

DIN EN 61207-3



ICS 71.040.40

Entwurf

Einsprüche bis 2017-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 61207-3:2002-11 und
DIN EN 61207-3
Berichtigung 1:2003-05

**Angabe zum Betriebsverhalten von Gasanalysatoren –
Teil 3: Paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte
(IEC 65B/1059/CDV:2016);
Deutsche Fassung prEN 61207-3:2016**

Expression of Performance of Gas Analyzers –
Part 3: Paramagnetic oxygen analysers
(IEC 65B/1059/CDV:2016);
German version prEN 61207-3:2016

Expression des qualités de fonctionnement de analyseurs de gaz –
Partie 3: Analyseurs d'oxygène paramagnétiques
(IEC 65B/1059/CDV:2016);
Version allemande prEN 61207-3:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-06-02 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 58 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE

Nationales Vorwort

Die Deutsche Fassung des europäischen Dokuments prEN 61207-3:2016 „Angabe zum Betriebsverhalten von Gasanalysatoren – Teil 3: Paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte“ (Entwurf in der Umfrage) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden.

Die Internationale Elektrotechnische Kommission (IEC) und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dem entsprechend ist das internationale Dokument IEC 65B/1059/CDV:2016 „Expression of Performance of Gas Analyzers – Part 3: Paramagnetic oxygen analysers“ unverändert in den Entwurf prEN 61207-3:2016 übernommen worden.

Da die Deutsche Fassung noch nicht endgültig mit der Englischen und Französischen Fassung abgeglichen ist, ist die englische Originalfassung des IEC-CDV entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom SC 65B „Measurement and control devices“ der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet.

Bei der Abstimmung zu dem Europäischen Schluss-Entwurf bei CENELEC und dem Internationalen Schluss-Entwurf bei IEC [Final Draft International Standard (FDIS)] sind jeweils nur „JA/NEIN“-Entscheidungen möglich, wobei „NEIN“-Entscheidungen fundiert begründet werden müssen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium K 966 „Stoffgrößen-Messgeräte für Betrieb und Umwelt“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden Deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO [und/oder] IEC sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN EN 61207-3:2002-11 und DIN EN 61207-3 Berichtigung 1:2003-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Alle normativen und informativen Verweisungen wurden aktualisiert;
- b) alle Begriffe und Definitionen wurden überarbeitet, wo es erforderlich war;
- c) alle fehlerhaften Verweisungen wurden ersetzt und entsprechende aktualisierte Definitionen hinzugefügt.
- d) Die Deutsche Fassung wurde in den Abschnitten 2 und 3 an die aktuellen Standardtexte angepasst.

Angabe zum Betriebsverhalten von Gasanalysatoren – Teil 3: Paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte

	Inhalt	Seite
Einleitung		3
1 Anwendungsbereich und Zweck		4
2 Normative Verweisungen		4
3 Begriffe		4
4 Festlegung technischer Daten		8
4.1 Beschreibung der wesentlichen Hilfseinrichtungen und Betriebsmittel		9
4.1.1 Probennahmesystem		9
4.1.2 Betriebsmittel		9
4.2 Zusätzliche Merkmale hinsichtlich der Festlegung des Betriebsverhaltens		9
4.3 Wichtige Aspekte hinsichtlich der Festlegung des Betriebsverhaltens		10
4.3.1 Bemessungsbereich der Umgebungstemperatur		10
4.3.2 Bemessungsbereich der Temperatur des Probengases		10
4.3.3 Bemessungsbereich des Umgebungsdruckes		10
4.3.4 Bemessungsbereich des Probendruckes		11
4.3.5 Bemessungsbereich des Probendurchflusses		11
4.3.6 Bemessungsbereich des Taupunkts der Probe		11
4.3.7 Bemessungsbereich des Partikelgehalts der Probe		11
4.3.8 Bemessungsbereich für Unsicherheiten der Querempfindlichkeit		11
4.3.9 Bemessungsbereich der Unsicherheiten der Linearität		12
5 Verfahren bei Abnahmeprüfungen		12
5.1 Einleitung		12
5.1.1 Prüfeinrichtung		12
5.2 Durchführung der Prüfungen		12
5.2.1 Unsicherheiten der Querempfindlichkeit		13
5.2.2 Feuchte Proben		13
5.2.3 Verzögerungszeit, Anstiegszeit, Abfallzeit		14
Anhang A (informativ) Quereinfluss durch Begleitgase		21
Anhang B (informativ) Verfahren zur Herstellung von Wasserdampf in Prüfgasen		26
Literaturhinweise		28
 Bilder		
Bild 1 – Magnetisches selbstabgleichendes System mit Stromrückkopplung		14
Bild 2 – Messzelle nach dem thermomagnetischen Verfahren		15
Bild 3 – Messzelle nach dem Differenzdruck-Verfahren		16
Bild 4 – Typisches Probennahmesystem für feuchte Proben mit Pumpe, Filter- und Trocknungseinheit		17

	Seite
Bild 5 – Allgemeine Prüfanordnung – Trockene Gase	18
Bild 6 – Typisches Probennahmesystem für feuchte Proben mit Dampfstrahlpumpe und Wasserabscheider mit Phasentrenner	19
Bild 7 – Prüfeinrichtung, um Analysensystemen Gase und Wasserdampf zuzuführen	20
Tabellen	
Tabelle A.1 – Faktoren zur Nullpunktkorrektur für gängige Gase	22

Einleitung

Paramagnetische Sauerstoffanalysatoren reagieren auf den Sauerstoffpartialdruck in dem zu messenden Gas und die Volumenkonzentration wird anhand der Kenntnis des Gesamtdruckes anschließend bestimmt wie bei vielen anderen Gasanalysatoren. Aus diesem Grund verwenden viele paramagnetische Sauerstoffanalysatoren Druckkompensationen (siehe 4.3.3 und 4.3.4). Sie werden in einer Vielzahl von Anwendungen in der Industrie, im Laboratorium und anderweitig eingesetzt, wobei der Nennmessbereich des Analysators zwischen 0 % und 1 % und 0 % und 100 % liegt (üblicherweise in der Nähe des Atmosphärendruckes).

Nur wenige Gase weisen Paramagnetismus auf, und Sauerstoff hat eine besonders hohe paramagnetische Suszeptibilität (siehe Anhang A). Unter Ausnutzung dieser besonderen Eigenschaft des Sauerstoffs sind Analysatoren konstruiert worden, die hochspezifisch für die Messung bei den meisten industriellen und medizinischen Anwendungen sein können, wobei z. B. ein hoher Hintergrundpegel an Kohlenwasserstoffen vorhanden sein kann.

Zur Messung der paramagnetischen Eigenschaften des Sauerstoffs sind mehrere verschiedene Verfahren bekannt, doch haben sich in vielen Jahren gewerblicher Anwendung drei Hauptverfahren durchgesetzt.

Diese drei Verfahren sind:

- Verfahren mit automatischem Nullabgleich;
- thermomagnetisches Verfahren oder Verfahren mit magnetischem Wind;
- Differenzdruck- oder „Quinke“-Verfahren.

Bei sämtlichen Verfahren muss das Probengas sauber und nicht kondensierend sein, wobei einige Varianten bei erhöhten Temperaturen arbeiten, um auch die Analyse von Proben, die bei niedrigeren Temperaturen kondensieren würden, zu ermöglichen.

Aufgrund dieser Anforderung ist bei Analysatoren häufig ein Probennahmesystem erforderlich, um die Probe vor der Messung vorbehandeln zu können.

1 Anwendungsbereich und Zweck

Dieser Teil der IEC 61207 bezieht sich auf die in der Einleitung erwähnten drei Hauptverfahren. Er betrachtet wesentliche Hilfseinrichtungen und gilt für Analysatoren, die in Räumen oder im Freien aufgebaut sind.

ANMERKUNG Sicherheitskritische Anwendungen können zusätzliche Anforderungen an die Auslegung des Systems und des Analysators notwendig machen, die nicht in dieser Norm enthalten sind.

Diese Norm ist dafür vorgesehen

- Terminologie und Definitionen zum Funktionsverhalten paramagnetischer Analysatoren für die Messung von Sauerstoff in einem Ausgangsgas festzulegen;
- Verfahren zu vereinheitlichen, die bei der Erstellung und Überprüfung der Angaben über das Funktionsverhalten solcher Analysatoren verwendet werden;
- festzulegen, welche Prüfungen durchgeführt werden sollten, um das Funktionsverhalten zu bestimmen, und wie diese Prüfungen ausgeführt werden sollten;
- Basisdokumente bereitzustellen, um die Anwendung der Qualitätssicherungsnormen (ISO 9001, ISO 9002 und ISO 9003) zu unterstützen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden belegten Publikationen sind unentbehrlich für die Anwendung dieses Schriftstückes. Bei datierten Verweisungen kommt nur die zitierte Ausgabe zur Anwendung. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich aller Nachträge).

IEC 60654-1: Industrial-process measurement and control equipment – Operating conditions – Part 1: Climatic conditions

IEC 61115: Expression of performance of sample handling systems for process analyzers

IEC 61207-1: Expression of performance of gas analyzers – Part 1: General

ISO 9001: Quality management systems – Requirements ISO 001: Quality Management Systems-Requirements

3 Begriffe

Im Sinne dieses Teils der IEC 61270 gelten die nachfolgenden Begriffe.

3.1

Magnetische Suszeptibilität

Maß (X) die Änderung der Feldstärke eines Magnetfelds H im Vakuum, wenn das Vakuum durch den Teststoff ersetzt wird

$$X = \frac{H^1 - H}{H} \quad (1)$$

Dabei ist

H die magnetische Feldstärke im Vakuum;

H die magnetische Feldstärke im Teststoff.

$H^1 - H$ ist auch als Magnetisierung M_v bekannt (Magnetisches Dipolmoment pro Volumeneinheit), als volumenbezogene magnetische Suszeptilität.

3.1.1**Paramagnetismus**

Stoffe, die eine Zunahme der magnetischen Feldstärke ($X > 0$) bewirken

3.1.2**Diamagnetismus**

Stoffe, die eine Verminderung der magnetischen Feldstärke ($X < 0$ da H^1-H) bewirken

3.1.3**Spezifische magnetische Suszeptibilität**

gegeben durch das Verhältnis der magnetischen Suszeptibilität nach:

$$X_s = \frac{X}{D} \quad (2)$$

Dabei ist

D die Dichte des betrachteten Stoffes, gemessen in $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ bei 273,15 K, 101,3 kPa.

Die Maßeinheit von X_s ist daher $\text{cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$.

3.1.4**Molare magnetische Suszeptibilität**

die molare magnetische Suszeptibilität X_m ist das Produkt aus spezifischer magnetischer Suszeptibilität und dem Molekulargewicht des betrachteten Stoffes:

$$X_m = X_s \cdot M \quad (3)$$

Dabei wird

M in Gramm pro Mol ($\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$) gemessen (für Sauerstoff ist $M = 32$).

Die Maßeinheit von X_m ist daher $\text{cm}^3\cdot\text{mol}^{-1}$.

ANMERKUNG 1 Elektronen bestimmen die magnetischen Eigenschaften von Stoffen auf zweierlei Weise:

- ein Elektron kann als kleine Kugel mit negativer Ladung angesehen werden, die sich um ihre eigene Achse dreht. Diese rotierende Ladung erzeugt ein magnetisches Moment;
- ein Elektron, das sich auf einer geschlossenen Bahn um einen Atomkern bewegt, erzeugt ebenfalls ein magnetisches Moment.

Die Kombination von Spinmoment und Bahnmoment ist verantwortlich für die sich ergebenden magnetischen Eigenschaften eines einzelnen Atoms oder Ions.

In paramagnetischen Stoffen stammt der Hauptbeitrag zum magnetischen Moment von ungepaarten Elektronen. Die Anordnung der Bahnelektronen und ihrer Spinorientierungen bestimmen den Paramagnetismus des Sauerstoffmoleküls und unterscheiden es von den meisten anderen Gasen.

ANMERKUNG 2 Werden paramagnetische Gase in ein magnetisches Fremdfeld gebracht, so ist der magnetische Fluss im Gas höher, als er im Vakuum wäre, deshalb werden paramagnetische Gase in den Teil des Magnetfeldes mit dem stärksten magnetischen Fluss hineingezogen. Im Gegensatz dazu besitzen diamagnetische Stoffe magnetische Dipole, die einige Kraftlinien des Fremdfeldes verdrängen, aus diesem Grund werden diamagnetische Gase durch den magnetischen Fluss abgestoßen.

ANMERKUNG 3 Die molare magnetische Suszeptibilität von Sauerstoff ist umgekehrt proportional der absoluten Temperatur. Nach Van Vleck [1]¹⁾ kann die molare Suszeptibilität von Sauerstoff durch Gleichung (4) angenähert werden.

Für Sauerstoff

$$X_m = \frac{8L \cdot \mu_B^2}{3kT} \quad (4)$$

Dabei ist

X_m die molare Suszeptibilität von Sauerstoff, gemessen in $\text{dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$;

L die Avogadro-Zahl = $6,0227 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$;

μ_B das Bohr'sche Magneton = $9,274 \times 10^{-24} \text{ A m}^2$;

k die Boltzmann-Konstante = $1,38 \times 10^{-23} \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$;

T die absolute Temperatur in K (Kelvin).

Gleichung (4) kann auch wie folgt geschrieben werden:

$$X_m = \frac{1\,010\,557}{T} \cdot 10^{-9} \text{ dm}^3 \cdot \text{mol}^{-1} \text{ (nur für Sauerstoff)}$$

ANMERKUNG 4 Das volle Verständnis von Paramagnetismus und Diamagnetismus lässt sich aus Lehrbüchern der Physik und anorganischen Chemie gewinnen. Die Erläuterung in dieser Norm soll dem Anwender paramagnetischer Sauerstoffanalysatoren lediglich ein einfaches Verständnis der zunutze gemachten physikalischen Eigenschaften vermitteln.

3.2

Analysator mit automatischem Nullabgleich

Analysatoren dieser Bauart liegt als allgemeines Funktionsprinzip die Verschiebung eines Körpers, der ein Vakuum oder ein diamagnetisches Gas enthält, aus einem Bereich hoher magnetischer Feldstärke durch paramagnetische Sauerstoffmoleküle zugrunde (siehe Bild 1).

Die Messzelle verwendet typischerweise eine Hantel aus Glas, deren Kugeln Stickstoff enthalten und die an einem Torsionsband zwischen magnetischen Polschuhen aufgehängt ist, die einen sehr starken magnetischen Feldgradienten um die Hantel herum erzeugen. Wenn Sauerstoffmoleküle in die Messzelle eintreten, wird die Hantel abgelenkt, da die Sauerstoffmoleküle, die in den Bereich mit der höchsten magnetischen Feldstärke hineingezogen werden, eine Kraft auf die Hantel ausüben. Mit Hilfe einer optischen Ablenkeinheit, einer Magnetantriebspule und geeigneter Elektronik um ein Rückkopplungssignal zu erzeugen, das die Kraft der magnetischen Suszeptibilität kompensiert, erhält man ein Ausgangssignal das dem Partialdruck des Sauerstoffs direkt proportional ist. Der Messumformer kann üblicherweise auf konstanter Temperatur gehalten werden, um Unsicherheiten durch die Änderungen der magnetischen Suszeptibilität mit der Temperatur zu vermeiden. Außerdem ist die erhöhte Temperatur bei Anwendungen von Vorteil, bei denen die Probe nicht besonders trocken ist. Manche Analysatoren sind so konstruiert, dass der Messumformer bei einer Temperatur über 373,15 K (100 °C) arbeitet, um auch Anwendungen zu ermöglichen, bei denen sich bei niedrigeren Temperaturen Kondensate bilden würden. Paramagnetische Effekte aus der Sensororientierung können ebenso die Sauerstoffangabe beeinflussen. Dieser Effekt kann mittels eines Kompensationsalgorithmus kompensiert werden, der Daten aus einem dreidimensionalen Beschleunigungsmesser verwendet, um die Sensorausrichtung relativ zur Ausrichtung während der Kalibrierung zu bestimmen. Aufgrund der mechanischen Beschaffenheit derartiger Einrichtungen ist eine innewohnende Empfindlichkeit gegenüber Schwingungs- und Kreis-Bewegungen gegeben, die potentiell in einer erhöhten Messunsicherheit resultiert.

3.3

Thermomagnetische Analysatoren (Analysatoren mit magnetischem Wind)

Analysatoren dieser Bauart nutzen die Temperaturabhängigkeit der magnetischen Suszeptibilität aus, um einen magnetisch induzierten Gasstrom zu erzeugen, der dann mit einem Durchflusssensor gemessen wer-

¹⁾ Zeichen in eckiger Klammer beziehen sich auf Literaturhinweise.

den kann. Das Probengas wird in eine Messzelle geleitet, die so konstruiert ist, dass der Gasstrom sich am Einlass aufspaltet (siehe Bild 2).

Die beiden Gasströme vereinigen sich am Auslass wieder. In der Mitte befindet sich ein Verbindungsrohr mit dem darauf gewickelten Durchflusssensor. Die eine Hälfte des Verbindungsrohres befindet sich zwischen den Polen eines starken Magneten. Der Durchflusssensor besteht im Wesentlichen aus zwei Drahtspulen, die durch einen elektrischen Strom auf etwa 353,15 K (80 °C) erwärmt werden. Die kalten Sauerstoffmoleküle werden durch das Magnetfeld in das zentrale Rohr gelenkt, ihre magnetische Suszeptibilität nimmt bei der Erwärmung ab, und kältere Sauerstoffmoleküle strömen in das Verbindungsrohr nach. Dadurch wird ein Sauerstoffstrom durch das Verbindungsrohr erzeugt, der die erste Spule kühlt (diese sitzt im Bereich des Magnetfelds), während die Temperatur der zweiten Spule durch diesen Querstrom nicht wesentlich beeinflusst wird. Die beiden Spulen sind mit temperaturempfindlichen Drähten (z. B. Platin-Draht) umwickelt und zu einer Wheatstoneschen Brücke verbunden; der Strom der nicht ausgeglichenen Brücke ist nahezu proportional zum Sauerstoffpartialdruck des Prüfgases.

Modernere Analysatoren verwenden verfeinerte Messzellen mit ringförmigen Widerständen anstelle der beiden Spulen als Durchflusssensor und sind temperaturgeregelt, damit sich Änderungen der Umgebungstemperatur möglichst gering auswirken.

Da sich dieses Verfahren auf die Wärmeübertragung stützt, beeinflusst die Wärmeleitfähigkeit von Begleitgasen den abgelesenen Wert der Sauerstoffkonzentration; die Zusammensetzung der Begleitgase muss daher bekannt sein. Einige Analysatoren ermöglichen eine Korrektur erster Ordnung dieses Effekts durch die Verwendung weiterer Kompensationseinrichtungen.

Thermomagnetische Analysatoren erzeugen kein streng lineares Ausgangssignal, deshalb wird eine zusätzliche Signalverarbeitung benötigt, um das Ausgangssignal zu linearisieren.

3.4

Differenzdruck (Quinke)-Analysatoren

Analysatoren dieser Bauart verwenden ein pneumatisches Ausgleichssystem, das mit Hilfe eines Referenzgases (z. B. Stickstoff) eingestellt wird. Die Messzelle ist so konstruiert, dass sich der Gasstrom am Einlass des Referenzgases in zwei Teilströme aufteilt. Die beiden Teilströme vereinigen sich am Auslass des Referenzgases wieder; dort wird auch das Probengas zugeführt. Mit einem Differenzdrucksensor (oder einem Mikrodurchflusssensor), der zwischen den beiden Referenzgasströmen angeordnet ist, kann jedes Nichtgleichgewicht festgestellt werden. Ein Magnet wird nahe dem Referenzgasauslass in einem Zweig der Messzelle angeordnet, so dass der Sauerstoff in der Probe angezogen und in diesen Zweig geleitet wird und dabei einen Gegendruck erzeugt, der mit dem Differenzdrucksensor nachgewiesen wird (siehe Bild 3).

Differenzdruck-Analysatoren sind unabhängig von der Wärmeleitfähigkeit der Begleitgase, und da nur das Referenzgas mit dem Sensor in Berührung kommt, treten kaum Korrosionsprobleme auf. Einige Messgeräte benutzen gepulste Magnetfelder, um die Neigungsempfindlichkeit zu erniedrigen, und bestimmte Konstruktionen gleichen die Wirkungen von Erschütterungen aus.

3.5

explosionsgefährdeter Bereich

ein Bereich, in welchem eine explosionsfähige Gasatmosphäre in derartigen Mengen vorhanden ist oder auftreten könnte, dass besondere Schutzmaßnahmen für die Bauweise, das Errichten und den Betrieb von Geräten erforderlich werden.

3.6

Wesentliche Hilfseinrichtungen

Einrichtungen, ohne deren Vorhandensein der Analysator nicht innerhalb der Festlegungen betrieben werden kann (z. B. Kalibriersysteme, Referenzgassysteme, Probennahmesysteme)

3.6.1

Probennahmesysteme

siehe Bilder 4 und 5 für typische Probennahmesysteme. Zu den vollständigen Einzelheiten der Anforderungen an Probennahmesysteme siehe IEC 61115.

Ein Probennahmesystem ist ein System, dessen Bauelemente auf einer Platte oder in einem Analysengeräteraum befestigt sind zu dem Zweck, das Probengas vom Probennahmepunkt zum Analysator zu leiten und

die Probe in einem solchen Zustand anzuliefern, dass zuverlässige Messungen durchgeführt werden können. Zu den verwendeten Bauteilen können gehören:

- Druckregler;
- Durchflussmessgeräte;
- Filtereinheiten;
- Pumpen;
- Ventile (hand- und/oder elektrisch betätigt);
- Absorber oder Abscheider;
- Kühler;
- Heizelemente;
- Trockeneinrichtungen;
- Gaswascheinrichtungen.

Diese Bauelemente werden üblicherweise vom Anwender oder häufiger von einem Hersteller als Probennahmesystem bemessen, so dass die Anforderungen des Analysators, wie in den technischen Daten angegeben, im Bemessungsbereich liegen. Die Bemessung des Probennahmesystems hängt deshalb stark von Eigenschaften der Probe des Prozesses ab. Schwankungen des Probendruckes, der Probentemperatur, der Staubbelastung und des Druckes anderer Gase und Dämpfe beeinflussen die endgültige Bemessung des Probennahmesystems.

3.7

Taupunkt der Probe

Der Taupunkt einer Probe wird in Kelvin K angegeben und ist die Temperatur, bei der oder unterhalb derer Kondensation eintritt.

Der Analysator sollte mindestens 5 K über dem Taupunkt der Probe betrieben werden, um die Bildung von Kondensat zu vermeiden.

ANMERKUNG 1 Kondensation am Einlass eines Analysators führt üblicherweise zum Versagen. Abhängig vom Ursprung der Probe kann sich Kondensat aus Wasserdampf oder anderen Dämpfen bilden.

3.8

Referenzgas

Das ist ein Referenzgas mit bekannter konstanter Zusammensetzung. Üblicherweise wird reiner Stickstoff benutzt. Das Referenzgas kann Sauerstoff enthalten. Dies bewirkt eine Unterdrückung des Nullpunkts und ist vorteilhaft, wenn man hohe Sauerstoffkonzentrationen misst, da der Einfluss des Luftdrucks reduziert wird.

4 Festlegung technischer Daten

Die Verfahren sind im Einzelnen in IEC 61207-1 beschrieben. Sie umfassen:

- Anforderungen an Betrieb und Lagerung;
- Festlegung der Messbereiche und Ausgangssignale;
- Grenzwerte der Messunsicherheit;
- empfohlene Referenzwerte und Bemessungsbereiche von Einflussgrößen (siehe IEC 60654-1).

Dieser Teil der IEC 61207 gibt an, welche Anforderungen an die wesentlichen Hilfseinrichtungen und Betriebsmittel gestellt werden. Zusätzliche Merkmale für die Festlegung des Betriebsverhaltens und wichtige Aspekte des Betriebsverhaltens, die für paramagnetische Analysatoren von Belang sind, werden im Einzelnen beschrieben.

4.1 Beschreibung der wesentlichen Hilfseinrichtungen und Betriebsmittel

4.1.1 Probennahmesystem

Das Probennahmesystem muss so festgelegt werden, dass die Probe dem Analysator innerhalb seines Bemessungsbereichs der Einflussgrößen zugeführt wird.

ANMERKUNG 1 Einfache Elemente des Probennahmesystems dürfen in den Analysator eingebaut sein. Probendurchflussmessgeräte, Probendurchflussregler, Bypass-Durchflussmessgeräte, Bypass-Durchflussregler und Probenfilter sind häufig Teile des Analysators.

ANMERKUNG 2 Sind bestimmte Bauteile des Probennahmesystems in den Analysator eingebaut, so ist der Bemessungsbereich der Einflussgrößen weniger beschränkt als bei Analysatoren ohne jedes Probennahmesystem.

Das Probennahmesystem ruft eine zusätzliche Verzögerung der Ansprechzeit des Analysators hervor. Deshalb sollte die Ansprechzeit des Probennahmesystems angegeben werden.

Die chemische Zusammensetzung des Probenstroms muss in der Festlegung des Probennahmesystems berücksichtigt werden. Für brennbare, giftige oder korrodierende Proben müssen besondere Vorsichtsmaßnahmen ergriffen werden.

Einige Stoffe sind sauerstoffdurchlässig (z. B. Silikone) und sollten nicht verwendet werden und die Messunsicherheiten die durch sie eingeführt werden sollen berücksichtigt und falls notwendig vermieden werden. Bei Systemen zum Messen sehr hoher Sauerstoffkonzentrationen sollten die Bauteile des Probennahmesystems gereinigt sein, um beim Betrieb mit Sauerstoff gefährliche Reaktionen mit Verunreinigungen zu vermeiden.

4.1.2 Betriebsmittel

Paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte machen Einrichtungen für die Kalibrierung nach dem Einbau erforderlich. Im Allgemeinen werden Flaschengase und Druckregeleinrichtungen für die Kalibrierung gefordert. Quinke-Analysatoren erfordern außerdem Einrichtungen für die Zuführung des Referenzgases.

ANMERKUNG Zur Kalibrierung des Nullpunkts wird üblicherweise Stickstoff verwendet. Das Prüfgas zur Empfindlichkeitseinstellung ist üblicherweise eine bekannte Konzentration von Sauerstoff in Stickstoff von typisch etwa 80 % des Bereichs. Abhängig von der Luftfeuchte enthält Luft einen Volumenanteil zwischen 20,64 % O₂ und 20,85 % O₂. Daher sollte trockene Luft oder Instrumentenluft mit 20,95 % O₂ für die Kalibrierungen der Empfindlichkeit verwendet werden. Wenn der Sauerstoffgehalt des Probengases hoch ist, wird üblicherweise 100 % O₂ als Prüfgas zur Empfindlichkeitseinstellung verwendet.

4.1.2.1 Bemessungsbereich des Kalibrier- und Referenzgasdruckes

Kalibrier- und Referenzgasdruck müssen in den Grenzen des Bemessungsbereiches für den Probendruck des Analysators liegen, um eine mögliche Beschädigung des paramagnetischen Analysators zu verhindern.

4.1.2.2 Bemessungsbereich des Kalibrier- und Referenzgasdurchflusses

Kalibrier- und Referenzgasdurchfluss müssen in den Grenzen des Bemessungsbereiches für den Probendurchfluss des Analysators liegen. Um Messunsicherheiten möglichst klein zu halten, sollte der Kalibriergasdurchfluss auf denselben Wert eingestellt werden wie der Probendurchfluss. Übermäßig hohe Kalibrier- und Referenzgasdurchflüsse können zur Beschädigung des paramagnetischen Messwertaufnehmers führen, insbesondere durch große Druckstöße, welche durch plötzliches Freiwerden eines zuvor blockierten Durchlasses entstehen können.

4.2 Zusätzliche Merkmale hinsichtlich der Festlegung des Betriebsverhaltens

Es kann erforderlich sein, zusätzlich zu den in IEC 61207-1 angegebenen Merkmalen die nachstehenden Merkmale festzulegen, um das Betriebsverhalten eines paramagnetischen Analysators oder seine Eignung

für eine besondere Anwendung zu bestimmen. Abhängig von der Konstruktion des Analysators oder seiner Anwendung können einige dieser zusätzlichen Bedingungen auch weggelassen werden.

4.2.1 Gefährdungsklasse des Bereiches, in dem der Analysator angeordnet werden soll. Analysatoren für allgemeine Zwecke sind für die Anordnung in explosionsgefährdeten Bereichen nicht geeignet.

4.2.2 Brennbare Gase oder Dämpfe sollten nur mit Analysatoren entnommen werden, die als geeignet ausgewiesen sind, und sollten auf sichere Art vom Analysator weggeführt werden.

4.2.3 Wenn das Probengas giftig ist, sollte dies angegeben werden, da spezielle Wartungsanweisungen erforderlich sein können, um den leckfreien Betrieb sicherzustellen. Der Einbau des Analysators muss auch berücksichtigen, wie das Probengas entlüftet, in den Prozess zurückgeführt oder anderweitig behandelt wird.

4.2.4 Die Einbaulage des Analysators sollte beachtet werden. Beim stationären Einbau sollten die Analysatoren vertikal aufrecht stehen, so dass Unsicherheiten durch Neigung möglichst gering gehalten werden. Bei beweglichen Einbauorten (z. B. auf Schiffen) sollte der Bemessungsbereich für die Neigung festgelegt werden.

4.2.5 Die Erschütterungsempfindlichkeit des Analysators sollte beachtet werden. Für Anwendungen, bei denen die Erschütterungswerte außerhalb des Bemessungsbereichs des Analysators liegen, werden erschütterungsmindernde Befestigungen empfohlen.

4.2.6 Die Ansprechzeit des Analysators und seines Probennahmesystems sollte beachtet werden. Die für den Analysator festgelegte Ansprechzeit wird üblicherweise beträchtlich kürzer sein als die des Probennahmesystems, hängt jedoch von der Konstruktion des Probennahmesystems ab.

ANMERKUNG Verschiedene paramagnetische Analysatoren sind mit einstellbarem Durchfluss des Probengases und einem Bypass-Probennahmesystem versehen.

4.3 Wichtige Aspekte hinsichtlich der Festlegung des Betriebsverhaltens

Obwohl in IEC 61207-1 behandelt, sind die nachstehenden Aspekte für paramagnetische Analysatoren von besonderer Bedeutung.

4.3.1 Bemessungsbereich der Umgebungstemperatur

4.3.2 Bemessungsbereich der Temperatur des Probengases

Die magnetische Suszeptibilität des Sauerstoffs ist temperaturabhängig. Es treten große Messabweichungen auf, wenn die Konstruktion des Analysators keine Kompensation der Temperatur der Messzelle ermöglicht. In der Praxis hängt die Temperatur der paramagnetischen Messzelle von der Umgebungstemperatur und der Gastemperatur ab. In paramagnetischen Prozess-Sauerstoffanalysatoren werden üblicherweise temperaturgeregelter Messzellen verwendet (zusätzlich zur Kompensation der Temperatur), um die Einflüsse von Änderungen der Proben- und der Umgebungstemperatur möglichst gering zu halten. Einfache Analysatoren sind unter Umständen nicht mit temperaturgeregelten Messzellen ausgestattet; in solchen Fällen sollte den Messungen eine Kalibrierung vorausgehen, so dass Umgebungstemperatureffekte und Proben- und Umgebungstemperatureffekte berücksichtigt werden.

4.3.3 Bemessungsbereich des Umgebungsdruckes

Die Messwerte hängen vom Probendruck ab. Steht der Analysator mit der Atmosphäre in Verbindung, so dass sich die Probe im Sensor bei Umgebungsdruck befindet, so führen Änderungen des Luftdruckes zu Messunsicherheiten. Für Analysatoren, bei denen der Messwert direkt proportional zum Probengasdruck ist (Analysator mit automatischem Nullabgleich), gilt für die Messunsicherheit der O₂-Anzeige (% O₂):

$$\Delta O_m = \frac{P_m - P_c}{P_c} \times O_m \quad (5)$$

Dabei ist

O_m die Sauerstoffanzeige zum Zeitpunkt der Messung in % O_2 ;

P_m der absolute Umgebungsdruck zum Zeitpunkt der Messung in kPa;

P_c der absolute Umgebungsdruck zum Zeitpunkt der Kalibrierung in kPa.

Um diese Messunsicherheit zu minimieren, bieten die Hersteller üblicherweise eine Funktion zur Luftdruckkompensation an.

4.3.4 Bemessungsbereich des Probendruckes

Wird die Probe in den Prozess zurückgeführt (unter der Voraussetzung, dass der Prozessdruck im Bemessungsbereich des Probendruckes liegt), so verursachen Änderungen des Prozessdruckes ähnliche Messunsicherheiten.

Probendruckkompensationen wird üblicherweise von den Herstellern von Prozessanalysatoren angeboten, so dass diese Messunsicherheit minimal gehalten wird.

4.3.5 Bemessungsbereich des Probendurchflusses

Die Messunsicherheiten infolge des Probendurchflusses können klein gehalten werden, indem die Kalibrierdurchflüsse auf die zu erwartenden Probendurchflüsse eingestellt werden.

4.3.6 Bemessungsbereich des Taupunkts der Probe

Die Proben müssen innerhalb des Bemessungsbereichs des Probentaupunkts zugeführt werden, um die Zuverlässigkeit des Betriebsverhaltens zu erhöhen. Trotzdem werden Unterschiede der angezeigten Werte auftreten, wenn Messungen auf „feuchter Basis“ mit solchen auf „trockener Basis“ verglichen werden.

ANMERKUNG 1 Ist der Bemessungsbereich des Probentaupunkts für einen Analysator niedrig, dann kann es erforderlich sein, den Wasserdampf im Probennahmesystem aus der Probe zu entfernen. Werden z. B. 10 % Wasserdampf durch das Probennahmesystem entfernt, so ist der entsprechende angezeigte Sauerstoffwert etwa um den Faktor 100/90 größer als der Wert für die feuchte Probe.

ANMERKUNG 2 Verschiedene Sauerstoffanalysatoren sind so konstruiert, dass der Sensor auf Temperaturen im Bereich von 333,15 K bis 393,15 K (60 °C bis 120 °C) geregelt werden kann. Dies ermöglicht, relativ feuchte Proben zuverlässig zu messen. Eine mit Wasserdampf gesättigte Probe enthält z. B. bei 294,15 K (21 °C) 2,5 % Wasserdampf. Diese feuchte Probe läge üblicherweise im Bemessungsbereich des Probentaupunkts für ein Analysengerät, dessen Sensor auf 333,15 K (60 °C) temperaturgeregelt ist. Der Wassergehalt der Probe wird jedoch einen Volumenfehler verursachen im Vergleich zu einer Messung auf trockener Basis, bei der das Wasser vor der Messung entfernt wurde.

4.3.7 Bemessungsbereich des Partikelgehalts der Probe

Um einen zuverlässigen Betrieb zu gewährleisten, benötigen paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte üblicherweise relativ saubere Proben. Der Bemessungsbereich für den Partikelgehalt, angegeben als Masse pro Kubikmeter (mg/m^3), und die maximale Partikelgröße in Mikrometer (μm) sollten nicht überschritten werden.

4.3.8 Bemessungsbereich für Unsicherheiten der Querempfindlichkeit

Paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte messen entsprechend ihrem Konstruktionsprinzip spezifisch den Magnetismus des Probengases. Sauerstoff hat eine hohe magnetische Suszeptibilität, so dass die Messung hochspezifisch ist; siehe jedoch Anhang A zu Querempfindlichkeiten durch andere gebräuchliche Gase. Besonders Stickstoffmonoxid hat eine signifikante Querempfindlichkeit.

Einige Sauerstoffanalysatoren weisen Unsicherheiten der Querempfindlichkeit aufgrund anderer Eigenschaften der Gase als der magnetischen Suszeptibilität auf. Gase mit hoher Wärmeleitfähigkeit der

Probe können z. B. Unsicherheiten der Querempfindlichkeit in Analysatoren mit magnetischem Wind verursachen, obgleich moderne Analysatoren diese Querempfindlichkeit jedoch teilweise kompensieren können.

Der Wasserdampfgehalt muss im Bemessungsbereich des Taupunktes der Probe liegen (siehe 4.3.6). Es können Unsicherheiten der Querempfindlichkeit infolge anderer Störungen als der durch Volumeneffekte auftreten.

4.3.9 Bemessungsbereich der Unsicherheiten der Linearität

Einige Analysatoren sind an sich schon linear und weisen sehr kleine Unsicherheiten der Linearität auf.

4.3.10 Die Bemessungsbereiche der Einflussgrößen für Klimabedingungen, mechanische Bedingungen und Netzversorgungsbedingungen sind in IEC 60654-1 festgelegt. Zusätzlich können paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte durch magnetische Werkstoffe beeinflusst werden, die sich in unmittelbarer Nähe befinden.

5 Verfahren bei Abnahmeprüfungen

5.1 Einleitung

Die in diesem Abschnitt behandelten Prüfungen gelten für den vollständigen Analysator, wie er vom Hersteller geliefert wird, mit allen wesentlichen Hilfseinrichtungen. Der Analysator wird vor den Prüfungen vom Hersteller oder entsprechend seinen Anweisungen aufgebaut.

5.1.1 Prüfeinrichtung

Für die Überprüfung der Werte, die das Betriebsverhalten von paramagnetischen Sauerstoffanalysegeräten bestätigen, sind nachstehende Prüfeinrichtungen erforderlich.

- Gasmischeinrichtung zur Herstellung der erforderlichen Prüfgase (es können bescheinigte Kalibriergase verwendet werden).
- Einrichtung, um dem Analysator die Prüfgase bei dem geforderten Druck, Durchfluss und der geforderten Temperatur zuzuführen. Zur Messung der Ansprechzeit muss zwischen verschiedenen Gasen umgeschaltet werden können.
- Einrichtung zur Messung der Unsicherheiten der Querempfindlichkeit. Hierin enthalten sind temperaturgeregelte Gasspüler, damit die Auswirkung von Wasserdampf gemessen werden kann.
- Eine Klimakammer ist erforderlich, um die zugehörigen Messunsicherheiten infolge von Einflüssen wie Temperatur oder Luftfeuchte zu messen.
- Einrichtung zur Ermittlung der Messunsicherheiten infolge des Einflusses von Netzspannungsschwankungen, Netzfrequenzschwankungen und Netzunterbrechung.
- Einrichtung, um die Messunsicherheiten durch den Einfluss der elektromagnetischen Suszeptibilität zu ermitteln. Es kann erforderlich sein, Störausstrahlungen zu bestimmen.
- Einrichtung zur Ermittlung der Messunsicherheiten unter dem Einfluss von Erschütterungen.

Bild 5 zeigt die allgemeine Prüfanordnung für trockene Gase.

5.2 Durchführung der Prüfungen

Die nachstehenden einschlägigen Prüfungen sind in IEC 61207-1 im Einzelnen beschrieben.

- Unsicherheiten der Querempfindlichkeit.
- Unsicherheiten der Linearität.
- Unsicherheiten der Wiederholpräzision.

- Ausgangssignalschwankungen.
- Drift.
- Verzögerungszeit, Anstiegszeit, Abfallzeit.
- Anwärmzeit.
- Einflusseffekte (Messunsicherheiten infolge von Einflüssen).
- Unsicherheiten der Querempfindlichkeit.

Alle Hilfseinrichtungen für das korrekte Funktionieren des Analysators müssen unter Referenzbedingungen gehalten werden.

Nachstehend sind zusätzliche Prüfmerkmale angegeben, die für paramagnetische Sauerstoffanalysegeräte erforderlich sind.

5.2.1 Unsicherheiten der Querempfindlichkeit

Der Wert für die Prüfung und die Darstellung der Unsicherheiten der Querempfindlichkeit sind vor den Prüfungen zwischen Hersteller und Anwender zu vereinbaren.

Der Hersteller hat die Verpflichtung, die Bestandteile (und deren Konzentration) und Parameter anzugeben, von denen er aus Erfahrung erwartet, dass sie Quereinflüsse hervorrufen von mindestens der kleinsten nachweisbaren Konzentration oder mehr. Dazu gehört auch der Probendruck, wenn keine Druckkompensation vorgesehen ist.

Unsicherheiten der Querempfindlichkeit werden bestimmt, indem dem Analysator zunächst Kalibriergas und dann nacheinander Gase zugeführt werden, die zunächst die höchste zu erwartende Konzentration der jeweiligen Störkomponente enthalten, dann die Hälfte dieser Konzentration, aber im Übrigen identisch mit dem Kalibriergas sind.

Wenn zu erwarten ist, dass sich die Unsicherheit der Querempfindlichkeit über den effektiven Messbereich nicht merklich ändert, darf das Kalibriergas für den Nullpunkt verwendet werden.

Jede Prüfung wird dreimal wiederholt, die mittleren Messunsicherheiten werden ermittelt und als äquivalente Konzentration des zu bestimmenden Bestandteils aufgezeichnet.

5.2.2 Feuchte Proben

Wird gefordert, dass die Prüfungen im Bemessungsbereich des Taupunkts durchgeführt werden oder die Unsicherheiten der Querempfindlichkeit durch Wasserdampf zu messen ist, so gilt Folgendes.

Der Quereinfluss durch Wasserdampf kann nach Berücksichtigung der Verdünnung nach dem gleichen Verfahren wie in 5.2.1 bestimmt werden. Jedoch erfordert die Methode zur Herstellung von Gasen mit bekannter Wasserdampfkonzentration eine spezielle Apparatur, wie in Bild 7 dargestellt, oder indem ein anderes geeignetes System benutzt wird.

Alle Rohrleitungen von der Stelle des Zusatzes von Wasserdampf oder anderer kondensierbarer Dämpfe bis zum Probeneinlass in den Analysator müssen oberhalb des Taupunkts gehalten werden.

Die Referenzbedingungen sind die gleichen wie für trockene Prüfgase.

Bei Analysatoren, die Prüfungen bei hohen Taupunkten erfordern, können Waschflasche und Probenrohrleitungen sowie die Messzelle bei erhöhten Temperaturen betrieben werden. Der Partialdruck des Wasserdampfs für den Bereich von 273,15 K bis 373,15 K (0 °C bis 100 °C) kann nach Gleichung (B.1) berechnet werden.

5.2.3 Verzögerungszeit, Anstiegszeit, Abfallzeit

Bei der Ermittlung dieser Ansprechzeiten ist es wichtig, die Wirkungen des Probenrohres und der Probenbestandteile in Betracht zu ziehen, da die angegebenen Werte am Probeneinlass des Analysators festgelegt werden. Darüber hinaus erfordern die angegebenen Ansprechwerte üblicherweise, dass der Probendurchfluss innerhalb seines Bemessungsbereichs maximal ist, ebenso der Bypass-Durchfluss, wenn der Analysator mit dieser Funktion ausgestattet ist.

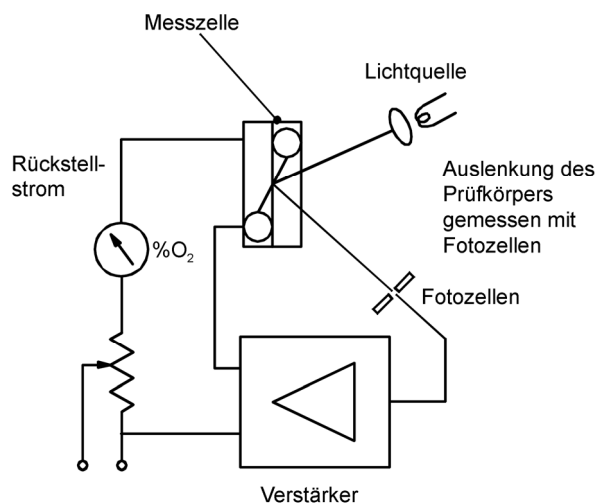


Bild 1 – Magnetisches selbstabgleichendes System mit Stromrückkopplung

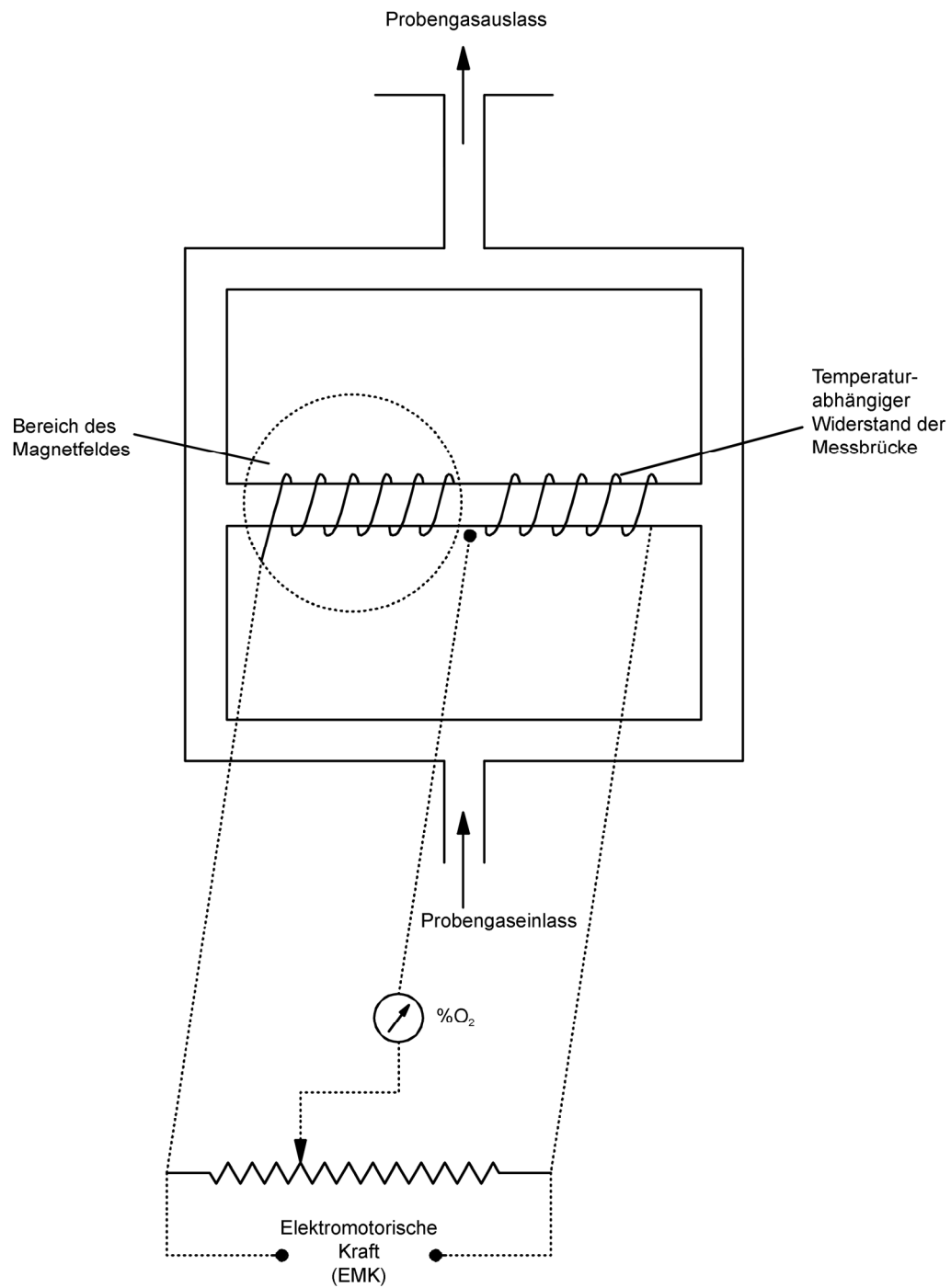


Bild 2 – Messzelle nach dem thermomagnetischen Verfahren

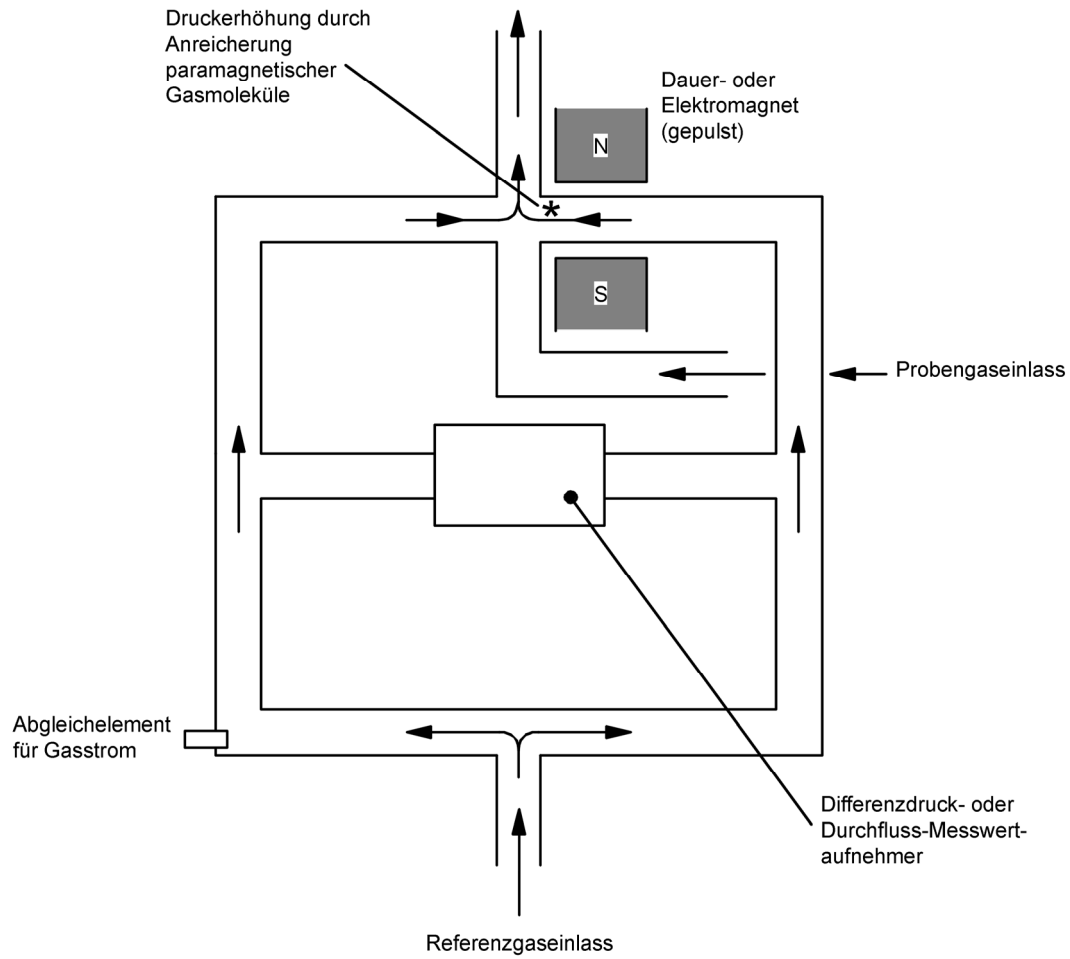


Bild 3 – Messzelle nach dem Differenzdruck-Verfahren