

DIN EN ISO 6145-7

ICS 71.040.40

Entwurf

Einsprüche bis 2017-11-29
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 6145-7:2011-03

**Gasanalyse –
Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von
dynamisch-volumetrischen Verfahren –
Teil 7: Thermische Massendurchflussregler (ISO/DIS 6145-7:2017);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 6145-7:2017**

Gas analysis –

Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods –

Part 7: Thermal mass-flow controllers (ISO/DIS 6145-7:2017);

German and English version prEN ISO 6145-7:2017

Analyse des gaz –

Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes dynamiques –

Partie 7: Régulateurs thermiques de débit massique (ISO/DIS 6145-7:2017);

Version allemande et anglaise prEN ISO 6145-7:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-09-29 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 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6145-7:2017) enthält die deutsche Übersetzung des internationalen Norm-Entwurfs ISO/DIS 6145-7:2017, 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“ im DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

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

Die Reihe DIN EN ISO 6145 *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren* besteht aus folgenden Teilen:

- Teil 1: Kalibrierverfahren
- Teil 4: Kontinuierliches Spritzen-Injektionsverfahren
- Teil 5: Kapillardosierer
- Teil 6: Kritische Düsen
- Teil 7: Thermische Massendurchflussregler
- Teil 8: Diffusionsverfahren
- Teil 9: Sättigungsverfahren
- Teil 10: Permeationsverfahren
- Teil 11: Elektrochemische Herstellung

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

ISO 6142-1	siehe DIN EN ISO 6142-1
ISO 6143	siehe DIN EN ISO 6143
ISO 6145 (all parts)	siehe DIN EN ISO 6145 (alle Teile)

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 6145-7:2011-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Korrektur einiger Fehler in den Gleichungen;
- b) Einfügen eines Abschnittes für die Erläuterung der Formelzeichen;
- c) wenige editorielle Änderungen.

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 6145 (alle Teile), *Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren*

— Leerseite —

Gasanalyse — Herstellung von Kalibriergasgemischen mit Hilfe von dynamisch-volumetrischen Verfahren — Teil 7: Thermische Massendurchflussregler (ISO/DIS 6145-7:2017)

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes dynamiques — Partie 7 : Régulateurs thermiques de débit massique (ISO/DIS 6145-7:2017)

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic methods — Part 7: Thermal mass-flow controllers (ISO/DIS 6145-7:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole	6
5 Kurzbeschreibung	6
6 Aufbau	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Thermische Massendurchflussregler mit konstanter Stromzufuhr	7
6.3 Thermischer Massendurchflussregler mit konstanter Temperaturregelung	8
7 Herstellung von Gasgemischen	8
7.1 Beschreibung der experimentellen Vorgehensweise	8
7.2 Gültigkeitsbereich	10
7.3 Betriebsbedingungen	11
8 Berechnungen	11
8.1 Volumenanteil	11
8.2 Quellen für die Unsicherheit	12
8.3 Unsicherheit der Messung	12
Anhang A (informativ) Gasvorgemische zur Herstellung von Gemischen hoher Verdünnung	14
A.1 Berechnung des Volumenanteils	14
A.2 Unsicherheit des Volumenanteils	14
Anhang B (informativ) Praktische Hinweise	15
B.1 Ausrüstung	15
B.2 Betrieb	15
B.3 Kalibrierung und Präzision	16
Anhang C (informativ) Berechnung von Unsicherheiten	17
C.1 Herleitung der relativen Standardunsicherheit in ϕ_{va}	17
C.2 Unsicherheit von Volumenanteilen durch mathematische Herleitung	18
Literaturhinweise	19

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 6145-7:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 158 „Analysis of gases“ erarbeitet.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 6145-7:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 6145-7:2017 wurde von CEN als prEN ISO 6145-7:2017 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise 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 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 der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen, sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der WTO hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: Foreword — Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 158.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 6145-7:2009).

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Berichtigung einiger Fehler in den Gleichungen;
- kleinere redaktionelle Korrekturen.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 6145 kann auf der ISO-Internetseite abgerufen werden.

1 Anwendungsbereich

ISO 6145 ist eine Reihe Internationaler Normen, die verschiedene dynamische Verfahren zur Herstellung von Kalibriergasgemischen behandelt. Der vorliegende Teil 7 legt ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Kalibriergasgemischen aus reinen Gasen oder anderen Gasgemischen mithilfe thermischer Massendurchflussregler fest.

Wird dieses Verfahren zur Herstellung von Kalibriergasgemischen angewendet, ist die optimale Leistung wie folgt: die relative erweiterte Messunsicherheit U , die durch Multiplizieren der Standardunsicherheit mit einem Überdeckungsfaktor von $k = 2$ erhalten wird, ist nicht größer als 2 %.

Werden anstelle reiner Gase Gasvorgemische verwendet, können Molfraktionen unter 10^{-6} erreicht werden. Die Messung des Massenstroms ist nicht absolut und für den Massendurchflussregler ist eine unabhängige Kalibrierung erforderlich.

Die Vorzüge dieses Verfahrens bestehen darin, dass eine große Menge des Kalibriergasgemisches auf einer kontinuierlichen Grundlage hergestellt werden kann und dass Mehrkomponentengemische genauso leicht herzustellen sind wie binäre Gemische, sofern die entsprechende Anzahl thermischer Massendurchflussregler eingesetzt wird.

ANMERKUNG Gasmischsysteme auf der Grundlage thermischer Massendurchflussregler und einige Gasmischsysteme, die die Möglichkeit einer Computersteuerung und automatischen Steuerung einschließen, sind im Handel erhältlich.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 6143, *Gas analysis — Comparison methods for determining and checking the composition of calibration gas mixtures*

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

ISO 6145-1, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods — Part 1: Methods of calibration*

ISO 7504, *Gas analysis — Vocabulary*

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.

4 Symbole

C_p	Wärmekapazität (bei konstantem Druck)
Φ	Wärmestrom
i, k	Indizes für Komponenten in einem Gas oder einem Gasgemisch
j	Index für ein Ausgangsgas
m	Masse
n	Stoffmenge
p	Druck
q	Anzahl der Komponenten im Gasgemisch
q_m	Massendurchflussrate
q_n	Stoffmengen-Durchflussrate
q_v	Volumendurchfluss
R	Gaskonstante
r	Anzahl der Ausgangsgase
ρ	Dichte
T	Temperatur
V	Volumen
v	Massenanteil einer Komponente in einem Ausgangsgas
w	Massenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch
x	Stoffmengenanteil einer Komponente in einem Ausgangsgas
y	Stoffmengenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch
Z	Kompressibilität
ϕ	Volumenanteil einer Komponente in einem Ausgangsgas
φ	Volumenanteil einer Komponente in einem Gasgemisch

5 Kurzbeschreibung

Die kontinuierliche Herstellung von Kalibriergasgemischen aus reinen Gasen oder anderen Gasgemischen mithilfe handelsüblicher thermischer Massendurchflussregler wird beschrieben. Durch Einstellung der Sollwerte an den Massendurchflussreglern auf vorgegebene Werte ist es möglich, die Zusammensetzung des Gasgemisches schnell und kontinuierlich variabel zu ändern. Durch Auswahl geeigneter Kombinationen von thermischen Massendurchflussreglern und bei Anwendung reiner Gase kann der Volumenanteil der betreffenden Komponente im Komplementärgas um einen Faktor von 1 000 variiert werden.

6 Aufbau

6.1 Allgemeines

Zur Herstellung eines Gasgemischs durchläuft jede gasförmige Komponente einen kalibrierten thermischen Massendurchflussregler (TMC) (en: thermal mass flow controller) bei einer bekannten und geregelten Durchflussrate und einem konstanten Druck. Für die Messung der entsprechenden Durchflussraten werden genaue Strömungsmesser verwendet, um ein annehmbares Niveau der Unsicherheit unabhängig von der Einstellung des Massendurchflussreglers zu erreichen (siehe auch ISO 6145-1, Tabelle 1).

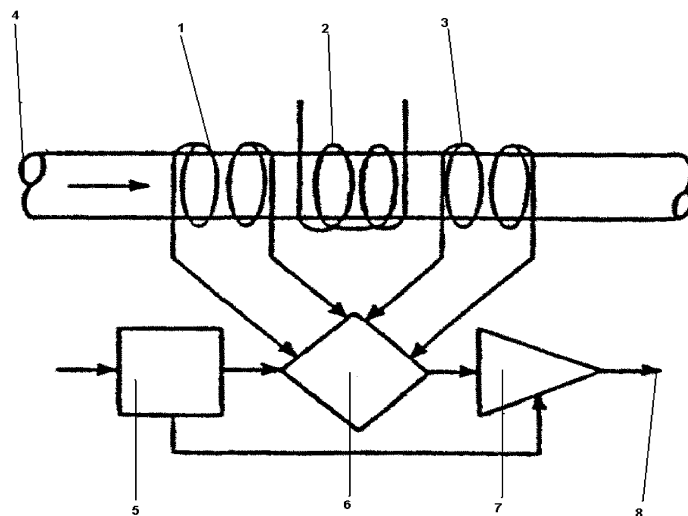
Ein TMC besteht aus einem Messgerät für den Massendurchfluss und einem Dosierventil, das von einem elektronischen Gerät gesteuert wird (siehe auch [1] und [2]).

6.2 Thermische Massendurchflussregler mit konstanter Stromzufuhr

Das strömende Gas wird durch ein Heizelement, das an eine konstante Stromzufuhr angeschlossen ist, geleitet und die Temperatur wird vor und nach dem Heizelement gemessen.

In Bild 1 sind das Arbeitsprinzip eines TMC und seine Hauptbestandteile dargestellt: Heizelement, Temperaturmessfühler und die damit verbundene Schalttechnik. Die beiden Temperaturmessfühler vor und nach dem Heizelement bilden die beiden Zweige einer Wheatstone'schen Messbrücke, die so abgestimmt ist, dass sie eine Nullablesung ergibt, wenn kein Gasstrom vorhanden ist. Ist ein Gasstrom durch das System vorhanden, wird zwischen den beiden Temperaturmessfühlern eine Temperaturdifferenz ΔT aufgebaut, so dass sich der Wärmestrom Φ wie folgt berechnen lässt:

$$\Phi = C_p \Delta T q_m \quad (1)$$



Legende

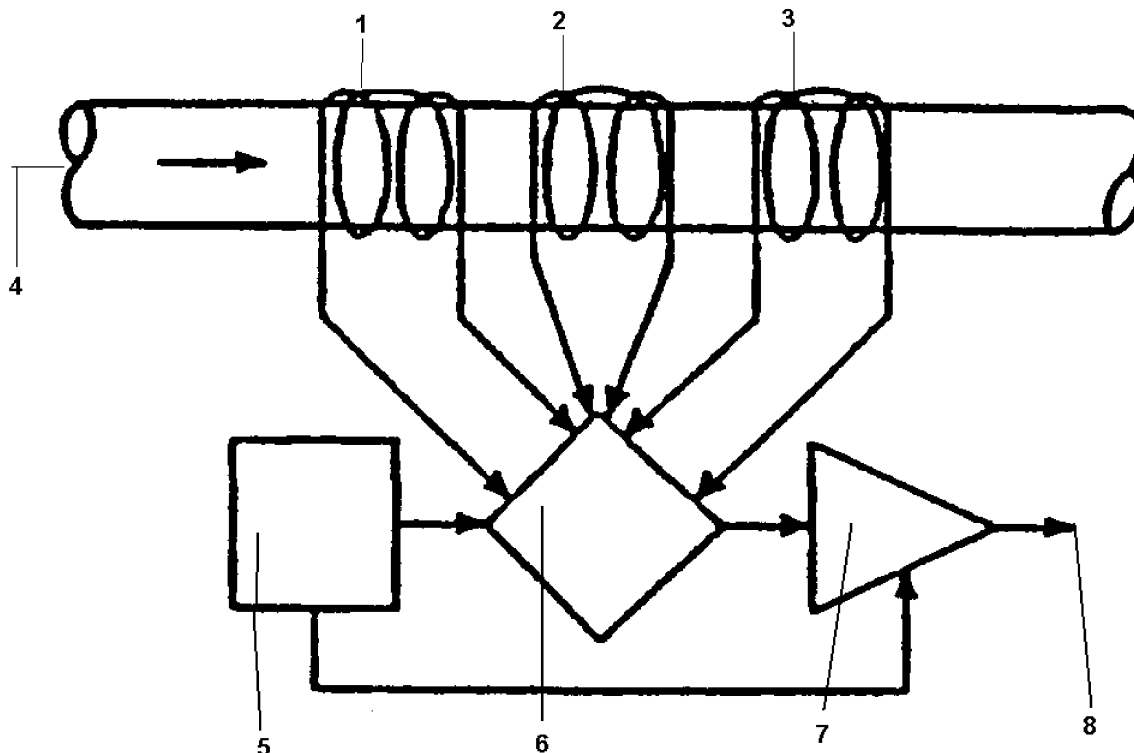
- | | | | |
|---|------------------------|---|----------------------------|
| 1 | Temperaturmessfühler 1 | 5 | Stromzuführung |
| 2 | Heizelement | 6 | Wheatstone'sche Messbrücke |
| 3 | Temperaturmessfühler 2 | 7 | Differenzverstärker |
| 4 | Gaszufuhr | 8 | Signal-Ablesung |

Bild 1 — Prinzip eines thermischen Massendurchflussreglers mit konstanter Stromzufuhr

Die Temperaturdifferenz zwischen den Messfühlern führt zu einer Potentialdifferenz über die Wheatstone'sche Messbrückenschaltung und erzeugt somit ein Signal. Das Signal wird mit einer einstellbaren Bezugsspannung in einem Differenzverstärker verglichen. Das sich ergebende Ausgangssignal wird wiederum zur Betätigung eines Steuerventils zur Regelung des Gasstroms verwendet.

6.3 Thermischer Massendurchflussregler mit konstanter Temperaturregelung

Bei dem in Bild 2 gezeigten System strömt das Ausgangsgas der Reihe nach durch drei Heizelemente, von denen jedes an einen Zweig einer selbstregelnden Wheatstone'schen Messbrücke angeschlossen ist. Statt eine Temperaturdifferenz zu messen, ist der Eingang in jedes Heizelement so, dass die Temperaturverteilung entlang des Durchflusses gleichförmig bleibt. Die Stromstärke der Wheatstone'schen Messbrücke ist proportional zum Wärmeverlust und daher auch proportional zum Massendurchfluss des Gases. Das Ausgangssignal wird wieder genutzt, um ein Magnetventil zur Steuerung der Massendurchflussrate zu betätigen.



Legende

- | | |
|-----------------|------------------------------|
| 1 Heizelement 1 | 5 Stromzuführung |
| 2 Heizelement 2 | 6 Wheatstone'sche Messbrücke |
| 3 Heizelement 3 | 7 Differenzverstärker |
| 4 Gaszufuhr | 8 Signal-Ablesung |

Bild 2 — Thermischer Massendurchflussregler mit konstanter Temperaturregelung

Bei der Herstellung von Mehrkomponentengemischen ist es im Allgemeinen notwendig, einen Massendurchflussregler für jede Komponente einzusetzen. Zweikanal-Regler sind verfügbar und dürfen zur Herstellung von binären Gemischen oder z. B. zur Herstellung von Gemischen eines vorgegebenen Gases in Luft angewendet werden.

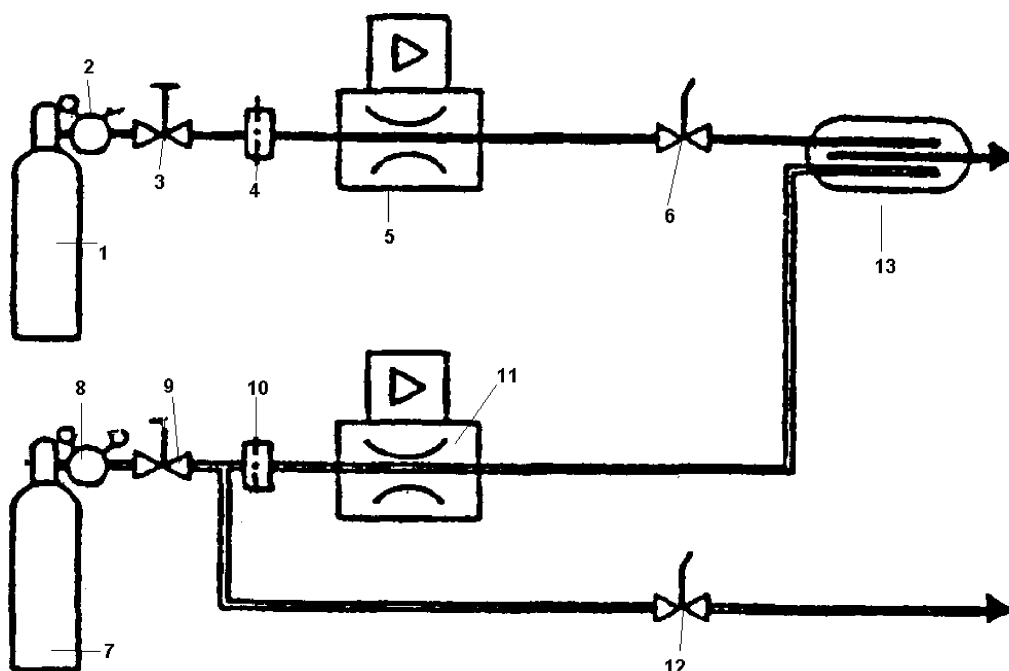
7 Herstellung von Gasgemischen

7.1 Beschreibung der experimentellen Vorgehensweise

Eine schematische Darstellung der Anordnung zur Herstellung von binären Gemischen ist Bild 3 zu entnehmen.

Der Druck und die Temperatur zum Zeitpunkt der Kalibrierung sind aufzuzeichnen. In Abhängigkeit von den zu mischenden Gasen und davon, dass es sich nicht um ideale Gase handelt, kann der Volumenanteil etwas vom Umgebungsdruck und der Umgebungstemperatur beeinflusst werden. Der Druck und die Temperatur zum Zeitpunkt der Kalibrierung des Analysegerätes sollten möglichst nah bei den Werten liegen, die zum Zeitpunkt, an dem die TMCs mit dem Vergleichsverfahren nach ISO 6143 oder ISO 12963 (siehe 8.3) überprüft wurden, vorherrschten.

Konzentrationen von Kalibriergasgemischen werden üblicherweise als Volumenanteile angegeben, die Festlegungen der Hersteller zur Genauigkeit von thermischen Massendurchflussreglern werden jedoch als prozentualer Anteil am Skalenendwert des Messgerätes angegeben. Die relative erweiterte Unsicherheit von 2 %, die im Anwendungsbereich dieser Norm angeführt wird, beträgt 2 % des Volumenanteils der Kalibrierkomponente des Gemisches. Dieser Wert geht vom optimalen Einsatz jedes TMC im System aus, was bedeutet, dass jeder Regler bei oder nahe seiner maximalen Durchflussrate betrieben wird. Wenn ein TMC bei 10 % des Skalenendwertes betrieben wird, kann die als prozentualer Anteil am maximalen Durchfluss angegebene erweiterte Unsicherheit (im Unterschied zur relativen erweiterten Unsicherheit) somit ± 1 % betragen, wird sie jedoch stattdessen als prozentualer Anteil an der tatsächlichen Durchflussrate angegeben, wird die erweiterte Unsicherheit 10 %.



Legende

Komplementärgas:

- 1 Druckgasflasche
- 2 Druckregler
- 3 Absperrventil
- 4 Filter gegen Verunreinigung
- 5 thermischer Massendurchflussregler
- 6 Absperrventil

Kalibrierkomponente:

- 7 Druckgasflasche
- 8 Druckregler
- 9 Absperrventil
- 10 Filter gegen Verunreinigung
- 11 thermischer Massendurchflussregler
- 12 Absperrventil
- 13 Mischbehälter

**Bild 3 — Mischapparat zur Herstellung binärer Gasgemische
mithilfe von thermischen Massendurchflussreglern**

Ein binäres Gemisch, das die Kalibrierkomponente in einem Volumenanteil von 1 : 10 enthält, könnte mithilfe von zwei TMCs mit einem Skalenendwert von jeweils 1 000 ml/min hergestellt werden, indem einer der Regler bei 100 ml/min und der andere bei 1 000 ml/min betrieben wird. Die mit der Durchflussrate