DIN EN ISO 6145-1

ICS 71.040.40

Einsprüche bis 2018-10-24
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6145-1:2008-11

Entwurf

Gasanalyse – Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamischen Verfahren – Teil 1: Kalibrierverfahren (ISO/DIS 6145-1:2018); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6145-1:2018

Gas analysis –
Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods –
Part 1: General aspects (ISO/DIS 6145-1:2018);
German and English version prEN ISO 6145-1:2018

Analyse des gaz –
Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes dynamiques –
Partie 1: Méthodes d'étalonnage (ISO/DIS 6145-1:2018);
Version allemande et anglaise prEN ISO 6145-1:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-08-24 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 nmp@din.de 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 den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin, 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 64 Seiten

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

© DIN Deutsches Institut für Normung e. V. · Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.
Alleinverkauf der Normen durch Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

Preisgruppe 15
www.din.de
www.beuth.de

Documents
Document Sharing Hub
2874315

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6145-1:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ erarbeitet.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-05-73 AA „Gasanalyse und Gasbeschaffenheit“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe DIN ISO 5725-1
ISO 6142-1	siehe DIN EN ISO 6142-1
ISO 6143	siehe DIN EN ISO 6143
ISO 11114-1	siehe DIN EN ISO 11114-1
ISO 11114-2	siehe DIN EN ISO 11114-2
ISO 14912	siehe DIN EN ISO 14912
ISO 16664:2017	siehe DIN EN ISO 16664:2017-09

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6145-1:2008-11 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) Die Beschreibung der verschiedenen Techniken der Herstellung von Gasgemischen wurde gekürzt, da sie in den einzelnen Teilen der Normenreihe beschrieben sind. Eine zusammenfassende Tabelle mit den Vor- und Nachteilen von jedem Verfahren wurde aufgenommen;

b) es wurden Empfehlungen für die Handhabung der dynamischen Mischverfahren aufgenommen;

c) die Verfahren und Geräte für die Kalibrierung eines dynamischen Systems wurden besser beschrieben;

d) die Berechnungen der Zusammensetzungen und Unsicherheiten wurden detaillierter beschreiben;

e) es wurden Abschnitte zur Zertifizierung und Verifizierung aufgenommen.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 6142-1, *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasen — Teil 1: Wägeverfahren für Gemische der Klasse I*

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

DIN EN ISO 11114-1, *Gasflaschen — Verträglichkeit von Werkstoffen für Gasflaschen und Ventile mit den in Berührung kommenden Gasen — Teil 1: Metallische Werkstoffe*

DIN EN ISO 11114-2, *Gasflaschen — Verträglichkeit von Flaschen- und Ventilwerkstoffen mit den in Berührung kommenden Gasen — Teil 2: Nichtmetallische Werkstoffe*

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

DIN EN ISO 16664:2017-09, *Gasanalyse — Handhabung von Kalibriergasen und Gasgemischen — Richtlinien (ISO 16664:2017); Deutsche Fassung EN ISO 16664:2017*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

– Entwurf –

CEN/TC 000

Datum: 2018-09

prEN ISO 6145-1:2018

CEN/TC 000

Sekretariat:

Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamischen Verfahren — Teil 1: Kalibrierverfahren (ISO/DIS 6145-1:2018)

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes dynamiques — Partie 1 : Méthodes d'étalonnage (ISO/DIS 6145-1:2018)

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods — Part 1: Methods of calibration (ISO/DIS 6145-1:2018)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... **4**

Vorwort ... **5**

Einleitung ... **6**

1 Anwendungsbereich ... **7**

2 Normative Verweisungen ... **7**

3 Begriffe ... **7**

4 Symbole und Abkürzungen ... **8**

5 Kurzbeschreibung ... **9**
5.1 Allgemeines ... **9**
5.2 Eignung des Verfahrens für die Anwendung ... **9**
5.3 Kolbenpumpen ... **10**
5.4 Kontinuierliche (Spritzen-) Injektion ... **10**
5.5 Kapillardosierer ... **11**
5.6 Kritische Düsen ... **11**
5.7 Thermischer Massendurchflussregler ... **12**
5.8 Diffusion ... **12**
5.9 Sättigung ... **12**
5.10 Permeationsverfahren ... **13**
5.11 Elektrochemische Herstellung ... **13**
5.12 Zusammenfassung ... **13**

6 Empfehlungen für die Handhabung des dynamischen Systems ... **15**
6.1 Sicherheitsbetrachtungen ... **15**
6.1.1 Reaktionen zwischen Gemischkomponenten ... **15**
6.1.2 Reaktionen mit Materialien des dynamischen Systems ... **15**
6.2 Qualitätsbetrachtungen ... **15**
6.2.1 Reinheit von Grundgas-Standards oder „Null“-Gas ... **15**
6.2.2 Handhabung von Gas ... **16**

7 Kalibrierverfahren eines dynamischen Systems ... **16**
7.1 Allgemeines zur Kalibrierung ... **16**
7.2 Kalibrierung jedes Elementes ... **16**
7.2.1 Allgemeines ... **16**
7.2.2 Kalibriergeräte für die Durchflussrate: Prinzip und Unsicherheit ... **17**
7.3 1-Punkt-Kalibrierung eines dynamischen Systems durch Vergleich mit Referenzgasgemischen ... **21**
7.4 Kalibrierzertifikat ... **21**

8 Berechnung der Zusammensetzung und ihrer Unsicherheit ... **21**
8.1 Allgemeines ... **21**
8.2 Berechnungen für volumetrische Verfahren ... **22**
8.2.1 Allgemeines ... **22**
8.2.2 Gleichungen ... **22**
8.3 Berechnungen für gravimetrische Verfahren ... **23**
8.3.1 Allgemeines ... **23**
8.3.2 Gleichungen ... **23**

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

9 Unsicherheitsquellen und Unsicherheit des hergestellten Gemisches 24

10 Verifizierung 24
10.1 Kurzbeschreibung 24
10.2 Verifizierungskriterien 24
10.3 Kalibrierkriterien 25

Anhang A (normativ) Einzelheiten der Berechnung 26
A.1 Volumetrische Verfahren 26
A.1.1 Volumenanteile und damit verbundene Unsicherheit 26
A.1.2 Stoffmengenanteile und damit verbundene Unsicherheit 27
A.2 Gravimetrische Verfahren 28
A.2.1 Stoffmengenanteile und damit verbundene Unsicherheit 28
A.2.2 Massenanteil und damit verbundene Unsicherheit 29

Anhang B (informativ) Atomgewichte und Molmassen 30
B.1 Allgemeines 30
B.2 Standard-Atomgewichte 30
B.3 Molmassen 31

Literaturhinweise 32

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6145-1:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 6145-1:2008 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 6145-1:2018 wurde von CEN als prEN ISO 6145-1:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158, *Gas Analysis*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6145-1:2003), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

— Die Verfahren zur Herstellung von Gasgemischen sind in gekürzter Weise beschrieben, da es nicht erforderlich ist, Texte und Gleichungen aus den einzelnen Teilen der Normenreihe ISO 6145 zu wiederholen Es wurde jedoch eine Übersichtstabelle mit den Vorteilen und Einschränkungen der einzelnen Verfahren eingeführt.

— Empfehlungen zur Handhabung der dynamischen Mischsysteme und Qualitätsbetrachtungen wurden hinzugefügt.

— Die Verfahren und Geräte für die Kalibrierung eines dynamischen Systems haben sich geändert und sind besser beschrieben.

— Die Berechnungen, um die Zusammensetzung und Unsicherheiten zu erhalten, sind ausführlicher und berücksichtigen die verschiedenen Möglichkeiten für die Mischung von Gasen (Volumendurchflüsse oder Massendurchflüsse).

— Abschnitte zu Zertifikaten und Verifizierung wurden hinzugefügt.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 6145 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Einleitung

Dieses Dokument gehört zu einer Normenreihe, die die verschiedenen dynamischen Verfahren zur Herstellung von Kalibriergasgemischen beschreiben.

Es steht eine ganze Anzahl von Techniken zur Verfügung und die Wahl zwischen ihnen wird auf der Grundlage des gewünschten Bereichs der Gaszusammensetzung, der Übereinstimmung der instrumentellen Ausrüstung mit der Anwendung und dem gefordertem Unsicherheitsniveau getroffen. Dieses Dokument hilft dabei, eine fundierte Entscheidung zu treffen, indem es alle Vorteile und Einschränkungen der Verfahren auflistet.

Die grundlegenden, zur Gasgemischherstellung verwendeten Techniken sind:

a) Kolbenpumpen;

b) kontinuierliche Injektion;

c) Kapillaren;

d) kritische Düsen;

e) thermische Massendurchflussregler;

f) Diffusion;

g) Sättigung;

h) Permeation;

i) elektrochemische Herstellung.

Bei dynamischen Verfahren wird ein Gas A mit einem bekannten konstanten Volumen- oder Massenstrom in einen bekannten konstanten Strom eines Komplementärgases B eingebracht. Gase A und B können sowohl reine Gase als auch Gasgemische sein. Der Herstellungsprozess kann kontinuierlich (z. B. mittels Massendurchflussregler, Permeationsröhrchen) oder pseudo-kontinuierlich (z. B. mittels Kolbenpumpe) sein.

Dynamische Herstellungsverfahren erzeugen einen kontinuierlichen Durchfluss von Kalibriergasgemischen in das Analysengerät, erlauben aber in der Regel nicht den Aufbau einer Reserve durch Lagerung unter Druck.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt eine kurze Übersicht über jede der dynamischen Verfahren, die in den folgenden Teilen von ISO 6145 ausführlich beschrieben werden. Dieses Dokument enthält grundlegende Informationen, um eine fundierte Auswahl des einen oder anderen Verfahrens zur Herstellung von Kalibriergasgemischen zu unterstützen. Es beschreibt auch, wie diese Verfahren mit nationalen Normalen in Verbindung gebracht werden können, um die metrologische Rückführbarkeit der Zusammensetzung der hergestellten Gasgemische zu erreichen.

Da alle Verfahren dynamisch sind und auf Durchflussraten beruhen, beschreibt dieser erste Teil von ISO 6145 den Kalibrierprozess durch Messung jedes einzelnen durch das Gerät erzeugten Durchflusses.

Es werden auch Verfahren zur Bewertung der Zusammensetzung der erzeugten Gasgemische durch den Vergleich mit einem bereits validierten Kalibriergasgemisch zur Verfügung gestellt.

Dieses Dokument enthält allgemeine Anforderungen für die Anwendung und den Betrieb dynamischer Verfahren für die Gasgemischherstellung. Es enthält auch die erforderlichen Ausdrücke zur Berechnung der Kalibriergaszusammensetzung und der damit verbundenen Unsicherheit.

Gasgemische, die durch diese dynamischen Verfahren erhalten werden, können verwendet werden, um Gasanalysegeräte zu kalibrieren oder zu überprüfen.

Die Speicherung von dynamisch hergestellten Gasgemischen in Beuteln oder Flaschen geht über den Anwendungsbereich dieses Dokuments hinaus.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 6143, *Gas analysis — Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

ISO 7504, *Gas analysis — Vocabulary*

ISO 12963, *Gas analysis — Comparison methods for the determination of the composition of gas mixtures based on one- and two-point calibration*

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

ISO 19229, *Gas analysis — Purity analysis and the treatment of purity data*

3 Begriffe

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

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— IEC Electropedia: unter http://www.electropedia.org/

— ISO Online Browsing Platform: unter http://www.iso.org/obp

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

3.1
Massenstrom
q_m
Gasmasse je Zeiteinheit

3.2
Volumenstrom
q_v
Gasvolumen je Zeiteinheit

4 Symbole und Abkürzungen

Symbol	Begriff
i,k	Indizes für Komponenten in einem Gas oder Gasgemisch
j	Index für ein Grundgas
m	Masse einer Komponente
M	Molmasse einer Komponente
n	Anzahl von Grundgasen
P	Druck
q	Anzahl von Komponenten im Gasgemisch
q_m	Massenstrom
q_n	Stoffmengenstrom
R	universelle Gaskonstante
r	Anzahl von Grundgasen
T	Temperatur
V	Volumen
q_v	Volumenstrom
v	Massenanteil einer Komponente in einem Grundgas
w	Massenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch
x	Stoffmengenanteil einer Komponente in einem Grundgas
y	Stoffmengenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch
Z	Realgasfaktor
φ	Volumenanteil einer Komponente in einem Grundgas
ϕ	Volumenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

5 Kurzbeschreibung

5.1 Allgemeines

Alle in ISO 6145 (alle Teile) beschriebenen Herstellungsverfahren basieren auf der Kombination von Gasströmen. Diese Durchflüsse können auf Grundlage eines Volumens oder einer Masse berechnet werden. Die Zusammensetzung wird aus den Daten zum Durchfluss und der Zusammensetzung der Grundgase berechnet.

Dies gilt nur für:

— reine Gase,

— Gasgemische, oder

— vollständig verdampfte Komponenten bei Umgebungsdruck,

die nicht miteinander oder einer Oberfläche der Mischvorrichtung reagieren.

Für die Berechnung der Zusammensetzung ist es unerlässlich, die Zusammensetzung der Grundgase zu berücksichtigen, die für die Herstellung des Kalibriergasgemisches verwendet wurden. Selbst wenn solche Gase als „rein“ betrachtet werden, muss ihre Reinheit nach ISO 19229 verifiziert werden. Die entsprechenden Zusammensetzungsangaben dieser Grundgase müssen bei der Berechnung der Zusammensetzung verwendet werden, wie in Abschnitt 7 dieses Dokuments beschrieben.

Darüber hinaus sind praktisch alle Herstellungssysteme empfindlich gegenüber Veränderungen oder Schwankungen der Bedingungen, unter denen das Kalibriergasgemisch hergestellt wird. Diese Bedingungen umfassen typischerweise unter anderem den Druck und die Temperatur der Gase sowie die dynamischen Auswirkungen der Kombination von Durchflüssen und Homogenisierung des Kalibriergasgemisches. In den nachfolgenden Teilen von ISO 6145 wird auf diese Auswirkungen hingewiesen und es ist darauf zu achten, dass diese Anweisungen befolgt werden.

Es steht eine ganze Anzahl von Techniken zur Verfügung und die Wahl zwischen ihnen wird auf der Grundlage des gewünschten Bereichs der Gaszusammensetzung, der Verfügbarkeit der instrumentellen Ausrüstung und der gefordertem Unsicherheit getroffen.

Ein prinzipieller Aufbau eines Gasmischsystems ist in jedem Teil von ISO 6145 beschrieben.

Abhängig vom Prinzip wird jedes dynamische Verfahren Gasgemische mit einer Zusammensetzung erzeugen, die entweder auf dem Volumenanteil, Massenanteil, Mengenanteil oder der Massenkonzentration basiert. Der Kalibriervorgang wird auch die Angabe der Gasgemischzusammensetzung (Massen-, Volumen- oder Mengenanteil) beeinflussen. Der hergestellte Anteil und die entsprechende Unsicherheit hängen sowohl von dem Kalibrierverfahren als auch der Herstellungstechnik ab.

5.2 Eignung des Verfahrens für die Anwendung

Vor der Herstellung eines Gasgemisches ist es notwendig, die Eignung des dynamischen Systems für die Anwendung zu betrachten. Druck und Durchflüsse sollten konsistent mit dem Analysegerät sein, mit dem das dynamische System verbunden wird.

Es sind die Empfehlungen des Herstellers zu beachten. Es ist zu prüfen, ob das dynamische Verfahren empfindlich gegenüber externen Parametern ist, wie z. B. Temperatur oder Atmosphärendruck, und es sind die in jedem Teil von ISO 6145 angegebenen Empfehlungen zu beachten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Abhängig von dem durch das dynamische System verwendeten Prinzip wird sich der erreichbare Konzentrationsbereich in dem hergestellten Gemisch unterscheiden. Um das Leistungsvermögen jedes Verfahrens zu vergleichen, wird ein Verdünnungsverhältnis wie folgt abgeschätzt:

— Verwendung reiner Komponenten als Grundkomponenten (z. B.: in Flaschen oder Permeationsröhrchen oder durch Spritzen-Injektion);

— es wird nur eine einstufige Verdünnung in Betracht gezogen.

Dieses Verdünnungsverhältnis könnte für einige dynamische Systeme durch eine zweistufige Verdünnung erweitert werden.

Bei der Auswahl der Technologie des dynamischen Verfahrens muss der Anwender die Vorteile und Einschränkungen jedes Verfahrens berücksichtigen.

5.3 Kolbenpumpen

Teil 2 von ISO 6145 legt ein volumetrisches Verfahren für die dynamische Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Kolbenpumpen fest. Zwei oder mehr Kolbenpumpen, kombiniert in einer Gasmischpumpe, werden mit einem definierten Verhältnis von Hüben angetrieben. Das Hubvolumen jeder Kolbenpumpe wird individuell durch die Geometrie (Querschnitt) der Flasche und die Hubhöhe des Kolbens bestimmt. Die Zusammensetzung wird durch mechanische Veränderung des Verhältnisses von Hüben schnell verändert. Es werden geeignete Peripheriegeräte für die Gaszufuhr und Homogenisierung des hergestellten Gemisches empfohlen.

Die Kalibrierung des Hubvolumens erfolgt durch dimensionale Messungen in der SI-Basiseinheit von Länge. Die Unsicherheitsbewertung der Gasgemischzusammensetzung und eine Abschätzung der potentiellen Quellen mit Quantifizierung der signifikanten Quellen der Unsicherheit sind in Teil 2 der ISO 6145 detailliert beschrieben.

Durch Kombination von Kolbenpumpen mit entsprechenden Hubvolumen und Hubverhältnissen kann die Zusammensetzung des Kalibriergasgemisches durch Verdünnungsverhältnisse von $1:1$ bis zu $1:10^4$ verändert werden. Größere Verdünnungsverhältnisse können durch eine zweistufige Verdünnung hergestellt werden.

Die Vorteile des Verfahrens bestehen darin, dass die Zusammensetzung und die damit verbundene Unsicherheit des Kalibriergasgemisches aus dem geometrischen Hubvolumen und dem Verhältnis von Hüben der Kolbenpumpen berechnet werden. Der Gehalt jeder Komponente wird direkt in Volumenanteilen und in Mengenanteilen angegeben.

Abhängig von der verwendeten instrumentellen Ausrüstung können Gemischflussraten von 5 l/h bis 500 l/h hergestellt werden.

5.4 Kontinuierliche (Spritzen-) Injektion

Teil 4 von ISO 6145 legt ein Verfahren für die Herstellung von Kalibriergasgemischen durch kontinuierliche Injektion fest.

Die Kalibrierkomponente, entweder in der Gasphase oder in der Flüssigphase, wird aus einem Vorratsgefäß durch eine Kapillare in einen komplementären Inertgasstrom abgegeben. Das System darf eine Spritze enthalten, deren Kolben kontinuierlich durch einen geeigneten drehzahlvariablen Motor angetrieben wird. Alternativ darf die Komponente durch kontrollierte Druckbeaufschlagung des Vorratsgefäßes durch die Kapillare gedrängt werden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Dieses Verfahren ist auch für Mehrkomponentengemische bekannter Zusammensetzung anwendbar. Im Falle von Flüssigkeiten wird die Kalibrierkomponente während der Mischung mit dem Komplementärgas verdampft.

Die Flussrate der Kalibrierkomponente wird durch die Geometrie (Querschnitt) der Spritze und die lineare Geschwindigkeit des Kolbens oder durch kontinuierliche Wägung des Vorratsgefäßes bestimmt.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von $1:10^4$ bis zu $1:10^7$ hergestellt werden.

5.5 Kapillardosierer

Teil 5 von ISO 6145 legt ein Verfahren für die kontinuierliche Herstellung von Kalibriergasgemischen aus reinen Gasen oder Gasgemischen unter Verwendung von Kapillarrohren in einzelnen oder mehrstufigen Kombinationen fest.

Ein konstanter Gasstrom aus einem Kapillarrohr wird unter Bedingungen einer konstanten Druckabnahme in einen geregelten Strom eines Komplementärgases eingeleitet. Das Komplementärgas darf aus einem anderen Kapillarrohr abgeleitet werden.

Diese Anwendung wird in industriellen Gasmischgeräten zur Herstellung spezieller Gasatmosphären verwendet. Gasteiler können verwendet werden, um Gasgemische, die aus reinen Gasen oder Gasgemischen hergestellt wurden, in geregelte Volumenanteile zu teilen.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von 1 : 1 bis zu $1:10^4$ hergestellt werden.

5.6 Kritische Düsen

Teil 6 von ISO 6145 legt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Kalibriergasgemischen mithilfe von Systemen kritischer Düsen fest.

Beim Durchströmen einer kritischen Düse wird sich mit steigendem Druck p_{in} stromauf der Volumenstrom eines Gases erhöhen. Wenn das Verhältnis des Gasdruckes p_{out} stromab zum Gasdruck p_{in} stromauf der Düse den kritischen Wert erreicht hat, wird der Volumenstrom des Gases unabhängig von p_{out} und ist proportional zu p_{in}.

Zur Herstellung von Kalibriergasgemischen mischt der Gasmischer das Komplementärgas, das mit einer bekannten Rate aus einer oder mehreren kritischen Düse(n) strömt, und das zu mischende Gas, welches aus einer oder mehreren kritischen Düse(n) strömt. Die sich ergebende Mischung wird üblicherweise in einer Mischkammer homogenisiert.

Obwohl es insbesondere für die Herstellung von Gasgemischen bei Atmosphärendruck anwendbar ist, bietet das Verfahren auch die Möglichkeit, Gasgemische bei Drücken über Atmosphärendruck herzustellen. Der Eingangsdruck muss dabei mindestens doppelt so hoch sein wie der Ausgangsdruck. Der Bereich der Strömungsraten, der in diesem Dokument abgedeckt ist, reicht von 1 ml/min bis 10 l/min.

Der Vorteil des Verfahrens besteht darin, dass sich bei Verwendung einer entsprechenden Anzahl von kritischen Düsen Multikomponenten-Gemische ebenso leicht herstellen lassen wie binäre Gemische.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von 1 : 1 bis zu $1:10^4$ hergestellt werden. Größere Verdünnungsverhältnisse können durch eine zweistufige Verdünnung hergestellt werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

5.7 Thermischer Massendurchflussregler

Teil 7 von ISO 6145 legt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Kalibriergasgemischen mithilfe thermischer Massendurchflussregler fest. Durch Einstellung der Nominalpunkte an den Durchflussreglern ist es möglich, die Zusammensetzung des Gasgemisches schnell und stufenlos zu verändern.

Durch Auswahl geeigneter Kombinationen von thermischen Massendurchflussreglern und bei Verwendung reiner Gasen kann der Volumenanteil der betreffenden Komponente in dem Komplementärgas durch Verdünnungsraten von 1 : 1 bis zu 1 : 10^4 verändert werden. Der Bereich der Strömungsraten, der in diesem Dokument abgedeckt ist, reicht von 1 ml/min bis 50 l/min.

Die Vorteile dieses Verfahrens sind, dass eine große Menge der Gasmischungen auf kontinuierlicher Basis hergestellt werden kann, und dass Mehrkomponentengemische so schnell wie Binärmischungen hergestellt werden können, wenn die geeignete Anzahl von thermischen Massendurchflussreglern verwendet wird.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von 1 : 1 bis zu 1 : 10^4 hergestellt werden. Größere Verdünnungsverhältnisse können durch eine zweistufige Verdünnung hergestellt werden.

5.8 Diffusion

Teil 8 von ISO 6145 beschreibt ein Verfahren, das für Komponenten anwendbar ist, die Flüssigkeiten oder Feststoffe sind, die einen Dampf erzeugen können. Der Dampf der reinen Komponente migriert mittels Diffusion durch eine Diffusionszelle geeigneter Maße (Länge, Durchmesser) in einen Strom eines Komplementärgases. Die Diffusionsrate sollte konstant bleiben, wenn das System bei konstanter Temperatur gehalten wird und die Hauptkomponente noch als Flüssigkeit oder Feststoff vorhanden ist.

Der Stoff mit bekannter hoher Reinheit befindet sich in einem Vorratsgefäß, das als Quelle für den Dampf der Komponente fungiert. Das Vorratsgefäß ist mit einer senkrecht angeordneten Diffusionszelle ausgerüstet Diese Baugruppe (die Diffusionszelle) befindet sich in einem temperaturgeregelten Behälter, der mit einem hochreinen und inerten Komplementärgas mit konstanter Durchflussrate gespült wird. Die Diffusionsrate wird durch periodisches Wägen der Diffusionszelle gemessen.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von 1 : 10 bis zu 1 : 10^3 hergestellt werden.

5.9 Sättigung

Teil 9 von ISO 6145 legt ein Verfahren für die dynamische Herstellung von Kalibriergasgemischen auf Basis des Dampfsättigungsdrucks von flüssigen oder festen Stoffen fest. Der Komplementärgasstrom wird durch einen temperaturgeregelten Sättiger hindurchgeführt, in dem der Dampf der Kalibrierkomponente mit ihrem Kondensat oder ihrer festen Phase im Gleichgewicht gehalten wird.

Die Menge des Stoffanteils der Kalibrierkomponente in dem Gasstrom entspricht etwa dem Verhältnis des Dampfdrucks der Komponente und dem Gesamtdruck des Gemisches bei dieser Temperatur. Die Werte des Sättigungsdrucks für sehr viele Komponenten als Funktion der Temperatur sind in Referenzbüchern angegeben.

Dieses Verfahren gilt für alle reinen Komponenten, die sich in einem stabilen Gleichgewicht mit ihrer verdampften und flüssigen Phase befinden. Im Zustand des Gleichgewichtes mit der kondensierten Phase hängt der Dampfdruck nur von der Temperatur ab. Die Variation des Volumenanteils wird durch Variation von Temperatur und Druck im Sättiger erreicht.

Es werden zwei Vorgehensweisen für die Anwendung dieses Verfahrens beschrieben. Die Berechnung der Zusammensetzung und die Ermittlung der Unsicherheit erfolgt auf Grundlage von Dampfdruckdaten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Die Vorteile des Verfahrens sind, dass die Kalibriergase mit kondensierbaren Komponenten dynamisch hergestellt und bei Umgebungsbedingungen nahe des individuellen Kondensationspunktes der Komponente verwendet werden können. In Kombination mit anderen dynamisch-volumetrischen Verfahren kann ein kleiner Strom von gesättigtem Kalibriergas durch einen großen Strom von Komplementärgas leicht zu sehr kleinen Volumenanteilen verdünnt werden. Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von $1 : 10^3$ bis zu $1 : 10^6$ hergestellt werden.

5.10 Permeationsverfahren

Teil 10 von ISO 6145 beschreibt ein Verfahren, bei dem sich die Kalibrierkomponente in einem verschlossenen Rohr oder Container, ganz oder teilweise aus einem polymeren Material bestehend, das für die Komponente permeabel ist, befindet. Die Komponente liegt üblicherweise als Flüssigkeit oder Feststoff im Gleichgewicht mit ihrer Dampfphase vor, kann aber auch gasförmig sein. Im ersteren Fall sollte die Permeationsrate konstant bleiben, solange noch die Flüssigkeit im Container vorhanden ist. In letzterem Fall wird die Rate zusammen mit dem Gasdruck abnehmen. In beiden Fällen ist die Permeationsrate abhängig von der Temperatur.

Das die Kalibrierkomponente enthaltende Gefäß wird in einen Behälter verbracht. Das Verdünnungsgas wird mit einer festen Flussrate durch den Behälter hindurchgeführt. Die gesamte Anordnung wiederum wird in einer temperaturgeregelten Kammer untergebracht.

Die Permeationsrate kann durch periodisches Wägen des Röhrchens gemessen werden. Dieses Verfahren ist in ISO 6145-10 beschrieben.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von $1 : 10$ bis zu $1 : 10^3$ hergestellt werden.

5.11 Elektrochemische Herstellung

Teil 11 von ISO 6145 beschreibt ein Verfahren, das auf der elektrochemischen Herstellung einer reinen Komponente basiert, die in einem Komplementärgas verdünnt wird. Die Zusammensetzung des Gasgemisches wird durch die Größe der elektrischen Ladung, die durch den Elektrolyten in der Zelle geleitet wird, und durch die Flussrate des Komplementärgases geregelt und hängt von der Effizienz der Zelle ab.

Ein Vorteil dieses Verfahrens ist, dass ein stabiles Gasgemisch innerhalb weniger Minuten hergestellt werden kann. In ISO 6145-11 zeigt eine Liste jedoch, dass die Anzahl unterschiedlicher Gase, die durch elektrochemische Herstellung produziert werden können, auf die folgenden beschränkt ist: Sauerstoff, Stickstoff, Wasserstoff, Cyanwasserstoff, Chlor, Brom, Chlordioxid, Ammoniak, Phosphin, Arsenwasserstoff, Stickstoffoxid, Kohlendioxid und Ozon.

Mit diesem Verfahren können Gasgemische mit Verdünnungsverhältnissen von $1 : 10^4$ bis zu $1 : 10^7$ hergestellt werden.

5.12 Zusammenfassung

Tabelle 1 enthält eine Zusammenfassung der Herstellungsverfahren.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Tabelle 1 — Herstellungsverfahren – Zusammenfassung

Herstellungstechnik	Bereich des Verdünnungs-verhältnisses in einem Schritt	Vorteile	Einschränkungen
ISO 6145-2: Kolbenpumpen	1 : 1 bis 1 : 10^4	zweistufige Verdünnung möglich, bis auf 1 : 10^8	– Stabilität der Auslass-strömung – Atmosphärendruck
ISO 6145-4: Kontinuierliche Injektion	1 : 10^4 bis 1 : 10^7	ausgehend von einer Flüssigkeit oder einem Gas	Stabilität des Stroms von Gas A und zeitliche Beschränkung aufgrund des Spritzen-volumens
ISO 6145-5: Kapillardosierer	1 : 1 bis 1 : 10^4	zweistufige Verdünnung möglich	– hohe Empfindlichkeit gegenüber Druck und Temperatur – Kalibrierung für jedes Gas oder Verwendung eines Umrechnungs-faktors
ISO 6145-6: Kritische Düsen	1 : 1 bis 1 : 10^4	zweistufige Verdünnung möglich, bis auf 1 : 10^8	Kalibrierung für jedes Gas oder Verwendung eines Umrechnungsfaktors
ISO 6145-7: Thermische Massendurchflussregler	1 : 1 bis 1 : 10^4	zweistufige Verdünnung möglich, bis auf 1 : 10^8	Kalibrierung des MFC (en: thermal mass flow controller) für jedes Gas oder Verwen-dung eines Umrechnungs-faktors
ISO 6145-8: Diffusion	1 : 10 bis 1 : 10^3	große Auswahl an Komponenten verfügbar (Gas, Flüssigkeit oder Feststoff)	hohe Empfindlichkeit gegen-über Druck und Temperatur
ISO 6145-9: Sättigung	1 : 10^3 bis 1 : 10^6	große Auswahl an Komponenten verfügbar (Gas, Flüssigkeit oder Feststoff)	hohe Empfindlichkeit gegen-über Druck und Temperatur
ISO 6145-10: Permeation	1 : 10 bis 1 : 10^3	große Auswahl an Komponenten verfügbar (Gas, Flüssigkeit oder Feststoff)	– hohe Empfindlichkeit gegenüber Druck und Temperatur – nicht empfohlen über 10 µmol/mol
ISO 6145-11: Elektrochemische Herstellung	1 : 10^4 bis 1 : 10^7	stabile Gasgemische können innerhalb weniger Minuten hergestellt werden	gegenwärtig auf 14 Gase beschränkt

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

6 Empfehlungen für die Handhabung des dynamischen Systems

6.1 Sicherheitsbetrachtungen

6.1.1 Reaktionen zwischen Gemischkomponenten

Vor der Herstellung eines Gasgemisches ist es notwendig, mögliche chemische Reaktionen zwischen den Komponenten in dem Gemisch zu betrachten. Das Verfahren kann nicht verwendet werden, um Gemische herzustellen, die:

— potentiell chemisch interaktive Stoffe enthalten (z. B. Salzsäure und Ammoniak),

— andere, möglicherweise gefährliche Reaktionen verursachen, einschließlich Explosionen (z. B. Gemische, die brennbare Gase und Sauerstoff enthalten),

— stark exothermische Polymerisationen (z. B. hohe Konzentrationen von Cyanwasserstoff) verursachen, und

— Gase enthalten, die zerfallen können (z. B. Acetylen).

Eine ausführliche Zusammenstellung reaktiver Kombinationen ist nicht verfügbar. Daher ist chemisches Fachwissen erforderlich, um die Gefährlichkeit oder die Stabilität eines Gasgemisches zu bewerten.

Für gefährliche Reaktionen und gefährliche Kombinationen, die aus Sicherheitsgründen auszuschließen sind, können einige Informationen in den Gefahrgutvorschriften und in den Handbüchern von Gaszulieferern gefunden werden.

6.1.2 Reaktionen mit Materialien des dynamischen Systems

Vor der Herstellung eines Gasgemisches ist es notwendig, mögliche chemische Reaktionen von Gemischkomponenten mit Materialien des dynamischen Systems zu betrachten. Insbesondere müssen Adsorption und Beanspruchung durch korrosive Gase mit Metallen oder Elastomeren berücksichtigt werden, die in den dynamischen Systemen verwendet werden. Solche Reaktionen sollten vermieden werden, indem nur Materialien verwendet werden, die gegenüber allen Komponenten des Gemischs inert sind. Wenn dies nicht möglich ist, müssen Maßnahmen ergriffen werden, um die korrosive Beanspruchung gegenüber den Materialien, mit denen die Gase in Kontakt treten, so gering wie möglich zu halten, um signifikante Auswirkungen auf die Gemischzusammensetzung zu verhindern.

Informationen über die Kompatibilität von Gasen mit Behältermaterialien sind in den Gasprobenahme-Richtlinien, in den Normen ISO 16664, ISO 11114-1 und ISO 11114-2, Korrosionstabellen und Handbüchern von Gaszulieferern angegeben.

6.2 Qualitätsbetrachtungen

6.2.1 Reinheit von Grundgas-Standards oder „Null“-Gas

Die Genauigkeit der hergestellten Konzentration wird signifikant von der Reinheit der für die Herstellung des Kalibriergasgemisches verwendeten Grundgase und dem Nullgas abhängen.

Verunreinigungen in den Grundgasen sind oft einer der kritischsten Faktoren für die Unsicherheit der endgültigen Gemischzusammensetzung. Die Unsicherheitsbeiträge hängen von den Verunreinigungen ab, die in den reinen Grundgasen enthaltenen sind und von der Genauigkeit, mit der diese Verunreinigungen gemessen wurden. In vielen Fällen ist die Reinheit der Hauptkomponente (Komplementärgas) von größter Bedeutung. Dies ist besonders dann der Fall, wenn der Mengenanteil der Nebenkomponente gering ist und diese Komponente eine Verunreinigung der Hauptkomponente darstellen könnte. Es ist ebenfalls wichtig, kritische Verunreinigungen zu beurteilen, die mit der Nebenkomponente reagieren könnten (z. B. wird

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09

Sauerstoff in reinem Stickstoff mit NO reagieren, um NO_2 zu bilden). Das Ergebnis der Reinheitsanalyse der Grundgase muss in eine Reinheitstabelle aufgenommen werden, die die Mengenanteile (oder Massenanteile) aller Komponenten mit den aus der Analyse abgeleiteten einhergehenden Unsicherheiten enthält.

Ein Gasgenerator kann als eine Quelle eines Komplementärgases verwendet werden. Ein Gasgenerator bezeichnet ein Gerät, das reine Gase durch Luftreinigung (N_2 oder Luft) oder Wasserelektrolyse (H_2) erzeugt. Wenn ein Gasgenerator verwendet wird, sollte besonders auf die Reinheit des gelieferten Gases geachtet werden. Beispielsweise kann ein Stickstoffgenerator Argon und Kohlenwasserstoffe in signifikanter Menge konzentrieren.

ISO 19229 beschreibt das einzuhaltende Verfahren für die Durchführung einer Reinheitsanalyse.

6.2.2 Handhabung von Gas

In allen Fällen, und ganz besonders in Bezug auf stark verdünnte Gemische, werden die für die Anlagen verwendeten Materialien in Abhängigkeit von ihrer Korrosionsbeständigkeit und ihrem geringen Absorptionsvermögen ausgewählt.

Die Druckminderer und Rohrleitungen müssen vor der Verwendung gespült werden.

Es sollte erwähnt werden, dass die diesbezüglichen Effekte für dynamische Verfahren einen geringeren Einfluss haben als bei statischen Verfahren.

ISO 16664 enthält Empfehlungen bewährter Verfahrensweisen in der Handhabung von Gasen.

7 Kalibrierverfahren eines dynamischen Systems

7.1 Allgemeines zur Kalibrierung

Jedes dynamische System sollte vor der ersten Verwendung entweder anhand der Durchfussrate oder anhand der Konzentration kalibriert werden.

Es gibt zwei Vorgehensweisen, ein dynamisches System zu kalibrieren:

— jedes Element des dynamischen Systems wird berücksichtigt und jeweils kalibriert; in diesem Falle werden die Durchflussraten jedes Elementes entweder anhand des Volumens oder anhand der Masse kalibriert. Die Konzentration in dem hergestellten Gemisch wird durch Berechnung ermittelt, unter Verwendung von Durchflussmengen.

— Berücksichtigung des dynamischen Systems als eine globale Einheit und Kalibrierung des hergestellten Gasgemisches durch Vergleich mit Referenzgasgemischen oder direkte chemische Analyse. Die Kalibrierung gilt für die betrachteten Betriebsbedingungen.

Da die Kalibrierverfahren auf unterschiedlichen Prinzipien basieren und die für die Realisierung der Gasdurchflussmengen verwendeten Geräte unterschiedlich sind, können unterschiedliche Einheiten verwendet werden, um den Inhalt auszudrücken.

7.2 Kalibrierung jedes Elementes

7.2.1 Allgemeines

Das dynamische System muss mit metrologisch rückführbarer instrumenteller Ausrüstung kalibriert werden, z. B. einem Strömungsmessgerät mit einem Kalibrierzertifikat mit ausgewiesener metrologischer Rückführung. Die Kalibrierung könnte durch den Anwender, den Hersteller oder durch ein externes Kalibrierlabor durchgeführt werden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 6145-1:2018-09