

DIN EN ISO 16664



ICS 71.040.40

Entwurf

Einsprüche bis 2016-08-03
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 16664:2008-11

**Gasanalyse –
Handhabung von Kalibriergasen und Gasgemischen –
Richtlinien (ISO/DIS 16664:2016);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 16664:2016**

Gas analysis –
Handling of calibration gases and gas mixtures –
Guidelines (ISO/DIS 16664:2016);
German and English version prEN ISO 16664:2016

Analyse des gaz –
Mise en oeuvre des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage –
Lignes directrices (ISO/DIS 16664:2016);
Version allemande et anglaise prEN ISO 16664:2016

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-06-03 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

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 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16664:2016) enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO/DIS 16664, 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 DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der prEN ISO 16664 beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in ISO/DIS 16664 zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden nationalen Dokumente verwiesen:

ISO 472	siehe DIN EN ISO 472
ISO 7504	siehe DIN V 51897
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 16664:2008-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Änderungen in der derzeit in Überarbeitung befindlichen ISO 16664 wurden übernommen.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN V 51897, *Gasanalyse — Begriffe und Erläuterungen*

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

Gasanalyse — Handhabung von Kalibriergasen und Gasgemischen — Richtlinien (ISO/DIS 16664:2016)

*Analyse des gaz — Mise en oeuvre des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage — Lignes directrices
(ISO/DIS 16664:2016)*

Gas analysis — Handling of calibration gases and gas mixtures — Guidelines (ISO/DIS 16664:2016)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: parallele Umfrage
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.8f

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Begriffe	6
3 Transport und Lagerung	8
3.1 Allgemeine Bemerkungen	8
3.2 Niedrige Temperaturen	8
3.3 Hohe Temperaturen	9
3.4 Wasser	9
3.5 Lagerung und Handhabung	9
4 Verfahrensweise bei der Entnahme	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Minimaler Verwendungsdruck	9
4.3 Temperatur	10
4.4 Druckminderung und Durchfluss	10
4.5 Flaschenwechsel	10
5 Transfersystem	10
5.1 Spülprozedur	10
5.2 Gesichtspunkte bei der Planung und Konstruktion von Gastransfersystemen	12
5.2.1 Verfahrensweisen zur Gasprobenaufgabe	12
5.2.2 Geräte zur Druck- und Durchflussminderung	12
5.2.3 Werkstoffe für Transferleitungen	12
5.2.4 Allgemeine Methoden und Beispiele für Probenaufgabesysteme	16
6 Stabilität	19
Anhang A (informativ) Überprüfung der Stabilität von Kalibriergasgemischen durch den Endnutzer	20
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16664:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC SS N21 „Gaseous fuels and combustible gas“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom CEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 16664:2016 wurde vom CEN als prEN ISO 16664:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe Internationaler Komitees ist es Internationale Normen zu erstellen. Entwürfe zu Internationalen Normen werden, nach Annahme durch das Internationale Komitee, zur Abstimmung in den Mitgliedsländern verteilt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert eine Zustimmung der abstimmenden Mitgliedsländer von mindestens 75 %.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 16664 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158, *Analysis of gases*, erarbeitet.

Diese zweite/dritte/... Ausgabe ersetzt die erste/zweite/... Ausgabe (ISO 16664:2004), [Abschnitt(e) / Unterabschnitt(e) / Tabelle(n) / Bilde(r) / Anhang/Anhänge] von denen [wurde / wurden] technisch überarbeitet.

Einleitung

Diese Internationale Norm verwendet den Begriff „Kalibriergas“ sowohl für Gasgemische, als auch für reine Gase als Grenzfälle für Gasgemische.

Die Qualität der Kalibriergase in Flaschen, wie durch die Hersteller zertifiziert, wird definiert durch

- a) den korrekten Analyt-Gehalt;
- b) eine bekannte Unsicherheit, die für den bestimmungsgemäßen Gebrauch angemessen ist;
- c) die Stabilität;
- d) die Homogenität.

Während der Verwendungsdauer ist die Qualität der Kalibriergase beeinflusst durch

- Lagerbedingungen beim Hersteller und Nutzer;
- Transportbedingungen;
- die Art der Entnahme und dem Transfer von Kalibriergas;
- das eingesetzte Transfersystem.

SICHERHEITSVORKEHRUNGEN — Nationalen und Internationalen Sicherheitsbestimmungen bezüglich Lagerung, Nutzung und Transport von Gasen und Gasgemischen muss zusätzlich zu dieser Norm Folge geleistet werden.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt Faktoren, die die Zusammensetzung von reinen Gasen und homogenen Gasgemischen, die für Kalibrierzwecke verwendet werden, beeinflussen können. Diese Internationale Norm betrifft ausschließlich Gase und Gasgemische innerhalb ihres „Verwendungszeitraums“ unter besonderer Berücksichtigung von

- der Lagerung von Kalibriergasflaschen;
- der Entnahme von Kalibriergas aus Flaschen;
- dem Transfer von Kalibriergas aus Flaschen zur Kalibrierstelle.

Des Weiteren enthält die Norm eine Kurzbeschreibung eines Verfahrens zur Beurteilung der Stabilität eines Gasgemischs, und sie berücksichtigt die im Zertifikat angegebene Unsicherheit der Zusammensetzung des Gases und die Messunsicherheit des Anwenders.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Kalibriergas

reines Gas oder Gasgemisch, das zur Kalibrierung verwendet wird

2.2

Kalibriergasgemisch

Gasgemisch von bekannter *Stabilität* und *Homogenität*, dessen *Zusammensetzung* auf einem für die Verwendung zur Kalibrierung oder *Verifizierung* eines Messgeräts oder zur *Validierung* eines Messverfahrens etablierten Niveau ermittelt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Kalibriergasgemische sind Normal (Anhang A), wie in ISO/IEC Guide 99 definiert.

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.3

Komponente

chemische Einheit mit festgelegter physischer Kondition, vorhanden in einem Material oder einer Mischung

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.4

Homogenität

Zustand eines Gasgemischs, bei dem seine sämtlichen Komponenten gleichmäßig in dem gesamten Volumen, das von dem Gasgemisch eingenommen wird, verteilt sind

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.5

Verunreinigung

unerwünschte, geringe Komponente in einem Grundgas (und daher auch im Gasgemisch, welches aus dem Grundgas erzeugt wurde)

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.6

Leckrate

Volumen des infolge unvollständiger Abdichtung von Werkstoffen aus dem System austretenden Fluids (Gas bzw. Flüssigkeit) je Zeiteinheit

2.7

Dichtheit

Übereinstimmung mit einer Forderung an die Leckrate

2.8

Einstelldauer

Zeitspanne zwischen dem Zeitpunkt einer sprungförmigen Änderung der Eingangsgröße und dem Zeitpunkt, zu dem die Ausgangsgröße innerhalb vorgegebener Grenzen um ihren Verharrungswert bleibt

[QUELLE: VIM]

2.9

Stabilität

Eigenschaft eines Gasgemischs, das bei festgelegten Konditionen seine Zusammensetzung innerhalb festgelegter Unsicherheitsgrenzen während einer festgelegten Zeitspanne (maximale Lagerfrist) behält

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.10

maximale Lagerfrist

Zeitraum nach dem die festgelegten Eigenschaften des Gasgemischs nicht mehr garantiert werden können

Anmerkung 1 zum Begriff: Darunter wird in der Regel diejenige Frist verstanden, für die der Hersteller gewährleistet, dass das Gasgemisch innerhalb der festgelegten Grenzen seine Zusammensetzung behält, sofern es entsprechend den Anforderungen der Konzepte in 7.1 bis 7.4 aus ISO 7504:2015 gelagert wird.

Anmerkung 2 zum Begriff: Das Ende dieser Frist darf durch ein „Ablaufdatum“ gekennzeichnet werden (siehe auch ISO 6142-1).

[QUELLE: ISO 7504:2015]

2.11

Transfersystem

gasführendes System, das mit dem Flaschenventil beginnt und am Gasprobeneingang in das Messsystem endet und alle Strukturelemente einschließt

2.12

Messunsicherheit

nicht negativer Parameter, der die Dispersion derjenigen Werte beschreibt, die der Messgröße auf der Basis der verwendeten Informationen zugeordnet werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Messunsicherheit schließt Komponenten mit ein, die aus systematischen Effekten entstehen, wie Komponenten, die mit Korrekturen und den Normal-Werten in Verbindung gebracht werden, ebenso wie die definierte Unsicherheit. Manchmal werden systematische Effekte nicht korrigiert, stattdessen werden assoziierte Messunsicherheitskomponenten eingebaut.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Parameter kann beispielsweise eine Standardabweichung, genannt Standardmessunsicherheit (oder ein festgelegtes Vielfaches davon), oder die halbe Weite eines Bereichs sein, der eine Überdeckungswahrscheinlichkeit hat.

Anmerkung 3 zum Begriff: Messunsicherheit enthält im Allgemeinen viele Komponenten. Einige dieser Komponenten dürfen durch Typ-A-Bewertung der Messunsicherheit der statistischen Verteilung der Werte aus einer Reihe von Messungen ermittelt werden und können durch Standardabweichungen ermittelt werden. Die anderen Komponenten, die ebenfalls durch Standardabweichungen gekennzeichnet werden dürfen, können aus Typ-B-Bewertung von Messunsicherheit ermittelt werden, die aus Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen, basierend auf Erfahrung oder anderen Informationen ermittelt wird.

Anmerkung 4 zum Begriff: Generell ist bei einer gegebenen Anzahl von Informationen vorausgesetzt, dass die Messunsicherheit mit einem festgelegten Wert assoziiert wird, der der Messgröße zugeordnet ist. Eine Abwandlung der Werte ergibt eine Änderung der assoziierten Unsicherheit.

[QUELLE: ISO IEC 99:2007, 2.26]

2.13

Verwendungsdauer

Zeitdauer zwischen dem Datum der Zertifizierung und dem Ablaufdatum

2.14

Permeabilität

Eigenschaft eines Werkstoffs, Gase und Flüssigkeiten über einen Diffusions- und Sorptionsprozess bei einer Oberfläche ein- und bei einer anderen Oberfläche auszulassen

Anmerkung 1 zum Begriff: Nicht mit Porosität zu verwechseln.

[QUELLE: ISO 472:2013]

3 Transport und Lagerung

3.1 Allgemeine Bemerkungen

Nach Herstellung des Kalibriergases wird es in Druckgasflaschen zum Anwender transportiert. Die Umgebung, in der die Flaschen transportiert werden, ist in der Regel nicht hinsichtlich Temperatur und Feuchte geregelt. Niedrige Temperaturen können eine abträgliche Wirkung auf die Gemischzusammensetzung haben, insbesondere wenn das Gemisch kondensierbare Komponenten enthält. Als Konsequenz daraus sollten die Umgebungsbedingungen bei Transport und Lagerung niemals über die Herstellerempfehlungen hinausgehen.

Gasflaschen und insbesondere Flaschenventile müssen frei sein von Schmierfett und anderen Schmiermitteln. Während Lagerung und Transport müssen die Flaschenventile geschlossen, die Verschlussmuttern angezogen und die Ventilschutzkappen aufgesetzt sein.

Gasflaschen werden in unterschiedlicher Weise transportiert, z. B. auf dem Luftweg, mit der Eisenbahn, auf der Straße oder auf dem Wasser. In einigen besonderen Fällen können die Einschränkungen hinsichtlich der Temperatur so sein, dass nicht jeder Transportweg in Betracht kommt.

3.2 Niedrige Temperaturen

Die Gasflasche darf während Lagerung und Transport niedrigen Temperaturen ausgesetzt sein. Bei Gasgemischen mit kondensierbaren Komponenten ist es wichtig, dass die Flasche nicht bei Temperaturen unterhalb der vom Hersteller empfohlenen Mindesttemperatur gelagert oder transportiert wird. Wird das Gemisch Temperaturen unterhalb des empfohlenen Bereichs ausgesetzt, so können einige Komponenten kondensieren, und das führt zu einer Änderung der Zusammensetzung des Gemischs.

Falls das Gemisch Temperaturen unterhalb der vom Hersteller empfohlenen Mindesttemperatur ausgesetzt war, ist das Zertifikat des Herstellers nicht mehr gültig. In diesem Fall ist es unerlässlich, dass das Gemisch nicht verwendet wird, bevor vom Hersteller Ratschläge für das weitere Vorgehen eingeholt wurden. Er wird möglicherweise empfehlen, das Gemisch vor Weiterverwendung zu homogenisieren.

3.3 Hohe Temperaturen

Vermeiden Sie hohe Temperaturen (Aufheizung) in der Nähe der Flasche, z. B. durch Schweißbrenner, Lötlampen, Öfen oder andere intensive Wärmequellen. Erhöhte Temperaturen bewirken erhöhte Drücke, die möglicherweise gefährliche Situationen zur Folge haben. Des Weiteren können erhöhte Temperaturen zum Zerfall thermisch instabiler Spezies führen.

3.4 Wasser

Gasflaschen müssen während des Transports vor übermäßiger Feuchte geschützt werden. Schiffstransport kann dazu führen, dass die Flasche mit Wasser besprüht wird; dies und/oder übermäßige Luftfeuchte können zu Korrosion des Flaschenventils führen. Schützen Sie die Flasche stets vor Niederschlag, um Korrosion zu verhindern. Falls die Flaschen unter einem Schutzdach im Freien gelagert werden, sollte auch der Flaschenfuß durch Lagerung über Bodenhöhe vor Wasseransammlungen auf dem Boden geschützt werden.

3.5 Lagerung und Handhabung

Die beste Art, Kalibriergasgemische über einen längeren Zeitraum zu lagern, besteht darin, die Flaschen, gut geschützt gegen Rollen und Fallen, waagrecht hinzulegen. Aus Sicherheitsgründen müssen Flaschen, die brennbare Gase enthalten, von Flaschen, die brandfördernde Komponenten enthalten, getrennt werden.

WARNUNG — Aus allgemeinen Sicherheitsgründen dürfen Druckgasflaschen niemals über 45 °C erwärmt werden.

Bei Gemischen mit kondensierbaren Komponenten kann eine Re-Homogenisierung erforderlich sein, falls sie über einen längeren Zeitraum gelagert wurden und nicht ausgeschlossen werden kann, dass sie dabei Temperaturen unterhalb des Kondensationspunktes ausgesetzt waren. Das lässt sich bewerkstelligen, indem die Flaschen auf Umgebungstemperatur gebracht und sie in waagerechter Lage ausreichend lange kontinuierlich um ihre Achse gedreht werden; die dafür erforderliche Zeit kann vom Matrixgas und den Komponenten abhängen (siehe 4.2).

ANMERKUNG Nach der Re-Homogenisierung ist es notwendig, dass Kontakt mit dem Hersteller aufgenommen wird, damit die Gültigkeit des Kalibriergases bestätigt werden kann.

4 Verfahrensweise bei der Entnahme

4.1 Allgemeines

Bei der Entnahme von Gas aus der Flasche durch das Transfersystem hindurch müssen eine Reihe von Gesichtspunkten beachtet werden.

4.2 Minimaler Verwendungsdruck

In dem an der Flasche befestigten Informationsblatt ist, falls zutreffend, ein Druck angegeben, unterhalb dessen das Gas nicht verwendet werden sollte. Es gibt Berichte, dass in gewissen Fällen bei einem bestimmten Druck Gasmoleküle, die an der Innenwand der Flasche festgehalten werden, sich bei Druckabfall in der Flasche von der Wandoberfläche lösen, mit der Folge eines erhöhten Stoffmengenanteils.

ANMERKUNG Zusätzlich zu dieser Auswirkung auf die Stabilität des Gasgemischs ist es aus Herstellersicht wichtig, dass die Flasche nicht vollständig entleert wird, da die Flasche sonst mit Umgebungsluft verunreinigt werden kann. Das trifft insbesondere für speziell behandelte Flaschen zu, bei denen Stabilität ein Kernpunkt ist.

4.3 Temperatur

Gasgemische mit kondensierbaren Komponenten werden seitens des Herstellers häufig auf einen bestimmten Temperaturbereich eingeschränkt. Bei der Berechnung eines solchen Gemischs legt der Hersteller eine bestimmte Verwendungstemperatur zu Grunde und berechnet den Dampfdruck bei dieser Temperatur. In der Regel wird eine Sicherheitstoleranz eingerechnet, um die Verwendung des Gemischs in einem bestimmten Temperaturbereich zu ermöglichen; außerhalb dieses Bereichs kann die kondensierbare Komponente jedoch kondensieren, was zu einer Änderung der Zusammensetzung des Gasgemischs führt. Bei der Analyse von Gasgemischen wird empfohlen, abzuwarten, bis alle Flaschen das Temperaturgleichgewicht erreicht haben. Nach den Gasgesetzen (Boyle, Gay-Lussac) haben Temperaturunterschiede zwischen verschiedenen Gasgemischen einen Einfluss auf das Messsignal des Gasanalysators für diese Gemische.

4.4 Druckminderung und Durchfluss

Für gewöhnlich wird die Gasentnahme aus einer Flasche mit einem Druckminderer und/oder einem Durchflussregler (Nadelventil, Massendurchflussregler, Kapillare usw.) geregelt. Auf Grund der reversiblen adiabatischen Entspannung des Gases bei der Gasentnahme aus der Flasche kühlt das Gas in der Flasche ab. Des Weiteren ändert sich durch Joule-Thomson-Abkühlung und/oder Erwärmung die Temperatur des geförderten Gases selbst. Auch hierbei kann es bei Gemischen mit kondensierbaren Komponenten auf Grund dieser Temperatureffekte zu Kondensation kommen. Es ist wichtig, den Druckabfall über die Durchflussregler möglichst klein zu halten. Die Leistungsdaten von Durchflussreglern werden für gewöhnlich vom Hersteller angegeben und liefern genug Information, um zu beurteilen, ob der geforderte Durchfluss sich mit den ausgewählten Durchflussreglern regeln lässt. Bei der Berechnung des Druckabfalls müssen die Abmessungen der Rohrleitung (Innendurchmesser und Länge) berücksichtigt werden.

Externe Beheizung des Gases am oder vor dem Druckminderer und stufenweiser Druckabfall durch Verwendung von mehr als einem Druckminderer können dabei helfen, die Kondensationsgefahr auf ein Minimum zu senken.

4.5 Flaschenwechsel

Erneuter Anschluss von Flaschen bringt immer die Gefahr mit sich, eine undichte Verbindung herzustellen, was aus mehreren Gründen vermieden werden muss. Bei optimaler Organisation sollte der Druckminderer an der Flasche bleiben, und in der Flasche sollte vorzugsweise etwas Gas verbleiben. Das hilft dabei, die Anzahl der Spülzyklen bei der Spülung des Druckminderers vor der Analyse zu verringern. Aber selbst bei optimaler Organisation in diesem Sinne kann im Laufe der Zeit etwas Umgebungsluft in den Druckminderer eindiffundieren, auch wenn er unter Druck steht.

ANMERKUNG Auf lange Sicht kommt es in der Regel zu einer gewissen Diffusion von O₂ und H₂O aus der Umgebung in das Druckmindererventil, auch wenn es unter Druck steht.

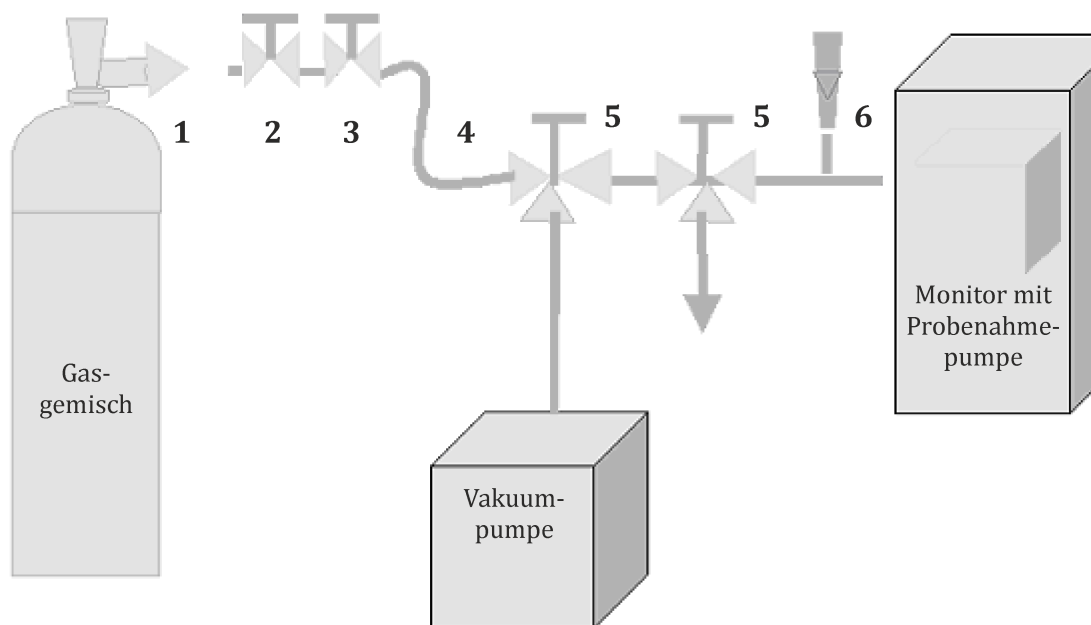
5 Transfersystem

5.1 Spülprozedur

Die Einsatzfähigkeit des Transfersystems, wozu u. a. Dichtheit und Sauberkeit sämtlicher Bestandteile (Druckregler, Ventile, Transferleitung, Verbindungen usw.) gehören, muss gewährleistet sein. Um das sicherzustellen, muss eine für diesen Zweck geeignete Spülprozedur befolgt werden. Es gibt mehrere einfache Verfahrensweisen, die zur Spülung des Transfersystems benutzt werden dürfen; bei der wirksamsten wird eine Vakuumpumpe eingesetzt. Dabei ist sowohl aus Sicherheitsgründen als auch, um das Eindringen von Verunreinigungen von außen zu verhindern, in jedem Falle wichtig, das Flaschenventil nur teilweise und nur kurzzeitig (d. h. 0,5 s) zu öffnen.

Falls eine Vakuumpumpe vorhanden ist, sollte die Spülprozedur wie folgt ablaufen (siehe auch Bild 1).

Die gesamte Transferleitung wird evakuiert und anschließend mit dem zu verwendenden Gasgemisch aufgedrückt. Diese Prozedur sollte mehrmals wiederholt werden; in der Regel genügen drei Zyklen. Dabei muss sichergestellt sein, dass die Druckregler zum Evakuieren geeignet sind, und dass der Spülzyklus mit dem Evakuieren beginnt.



Legende

- 1 evakuierbarer Druckregler
- 2 Dosierventil
- 3 Absperrventil
- 4 Transferleitung
- 5 Dreiwegeventil
- 6 Druckentlastungsleitung mit Durchflussanzeiger (nur für gepumpte Analysatoren)
- 7 Gasgemisch
- 8 Vakuumpumpe
- 9 Motor mit Probenahmepumpe

Bild 1 — Anordnung zur periodischen Spülung von Analysesystemen

Falls keine Vakuumpumpe vorhanden ist, wird die nachfolgende Spülprozedur empfohlen.

Das Transfersystem wird mit dem zu verwendenden Gasgemisch aufgedrückt und anschließend entlastet (d. h. das Gas wird bis auf einen geringen Überdruck abgelassen). Diese Vorgehensweise ist nicht so wirksam wie die Vakuummethode, deshalb sind mehr Zyklen, typischerweise fünf bis acht, erforderlich. Die Anzahl der Zyklen hängt von der Konzentration der Messkomponente ab; bei Gemischen mit niedriger Konzentration sind mehr Wiederholungen nötig. Diese Methode ist jedoch anfällig für das Eindringen von Verunreinigungen von außen und sollte deshalb bei sauerstoffempfindlichen Gemischen nicht zum Einsatz kommen; für diese Gemische wird die Evakuierungsmethode dringend empfohlen.

Für beide Methoden wird aus Sicherheitsgründen der Einbau eines Absperrventils hinter dem Druckregler empfohlen.

5.2 Gesichtspunkte bei der Planung und Konstruktion von Gastransfersystemen

5.2.1 Verfahrensweisen zur Gasprobenaufgabe

Die Gestaltung des Gastransfersystems hängt davon ab, auf welche Weise die Gasproben in den Analysator befördert werden. Für die Probenaufgabe werden üblicherweise zwei Methoden benutzt.

- a) Gepumpte Analysatoren nutzen eine Probenförderpumpe, um das Kalibriergas und das Nullgas von der Probenentnahmestelle zur Probenaufgabestelle am Analysator zu befördern. Die Probenförderpumpe kann sich vor dem Analysator befinden, und dabei wird das Gas in den Analysator hineingedrückt. Umgekehrt kann sich die Probenförderpumpe auch hinter dem Analysator befinden, und dabei wird das Gas durch den Analysator hindurchgesaugt. In beiden Fällen muss das Transfersystem mit einer Druckentlastungsleitung ausgerüstet sein, um übermäßige Druckbelastung des Analysators und der Probenförderpumpe zu verhindern. Die Druckentlastungsleitung muss sich in „T“-Orientierung am Ende der Transferleitung und vor dem Analysator befinden (siehe Bild 1). Die Druckentlastungsleitung muss lang genug sein, um zu verhindern, dass bei einer Ventilschaltung im Normalbetrieb Umgebungsluft aus dem Labor in den Analysator gepumpt wird (eine übliche Länge für eine Druckentlastungsleitung ist etwa 1 m). Zweckmäßig ist auch ein Durchflussanzeiger am Ausgang der Druckentlastungsleitung, damit gegebenenfalls eine Druckentlastung kenntlich gemacht wird. Kalibrierungen und Analysen mit gepumpten Analysatoren, die ohne Druckentlastung durch diese Leitung erfolgen, sind ungültig.
- b) Nicht-gepumpte Analysatoren nutzen den Druck aus den Gasflaschen, um dafür zu sorgen, dass das Gas durch die Transferleitung und den Analysator strömt; sie benötigen deshalb keine Druckentlastungsleitung. Jedoch reagieren viele Analysatoren, insbesondere optische Instrumente, empfindlich auf Änderungen beim Gasdruck und Gasdurchfluss.

5.2.2 Geräte zur Druck- und Durchflussminderung

Es ist wichtig, für die Druck- und Durchflussminderung solche Geräte einzusetzen, die den besonderen Anforderungen des jeweiligen Falls am besten gerecht werden. Allgemein ausgedrückt, heißt das: die Geräte müssen zwecktauglich sein. Die Geräte sollten den Gasstrom auf die erforderlichen Werte von Druck und Durchfluss regeln, und sie sollten aus den für das verwendete Gas am besten geeigneten Werkstoffen gefertigt sein. In vielen Fällen wurde die Fehlerfreiheit von Kalibriergasen von hohem Qualitäts- und Preisniveau durch Verwendung minderwertiger oder ungeeigneter Geräte für die Druck- und Durchflussminderung beeinträchtigt.

Reaktive Gase erfordern beispielsweise ausgedehntes Spülen der „befeuchteten“ Bereiche der Transferleitung und, insbesondere, des Druckreglers. Der Einsatz „kleinvolumiger“ Regler verringert die befeuchtete Oberfläche und verringert damit den erforderlichen Spülaufwand. Bei nicht-reaktiven Gasen wie CO₂ und Inertgasen dürfen die meisten Reglertypen verwendet werden; jedoch muss die Werkstoffverträglichkeit beachtet werden. Tabelle 1 enthält kurzgefasste Angaben zur Verträglichkeit Gas/Werkstoff, die eine Hilfestellung bei der Auswahl von Geräten zur Druck- und Durchflussminderung geben. Da diese Angaben recht allgemein gehalten sind, ist es ratsam, die Eignung des Transfersystems weitergehend zu überprüfen.

ANMERKUNG Weitere Informationen zur Werkstoffverträglichkeit sind in den Literaturhinweisen [5] bis [9] zu finden.

5.2.3 Werkstoffe für Transferleitungen

Wie in 5.2.2 erwähnt, ist die Auswahl der Werkstoffe für Geräte zur Druckminderung außerordentlich wichtig, insbesondere wenn stärker reaktive Gase gemessen werden sollen. Darüber hinaus ist aber auch die Auswahl der Werkstoffe für die Transferleitungen wichtig. Tabelle 1 enthält Angaben zu den meist verbreiteten Gasen und ihrer Verträglichkeit mit einer Reihe von Werkstoffen.