

Betriebsgase für die Analytik

Reinstgase und Gasgemische für alle Anforderungen



Der Anwendungsbereich analytischer Verfahren ist extrem vielfältig. Ob zur Überwachung der Qualität von Lebensmitteln, zum Test von Verbrennungsmotoren in der Automobilindustrie, zur Steuerung von Prozessen in der chemischen oder pharmazeutischen Industrie, in der Medizin, der Metallurgie oder der Umweltüberwachung, überall werden analytische Methoden zur Prozesssteuerung, der Qualitätssicherung oder auch zum Nachweis der Einhaltung gesetzlicher Vorschriften eingesetzt.

So vielfältig wie die Anwendungsbereiche sind auch die eingesetzten Methoden und deren Applikationen. So werden beispielsweise in der Umweltüberwachung oder der Prozesskontrolle heute Gaschromatografie und

Gas-Monitoring eingesetzt, Nahrungsmittel und Trinkwasser mit ICP untersucht oder Metall-Legierungen mit Funkenerosions - Spektrometrie analysiert. Viele dieser Verfahren benötigen Reinstgase oder Gasgemische für den Betrieb und hochgenaue Prüfgase zur Kalibrierung. Nicht selten hängen dabei die Detektionsgrenze, die erzielbare Analysengenauigkeit und die Zuverlässigkeit der Ergebnisse von der Qualität der eingesetzten Gase ab.

Messer bietet ein umfangreiches Spektrum an Reinstgasen, Standardgemischen und individuellen Gasgemischen, um allen gestellten Anforderungen gerecht zu werden.



Gaschromatografie

Mittels Gaschromatografie (GC) werden gasförmige oder flüssige verdampfbare Substanzgemische untersucht. Die vorbereitete Probe wird über einen Injektor oder über eine Probenschleife auf eine Trennsäule aufgegeben. Die einzelnen Substanzen treten mit dem Material der Trennsäule in unterschiedliche Wechselwirkung. Ein Trägergas befördert nun je nach Stärke der Wechselwirkung die einzelnen Substanzen verschieden schnell durch die Trennsäule. Als Trägergas wird aufgrund der relativ kurzen Analysenzeiten häufig Helium, aber auch Stickstoff oder Wasserstoff eingesetzt. Die notwendige Reinheit des Trägergases hängt dabei von Art und Konzentration des nachzuweisenden Stoffes ab.

Hinter der Trennsäule befindet sich der Detektor, in dem das Messsignal für die qualitative und quantitative Bestimmung der einzelnen Komponenten im Trägergas entsteht. Die Auswahl des optimalen Detektors richtet sich nach der Art und dem Konzentrationsbereich der zu analysierenden Moleküle. Der Bedarf an zusätzlich zum Trägergas benötigten Betriebsgasen hängt unmittelbar von der Aufgabenstellung und dem eingesetzten Detektor ab.

Ein Wärmeleitfähigkeitsdetektor (WLD) kann prinzipiell alle Substanzen nachweisen, ist jedoch auf den Nachweis im ppm- bis %-Bereich begrenzt. Er benötigt neben dem Trägergas der Reinheitsstufe 5.0 oder besser keine weiteren Betriebsgase. Mit einem Flammen - Ionisations - Detektor (FID) können alle brennbaren Stoffe ausser Wasserstoff erkannt werden. Er benötigt zum Betrieb der Flamme Wasserstoff 5.0 bis 6.0 und kohlenwasserstofffreie Luft. In der Automobilindustrie wird anstelle von reinem Wasserstoff oftmals ein Gemisch aus Helium und Wasserstoff (60:40) eingesetzt. Die Nachweisgrenze für Kohlenwasserstoffe liegt normalerweise im oberen ppb- Bereich. Besonders empfindlich ist der Elektronen - Einfang - Detektor (ECD) für den spezifischen Nachweis von halogenierten Verbindungen mit einer Nachweisgrenze im sub - ppb-Bereich. Speziell für diesen Detektor bieten wir Gase in „ECD - Qualität“, in denen die Verunreinigungen mit halogenierten Kohlenwasserstoffen kleiner 1 ppbv spezifiziert sind. Neben dem Trägergas, normalerweise „Helium ECD“ oder „Stickstoff ECD“, wird für den Betrieb noch ein „Make - up-Gas“ benötigt. Dieses Gas spült den Detektor selbst von Verunreinigungen frei, die sich auf der Detektor - Kathode festsetzen könnten. Hier hat sich ein Gemisch aus 5 % oder 10 % Methan in Argon (ECD) bewährt, aber auch Stickstoff in ECD - Qualität ist für diesen Zweck geeignet. Für den spezifischen Nachweis einzelner Stoffe kommen auch spezifische Detektoren wie etwa der Flammen - photometrische Detektor (FPD), der Helium - Ionisations-Detektor (HID), der Atom - Emissions-Detektor (AED) oder der Entladungsdetektor (Discharge Ionization Detector, DID) zum Einsatz. Eine zusammenfassende Übersicht über die Anforderungen an die Träger- und Betriebsgase für die unterschiedlichen Detektoren in Abhängigkeit vom Konzentrationsbereich gibt die Tabelle.

Gaschromatografie

Detektor	Trägergase	Betriebsgase	Störende Verunreinigungen	Gasereinheiten / Messbereich		
				< 100 ppb	< 10 ppm	> 100 ppm
WLD	H ₂ , He, Ar, N ₂	H ₂ , He, Ar, N ₂	H ₂ , O ₂	-	5.5	5.0
FID	H ₂ , He, N ₂	H ₂	KW, CO	6.0	5.5	5.0
		Synthetische Luft (N ₂ / O ₂)		KW - frei	KW - frei	KW - frei
ECD	H ₂ , He, N ₂	N ₂ , Ar / CH ₄	hal. KW, SF ₆	ECD - Qualität	ECD - Qualität	ECD - Qualität
FPD	H ₂ , He, N ₂	H ₂	KW, CO	6.0	5.5	5.0
		Synthetische Luft (N ₂ / O ₂)		KW - frei	KW - frei	KW - frei
HID	He	He	H ₂ , O ₂	6.0	6.0	-
DID	He	He	H ₂ O, O ₂ , KW CO, CO ₂ , hal. KW	6.0	6.0	6.0
AED	He	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	6.0	6.0	-



Atom - Emissions - Spektrometrie

Die Atom - Emissions - Spektrometrie (AES) ist eine Methode zur Analyse von metallhaltigen Proben. Durch Energieeintrag werden die metallischen Bestandteile der Probe ionisiert und angeregt. Die angeregten Ionen geben die aufgenommene Energie mit Strahlung einer für jedes Metall spezifischen Wellenlänge wieder ab. Die Intensität der Emission ist ein direktes Mass für den Gehalt. Je nach Art der Anregung werden verschiedene Methoden unterschieden.

Erfolgt die Anregung in einer Flamme, spricht man von Flammenphotometrie. Diese wird häufig für Alkali- und Erdalkalimetalle eingesetzt. Als Brenngas kommt Propan 2.5 oder Acetylen 2.6 zum Einsatz.

Eine prinzipiell ähnliche, aber wesentlich universeller einsetzbare Methode ist die ICP - Spektroskopie (Inductively Coupled Plasma). Mit Hilfe dieses Verfahrens können fast alle Stoffe nachgewiesen werden. Durch Hochfrequenzinduktion wird ein Argonplasma erzeugt, das die Energie auf die Probenbestandteile überträgt.

Die Emissionen sind stoffspezifisch und direkt proportional zum Gehalt. Die Reinheit des eingesetzten Argons spielt eine entscheidende Rolle, da Sauerstoff

und Feuchtigkeit in Konzentrationen von wenigen ppm im Plasma zu unerwünschten Nebenreaktionen führen können. Die einzelnen Bestandteile der Probe erscheinen dann möglicherweise als Oxide oder Hydroxide anstelle der reduzierten Form. Daher empfehlen wir den Einsatz von Argon 5.0.

Zur Bestimmung von Elementen in Legierungen dient auch die Funken - Erosions - Spektrometrie, eine Analysenmethode, die in der Stahlherstellung oder bei Giessereiprozessen Einsatz findet. Ähnlich wie bei der ICP - Spektroskopie wird durch eine elektrische Gasentladung ein Argon - Plasma erzeugt, das die Bestandteile auf der Oberfläche der Metallprobe ionisiert. Dabei gehen die Stoffe unter Funkenerscheinung in die Gasphase über. Die emittierte Strahlung ist charakteristisch für die einzelnen Elemente und ihre Stärke wiederum ein direktes Mass für den Gehalt. Wie bei der ICP - Methode stören auch hier Sauerstoff und Feuchtigkeit die empfindlichen Messungen.

Wir empfehlen daher den Einsatz von Argon 5.0. Um gegebenenfalls auch Oxide nachweisen zu können, kann auch ein Argon - Wasserstoff - Gemisch eingesetzt werden, um eine reduzierende Wirkung zu erzielen.



Atom - Absorptions - Spektroskopie

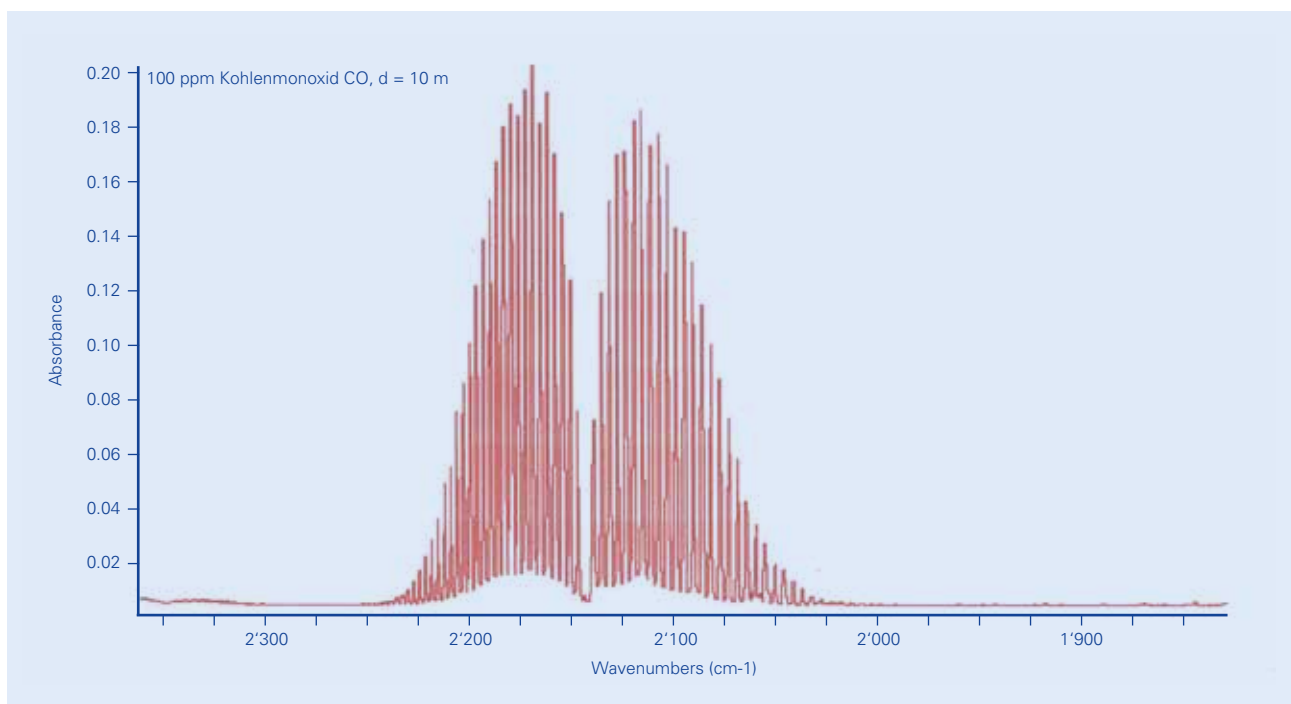
Die Atom - Absorptions - Spektroskopie (AAS) ist eine modifizierte Form der Flammenphotometrie. Dabei wird die Strahlung einer elementspezifischen Spektrallichtquelle durch die thermisch in Atome dissoziierte Probe geleitet und die Schwächung der Strahlung durch die Absorption gemessen. Hier ist die Schwächung der Intensität ein Mass für den Gehalt des betreffenden Metalls in der Probe. Je nach Anregung unterscheidet man wieder verschiedene Methoden.

Bei der Flammen - AAS erfolgt die Atomisierung der Probe durch eine Flamme. Dafür werden Brenn- und Oxidationsgase benötigt. Normalerweise ist eine Flamme aus Acetylen (Reinheit 2.6) und Luft (ca. 2'400 °C) ausreichend, um die meisten Metalle zu bestimmen. Für starke Oxid - Bildner wie Chrom oder Vanadium wird häufig Distickstoffoxid (Lachgas, Stickoxydul) als Oxidationsgas eingesetzt. Dadurch wird eine sehr heisse Flamme (ca. 2'800 °C) erzeugt, die auch die Metall - Oxide spalten kann. Für die leichten Alkali- oder Erdalkali - Metalle ist oft eine „kältere“ Flamme (ca. 2'100 °C) aus Wasserstoff 5.0 und Luft die beste Energiequelle.

Im Graphitrohren wird die benötigte Energie (bis ca. 3'000 °C) elektrisch eingebracht. Hier werden Argon (Reinheit 5.0 oder besser) oder Argon - Wasserstoff - Gemische als Schutzgas eingesetzt, um eine Oxidation des Graphitrohres zu verhindern.

FTIR- und NDIR - Spektroskopie

Spektroskopie vom UV bis zum IR - Bereich wird in einigen Fällen für die Gehaltsbestimmung in Gasmischen eingesetzt. Besonders verbreitet sind NDIR - Sensoren zur Analyse von Kohlenmonoxid oder Kohlendioxid in Abgasen von Automobilen. Ganz allgemein hat sich in der Infrarotspektroskopie die FTIR - Technik, gegebenenfalls auch mit Langwegzellen variabler Weglänge, durchgesetzt. Neue Techniken auf dem Gebiet der Spektrometrie mit durchstimmbaren Lasern gewinnen zunehmend an Bedeutung.



IR - Spektrum Kohlenmonoxid

Weitere Analyseverfahren

Massenspektrometrie zur Analyse von Gasen ist heute eine Standardmethode mit vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten z.B. in der Forschung und Entwicklung, zur Überwachung von Tanklagern, in Luftzerlegungsanlagen und der Abfüllung von Reinstgasen.

Ein Massenspektrometer ionisiert die Probenmoleküle, um eine qualitative und quantitative Bestimmung zu realisieren. Die gebräuchlichste Ionisierungsmethode ist die Elektronenstoss - Ionisation. Beispiele für Spezialfälle sind die Ionisation bei Atmosphärendruck (englisch: Atmospheric Pressure Ionization - APIMS) zur Messung von Ultraspuren in Reinstgasen sowie die Ionisierung mit induktiv gekoppelten Plasmen, die hier wie bei der Emissionsspektrometrie zur sensitiven Metallanalytik in reaktiven Gasen herangezogen wird.

Wichtige Spezialfälle sind die Chemolumineszenz - Methode für die Bestimmung der Stickstoffoxide NO / NO_x und die Emissions - Spektroskopie im UV- und sichtbaren Spektralbereich mit Plasma - Anregung zur Reinheitsanalyse von reaktiven Gasen.

Messung von Radioaktivität

Spezielle Gasgemische zur Füllung von Geiger - Müller - Zählern ermöglichen die Messung von radioaktiver Strahlung. Es werden in der Regel Gasgemische mit 5 oder 10 Vol.% Methan in Argon, bekannt unter der Bezeichnung P5- oder P10-Gas, eingesetzt. Die Reinheit der eingesetzten Gase ist auch Voraussetzung für eine zuverlässige Funktion der verwendeten Messsysteme, insbesondere dürfen sie nur geringste Spuren elektronegativer Verunreinigungen (etwa halogenierte Kohlenwasserstoffe) enthalten.

Nullgase

Alle Analysenmethoden reagieren mehr oder weniger empfindlich auf störende Verunreinigungen wie etwa Sauerstoff oder Feuchtigkeit. Auch andere Nebenbestandteile können die Null - Linie bzw. das

Rauschen erhöhen und damit die Nachweisgrenze verschieben. Daher werden Gase der Mindestreinheit 5.0 (99.999 Vol %) oder besser 6.0 (99.9999 Vol %) eingesetzt. Bei Bedarf können auch am „point-of-use“ bestimmte Verunreinigungen aus dem Gasstrom durch geeignete Nachreinigungsverfahren entfernt werden.

Kalibriergase

Die meisten heute in der Praxis eingesetzten Analysemethoden sind vergleichende Methoden. Das bedeutet, dass man das Analysengerät vor einer quantitativen Messung kalibrieren muss. Im Fall der Gasanalytik geschieht dies im Allgemeinen durch Messung eines Null- sowie eines oder mehrerer Kalibriergase von definierter Zusammensetzung. Auch die hierfür benötigten hochgenauen Gasgemische fertigen wir individuell nach den speziellen Anforderungen der analytischen Aufgabe mit der gewünschten Toleranz und Genauigkeit in unseren Spezialgaswerken (siehe separate Informationen zu „Gasgemische - Individuelle Lösungen spezifisch für Ihre Anwendung“).

Zusätzlicher Gasebedarf

Neben den unmittelbar zum Betrieb der Geräte bzw. der Analytoren benötigten reinen Gasen und Gasgemischen kommen bei analytischen Anwendungen noch eine ganze Reihe weiterer Gase zum Einsatz, auf die hier nicht im Einzelnen eingegangen wird. So benötigen spezielle Detektoren eine Kühlung mit flüssigem Stickstoff oder sogar flüssigem Helium (Nuclear Magnetic Resonance NMR), optische Systeme werden häufig mit reinem Stickstoff gespült und Gase finden auch Einsatz bei der Probenaufbereitung. Messer bietet auch hier neben einer kompetenten Beratung alle benötigten Gase in der „richtigen“ Qualität. So bieten wir beispielsweise für die Extraktion oder Chromatographie mit überkritischem Kohlendioxid (SFC) eine spezielle Qualität CO₂ SFC optional auch mit Helium - Druckpolster an.

Methode	Gaseinsatz	Gas
Atom - Emissions - Spektrometrie (AES)		
Flammenphotometrie	Brenngas	Propan 2.5, Acetylen 2.6
	Oxidationsgas	Synthetische Luft (N ₂ / O ₂)
ICP - Spektrometrie	Plasmagas / Trägergas	Ar 5.0
Funken - Erosions - Spektroskopie	Plasmagas	Ar 5.0, Ar / H ₂ -Gemische
Atom - Absorptions - Spektrometrie (AAS)		
Flammen - AAS	Brenngas	Acetylen 2.6, H ₂ 5.0
	Oxidationsgas	Umgebungsluft, Synthetische Luft, O ₂ , N ₂ O 2.5
Graphitrohr - AAS	Schutzgas	Ar 5.0, Ar / H ₂ -Gemische
Zählrohre	Füllgas	5 bzw. 10 Vol.% CH ₄ in Ar (P5-Gas bzw. P10-Gas)

Spezialgase Equipment

Der Umgang mit Gasen erfordert beim Anwender aus Sicherheits- und Qualitätsgründen grosse Sorgfalt. Nur durch den Einsatz geeigneter Armaturen und Rohrleitungen kann gewährleistet werden, dass die Qualität der Gase auf dem Weg „vom Vorratsbehälter bis zum point-of-use“ nicht beeinträchtigt wird.

Wo immer möglich empfehlen wir hier den Aufbau einer zentralen Gasversorgungsanlage, bei der die benötigten

Druckgasflaschen ausserhalb des Labors aufgestellt werden.

Die Gase können dann über geeignete Rohrleitungen in das Labor geführt werden und stehen „wie Strom aus der Steckdose“ zur Verfügung.

Auch hier steht Ihnen unsere Kundenberatung gerne mit Rat und Tat zur Verfügung.



Weitere Informationen

Weitere Broschüren sind auch zu den folgenden Themen verfügbar:

- Spezialgase
- Reine Gase
- Gasgemische
- Helium
- Ballongas
- CANgas
- Umweltanalytik
- Spezialgase Equipment
- myLab.

Für weitere Informationen besuchen Sie auch die Spezialgase - Webseite der Messer Group. Sie erreichen die Webseite einfach über den Link in der Adresse oder mit dem hier abgebildeten QR - Code.



gasesforlife.de



Betriebsgase für die Analytik: 01 / 2021

Service und Beratung

Analytische Verfahren sind heute wesentlicher Bestandteil der täglichen Praxis in den unterschiedlichsten Arbeitsgebieten. Die Zuverlässigkeit und Genauigkeit der erzielbaren Ergebnisse hängen von vielen Randbedingungen ab, häufig spielt dabei auch die Qualität der eingesetzten Betriebs- und Kalibriergase eine entscheidende Rolle.

Gerne unterstützen wir Sie bei der Auswahl von Reinstgasen, Standard- und individuellen Gasgemischen sowie der benötigten Gasversorgungssysteme.

MESSER 
Gases for Life

Messer Schweiz AG

Seonerstrasse 75

5600 Lenzburg

Tel. +41 (0)62 886 41 41

info@messer.ch

<https://www.messer.ch>

<https://specialtygases.messergroup.com/de>