkten Vergleichs mit Referenzmaterial durchgeführt wird, gelten die Produkte als direkt bis zu diesem Referenzmaterial rückführbar.

Die Unsicherheit eines gegebenen Gasgemisches wird von folgenden Hauptfaktoren beeinflusst:

#### Manometrische Herstellung:

- Unsicherheiten der verwendeten Normalen
- Unsicherheit der analytischen Vergleichsmessung

#### Gravimetrische Herstellung:

- Massen einzelner Komponenten, wie anhand von Wägen ermittelt
- Gesamteinheit aller Komponenten des Gasgemisches sowie ihre spezifischen Unreinheiten
- Einfluss der atmosphärischen Bedingungen auf Auftrieb, beispielsweise Temperatur, Luftdruck und Luftfeuchtigkeit
- Massengewinn oder Massenverlust der Druckgasflaschen während des Wägevorgangs durch Handhabung
- Analyse des Gemischs

In jedem Fall muss die Unsicherheit unter Berücksichtigung aller signifikanten Einflüsse bis zum Ausgangspunkt der Rückführbarkeitskette bestimmt werden.

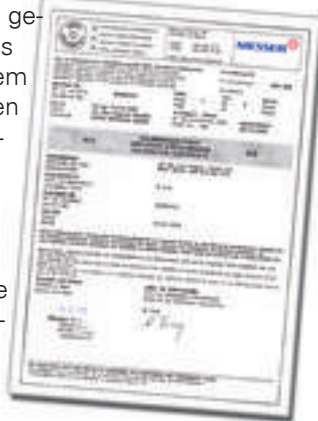
Für Kalibriergase ist es üblich, die "erweiterte Messunsicherheit" ( $U = k \cdot s$ ,  $s$ : Standardabweichung) mit dem Erweiterungsfaktor  $k=2$  anzugeben.

Alle relevanten Informationen zum Prüf- oder Kalibrierungsgasgemisch und zu den verwendeten Herstellungs- und Analyseverfahren, z.B. die Soll- und die Ist-Zusammensetzung sowie die Messunsicherheiten, werden im Analysenzertifikat nach **ISO 6141** (Gasanalyse - Anforderungen an Zertifikate für Kalibriergase und Kalibrierungsgasgemische) angegeben.

In vielen Fällen ist eine Umrechnung der Angaben zur Gasgemischzusammensetzung von einem Einheitensystem in andere Systeme erforderlich (z.B. von ppm (v/v) nach ppm (mol/mol) oder mg/m<sup>3</sup>). Zu diesem Zweck verwendet Messer Softwareprogramme auf der Grundlage der **ISO 14912** (Gasanalyse - Umrechnung von Zusammensetzungsangaben für Gasgemische).

#### Akkreditierung nach ISO/IEC 17025

Um die höchste Qualität der hergestellten Kalibriergase fortlaufend zu gewährleisten, ist ein strenges Qualitätsmanagementsystem zwingend notwendig. Neben dem allgemeinen Qualitätsmanagementsystem nach **ISO/EN 9001 ff.** sollte für Laboratorien das umfassendere System nach **ISO/IEC 17025** (Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien) Anwendung finden. Die letztgenannte Norm berücksichtigt auch die besonderen Anfor-



Kalibrierungszertifikat nach ISO/IEC 17025

Die "Akkreditierung" eines Laboratoriums ist per Definition die förmliche Bestätigung eines Dritten, dass ein akkreditiertes Laboratorium die Kompetenz besitzt, bestimmte Aufgaben zur Bewertung der Konformität nach **ISO/IEC 17025** durchzuführen.

Derartige Konformitätsbewertungen können in Bezug auf Prüfung oder Kalibrierung durchgeführt werden. Der Unterschied besteht darin, dass ein Prüflaboratorium für das Prüfen der Messvorrichtungen oder Materialien zugelassen ist; darüber hinaus ist ein Kalibrierlaboratorium auch befugt, international anerkannte Kalibriergase herzustellen und zu zertifizieren, die auf internationale Normen rückführbar sind.

Die Akkreditierung bedeutet die förmliche Anerkennung der technischen und organisatorischen Kompetenz einer Stelle zur Durchführung der Kompetenzbewertungsaufgaben, wie im Gegenstand der Akkreditierung beschrieben. Kompetenz ist der Schlüssel zu Transparenz, Vertrauen und Vergleichbarkeit.

Messer hat die Akkreditierung für mehrere Laboratorien in ganz Europa erworben:

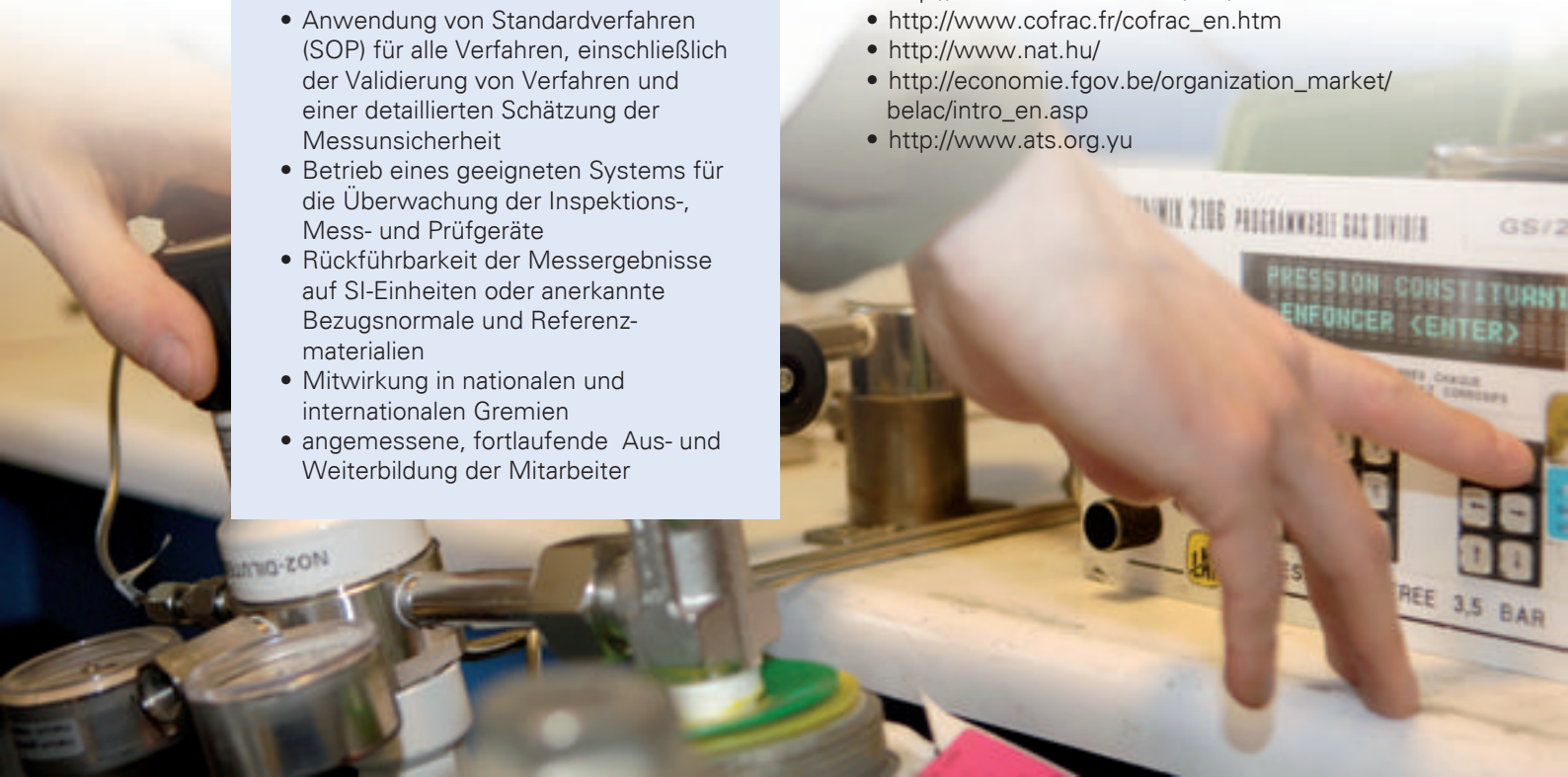
- Messer Schweiz AG, Lenzburg, Schweiz (Kalibrierlaboratorium)
- Messer France, Mitry-Mory, Frankreich (Kalibrierlaboratorium)
- Messer Hungarogáz, Budapest, Ungarn (Kalibrierlaboratorium)
- Messer Benelux, Machelen, Belgien (Kalibrierlaboratorium)
- Messer Tehnogas, Belgrad, Serbien (Prüflaboratorium)

Der jeweilige Akkreditierungsgegenstand ist im Internet hinterlegt unter:

- <http://www.seco.admin.ch/sas/>
- [http://www.cofrac.fr/cofrac\\_en.htm](http://www.cofrac.fr/cofrac_en.htm)
- <http://www.nat.hu/>
- [http://economie.fgov.be/organization\\_market/belac/intro\\_en.asp](http://economie.fgov.be/organization_market/belac/intro_en.asp)
- <http://www.ats.org.yu>

#### Das Ziel ist die Zuverlässigkeit der Messergebnisse unter Bezug auf:

- Anwendung von Standardverfahren (SOP) für alle Verfahren, einschließlich der Validierung von Verfahren und einer detaillierten Schätzung der Messunsicherheit
- Betrieb eines geeigneten Systems für die Überwachung der Inspektions-, Mess- und Prüfgeräte
- Rückführbarkeit der Messergebnisse auf SI-Einheiten oder anerkannte Bezugsnormale und Referenzmaterialien
- Mitwirkung in nationalen und internationalen Gremien
- angemessene, fortlaufende Aus- und Weiterbildung der Mitarbeiter





Akkreditierungszertifikate

Gestützt auf diese Laboratorien ist Messer in der Lage, die Qualität akkreditierter (und nicht akkreditierter) Kalibriergasgemische zu gewährleisten und kontinuierlich zu verbessern. Externe und firmeninterne Ringversuche tragen dazu bei, gewährleisten zu können, dass die Zusammensetzungen und Unsicherheiten der in unseren Werken hergestellten Gasgemische nach den Anforderungen unserer Kunden in ganz Europa vergleichbar und rückführbar sind.

### Service und Unterstützung

Die Qualität von Kalibriergasgemischen hängt nicht nur von der Herstellung und Analyse ab; auch Lagerung und Handhabung der Gemische können einen erheblichen Einfluss haben. Die richtige Wahl des Gasversorgungssystems ist ebenso wichtig wie die sorgfältige Entnahme des Kalibriergasgemisches. Unsere Kundenberater unterstützen Sie gerne bei der Auswahl der optimalen Lösung für Ihre individuellen Anforderungen. Wir freuen uns auf Ihre Anfrage!



Messer Industriegase GmbH  
 Messer-Platz 1  
 65812 Bad Soden  
 Tel. +49 (0) 6196 7760-200  
 Fax +49 (0) 6196 7760-280  
 info.de@messergroup.com  
 www.messer.de