

Gasanalyse
Herstellung von Prüfgasen
Volumetrisch-statische Verfahren

DIN
ISO 6144

Gas analysis; preparation of calibration gas mixtures; static volumetric methods

Analyse des gaz; préparation des mélanges de gaz pour étalonnage; méthodes volumétriques statiques

Die Internationale Norm ISO 6144, 1. Ausgabe 1981-07-01, ist in diese Deutsche Norm unverändert übernommen worden.

Nationales Vorwort

Diese Norm ist vom Arbeitsausschuß NMP 623 „Gasanalyse“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) aufgestellt worden.

Die Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 6144, die im ISO/TC 158 „Gasanalyse“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) aufgestellt worden ist.

Zum Abschnitt 2.2.2

In der Gleichung (3) wurden abweichend von ISO 6144 im Zähler die Summenterme als Beträge eingesetzt (Druckfehler).

Zum Abschnitt 2.2.3

In der Gleichung (3') wurde im Zähler die Angabe „ $\Delta C_O D$ “ (Druckfehler) in „ $\Delta(C_O D)$ “ geändert.

Zum Abschnitt 3.1.3

MAK-Wert für Kohlenstoffmonoxid: 30 ppm (siehe MAK-Werte-Liste, Ausgabe 1982)

Zu den Abschnitten 3.1.4.2 (Tabelle 2) und 3.1.4.3

Angaben in mm Hg dürfen nach dem Gesetz über Einheiten im Meßwesen im nationalen, amtlichen und geschäftlichen Verkehr nicht mehr angewendet werden.

(1 mm Hg = 1,33 mbar = 1,33 hPa)

Die Angaben der Zusammensetzungsgrößen stimmen mit denen in der Norm DIN 1310 nur teilweise überein.

Internationale Patentklassifikation

G 01 N 31/00

Fortsetzung Seite 2 bis 14

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP
Normenausschuß Bergbau (FABERG) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

Deutsche Übersetzung

Gasanalyse

Herstellung von Prüfgasen

Volumetrisch-statische Verfahren

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zunächst zur Genehmigung vorgelegt, bevor sie vom Rat der ISO als Internationale Norm angenommen werden.

Die Internationale Norm ISO 6144 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Gasanalyse“ aufgestellt und im Dezember 1979 an die Mitgliedskörperschaften gesendet.

Sie wurde von den Mitgliedskörperschaften der folgenden Länder angenommen:

Ägypten	Deutschland, Bundesrepublik	Philippinen	Südafrika
Australien	Frankreich	Polen	Tschechoslowakei
Belgien	Italien	Sowjetunion	Vereinigtes Königreich
Bulgarien	Niederlande	Spanien	

Das Dokument wurde von keiner Mitgliedskörperschaft abgelehnt.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Die vorliegende Internationale Norm legt volumetrisch-statische Verfahren zur Herstellung von Prüfgasen bei Drücken nahe dem Umgebungsluftdruck fest.

Die Verfahren gelten für Prüfgase mit Volumenkonzentrationen zwischen 10^{-6} und 10^{-1} , wobei die relative Unsicherheit zwischen 10^{-3} und 10^{-2} liegt.

2 Grundlage des Verfahrens

2.1 Allgemeine Grundsätze

Die Verfahren werden bei der gegebenen Temperatur in drei Phasen durchgeführt:

- Messung: Ein Gefäß mit dem bekannten Volumen v wird bei einem gemessenen Druck p , der dem Umgebungsluftdruck nahekommt bzw. meistens diesem gleich ist, mit der zu analysierenden Beimengung gefüllt.
- Transfer: Das Volumen v der Beimengung wird in ein Mischgefäß, dessen Volumen V bekannt ist und in dem vorher mindestens ein partielles Vakuum erzeugt wurde, übergeleitet.
- Verdünnung: Das Mischgefäß wird mit dem gewählten Grundgas aufgefüllt, bis der gewünschte Enddruck P erreicht ist; dieser Druck ist normalerweise größer als der Umgebungsluftdruck, so daß einfacher Umgang mit dem Gasgemisch möglich ist.

Die sich nach der ersten Verdünnung ergebende Volumenkonzentration C_1 der Beimengung, die bei diesen Druck-

werten praktisch gleich der Stoffmengenanteile ist, errechnet sich nach der Formel

$$C_1 = C_0 \frac{p_1 v_1}{P_1 V_1} = C_0 D_1 \quad (1)$$

Hierin bedeuten:

C_0 Ausgangsgehalt der verwendeten Beimengung ($C_0 \approx 1$)

D_1 Verdünnungsfaktor für die erste Verdünnung

Die vorbeschriebene Verfahrensweise ist gewöhnlich ausreichend, um bei Volumenkonzentrationen von 10^{-3} bis 10^{-1} eine relative Unsicherheit kleiner als 10^{-2} zu erreichen.

Die Größen p und P wirken hier als Korrekturfaktoren zur Erreichung der Volumenkonzentration. Maßgebend ist somit nur die Verhältniszahl p/P . Daher ist die Messung von p und P mit einem einfachen Meßsystem, wie z. B. einem Quecksilbermanometer, möglich. Ist der Stoffmengenanteil vorgegeben, so sind erforderlichenfalls die Korrekturen für den Kompressibilitätsfaktor Z zu berücksichtigen.

Nach dem derzeitigen Kenntnisstand hinsichtlich der „Kompressibilitätsfaktoren“ Z für Gasgemische wird davon ausgegangen, daß die Änderung von Z bei binären Gemischen eine lineare Funktion des Anteils der Beimengungen ist. Bei Prüfgasen mit geringem Anteil einer polaren Beimengung in einem Grundgas, das sich nicht sehr von idealen Gasen unterscheidet, ist der Korrekturfaktor Z nur im Bereich der Messungen höherer Anteile der

Beimengung von Bedeutung [d. h. $(p_1 v_1)/Z_1$]. ¹⁾ Bei Prüfgasen, in denen das Grundgas erhebliche Abweichungen gegenüber idealen Gasen aufweist, sind die Korrekturfaktoren Z unter Anwendung der gleichen Hypothese der Linearität zu berechnen; in Anbetracht des heutigen Endverwendungszwecks, für den Prüfgase vorgesehen werden, erscheint es nicht sinnvoll, noch auf andere Korrekturen näher einzugehen.

Bei Prüfgasen mit geringer Volumenkonzentration [10^{-6} bis 10^{-4}] ist zur Erreichung einer annehmbaren Genauigkeit die Durchführung von stufenweisen Verdünnungen notwendig. Dazu wird ein Primärgemisch mit der Volumenkonzentration C_1 zwischen 10^{-3} und 10^{-1} hergestellt, das dann nach der gleichen Verfahrensweise (Messung, Transfer, Verdünnung) verdünnt wird. Die gewünschte Endkonzentration C_2 für die zweite Verdünnungsstufe errechnet sich nach der Gleichung:

$$C_2 = C_1 D_2$$

Hierin bedeuten:

- C_1 Volumenkonzentration der Beimengung in dem Gemisch nach der ersten Verdünnung
 D_2 Verdünnungsfaktor für die zweite Verdünnung, der sich aus den Druck- und Volumenwerten nach Gleichung (1) berechnet, d. h.

$$D_2 = \frac{p_2 v_2}{P_2 V_2}$$

worin

p_2, v_2 die Druck- und Volumenwerte des Gemisches bei der Volumenkonzentration C_1 ,

P_2, V_2 die entsprechenden Werte des Gemisches mit der Endkonzentration C_2 im Mischgefäß sind.

Dies entspricht

$$C_2 = C_1 \frac{p_2 v_2}{P_2 V_2} = C_0 \frac{p_1 v_1}{P_1 V_1} \cdot \frac{p_2 v_2}{P_2 V_2} \quad (2)$$

Es kann auch eine dritte Verdünnung durchgeführt werden, für die (unter Beibehaltung der gleichen Schreibweise) folgendes gilt:

$$\begin{aligned} C_3 &= C_2 D_3 = C_2 \frac{p_3 v_3}{P_3 V_3} \\ &= C_0 \frac{p_1 v_1}{P_1 V_1} \cdot \frac{p_2 v_2}{P_2 V_2} \cdot \frac{p_3 v_3}{P_3 V_3} \end{aligned}$$

2.2 Notwendige Vorkehrungen, Bewertung von Unsicherheiten

2.2.1 Um bei Anwendung des in Abschnitt 2.1 beschriebenen Verdünnungsverfahrens korrekte Ergebnisse erzielen zu können, müssen

*) Siehe Nationales Vorwort

1) Zur Ausschaltung dieser Fehlerquelle kann man bei niedrigem Anteil einer Beimengung, die kein ideales Gas ist, das Volumen v_1 z. B. mit einem Gemisch füllen, das nach einem gravimetrischen Verfahren hergestellt wurde und in dem die Beimengung so niedrige Konzentration hat, daß der Korrekturfaktor Z vernachlässigt werden kann.

- die verwendeten Gefäße und Transferleitungen in Werkstoffen ausgeführt sein, die mit den zur Verwendung vorgesehenen Gemischbestandteilen keine Absorptionerscheinungen ergeben, z. B. Glas und PTFE;
- die Vorgänge so durchgeführt werden, daß der Anstieg der Meßgefäß- und Mischgefäßtemperatur beim Füllen vermieden wird, z. B. durch Tragen von Handschuhen.

2.2.2 Da es bei der Bewertung von Unsicherheiten nach statistischen Verfahren in der Praxis Schwierigkeiten gibt, sind die Werte zu protokollieren, die nach der folgenden, aus Formel (2) abgeleiteten Fehlerrechnung ermittelt werden:

$$\begin{aligned} \frac{\Delta C_n}{C_n} &= \frac{|\Delta C_0|}{C_0} + \sum_1^n \frac{|\Delta p|}{p} + \sum_1^n \frac{|\Delta P|}{P} \\ &\quad + \sum_1^n \frac{|\Delta v|}{v} + \sum_1^n \frac{|\Delta V|}{V} *) \end{aligned} \quad (3)$$

worin n die Anzahl der Verdünnungsvorgänge ist.

2.2.3 Wie bei anderen Verfahren sind auch hier die Reinheitskorrekturen der verwendeten Beimengung und des verwendeten Grundgases zu berücksichtigen:

- Qualität der Beimengung: Sie hat normalerweise die Volumenkonzentration $C > 1-y$, worin y der maximale Fremdstoffgehalt in der Beimengung ist.
Für Berechnungszwecke kann man $C = 1 - \frac{y}{2}$ unterstellen und für den Anwendungsbereich der Fehlerberechnung kann $\pm \frac{y}{2}$ eingeführt werden.
- Qualität des Grundgases: Bei Gemischen mit niedriger Beimengungskonzentration ist oft die Messung der Beimengung $C_c \pm \Delta C_c$ im verwendeten Grundgas notwendig; dieser Meßwert ist dann der Konzentration hinzuzuaddieren, die aus den Grundgrößen über die Verdünnungsfaktoren berechnet wurde.

Der Einfluß auf die Fehlerrechnung ist bei hohen Volumenkonzentrationen im allgemeinen vernachlässigbar gering.

Bei niedrigen Volumenkonzentrationen der Beimengungen ergibt sich aus Formel (3)

$$\begin{aligned} \frac{\Delta C_2}{C_2} &= \frac{\Delta C_0}{C_0} + \sum \frac{\Delta p}{p} + \sum \frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta C_c}{C_2} \\ &= \frac{\Delta(C_0 D)}{C_0 D} + \frac{\Delta C_c}{C_2} *) \end{aligned} \quad (3')$$

3 Anwendungsbeispiele

3.1 Verfahrensweise bei Verwendung von Glasgefäßen

3.1.1 Grundsätzliches

Die Messung der zu analysierenden Komponente wird in kalibrierten Gaspipetten mit etwa 10 bis 400 cm³ Fassungsvermögen durchgeführt.

Diese Pipetten werden durch Auswägen mit Wasser oder Quecksilber kalibriert; die Bestimmung der Volumen erfolgt mit einer Fehlergrenze, die bei Pipetten mit 10 bis 400 cm³ Fassungsvermögen zwischen 0,01 und 0,1 cm³ liegt.

Das Befüllen dieser kalibrierten Gaspipetten (siehe hierzu Bild 1), die mit vakuumdichten Absperrküken aus Polytetrafluorethylen (PTFE) versehen sind, erfolgt durch Spülen mit der zu analysierenden Komponente. Zurückströmen von Umgebungsluft zur Pipette wird dabei durch Verwendung eines längeren Austrittsrohres verhindert.

Der Transfer des gemessenen Volumens in das Mischgefäß (siehe Bild 2) erfolgt durch Glasrohre. Werden Glasrohre mittels Gummischlauchstücke miteinander verbunden, sollte der Kontaktbereich zwischen Gummi und Gasen minimal sein.

Zunächst wird in dem Mischgefäß ein Vakuum erzeugt und die gemessene Beimengung wird dann aus der kalibrierten Gaspipette durch Spülen mit dem Grundgas in das Mischgefäß übergeleitet.

Das Füllen des Mischgefäßes mit dem Grundgas ist langsam durchzuführen (siehe Bild 2). Es kann das Quecksilbermanometer verwendet werden, da die gemessene Beimengung nicht mit dem Quecksilber in Kontakt kommt. Um den Transfer zu vereinfachen, wird der Fülldruck im Mischgefäß auf doppelten Umgebungsluftdruck einreguliert.

3.1.2 Apparatur

3.1.2.1 Dickwandiger Glaskolben aus Borosilicatglas mit etwa 3 dm³ Fassungsvermögen, der drei PTFE-Mischröhrchen ($V < 0,3 \text{ cm}^3$) enthält und mit zwei Hähnen mit Küken aus PTFE mit 3-mm-Bohrungen versehen ist.

3.1.2.2 U-Rohr-Quecksilbermanometer, dessen beide Schenkel etwa 1 m Höhe haben und dessen rechter Schenkel oben mit 2 vakuumdichten Hähnen aus PTFE mit 2-mm-Bohrungen versehen ist.

3.1.2.3 Wasser-Sperrgefäß

3.1.2.4 Paraffinöl-Sperrgefäß

3.1.2.5 Gasuhr

3.1.2.6 Kalibrierte Gaspipetten mit etwa 10 bis 400 cm³ Fassungsvermögen. Die Pipetten müssen hinsichtlich ihrer Form so ausgeführt sein, daß vollständiger Transfer der Komponente mit einem angemessenen Grundgasvolumen gewährleistet ist. Es wird empfohlen, eine zylindrische Ausführungsform mit einem Länge/Durchmesser-Verhältnis zwischen 3 und 5 zu verwenden. In der Praxis wird das Nichtvorhandensein von Resten der Beimengung nach erfolgter Überleitung bei der erstmaligen Verwendung der Pipette durch Analyse überprüft.

3.1.2.7 Drehschieberpumpe mit flüssigstickstoffgekühlter Kühlfalle und Quecksilber-Differenzdruckmesser.

3.1.2.8 Druckgasbehälter mit der Beimengung

Die Reinheit der Beimengung muß bekannt sein.

Anmerkung: Bei dem Beispiel in den Abschnitten 3.1.3 und 3.1.4 handelt es sich bei diesem Gas um Kohlenstoffmonoxid (CO) mit abgesicherter Konzentration $> 99,99\%$.

3.1.2.9 Druckgasbehälter mit dem Grundgas

Die Reinheit des Grundgases und Konzentration der Beimengung müssen bekannt sein.

Anmerkung: Bei dem Beispiel in den Abschnitten 3.1.3 und 3.1.4 handelt es sich bei diesem Gas um Stickstoff, der eine garantierte Konzentration $> 99,998\%$ hat und $(0,5 \pm 0,1) \text{ ppm}$ Kohlenstoffmonoxid enthält.

3.1.2.10 Nadelventil zur Steuerung der Durchflußmenge der Beimengung während des Meßvorgangs.

3.1.2.11 Zweistufen-Druckminderer mit Edelstahl-Membranen und auslaßseitigem Nadelventil für die Transfer- und Verdünnungsvorgänge.

3.1.3 Verfahren zur Herstellung eines Kohlenstoffmonoxid/Stickstoff-Gemisches

VORSICHT – Kohlenstoffmonoxid ist ein sehr giftiges Gas [Grenzwert = 50 ppm *] Volumenanteile]! Es sind alle notwendigen Vorkehrungen zu treffen, um zu gewährleisten, daß die gasenthaltende Apparatur gasdicht ist und daß alle Auslässe zur Außenluft führen. Sämtliche Handhabungsvorgänge müssen in einem Abzug erfolgen.

Es könnte zum Zerknall kommen, wenn der Glaskolben bei Vorgang nach Abschnitt 3.1.3.2 geschüttelt wird. Beim Schütteln sollten daher Handschuhe und Schutzbrille getragen werden. Erforderlichenfalls ist ein Sicherheitsbehälter zu verwenden.

3.1.3.1 Abmessen des reinen CO (siehe Bild 1)

a) Füllen der Gaspipette mit CO

Die Sperrhähne 1 und 2 der Gaspipette öffnen, den Sperrhahn 3 schließen und die Gaspipette mit einem CO-Volumen spülen, das dem 20fachen Volumen der Gaspipette entspricht (abgelesen an der Gasuhr). Dann die CO-Durchflußmenge soweit reduzieren, daß im Paraffinöl-Sperrgefäß hintereinander jeweils eine Blase perlt. Den Sperrhahn 2, das Nadelventil und den Sperrhahn 1 in dieser Reihenfolge schließen.

b) Einstellen des CO in der Gaspipette auf Umgebungsluftdruck

Sperrhahn 3 und danach Sperrhahn 2 öffnen; überschüssiges CO tritt durch das Wasser-Sperrgefäß aus, dessen mittiges Rohr die Wasseroberfläche berührt.

Wenn aus dem Wasser-Sperrgefäß kein Gas mehr austritt, Sperrhahn 2 schließen, wobei darauf zu achten ist, daß die Gaspipette nicht mit den Händen berührt wird. Umgebungstemperatur und Umgebungsluftdruck protokollieren.

Gaspipette vom Anschluß lösen und in der außenliegenden Rohrleitung der Sperrhähne ein Vakuum erzeugen, um das CO herauszuspülen.

Anmerkung: Sämtliche Handhabungsvorgänge sind in einem Abzug durchzuführen.

3.1.3.2 Prüfgasherstellung (siehe Bild 2)

Der Druckminderer und das Ventil am Stickstoff-Druckgasbehälter bleiben zunächst geschlossen, während das Nadelventil voll geöffnet wird.

Die Gaspipette, die die gemessene Menge CO enthält, am rechten Schenkel des U-Rohr-Manometers sowie am Sperrhahn 4 des Mischgefäßes anschließen, danach die Drehschieberpumpe am Sperrhahn 5 anschließen.

Sperrhähne 4 und 5 öffnen und im Glaskolben ein Vakuum erzeugen. Wenn das Vakuum erzeugt ist (abgelesen am Quecksilber-Differenzdruckmesser), Sperrhahn 5 schließen.

Die Drehschieberpumpe am Sperrhahn 6 des rechten Schenkels des U-Rohr-Manometers anschließen, den Sperrhahn 1 langsam öffnen, das Ventil des Stickstoff-Druckgasbehälters öffnen und den Druck mit dem Druck-

*) Siehe Nationales Vorwort

minderer so einregeln, daß er geringfügig mehr als doppelt so groß ist wie der gewünschte Druck.

Sperrhahn 6 etwas öffnen; Stickstoff aus dem Druckgasbehälter tritt in den rechten Schenkel des U-Rohr-Manometers ein; er wird dann mit der Drehschieberpumpe abgesaugt. Eine Minute spülen, danach Sperrhahn 1 schließen und Sperrhahn 6 vollständig öffnen.

Wenn sich im rechten Schenkel des U-Rohr-Manometers ein Vakuum eingestellt hat, Sperrhahn 6 schließen, Sperrhahn 1 teilweise öffnen und den eingestellten Druck überprüfen. Sperrhahn 3 öffnen, danach Sperrhahn 2 langsam öffnen; es erfolgt Spülen der Gaspipette mit Stickstoff. Um vollständigen Transfer der abgemessenen Beimengung von der kalibrierten Gaspipette in das Mischgefäß zu gewährleisten, wird empfohlen, für diesen Vorgang ein Grundgasvolumen, das mindestens dem zehnfachen Volumen der Gaspipette entspricht, zu verwenden.

Durch Öffnen des Sperrhahns 2 ist der Druck im rechten Schenkel des U-Rohr-Manometers so zu regeln, daß er höher bleibt als der Umgebungsluftdruck.

Wenn der Sperrhahn 2 vollständig geöffnet ist, den Stickstoffstrom mit dem Sperrhahn 1 so einregeln, daß sich im Glaskolben der gewünschte Druck einstellen kann.

Ist dieser Druck erreicht (abgelesen am Manometer), Sperrhähne 1 und 4 in dieser Reihenfolge schließen.

Sperrhahn 6 geringfügig öffnen, um den Stickstoff in der Gaspipette und im rechten Schenkel des U-Rohr-Manometers auf Umgebungsluftdruck zu bringen. Ist dieser Druck erreicht, Sperrhähne 6, 2 und 3 in dieser Reihenfolge schließen.

Mischgefäß vom Anschluß an der Gaspipette lösen und es durch Drehen in jede Richtung schütteln. Die Homogenisierung des Gemisches wird durch die Bewegung der PTFE-Mischrohre erreicht, die zu Beginn in den Glaskolben gelegt wurden.

Das Gemisch ist dann gebrauchsfertig.

Dem so hergestellten Prüfgas, das unter einem Druck steht, der dem doppelten Umgebungsluftdruck entspricht, können mit der kalibrierten Gaspipette mehrere Füllungen zu dem Zweck entnommen werden, Prüfgase mit niedrigem CO-Anteil durch Verdünnen herzustellen, wobei nach dem vorbeschriebenen Verfahren vorgegangen wird.

3.1.4 Beispiel für die Herstellung von unterschiedlichen Kohlenstoffmonoxid/Stickstoff-Prüfgasen durch stufenweises Verdünnen

Nach der Verfahrensweise im Abschnitt 3.1.3 wird ein Ausgangsgemisch im Kohlenstoffmonoxidbereich von 1000 bis 10 000 ppm Volumenanteile hergestellt, mit dem nach den Verfahren in den Abschnitten 3.1.3.1 und 3.1.3.2 weitere Gaspipetten gefüllt und die Füllungen verdünnt werden, um unterschiedliche Gemische in den folgenden Bereichen herzustellen:

100 bis 1000 ppm Volumenanteile
10 bis 100 ppm Volumenanteile
1 bis 10 ppm Volumenanteile

3.1.4.1 Diese Vorgänge sind mit einem Satz von Gefäßen durchzuführen, die durch Wasser- oder Quecksilber-Auswägung bei eingestellter Temperatur kalibriert wurden. Ein Beispiel eines für Laboraufgaben verwendeten Gefäß-Satzes ist mit Angabe der Volumenmeßgenauigkeit und der Kenngrößen der für diese Messungen verwendeten Waagen in Tabelle 1 aufgeführt.

3.1.4.2 Die Ergebnisse der zur Herstellung der Prüfgase in den vier Konzentrationsbereichen durchgeführten Vorgänge sind in Tabelle 2 schematisch dargestellt.

3.1.4.3 Die Fehlerberechnungen bezüglich der erhaltenen Konzentrationen sind im einzelnen in Anhang B beschrieben.

Die Abweichungen bei den Volumenmessungen sind in Tabelle 1 angegeben.

Die Abweichungen bei den Druckmessungen betragen:

$\pm 0,1 \text{ mm Hg}^*$ bei Umgebungsluftdruck p (Fortin-Barometer);

$\pm 1 \text{ mm Hg}$ bei dem am Quecksilber-Manometer abgelesenen Druck P .

3.2 Verfahren mit dem beweglichen Kolben

3.2.1 Apparatur

3.2.1.1 Eine Prinzipskizze der Apparatur zeigt Bild 3.

Die Apparatur besteht aus einem Glaszylinder von 60 cm Länge und 10 cm Durchmesser. Der Zylinder enthält einen freibeweglichen Edelstahl-Kolben, der mit PTFE-Kolbenringen versehen ist, durch die die Paßgenauigkeit an der Glaswandung des Zylinders gewährleistet wird. Das im Zylinder befindliche Gas kann an den Kolbenringen vorbei umgewälzt werden.

Der Glaszylinder ist in einem Gestell aufgenommen, das sich um 360° drehen läßt. Bei dieser Drehbewegung sinkt der Kolben durch sein Eigengewicht auf den Boden des Zylinders ab. Die Senkgeschwindigkeit des Kolbens läßt sich durch Einstellen des Neigungswinkels des Zylinders steuern.

An jedem Ende des Zylinders ist ein Ein- und Auslaßanschluß angebracht und die Edelstahl-Leitungen sind jeweils über ein Kugelgelenk mittig am Zylinder angeschlossen.

Das zentrale Steuerpult der Anlage enthält ein gaschromatographisches Probeneinlaßteil mit Kalibriererschleife. Diese Leitung enthält auch eine Öffnung mit Septum zum Eingeben mittels Spritze. An dieser Leitung ist ferner ein Ventil angebracht, um den Zustand der Probe bei Ablauf des Verfahrens auf Umgebungsluftdruck einzustellen.

Bei Auswahl geeigneter Ventile kann ein geschlossenes System hergestellt werden. Durch die Drehbewegung des Zylinders wird dann ein Verschieben des Kolbens bewirkt und das eingeschlossene Gas im System umgewälzt. Da auch ein Teil des Gases an den Kolbenringen vorbeiströmt, kann mit diesem Umwälzsystem eine sehr innige Durchmischung erreicht werden.

3.2.1.2 Außerdem werden folgende Geräte benötigt:

a) Druckgasbehälter mit der Beimengung

Der Reinheitsgrad dieses Gases muß bekannt sein.

Anmerkung: Bei dem Beispiel in den Abschnitten 3.2.3 bis 3.2.5 handelt es sich bei diesem Gas um Kohlenstoffmonoxid (CO) mit garantierter Konzentration $> 99,95\%$.

b) Druckgasbehälter mit dem Grundgas

Das Gas muß einen bekannten Reinheitsgrad haben und die Konzentration der Beimengung muß bekannt sein.

*) Siehe Nationales Vorwort