DEUTSCHE NORM *Entwurf* April 2014

DIN EN ISO 6142-1

DIN

ICS 71.040.30

Einsprüche bis 2014-05-07
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6142:2006-11

Entwurf

Gasanalyse – Herstellung von Prüfgasen – Teil 1: Wägeverfahren für Prüfgase der Klasse I (ISO/DIS 6142:2014); Deutsche Fassung prEN ISO 6142:2014

Gas analysis –
Preparation of calibration gas mixtures –
Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures (ISO/DIS 6142:2014);
German version prEN ISO 6142:2014

Analyse des gaz –
Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage –
Partie 1: Méthode gravimétrique des mélanges Classe I (ISO/DIS 6142:2014);
Version allemande prEN ISO 6142:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-03-07 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 Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN, 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 48 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Normenausschuss Gastechnik (NAGas) im DIN

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung des internationalen Dokuments ISO/DIS 6142-1:2014, das vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“, dessen Sekretariat vom NEN (Niederlande) gehalten wird, in Zusammenarbeit mit dem CEN/CS erarbeitet wurde.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der NA 062-05-73 AA „Gasanalyse und Gasbeschaffenheit“ des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 6141	siehe	DIN EN ISO 6141
ISO 6143	siehe	DIN EN ISO 6143
ISO 14912	siehe	DIN EN ISO 14912
ISO 16664	siehe	DIN EN ISO 16664

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6142:2006-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Titel geändert, „für Prüfgase der Klasse I“ hinzugefügt;

b) Einleitung ergänzt;

c) Abschnitt 3 „Begriffe“ und Abschnitt 4 „Symbole“ neu aufgenommen;

d) Abschnitt 7 „Reinheitsanalyse“ neu aufgenommen;

e) Abschnitt 8 „Bestimmung der Massen und Berechnung der mit der Herstellung verbundenen Unsicherheit“ neu aufgenommen;

f) Abschnitt 9 „Homogenität und Stabilität des Kalibriergemisches“ neu aufgenommen;

g) Abschnitt 10 „Verifizierung der Zusammensetzung eines Kalibriergemisches“ überarbeitet (früher Abschnitt 6);

h) Abschnitt 11 „Unsicherheit des Kalibriergemisches und Erstellung eines Zertifikates“ neu aufgenommen;

i) Anhänge vollständig umstrukturiert und überarbeitet, z. B. Anhang A „Vorsichtsmaßnahmen beim Wägen, Handhaben und Füllen der Gasflaschen“ war früher Anhang C;

j) die Schätzung der Unsicherheit auf den neusten technischen Stand gebracht;

k) die Validierung der Zusammensetzung von gravimetrisch hergestellten Kalibriergasen auf den neusten technischen Stand gebracht.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6141, *Gasanalyse — Anforderungen an Zertifikate für Kalibriergase und Kalibriergasgemische*

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

DIN EN ISO 14912, *Gasanalyse — Umrechnung von Zusammensetzungsangaben für Gasgemische*

DIN EN ISO 16664, *Gasanalyse — Handhabung von Kalibriergasen und Gasgemischen — Richtlinien*

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

— *Entwurf* —

CEN/TC SS N21

Datum: 2014-02

prEN ISO 6142-1:2014

CEN/TC SS N21

Sekretariat: CMC

Gasanalyse — Herstellung von Prüfgasen — Teil 1: Wägeverfahren für Prüfgase der Klasse I (ISO/DIS 6142-1:2014)

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Partie 1 : Méthode gravimétrique des mélanges Classe I (ISO/DIS 6142-1:2014)

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures (ISO/DIS 6142-1:2014)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: Arbeitsdokument
Dokumentsprache: D

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

Inhalt

Seite

Vorwort 4
Einleitung 5
1 Anwendungsbereich 6
2 Normative Verweisungen 6
3 Begriffe 7
4 Symbole 7
5 Kurzbeschreibung 8
6 Planung der Herstellung des Gemisches 10
6.1 Durchführbarkeit der Herstellung des Gasgemisches 10
6.1.1 Sicherheitsbetrachtungen 10
6.1.2 Reaktionen zwischen Komponenten eines Gemisches 10
6.1.3 Reaktionen mit Behältermaterialien 10
6.2 Wahl des Herstellungsverfahrens 10
6.3 Berechnung der Zielmassen 11
6.4 Kondensation von Komponenten aus der gasförmigen Phase 11
7 Reinheitsanalyse 11
8 Bestimmung der Massen und Berechnung der mit der Herstellung verbundenen Unsicherheit 12
8.1 Vorbereitung der Gasflasche 12
8.2 Bestimmung der Massen und zugehörigen Unsicherheiten 12
8.3 Molare Massen und Unsicherheiten 12
8.4 Berechnung der Gemischzusammensetzung 13
8.5 Berechnung der Unsicherheit aufgrund der gravimetrischen Bestimmung 13
9 Homogenität und Stabilität des Kalibriergasgemisches 13
9.1 Homogenität 13
9.2 Stabilität 14
9.2.1 Allgemeines 14
9.2.2 Beurteilung der Stabilität 14
9.2.3 Statistik zur Beurteilung der Stabilität 16
9.3 Abschließende Betrachtungen und Berechnung der mit der Herstellung verbundenen Unsicherheit 16
10 Verfizierung der Zusammensetzung eines Kalibriergasgemisches 17
10.1 Zielsetzungen 17
10.2 Statistische Tests zur Übereinstimmung und auf die Verifizierung zurückführbare Unsicherheit 17
11 Unsicherheit des Kalibriergasgemisches und Erstellung eines Zertifikats 18
Anhang A (informativ) Vorsichtsmaßnahmen beim Wägen, Handhaben und Füllen der Gasflaschen 19
A.1 Allgemeines 19
A.2 Wägen 19
A.2.1 Mögliche Quellen der Unsicherheit beim Wägen 19
A.2.2 Wahl der Waage 19
A.2.3 Umgebung der Waage 20

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

A.2.4 Leistungsverhalten der Waage 20
A.2.5 Nutzung von Waage, Gewichtsstücken und Wägung 20
A.3 Gasflaschen 21
A.3.1 Mögliche Quellen der Unsicherheit 21
A.3.2 Wahl der Gasflaschen 21
A.3.3 Handhabung der Gasflaschen 21
A.3.4 Sicherheitsbetrachtungen 22
A.4 Befüllen der Gasflaschen 22
A.4.1 Quellen der Unsicherheit 22
A.4.2 Grundsätzliche Verfahren für die Herstellung von Kalibriergasgemischen 23
A.4.3 Herstellung durch Verwendung von reinen Gasen oder Vorgemischen 23
A.4.4 Herstellung durch Transferieren einer Nebenkomponente aus einer separaten Gasflasche 24

Anhang B (informativ) Praktische Beispiele 25
B.1 Einleitung 25
B.2 Verfahren zum Wägen der Gasflasche 25
B.3 Beispiele für hinzugefügte Massen und Unsicherheiten 26
B.4 Beispiel einer Reinheitstabelle 27

Anhang C (informativ) Leitfäden zur Schätzung von Fülldrücken zur Vermeidung der Kondensation von kondensierbaren Komponenten in Gasgemischen 28
C.1 Bestimmung der Fülldruckgrenzen für allgemeine Gasgemische 28
C.2 Anwendung — Erdgas 28
C.2.1 Dampfdrücke von Komponenten 28
C.2.2 Phasenverhalten des Endgemisches 29

Anhang D (normativ) Einbringen einer Flüssigkeit 31
D.1 Kurzbeschreibung 31
D.2 Verfahren 31
D.2.1 Allgemeine Anleitung 31
D.2.2 Verfahren mit Spritze 31
D.2.3 Verfahren mit einem Glasrohr 32
D.2.4 Dampf in einem Gefäß 32
D.2.5 Verfahren mit U-Rohr 33
D.2.6 Verfahren mit Minigasflasche 33

Anhang E (informativ) Relative Atom- und Molekülmassen 37
E.1 Allgemeines 37
E.2 Standardwerte für die relativen Atommassen 37
E.3 Relative Molekülmassen 38

Anhang F (informativ) Ableitung der Gleichung zur Berechnung der Zusammensetzung des Kalibriergasgemisches 39

Anhang G (informativ) Sensitivitätskoeffizienten zur Berechnung der Unsicherheit des Mengenanteils einer Komponente 41

Anhang H (informativ) Ableitung der Gleichung für die endgültige Messunsicherheit des Kalibriergasgemisches 42

Literaturhinweise 43

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6142-1:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Gasanalyse“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/CS erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieser Teil von ISO 6142 annulliert und ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6142:2001) und deren Änderung (ISO 6142:2001/Amd.1:2009), die überarbeitet wurden, um die Verfahren der Herstellung, Schätzung der Unsicherheit und Validierung der Zusammensetzung von gravimetrisch hergestellten Kalibriergasen auf den neusten Stand zu bringen.

ISO 6142 besteht unter dem Haupttitel *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures* aus den folgenden Teilen:

— *Part 1: Gravimetric method for Class I mixtures*

— *Part 2: Gravimetric method for Class II mixtures* (ist zu erarbeiten)

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 6142-1:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 8506142-1:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

Einleitung

Die Überarbeitung von ISO 6142 wurde veranlasst, um den Anwendern dieser Internationalen Norm eine bessere Anleitung besonders in Bezug auf Maßnahmen zur Qualitätssicherung und die Akkreditierung von Laboratorien zur Verfügung zu stellen. Bei der Vorbereitung der Überarbeitung wurde festgelegt, zwei Arten von Kalibriergasgemischen mit unterschiedlichen Niveaus der Qualitätssicherung und mit unterschiedlichem Grad der Messunsicherheit zu unterscheiden. Der Unterschied zwischen den beiden Klassen kann wie folgt zusammengefasst werden:

Kalibriergasgemische der Klasse I werden nach dem vorliegenden Teil von ISO 6142 hergestellt. Die Gemische werden einzeln verifiziert. Vorausgesetzt, dass während der Herstellung und Verifizierung dieser Gemische strenge und umfassende Verfahren der Qualitätssicherung und -kontrolle angewendet werden, können Unsicherheiten erreicht werden, die erheblich kleiner sind als die anderer Herstellungsverfahren. Kalibriergasgemische der Klasse I werden üblicherweise als zertifizierte Referenzgemische bezeichnet.

Kalibriergasgemische der Klasse II werden auf ähnliche Weise wie Kalibriergasgemische der Klasse I hergestellt, jedoch werden diese Gemische nicht einzeln verifiziert. Eine Verifizierung von Kalibriergasgemischen der Klasse II kann auf Verifizierungsprüfungen nach dem Zufallsprinzip beruhen. Diese Prüfungen werden mit Hilfe der statistischen Qualitätskontrolle überwacht, wie in ISO 6142-2 beschrieben. Bei Gemischen, die identische Verbindungen enthalten und nominell identische Unsicherheiten aufweisen, liegen in Kalibriergasgemischen der Klasse II immer Stoffmengenanteile vor, die größere Unsicherheiten aufweisen als ihre Pendants von Klasse I.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 6142 legt ein gravimetrisches Verfahren für die Herstellung von Kalibriergasgemischen in Gasflaschen mit rückführbaren Werten für den Stoffmengenanteil (Mengenanteil) von einer oder mehreren Komponenten fest. In diesem Teil von ISO 6142 wird ein Verfahren zur Berechnung der mit dem Mengenanteil jeder Komponente verbundenen Unsicherheit beschrieben. Diese Berechnung der Unsicherheit erfordert die Bewertung der Unsicherheitsbeiträge aufgrund von verschiedenen Faktoren, einschließlich des Wägeprozesses, der Reinheit der Komponenten, der Stabilität des Gemisches und der Verifizierung des Endgemisches.

Dieser Teil von ISO 6142 ist nur auf Gemische von gasförmigen oder vollständig verdampften Komponenten anwendbar, die in gasförmigem oder flüssigem Zustand in die Gasflasche eingebracht werden können. Sowohl Zwei- als auch Mehrkomponenten-Gasgemische (einschließlich Erdgas-Gemischen) werden in diesem Teil von ISO 6142 behandelt. Verfahren zur partieweisen Herstellung von mehr als einem Gemisch in einem einzelnen Prozess sind nicht in diesem Teil von ISO 6142 enthalten.

Dieser Teil von ISO 6142 erfordert die Schätzung der Stabilität des Gemisches für dessen vorgesehene Lebensdauer (maximale Lagerfrist), ist jedoch nicht für die Anwendung bei Komponenten vorgesehen, die unbeabsichtigt miteinander reagieren. Dieser Teil von ISO 6142 erfordert außerdem die Beurteilung und quantitative Bestimmung der Verunreinigungen in jeder bei der Herstellung des Gemisches verwendeten Komponente (Flüssigkeit oder Gas).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 6141, *Gas analysis — Requirements for certificates for calibration gases and gas mixtures*

ISO 6143, *Gas analysis — Determination of the composition of calibration gas mixtures — Comparison methods*

ISO 7504, *Gas analysis — Vocabulary*

ISO 12963:—[1)], *Gas analysis — Measurement protocols and data evaluation techniques for general analytical applications*

ISO 14912, *Gas analysis — Conversion of gas mixture composition data*

ISO 16664, *Gas analysis — Handling and use of calibration gases and gas mixtures — Guidelines*

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*

ISO 19229:—[1)], *Gas analysis — Purity analysis in preparing calibration gas mixtures*

ISO/TS 29041, *Gas mixtures — Gravimetric preparation — Mastering correlations in composition*

IUPAC, *Commission on atomic weights and isotopic abundances: Atomic weights of the elements, biennial review*

1) In Vorbereitung.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 7504.

4 Symbole

b_i	geschätzte Driftrate von Komponente i
K	Erweiterungsfaktor
L_{ij}	Nachweisgrenze von Verunreinigung i im Muttergas j
M_i	molare Masse von Komponente i
M_j	molare Masse von Muttergas j
M_Ω	molare Masse des Endgemisches
m_j	hinzugefügte Masse von Muttergas j
m_Ω	Masse des Endgemisches
n	Anzahl von Komponenten i im Gemisch
P	Anzahl von Muttergasen
p_F	Fülldruck
$p_i\,(T_L)$	Sättigungsdampfdruck von Komponente i bei Temperatur T_L
T_F	Fülltemperatur
T_L	niedrigste Temperatur, der das Gasgemisch augesetzt wird
t_d	Abbauzeit
t_s	Haltbarkeitsdauer des Gemisches
w_i	Massenanteile w_i der Komponenten i im Endgemisch
$w_{i,j}$	Massenanteil von Komponente i im Muttergas j
x_c	Stoffmengenanteil der „reinen“ Komponente im analysierten Material
x_i	Stoffmengenanteil von Komponente i
$x_{i,j}$	Stoffmengenanteil von Komponente i im Muttergas j
$x_{k,j}$	Stoffmengenanteil von Komponente k im Muttergas j
y_k^0	Stoffmengenanteil von Komponente k zum Zeitpunkt $t = 0$
y_k^t	Stoffmengenanteil von Komponente k zum Zeitpunkt t
y_k	Stoffmengenanteil von Komponente k im hergestellten Gemisch
y_{ver}	analysierter Stoffmengenanteil
Ω	Endgemisch

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

5 Kurzbeschreibung

Kalibriergasgemische werden hergestellt, indem reine Gase, reine Flüssigkeiten oder gravimetrisch hergestellte Gemische bekannter Zusammensetzung quantitativ in eine Gasflasche überführt werden, in der das Kalibriergas enthalten sein wird. Die Rückführbarkeit dieser Gemische auf die Mengenanteile nach dem SI-System ergibt sich aus der korrekten Ausführung der folgenden Schritte:

1) der Bestimmung der hinzugefügten Massen;

2) der Umrechung der hinzugefügten Massen in Stoffmengenanteile auf der Grundlage der Kenntnis von deren chemischer Reinheit und der zugehörigen relativen Atom- und/oder Molekülmassen;

3) der Verifizierung des Endgemisches anhand unabhängiger Referenzgasgemische.

Bei Kalibriergasgemischen der Klasse II ist eine einzelne Verifizierung des Endgemisches anhand von unabhängigen Referenzgasgemischen nicht erforderlich. Die Verifizierung von Kalibriergasgemischen der Klasse II ist in ISO 6142-2 beschrieben.

Die Masse jeder Komponente wird durch Wägen entweder des Vorratsgefäßes oder der Gasflasche mit dem künftigen Kalibriergasgemisch vor und nach jeder Zugabe festgestellt. Die Differenz dieser beiden Wägungen entspricht der Masse der zugefügten Komponente. Die Wahl zwischen diesen beiden Wägeverfahren hängt von der Unsicherheit ab, die hinsichtlich des Mengenanteils des Endgemisches erforderlich ist. In Anhang A ist eine weiterführende Anleitung zu Vorsichtsmaßnahmen beim Wägen, Handhaben und Füllen von Gasflaschen angeführt.

ANMERKUNG Bei der Zugabe von kleinen Massen einer spezifizierten Komponente wird eine hochempfindliche Waage benötigt. Wenn eine derartige Waage einen unzureichenden Wägebereich zum Wägen des Endgemisches aufweist, kann eine kleine hinzugefügte Masse am besten durch Wägen einer Vorratsgasflasche geringen Volumens vor und nach der Zugabe der Komponente zu der Hauptflasche ausgeführt werden.

Ein einstufiges Herstellungsverfahren darf angewendet werden, wenn die Masse jeder hinzugefügten Komponente groß genug ist, um genau gemessen zu werden. Alternativ darf ein mehrstufiges Verdünnungsverfahren angewendet werden, um ein Endgemisch mit annehmbarer Unsicherheit zu erhalten, besonders wenn niedrige Mengenanteile nötig sind. Bei diesem Verfahren werden „Vorgemische“ gravimetrisch hergestellt und als Muttergase in einem oder mehreren der Schritte verwendet.

Ein Beispiel für die zur Herstellung eines Kalibriergasgemisches angewendeten Schritte ist in Anhang B angeführt.

Die Bestimmung der Reinheit jedes bei der Herstellung des Gemisches verwendeten Materials (Flüssigkeit oder Gas) ist in Abschnitt 7 beschrieben. In Abschnitt 8 werden die Bestimmung der Massen und die Berechnung der mit der Herstellung verbundenen Unsicherheit beschrieben. Die Homogenität und Stabilität des Gasgemisches werden in Abschnitt 9 behandelt. Die Verifizierung des Mengenanteils der Komponenten im Endgemisch anhand unabhängiger Normale ist in Abschnitt 10 beschrieben. Die Berechnung der Unsicherheit des Kalibriergasgemisches ist in Abschnitt 11 angeführt.

Ein Überblick über das gravimetrische Verfahren zur Herstellung von Kalibriergasgemischen, das auf Anforderungen an die Zusammensetzung und den Grad der Unsicherheit beruht, ist als Ablaufschema in Bild 1 angegeben. Die einzelnen Schritte sind in den nachfolgenden Abschnitten ausführlicher erklärt (in Bild 1 ist für jeden Schritt der Bezug zum Unterabschnitt angegeben).

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

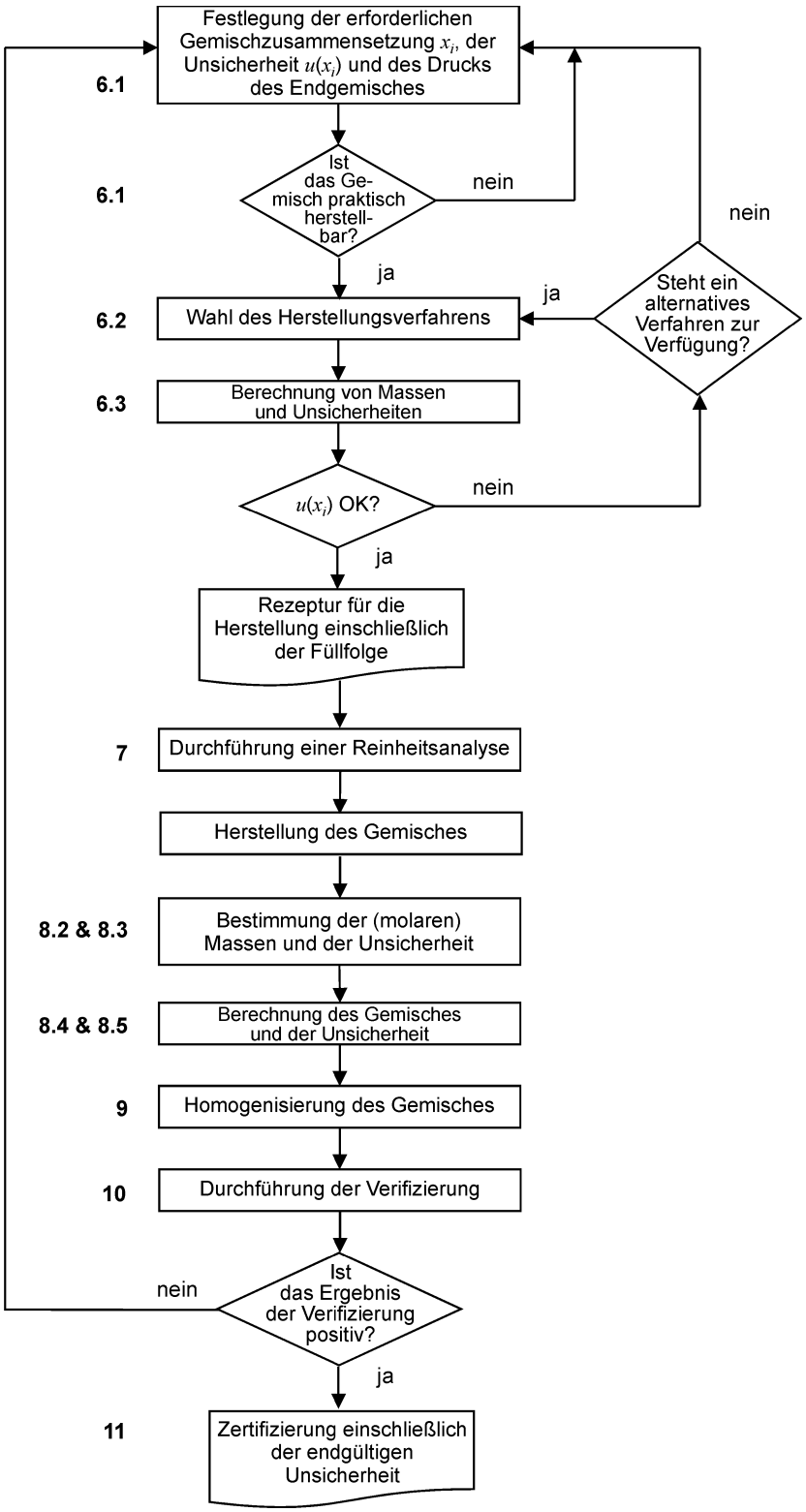

Bild 1 — Ablaufschema zur Herstellung von Kalibriergasgemischen unter Anwendung des gravimetrischen Verfahrens

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

6 Planung der Herstellung des Gemisches

6.1 Durchführbarkeit der Herstellung des Gasgemisches

6.1.1 Sicherheitsbetrachtungen

Gasgemische, die potenziell zu gefährlichen Reaktionen fähig sind, müssen aus Sicherheitsgründen ausgeschlossen werden. Nationale und internationale Sicherheitsbestimmungen sollten eingehalten werden.

ANMERKUNG Eine Anleitung ist in den Dokumenten des EIGA (Europäischer Industriegasverband, en: European Industrial Gases Association) IGC 39 „Sichere Herstellung von Gasgemischen“ und IGC 139 „Sichere Herstellung von komprimierten Oxidationsmittel/Brenngas-Gemischen in Gasflaschen“ enthalten.

Der Enddruck des Kalibriergasgemisches darf nicht den angegebenen maximalen Arbeitsdruck der Zielgasflasche überschreiten.

6.1.2 Reaktionen zwischen Komponenten eines Gemisches

Vor der Herstellung eines Gasgemisches ist es unerlässlich, mögliche chemische Reaktionen zwischen den Komponenten des Gemisches zu betrachten. Eine umfassende Zusammenstellung von Kombinationen von Komponenten, die möglicherweise reagieren, ist nicht verfügbar. Deshalb ist chemisches Fachwissen notwendig, um die Stabilität eines Gasgemisches zu beurteilen, und es muss eine Risikoanalyse durchgeführt werden.

6.1.3 Reaktionen mit Behältermaterialien

Bevor ein Gasgemisch hergestellt wird, ist es notwendig, mögliche chemische Reaktionen von Gemischkomponenten mit den Materialien der Druckgasflaschen, ihrem Ventil und dem Transfersystem zu beachten. Besondere Beachtung muss dem Angriff von korrosiven Gasen auf Metalle und mögliche Reaktionen mit Elastomeren und verwendeten Schmiermitteln geschenkt werden, zum Beispiel in den Ventilsitzen und -abdichtungen. Derartige Reaktionen müssen vermieden werden, indem nur Materialien verwendet werden, die gegenüber allen verwendeten Gemischkomponenten inert sind. Wenn das nicht möglich ist, müssen Maßnahmen getroffen werden, um den korrosiven Angriff auf die Materialien zu minimieren, mit denen die Gase Kontakt haben, um jeden signifikanten Einfluss auf die Gemischzusammensetzung und jede Gefahr bei der Lagerung und Verwendung zu verhindern.

ANMERKUNG Informationen über die Verträglichkeit von Gasen mit Behältermaterialien finden sich in der Reihe ISO 11114.

6.2 Wahl des Herstellungsverfahrens

Bei der Auswahl eines Herstellungsverfahrens müssen die folgenden Parameter beachtet werden:

— die angestrebte Zusammensetzung und Unsicherheit des Kalibriergasgemisches;

— der angestrebte Fülldruck des Kalibriergasgemisches;

— die geforderte Herstellungstoleranz;

— die Zusammensetzung jedes verfügbaren Muttergemisches;

— die Kenndaten der zu verwendenden Waage mit den dafür ermittelten Leistungsmerkmalen.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04

6.3 Berechnung der Zielmassen

Der Wert der Zielmassen m_A jeder Komponente A wird unter Anwendung von Gleichung (1) berechnet.

$$m_j = \frac{x_{k,j} \cdot M_k}{\sum_{i=1}^{n} x_{i,j} \cdot M_i} \cdot m_\Omega \qquad (1)$$

Wenn die Zielmassen berechnet sind, wird ein Herstellungsverfahren ausgewählt und die mit den Mengenanteilen verbundenen Unsicherheiten werden berechnet (siehe 8.5). Wenn diese Unsicherheiten als nicht annehmbar erachtet werden, muss ein anderes Verfahren versucht werden. Es kann notwendig sein, bei der Auswahl eines Verfahrens mit annehmbarer Unsicherheit iterativ vorzugehen.

ANMERKUNG Das Herstellungsverfahren kann verschiedene Füllverfahren einschließen, d. h. direktes Verfahren, mehrstufige Verdünnung oder Transferverfahren (Verwendung einer auf einer hochauflösenden Waage mit geringem Wägebereich separat gewogenen kleinen Gasflasche). Weitere Informationen zu den verschiedenen Herstellungsverfahren sind in Anhang A angeführt.

6.4 Kondensation von Komponenten aus der gasförmigen Phase

Wenn Gasgemische, die kondensierbare Komponenten enthalten (siehe Anhang C), hergestellt, gelagert oder gehandhabt werden, dann müssen die folgenden Maßnahmen ergriffen werden, um eine Kondensation zu verhindern, weil diese die Zusammensetzung der Gasphase verändert.

— Bei der Herstellung des Gasgemisches muss der Fülldruck sicher unterhalb des Taupunkt-Dampfdrucks des Endgemisches bei der Fülltemperatur gehalten werden. Um eine Kondensation bei Zwischenstufen zu verhindern, muss diese Bedingung ebenfalls für jedes Zwischengemisch erfüllt werden. Falls die Kondensation eines Zwischengemisches nicht sicher ausgeschlossen werden kann, müssen Maßnahmen ergriffen werden, um jedes mögliche Kondensat zu verdampfen und die Gasphase bei einer geeigneten späteren Stufe zu homogenisieren. Der Fülldruck wird auch unter Berücksichtigung der Abkühlungskurve nach Joule-Thomson (siehe Anhang C) festgelegt.

— Bei der Lagerung des Gasgemisches muss die Lagertemperatur sicher oberhalb des Taupunktdrucks des Gemisches festgelegt werden, der von der Zusammensetzung und dem Fülldruck des Gemisches abhängt.

— Bei der Handhabung des Gasgemisches gilt dieselbe Bedingung für die Handhabungstemperatur. Weiterhin müssen die Transferleitungen erforderlichenfalls beheizt werden, um während des Gemischtransfers eine Kondensation zu vermeiden.

Im Anhang C ist eine Anleitung zur Schätzung des höchsten Fülldrucks für die Zuführung von Komponenten eines Gasgemisches gegeben, bei dem erwartet wird, dass keine Kondensation der kondensierbaren Komponenten auftritt. Ein Beispiel für diese Schätzung ist in C.2 für ein Erdgasgemisch angegeben.

7 Reinheitsanalyse

Bei der Herstellung von Kalibriergasgemischen ist die Reinheitsanalyse ein kritischer Schritt und das einzuhaltende Verfahren muss mit ISO 19229 übereinstimmen. Das Vorliegen von wesentlichen Verunreinigungen in den Ausgangsmaterialien sollte minimiert werden, indem reine Gase gewählt werden, die einen hinreichend hohen Reinheitsgrad aufweisen. Das Ergebnis der Reinheitsanalyse ist eine Tabelle, in der die Mengenanteile aller gemessenen oder anderweitig geschätzten Verunreinigungen mit deren Werten und zugehörigen Unsicherheiten aufgeführt sind.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6142-1:2014-04