

TÜBİTAK UME GAZ METROLOJİSİ LABORATUVARINCA YÜRÜTÜLEN FAALİYETLER

Fatma AKÇADAĞ*
Tanıl TARHAN**

TÜBİTAK UME, Barış Mah. Dr. Zeki Acar Cad. Pk54, 41470 Gebze/KOCAELİ
Tel: 0262 679 50 00
E-mail* : fatma.akcadag@tubitak.gov.tr
E-mail** : tanil.tarhan@tubitak.gov.tr

ÖZET

Bu çalışmada, TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarı tarafından yürütülen faaliyetler hakkında bilgi verilmiştir. 2011 yılında kurulmuş olan TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarı'nda, primer seviye standart gaz karışımları hazırlanmakta ve sertifikasyonları gerçekleştirilmektedir. Endüstri ve ulaşım kaynaklı emisyonlar, endüstriyel proses kontrol, mesleki maruziyet ve atmosfer kirliliği ölçümlerinin doğru ve izlenebilir olarak gerçekleştirilmesinde kullanılan referans standart gaz karışımları gravimetrik olarak özel tüplerde yüksek doğrulukta hazırlanmaktadır. TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarı ayrıca gaz standartları ile ilgili metroloji enstitüleri arasında düzenlenen uluslararası karşılaştırmalara da katılmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Primer gaz standartları, doğru ölçüm, izlenebilirlik

ABSTRACT

In this study, information about activities carried out by TUBITAK UME Gas Metrology Laboratory was provided. TUBITAK UME Gas Metrology Laboratory was established in 2011. The laboratory performs preparation and certification of primary gas standard mixtures. Reference gas standards are used for accurate and traceable measurements of industrial and transport emissions, industrial process control, atmospheric pollution, occupational exposure. These gas standards are prepared at high level of accuracy by gravimetric method in special cylinders. TUBITAK UME Gas Metrology Laboratory also participates in international comparison involving gas standards.

Key Words: Primary gas standards, accurate measurements, traceability

1. GİRİŞ

Motorlu kara taşıtları, hava taşıtları, elektrik üretimi ve diğer sanayi tesisleri gibi kaynaklardan meydana gelen atmosfer kirliliği, dünyada giderek artan bir endişe kaynağıdır. Bu kirliliklerin çevre ve sağlık üzerindeki etkisini kontrol etmek için giderek daha sıkı hale gelen yasalar yürürlüğe girmeye başlamış ve devam etmektedir. Bu tür yasaların başarıyla uygulanması, kirlilik seviyelerini doğru olarak ölçen cihazların kullanılmasını gerektirmektedir. Doğru ölçümler ise ancak ulusal ve uluslararası tanınan ölçüm veya kalibrasyon standartları ile gerçekleştirilen ölçümler aracılığıyla sağlanabilir.

Gaz analiz ve ölçümleri, sanayide proses gazlarının konsantrasyonlarının tayini, evsel, taşıt ve sanayi emisyon gazlarından doğan atmosferik çevre kirliliğinin tespiti, çalışma ortamlarının hava kalitesinin kontrolü, adli amaçlı alkol testleri gibi birçok alanda yaygın olarak uygulanmaktadır. Gaz analiz ve ölçümleri, çoğunlukla ölçüm cihazının veya sisteminin içeriği bilinen standart gaz karışımı ile kalibrasyonu yapılmak suretiyle karşılaştırma tekniği ile gerçekleştirilmektedir. Bu amaçla basınçlı tüplere doldurularak hazırlanmış, içeriği ve miktarları bilinen kalibrasyon gazları kullanılmaktadır. Kullanılan kalibrasyon gaz karışımlarının primer gaz standartlarına göre izlenebilir olması gerekmektedir. Primer gaz karışımları TS EN ISO 6142 [1] standardına göre hazırlanır. Bu tür ölçümlerde izlenebilirlik, genellikle bir veya daha fazla referans gaz karışımı yardımıyla ölçümlerde kullanılan analiz cihazlarının kalibrasyonu yapılarak sağlanır. Bu referans gaz karışımları da ulusal metroloji enstitüleri veya benzeri kuruluşlar tarafından üretilen primer referans gaz standartlarına izlenebilir olmalıdır.

TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarı'nın temel amaçlarından en önemlisi primer seviyede standart gaz karışımları hazırlamak, bunların muhafazasını sağlamak ve izlenebilirlik zincirinin oluşturulması ve devamlılığı için gerekli faaliyetleri yerine getirmektir. Ulusal ve uluslararası düzeyde gaz metrolojisi alanına giren endüstriyel, yasal ve bilimsel faaliyetlerin doğru ve güvenilir bir şekilde yürütülmesi için ilgili kurum ve kuruluşlarla işbirlikleri oluşturmak, destek sağlamak ve gerekli çalışmaları yürütmek de öncelikli hedefleri arasında yer almaktadır. Bu amaçla, 2011 yılında TÜBİTAK UME bünyesinde Gaz Metrolojisi Laboratuvarı kurulmuş ve primer seviye gaz karışımları hazırlanmaya başlanmıştır. İlk gaz karışımı olarak egzoz ve hava kalitesinin ölçümünde kullanılan karbon dioksit / azot gaz karışımı hazırlanmış ve bu konuda uluslararası bir karşılaştırmaya katılım sağlanmıştır. Gaz karışımı, TS EN ISO 6142 standardına göre hazırlanmış, sertifikasyonu ise TS EN ISO 6143 [2] standardına göre gerçekleştirilmiştir.

2. PRİMER GAZ KARIŞIMLARININ HAZIRLANMASI

TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarında primer gaz karışımları 5 litre hacminde alüminyum tüplerde TS EN ISO 6142 standardına göre hazırlanmaktadır. Kullanılan alüminyum tüplerinin iç yüzeyleri, herhangi bir gaz tepkimesinin olmasına engel olacak şekilde özel bir kaplama ile kaplanmıştır. Tüplerde kullanılan standart kaplama Scott Specialty Gases BV'in Aculife IV markalı kaplama olup bu kaplama çoğu primer standart gaz karışımları için uygulanmaktadır.

Tüpler doldurulmadan önce, içerisindeki gazlar normal atmosfer şartlarında tamamen boşaltılır. Boşaltma işlemi ile tüpten çıkan gazlar havalandırma sistemi ile ortamdaki uzaklaştırılır. İçi boşaltılmış olan tüpler turbo moleküler pompa sistemi yardımıyla vakum altında tamamen boşaltılır (Şekil 1). Tüplerin içerisindeki vakum basıncı 10^{-7} mbar seviyelerine düşecek şekilde vakum işlemi gerçekleştirilir.



Şekil 1. Turbo moleküler pompa sistemi



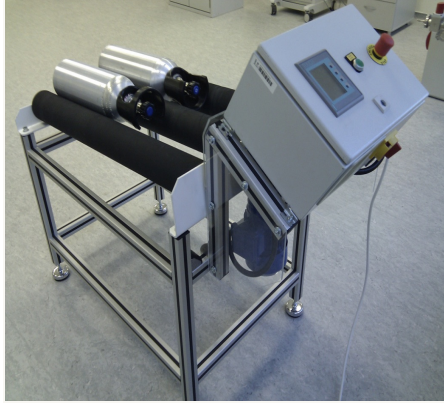
Şekil 2. Özel kabin ve teraziden oluşan tartım sistemi

Vakumlanarak içi boşaltılmış olan tüp dolum yapılmadan önce tartılır. Tartım işlemi dolum yapılacak tüp ile aynı özelliklere sahip olan referans tüpün kıyaslanması şeklinde gerçekleştirilir. Sıcaklığın ölçümleri etkilemesi nedeniyle tüpler tartılmadan önce laboratuvar sıcaklığında dengeye gelinceye kadar bir müddet bekletilir. Tartım işlemi 10 kg kapasite 1 mg hassasiyetli terazide TS EN ISO 6142 standardında verilen yöntemle göre gerçekleştirilir (Şekil 2).

Dolumu yapılacak gazların miktarları ve basınçları TS EN ISO 6142 standardında tarif edildiği şekilde hesaplanır. Hesaplamalardan sonra tüpün dolum işlemine geçilir. Tüpün dolum işlemi gaz dolum istasyonu ve 16 kg kapasite 100 mg hassasiyete sahip teraziden oluşan gaz dolum sisteminde gerçekleştirilir (Şekil 3). Dolum sisteminde yer alan tartı, yukarıda bahsi geçen özel tartım sistemine göre daha yüksek hassasiyet değerine sahip olup dolumun hedef gaz miktarlarına yakın olacak şekilde yapılmasını sağlamaktadır. Dolum yapılacak tüp vanası kapalı halde terazinin üzerine yerleştirilir, gaz dolum istasyonuna bağlanır ve terazi sıfırlanır. İstasyonun diğer yanına ise dolumda kullanılacak gaz bağlanır. Sistem, bu gaz ile 15-20 bar seviyesinde basınçlandırılır ve tüm gaz hat ve bağlantıların kaçak kontrolü yapılır. Kaçak kontrolü tamamlandıktan sonra, hatların temizlenmesi için yine dolum yapılacak gaz ile sistem birkaç defa basınçlandırılıp vakumlanır. Bu süreçlerde dolum yapılacak tüpün vanası kapalı kalmaya devam etmektedir. Son vakum işleminden sonra tüpün vanası açılarak gaz doldurulma işlemine başlanır. Gazın ana tüpten dolum yapılacak tüpe kontrollü olarak akışı dolum istasyonu üzerindeki vanalar sayesinde gerçekleştirilir. Teraziden takip etmek suretiyle, dolum yapılan tüpteki gazın miktarı hesaplanan gaz miktarına ulaşıncaya tüpün vanası kapatılır ve dolum istasyonundan sökülerek hassas tartım için özel tartım sistemine gönderilir.



Şekil 3. Gaz dolum sistemi



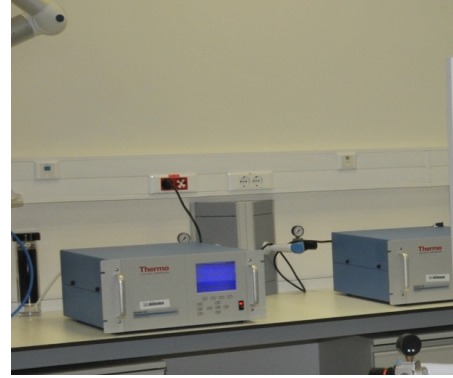
Şekil 4. Tüp karıştırma sistemi

Dolum esnasında gazın genleşmesi nedeniyle ortaya çıkan ısı tüpün ısınmasına yol açtığından tüpün laboratuvar sıcaklığına gelmesi beklenir ve daha sonra tartım işlemi yukarıda bahsedildiği şekilde gerçekleştirilir. Tartım işleminden sonra tüp içine eklenen gazın gerçek miktarı belirlenmiş olduğundan hesaplamalar bu yeni değer ile tekrarlanır ve eklenecek olan matriks gazın (azot veya hava) yeni miktarı belirlenir. Tüp tekrar dolum istasyonuna bağlanır. Yukarıda anlatılan gaz dolum işleminin adımları matriks gazın dolumu için tekrarlanır. Dolum işlemi tamamlandıktan sonra tüpün oda sıcaklığına gelmesi için beklenir ve hassas tartım işlemi gerçekleştirilir. Tartım işlemi sonrasında hazırlanan gaz karışımının bileşimi ve belirsizliği hesaplanır. Hesaplamalar TS EN ISO 6142 standardına göre gerçekleştirilir. Gaz karışımı hazırlandıktan sonra tüp içerisinde homojen hale getirilmesi için Şekil 4'deki sistem kullanılarak karıştırılır.

3. GAZ KARIŞIMI BİLEŞİMİNİN BELİRLENMESİ

Gravimetrik olarak hazırlanan gaz karışımının istenen derişimde hazırlanıp hazırlanmadığını belirlemek için, hazırlanan karışımlar gaz kromatografi (GC) veya gaz analizörleri gibi analitik cihazlar ve primer standart referans gazlar kullanılarak analiz edilir (Şekil 5). Hazırlanan gaz karışımı ve primer standart referans gazlar otomatik örnekleme sistemi ile analiz cihazına bağlanır ve her tüpün örnek enjeksiyonları otomatik olarak gerçekleştirilir. Analiz işlemleri sonucunda elde edilen sonuçlar TS EN ISO 6143 standardına göre değerlendirilir. TS EN ISO 6143 standardına göre bileşimleri ve belirsizlikleri bilinen primer standart referans gazların analiz cihazından elde edilen ölçüm sonuçlarına ilişkilendirilerek bir model foksiyonu oluşturulur ve hazırlanan gazı karışımının bileşimi bu karışıma ait

ölçüm sonucu ve model fonksiyonu kullanılarak belirlenir. Değerlendirmenin sonuçları, gaz dolmuş işlemde yapılması muhtemel hataların ve olası kararsızlıkların belirlenmesinde önemli bir rol oynar.



Şekil 5. Gaz analizlerinde kullanılan GC sistemi ve gaz analizörleri

4. SONUÇ

Primer standart gaz karışımları hazırlamak, bunların muhafazasını sağlamak ve izlenebilirlik zincirinin oluşturulması ve devamlılığı için gerekli faaliyetleri yerine getirmek amacı ile TÜBİTAK UME Gaz Metrolojisi Laboratuvarı 2011 yılında kurulmuş ve primer seviye standart gaz karışımların hazırlanmasına başlanmıştır. Gaz Metrolojisi Laboratuvarı % 1-10 derişim aralığında azotta karbon dioksit primer gaz karışımı hazırlayabilmekte ve analizlerini gerçekleştirmektedir. Bu konuda uluslararası bir karşılaştırmaya katılım sağlanmıştır. Ayrıca laboratuvar tarafından gaz karışımlarının hazırlanması ve sertifikasyonu konusunda eğitimler verilmektedir. Derişim aralıklarının artırılması, karbon monoksit, azot oksit ve kükürt dioksit gibi diğer emisyon gazları ile doğal gaz, alkolmetre gazları gibi çeşitli gazlar için primer standart gaz karışım hazırlama ve sertifikasyon faaliyetleri devam etmektedir. Ulusal ve uluslararası düzeyde gaz metrolojisi alanına giren endüstriyel, yasal ve bilimsel faaliyetlerin doğru ve güvenilir bir şekilde yürütülmesi için ilgili kurum ve kuruluşlarla işbirlikleri oluşturulması, destek sağlanması ve gerekli çalışmaların yürütülmesi ile ülkenin gaz metrolojisi alanındaki ihtiyaçları sağlanmaya devam edilecektir.

KAYNAKLAR

- [1] TS EN ISO 6142 (2006) – “Gaz Analizleri – Kalibrasyon gaz karışımlarının hazırlanması - Gravimetrik metot”.
- [2] TS EN ISO 6143 (2006) – “Gaz Analizleri – Kalibrasyon gaz karışımlarının bileşiminin tayini ve kontrolü için karşılaştırma yöntemleri”.

ÖZGEÇMİŞ

Fatma AKÇADAĞ

1984 yılında girdiği Ankara Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümünde 1988 yılında Kimya Mühendisi unvanı ile mezun oldu. Aynı üniversitede 1992 yılında yüksek lisans, 1997 yılında da doktora çalışmasını tamamladı. 1989-1997 yılları arasında Ankara Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak, 1997-1998 yılları arasında da Süper Film San ve Tic. A.Ş.'de AR-GE Mühendisi olarak çalıştı. 1998 yılından beri TÜBİTAK UME'de Uzman Araştırmacı olarak çalışmaktadır.

Tanıı TARHAN

1997 yılında Orta Doęu Teknik Üniversitesi'nin Kimya Mühendislięi Bölümü'nü bitirmiştir. Aynı üniversiteden 1999 yılında Yüksek Mühendis, 2004 yılında Doktor ünvanını almıştır. 1997-2004 yılları arasında aynı üniversitede Araştırma Görevlisi olarak görev yapmıştır. 2006 yılından beri TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü (UME) Kimya Grubu'nda görev almakta olup, 2011 yılında kurulan Gaz Metrolojisi Laboratuvarı'nın sorumlusu olarak çalışmalarına devam etmektedir.