

DIN EN ISO 6145-8



ICS 71.040.40

**Gasanalyse –
Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von
dynamisch-volumetrischen Verfahren –
Teil 8: Diffusionsverfahren (ISO 6145-8:2005);
Deutsche Fassung EN ISO 6145-8:2008**

Gas analysis –
Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods –
Part 8: Diffusion method (ISO 6145-8:2005);
German version EN ISO 6145-8:2008

Analyse des gaz –
Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques
dynamiques –
Partie 8: Méthode par diffusion (ISO 6145-8:2005);
Version allemande EN ISO 6145-8:2008

Gesamtumfang 24 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 6145-8:2008) enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6145-8, die im Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) ausgearbeitet wurde. Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-73 AA „Gasanalyse und Gasbeschaffenheit“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Die Reihe ISO 6145 *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods* besteht aus folgenden Teilen:

- *Part 1: Methods of calibration*
- *Part 2: Volumetric pumps*
- *Part 4: Continuous syringe injection method*
- *Part 5: Capillary calibration devices*
- *Part 6: Critical orifices*
- *Part 7: Thermal mass-flow controllers*
- *Part 8: Diffusion method*
- *Part 9: Saturation method*
- *Part 10: Permeation method*
- *Part 11: Electrochemical generation*

Für die in ISO 6145-8 zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Dokumente verwiesen:

ISO 6143 siehe DIN EN ISO 6143
ISO 6145-1 siehe DIN EN ISO 6145-1
ISO 6145-6 siehe DIN EN ISO 6145-6

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6143, *Gasanalyse — Vergleichsverfahren zur Bestimmung und Überprüfung der Zusammensetzung von Kalibriergasgemischen*

DIN EN ISO 6145-1, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 1: Kalibrierverfahren*

DIN EN ISO 6145-6, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 6: Kritische Düsen*

Deutsche Fassung

**Gasanalyse —
Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-
volumetrischen Verfahren —
Teil 8: Diffusionsverfahren
(ISO 6145-8:2005)**

Gas analysis —
Preparation of calibration gas mixtures using dynamic
volumetric methods —
Part 8: Diffusion method
(ISO 6145-8:2005)

Analyse des gaz —
Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide
de méthodes volumétriques dynamiques —
Partie 8: Méthode par diffusion
(ISO 6145-8:2005)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 30. Juli 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien und Materialien	5
5 Geräte.....	6
6 Vorgehensweise.....	7
6.1 Vorbereitende Überprüfungen und Betriebsbedingungen.....	7
6.2 Bestimmung des Massenverlusts.....	8
7 Angabe der Ergebnisse.....	9
7.1 Berechnung	9
7.2 Unsicherheitsquellen	10
Anhang A (informativ) Praktisches Beispiel eines Diffusionszellen-Kalibrators, konfiguriert für die Untersuchung der Ansprechgeschwindigkeit in einem Hygrometer	13
Anhang B (informativ) Beispiel für die Leistung von Diffusionszellen bei Toluol und Trichlormethan.....	16
Anhang C (informativ) Beispiel für Unsicherheitsberechnungen bei einem periodischen Wägesystem	18
Literaturhinweise	22

Vorwort

Der Text von ISO 6145-8:2005 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 6145-8:2008 durch das Technische Komitee CEN/SS N21 „Gaseous fuels and combustible gas“ übernommen, dessen Sekretariat vom CMC gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können, ohne dass diese vorstehend identifiziert wurden. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 6145-8:2005 wurde vom CEN als EN ISO 6145-8:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Dieser Teil der ISO 6145 ist einer in einer Reihe von Normen, die verschiedene dynamisch-volumetrische Verfahren behandeln, die zur Herstellung von Kalibriergasgemischen verwendet werden. Im unteren Teil des betrachteten Bereichs des Stoffmengenanteils – z. B. bei bestimmten organischen oder reaktiven Komponenten – ist es schwierig, Gasgemische in Druckgasflaschen herzustellen und aufzubewahren. Das vorgelegte dynamische Verfahren hat den Vorteil einer praktisch unbegrenzten Bereitstellung der Kalibrierkomponente, wobei Adsorptionseffekte reduziert oder sogar eliminiert werden können.

Wird der Grundgasstrom als Massenstrom gemessen, dann handelt es sich bei der Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe der Diffusion um ein dynamisch-gravimetrisches Verfahren, das Gehalte in Stoffmengenanteilen liefert. Richtlinien für die Messung des Grundgasstroms werden in ISO 6145-1 angegeben.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 6145 legt ein dynamisches Verfahren zur Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Stoffmengenanteilen der Komponenten im Bereich von 10^{-9} bis 10^{-3} fest. Mit diesem Verfahren lässt sich eine relative erweiterte Messunsicherheit U , bestimmt durch Multiplikation der relativen kombinierten Standardunsicherheit mit einem Überdeckungsfaktor $k = 2$, von 2 % oder besser erreichen.

Wird der Weg zwischen der Diffusionsquelle und der Kalibriergasaufgabe so kurz wie möglich gehalten, so kann das Verfahren zur Erzeugung von Kalibriergasen im niedrigen Konzentrationsbereich mit organischen Komponenten, die bei Raumtemperatur flüssig sind, mit Siedepunkten von etwa 40 °C bis 160 °C verwendet werden.

Der Anwendungsbereich dieses Teils der ISO 6145 umfasst nicht nur die Herstellung von Kalibriergasgemischen mit einer Vielzahl von Kohlenwasserstoffen auf Außenluft- und Innenraumluf-Konzentrationsniveau sondern auch die Erzeugung von Gasgemischen mit Wasser in niedrigen Konzentrationsbereichen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 6145-7, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods — Part 7: Thermal mass-flow controllers*

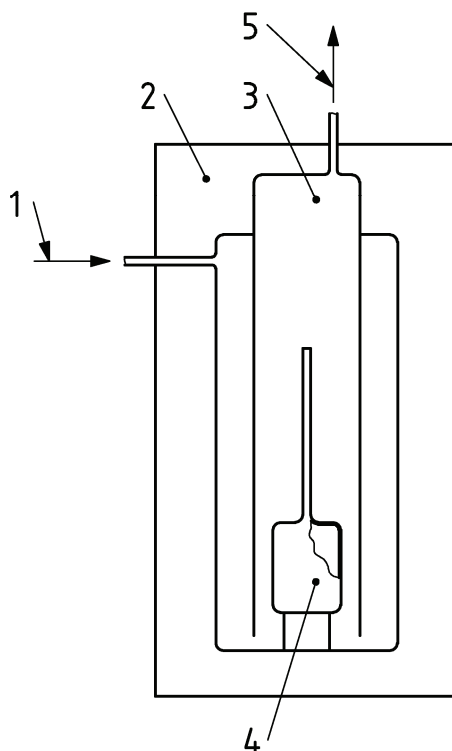
3 Kurzbeschreibung

Die Kalibrierkomponente migriert mittels Diffusion durch ein Diffusionsröhrchen geeigneter Abmessung (Länge, Durchmesser) in einen Grundgasstrom, z. B. das Grundgas des hergestellten Gemischs. Die flüssige Kalibrierkomponente bekannter hoher Reinheit befindet sich in einem Reservoir, das als Quelle für den Dampf der Komponente fungiert. Das Reservoir ist mit einem senkrecht angeordneten Diffusionsröhrchen ausgerüstet und sitzt in dem Mischgefäß. Diese Baugruppe (die Diffusionszelle) ist mit einem temperaturgeregelten Behälter gekapselt und wird mit einem Grundgas hoher Reinheit bei bekannter und konstanter Durchflussgeschwindigkeit gespült (siehe Bild 1). Die Zusammensetzung des Gemischs wird bestimmt aus dem Diffusions-Massenstrom der Kalibrierkomponente und der Durchflussgeschwindigkeit des Grundgases.

Der Diffusions-Massenstrom der Kalibrierkomponente hängt grundsätzlich ab von

- ihrem Diffusionskoeffizienten in das Grundgas,
- ihrem Dampfdruck bei der Behältertemperatur,
- den Abmessungen des Diffusionsröhrchens.

Eine genaue Bestimmung des Diffusions-Massenstroms der Kalibrierkomponente lässt sich entweder durch kontinuierliche Wägung nach Montage des Röhrchens in eine Mikro-Schwebewaage oder durch periodische Wägung erreichen. Das Bestimmungsverfahren hat Einfluss auf die Unsicherheit des (momentanen) Massenstroms der Kalibrierkomponente (siehe 7.2).



Legende

- 1 Eingang für das Grundgas
- 2 Kapselung
- 3 Diffusionszelle
- 4 Flüssigkeitsreservoir mit Diffusionsröhrchen
- 5 Ausgang für das Kalibriergas

Bild 1 — Schema einer Diffusionsapparatur

4 Reagenzien und Materialien

4.1 Flüssige Substanzen zur Verwendung als Kalibrierkomponente, von höchstmöglicher Reinheit, um jegliche Einflüsse auf den Diffusions-Massenstrom zu vermeiden.

Sofern möglich, sollten Art und Menge der Verunreinigungen bekannt sein und ihre Einflüsse berücksichtigt werden.

4.2 Grundgas bekannter Reinheit, die mit Hilfe geeigneter Analysenmethoden, z. B. Fourier-Transformations-Infrarot-Spektrometrie (FT-IR) oder Gaschromatographie ermittelt wurde.

Die Art des Grundgases muss der Substanz, die als Kalibrierkomponente verwendet werden soll, angepasst werden. Beispielsweise darf Luft nicht als Grundgas bei der Herstellung von Kalibriergasgemischen mit oxidierbaren Substanzen mittels Diffusion verwendet werden.

5 Geräte

5.1 Diffusionsapparatur

5.1.1 Materialien

Die Materialien der Diffusionsapparatur müssen dahingehend gewählt werden, Einflüsse von Physisorption, Chemisorption oder Desorption auf den Gehalt der Kalibrierkomponente zu vermeiden. Je niedriger der verlangte Gehalt, desto größer ist der Einfluss von Sorptions/Desorptions-Phänomenen.

Diffusionsreservoirs und -röhrchen, ebenso wie die Temperaturkapselung und die Mischapparatur, sollten vorzugsweise aus Borsilicatglas gefertigt sein. Verwenden Sie für die Zuführung des Grundgases und die Abführung des Kalibriergasgemischs Schläuche aus chemisch inerten flexiblen Materialien. Achten Sie besonders auf alle Verbindungen als mögliche Quelle von Leckstellen.

5.1.2 Konfiguration für den Grundgasstrom

Bevor das Grundgas die Diffusionszelle erreicht, muss seine Temperatur unbedingt auf diejenige der Temperaturkapselung der Diffusionszelle eingestellt sein. Um die in Abschnitt 1 angegebene Unsicherheit zu erreichen, sollte die Temperatur in der Kapselung auf $\pm 0,15$ K geregelt sein.

Die Mindestgeschwindigkeit des Grundgasstroms sollte ausreichen, um den Komponentendampf ohne Sättigung vollständig zu entfernen. Die höchstzulässige Geschwindigkeit sollte niedrig genug sein, um konvektiven Transport des Komponentendampfes innerhalb der Diffusionszelle zu vermeiden. Diese höchstzulässige Strömungsgeschwindigkeit hängt von der Geometrie der Diffusionsapparatur ab. Es wird empfohlen, die Reynoldszahl des Grundgasstroms in der Diffusionszelle unter 100 zu halten. Bei einer Temperatur von 25 °C sollte die folgende Bedingung annähernd erfüllt sein:

$$v \cdot d < 1,6 \times 10^{-3}$$

Dabei ist

- v die durchschnittliche Lineargeschwindigkeit des Grundgases, in Meter je Sekunde;
- d der Durchmesser, in Meter, der Rohrleitungen, durch die das Grundgas strömt.

5.1.3 Wahl der Temperatur

Die Wahl der Temperatur hängt ab von den Eigenschaften der Diffusionszelle und dem erforderlichen Diffusions-Massenstrom. Zwecks Temperaturregelung sorgen sie für thermisches Gleichgewicht innerhalb der Diffusionszelle bei einem Wert nahe der Umgebungstemperatur oder geringfügig über der Umgebungstemperatur, um Einflüsse der Umgebungsbedingungen auf die Temperaturregelung zu vermeiden. Die Verwendung einer Temperatur geringfügig über der Umgebungstemperatur hat zwei Vorteile:

- nahe der Umgebungstemperatur lässt sich eine genaue Temperaturregelung leichter erreichen,
- die Temperatur des Grundgases lässt sich leichter regeln.

5.2 Diffusionszellen, bestehend aus einem Reservoir aus Borsilicatglas von geeignetem Fassungsvermögen für eine hinreichend große Menge der flüssigen Kalibrierkomponente, mit montiertem Diffusionsröhrchen. In Literaturhinweis [1] sind mehrere Musterbeispiele angegeben.

Grundsätzlich kann Gleichung (1) zur Berechnung der Diffusions-Volumenströme [1] verwendet werden, sowie umgekehrt zur Berechnung der ungefähren Abmessungen der Diffusionsröhrchen und der Temperatur der Kapselung, die zur Erzeugung eines vorgegebenen Massenstroms der Kalibrierkomponente erforderlich sind.

$$q_V(A) = \frac{A}{L} D \cdot \ln \left(\frac{p}{p - p_V} \right) \quad (1)$$