

Gaschromatographische Zertifizierung von Kalibrier- und Referenzgasgemischen für Automobilabgasmessgeräte

Schlagwörter

Gaschromatographie, Zertifizierung, Nationale Normale der Gaszusammensetzung, Primärnormale, Referenzgasgemische, Kalibriergasgemische, Automobilabgasuntersuchung

Prüfgrößen und -objekte

Quantitative Zusammensetzung von Gasgemischen
(Stoffmengenanteile von CO, CO₂ und C₃H₈ in mol/mol)

Prüfbereich		Ergebnisunsicherheit			
Kohlenstoffmonoxid (CO)	0,005 mol/mol – 0,045 mol/mol	von	0,5 %	bis	0,5 %
Kohlenstoffdioxid (CO ₂)	0,06 mol/mol – 0,14 mol/mol	von	0,3 %	bis	0,3 %
Propan (C ₃ H ₈)	0,0002 mol/mol – 0,002 mol/mol	von	0,8 %	bis	0,5 %

Einsatzgebiete

Amtliche Zertifizierung (im gesetzlich geregelten Bereich) von Gasgemischen als Bezugsnormale der Gaszusammensetzung für den Anschluss von

Kalibriergasen für Automobilabgasmessgeräte an die nationalen Normale der Gaszusammensetzung gemäß PTB-Anforderungen PTB-A 18.10 „Meßgeräte im Straßenverkehr – Abgasmeßgeräte für Fremdzündungsmotoren“.

Zertifizierung (im gesetzlich nicht geregelten Bereich) von Referenzgasgemischen für die Kalibrierung und Validierung von gasanalytischen Verfahren und Gasanalysatoren, die zur Ermittlung der Automobilabgaszusammensetzung eingesetzt werden.

Prüfmethodik und Gerätetechnik

Gaschromatographische Bestimmung mit Wärmeleitfähigkeits- und Flammenionisationsdetektion.

Die zur Kalibrierung eingesetzten Primärnormale (Nationale Normale der Gaszusammensetzung) werden nach statisch gravimetrischen Methoden (ISO 6142 „Gas analysis – Preparation of calibration gas mixtures – Gravimetric method“) hergestellt.

Qualifikation und Qualitätssicherung

Das Gasanalyse-Labor der BAM verfügt über umfangreiche experimentelle Erfahrungen und theoretische Kenntnisse auf dem Gebiet der Gasanalytik mit Gaschromatographie sowie der gravimetrischen Herstellung und Handhabung von Primärnormalen (Kalibrier-/Referenzgasgemischen auf höchstem metrologischen Niveau).

Die Qualitätssicherung erfolgt durch den Einsatz von Analysenkontrollproben und die Darlegung der internationalen Vergleichbarkeit durch die Teilnahme an internationalen Ringversuchen (z. B. CCQM Key Comparisons).

Ansprechpartner:

Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung

Dr. Dirk Tuma, Telefon +49 30 8104 3434, Fax +49 30 8104 73434, dirk.tuma@bam.de

[Fachbereich 1.4: Prozessanalytik](#)

[Referenzverfahren auf www.rrr.bam.de](http://www.rrr.bam.de)

Ergänzende Angaben

Grundlage

Die Gaschromatographie ist eine physikalische Trennmethode, bei der ein Gasgemisch durch Verteilung zwischen zwei nicht miteinander mischbaren Phasen, wobei die eine stationär und die andere mobil ist, in seine Einzelkomponenten aufgetrennt werden kann. Das zu zertifizierende Gasgemisch (Probe), die eingesetzten Primärnormale und die Analysenkontrollprobe werden nach einem vorgegebenen Zyklus (siehe Flussdiagramm) über ein Gasprobeneinlasssystem automatisch in den Trägergasstrom (mobile Phase) des eingesetzten Gaschromatographen injiziert.

Zur Trennung werden Kombinationen aus Kapillarsäulen und gepackten Säulen (stationäre Phase) sowie als Detektoren der WLD (Wärmeleitfähigkeitsdetektor) und der FID (Flammenionisationsdetektor) eingesetzt.

Die Quantifizierung der Komponenten geschieht durch Vergleich der Peakflächen des Probensignals mit den entsprechenden Peakflächen der Signale aus den Primärnormalen. Hierzu wird bei den Zertifizierungsanalysen das Eingabelungsverfahren angewendet, bei dem zwei Primärnormale zum Einsatz kommen, deren Komponentenanteile diejenigen des zu zertifizierenden Gasgemisches in engen Grenzen einschließen ($< \pm 10\%$ rel.). In diesem schmalen Bereich kann von einem linearen Verlauf der Kalibrierkurve ausgegangen werden, so dass die für die Zertifizierung erforderliche Genauigkeit erreicht wird.

Zum Nachweis der Richtigkeit des Ergebnisses wird nach jeder Probe eine Analysenkontrollprobe analysiert, deren gefundener Wert innerhalb der einfachen Ergebnisunsicherheit der Sollzusammensetzung liegen muss.

Ablauf der Zertifizierungsanalyse

Nachdem der innere Zyklus (durchgezogene Linie) dreimal durchlaufen wurde, wird die große Schleife (gestrichelte Linie) gefahren. Dieser Ablauf wird zweimal wiederholt, so dass im Verlaufe einer Zertifizierungsanalyse der innere Zyklus insgesamt neunmal durchlaufen wird.

