

DIN ISO 6565

ICS 65.160

Entwurf

Einsprüche bis 2017-04-10
Vorgesehen als Ersatz für
DIN ISO 6565:2003-01

**Tabak und Tabakerzeugnisse –
Zugwiderstand von Zigaretten und Druckabfall in Filterstäben –
Normbedingungen und Messung (ISO 6565:2015);
Text Deutsch und Englisch**

Tobacco and tobacco products –
Draw resistance of cigarettes and pressure drop of filter rods –
Standard conditions and measurement (ISO 6565:2015);
Text in German and English

Tabac et produits du tabac –
Résistance au tirage des cigarettes et perte de charge des bâtonnets-filtres –
Conditions normalisées et mesurage (ISO 6565:2015);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-02-10 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 nal@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 Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 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 52 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort	3
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Prüfbedingungen	7
4.1 Gemeinsame Prüfbedingungen für Zigaretten und Filterstäbe.....	7
4.2 Besondere Bedingungen für Zigaretten — Einsetzen des Messobjektes	8
4.3 Besondere Bedingungen für Filterstäbe — Umhüllung	8
5 Kalibrieren des Messgerätes	8
6 Durchführung	8
6.1 Gemeinsame Bedingungen für Vakuum- und Druckmessgeräte	8
6.2 Besondere Bedingungen für Vakuummessgeräte	9
6.3 Besondere Bedingungen für Druckmessgeräte (nur für Filterstäbe)	9
7 Auswertung	9
8 Präzision	9
8.1 Ringversuch	9
8.2 Wiederholpräzision	9
8.3 Vergleichpräzision	10
9 Untersuchungsbericht	10
Anhang A (normativ) Kalibrieren von Druckabfall-TransfERNormalen	12
Anhang B (informativ) Ergebnisse eines Ringversuchs	21
Anhang C (informativ) Vergleich der Messung von Zugwiderstand oder Druckabfall: Messgeräte mit kritischer Düse gegen Messgeräte mit konstantem Massestrom	26
Literaturhinweise	28

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 6565 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 126 „Tobacco and tobacco products“, Unterkomitee SC 1 „Physical and dimensional tests“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird. Nach Überarbeitung der vierten Ausgabe konnte die fünfte Ausgabe der Internationalen Norm ISO 6565 im Jahr 2015 veröffentlicht werden.

Der Arbeitsausschuss NA 057-04-01 AA „Tabak und Tabakerzeugnisse“ des DIN-Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) beschloss die Übernahme ins Deutsche Normenwerk. Der Arbeitsausschuss traf diese Entscheidung insbesondere unter dem Gesichtspunkt einer notwendigen Harmonisierung der internationalen Norm und nationalen Normen im Bereich von Tabak und Tabakerzeugnissen.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 6565 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

Zu den im Abschnitt 2 genannten ISO-Normen wird auf folgende Deutsche Normen hingewiesen:

ISO 3308	siehe	DIN ISO 3308
ISO 3402	siehe	DIN ISO 3402
ISO 5725:1986	siehe	DIN ISO 5725:1998-04
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 5725-6	siehe	DIN ISO 5725-6
ISO 7870-2	siehe	DIN ISO 7870-2

Änderungen

Gegenüber DIN ISO 6565:2003-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Festlegung weiterer Begriffsdefinitionen;
- b) Anmerkung unter 4.1.1 und 4.2 aufgenommen;
- c) Zweiter Absatz in 4.2 gestrichen;
- d) Ergänzung der Beschreibung der Kalibrierung des Messgerätes in Abschnitt 5;
- e) Anforderungen und Protokollierung in 6.1 aufgenommen;
- f) Anmerkung in 6.3 in normativen Text geändert;
- g) Angabe der Ergebnisse in Abschnitt 7 präzisiert;
- h) Inhalt des Untersuchungsberichts in Abschnitt 9 präzisiert;
- i) Streichung des Anhangs A „Kalibrieren von Messgeräten für den Zugwiderstand oder Druckabfall unter Anwendung von Transfernormalen“;
- j) Neuformulierung und Ergänzung des bisherigen Anhangs B „Kalibrieren von Druckabfall-Transfernormalen“ (jetzt Anhang A);

- k) Ergänzung der Literaturhinweise;
- l) technische und redaktionelle Überarbeitung und Ergänzung zur Anpassung an die derzeit gültigen Gestaltungsregeln.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN ISO 3308, *Zigaretten-Abrauchmaschine für Routineanalysen — Begriffe und Standardbedingungen*

DIN ISO 3402, *Tabak und Tabakerzeugnisse — Klima zum Konditionieren und Prüfen*

DIN ISO 5725:1998-04, *Präzision von Messverfahren — Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision von festgelegten Messverfahren durch Ringversuche; Identisch mit ISO 5725, Ausgabe 1986*

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

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

DIN ISO 5725-6, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 6: Anwendung von Genauigkeitswerten in der Praxis*

DIN ISO 7870-2, *Regelkarten — Teil 2: Shewhart-Regelkarten*

Tabak und Tabakerzeugnisse — Zugwiderstand von Zigaretten und Druckabfall in Filterstäben — Normbedingungen und Messung

Einleitung

Der Zugwiderstand von Zigaretten oder der Druckabfall in Filterstäben (Zigarettenfiltern) ist eine sehr verbreitete und wichtige Größe sowohl für die Festlegung von Produktionsqualitäten als auch für die auf dem maschinellen Abrauchen beruhenden Untersuchungsverfahren.

Gegenwärtig stehen für diese Bestimmung unterschiedliche Verfahren und Geräte zur Verfügung. Bisher war es nicht möglich, die vollständige Beschreibung der zu verwendenden Ausrüstung und das Verfahren in allen Einzelheiten zu vereinheitlichen. Dennoch war es möglich, weitgehende Übereinstimmung über die anzuwendenden Begriffe und die Bedingungen zu erzielen, um vergleichbare Bestimmungen dieser Merkmale zu erreichen. Um dem gerecht zu werden, ist eine der Hauptanforderungen die Anwendung von kalibrierten TransfERNormalen für die Kalibrierung von Messgeräten (siehe Anhang A).

In dieser Internationalen Norm sind die Ergebnisse in Pascal (Pa) angegeben. Zur Information sind sie zudem in Millimeter Wassersäule (mmWS) angegeben.

Die in der Vergangenheit in mmWS angegebenen Werte werden mit folgendem Korrekturfaktor in Pascal (Pa) umgerechnet:

— 1 mmWS = 9,806 7 Pa

Für die praktische Anwendung wurden die Werte gerundet.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren für die Messung des Zugwiderstandes von Zigaretten und des Druckabfalls von Filterstäben und legt die Normbedingungen fest, die bei derartigen Messungen anzuwenden sind.

Sie ist für Zigaretten, Filterstäbe und weiterhin für zylindrische, zigarettenähnliche Tabakerzeugnisse anwendbar.

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 3402, *Tobacco and tobacco products — Atmosphere for conditioning and testing*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Druckabfall

Δp

statische Druckdifferenz zwischen zwei Enden

- eines Messobjekts, das so vollkommen von einer Messvorrichtung umhüllt ist, dass keine Luft die äußere Umhüllung durchdringen kann,
- eines pneumatischen Systems oder
- eines *Druckabfall-TransfERNormals* (3.6),

wenn es von einem Luftstrom unter stabilen Bedingungen durchflossen wird, bei denen der unter Normbedingungen, wie in ISO 3402 definiert, am Austrittsende (3.4) gemessene Volumenstrom 17,5 ml/s beträgt

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird in Pascal (Pa) (oder in mmWS) angegeben.

3.2

Zugwiderstand

Δp_d

Unterdruck, der am *Austrittsende* (3.4) angelegt wird, um unter Prüfbedingungen (siehe ISO 3402) einen Volumenstrom von 17,5 ml/s beim Verlassen des Austrittsendes zu erzeugen, während die Zigarette, wie in ISO 3308 definiert, in einem Messgerät steckt und auf etwa 9 mm Länge abgedichtet ist

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Ventilationszonen und der Tabakstrang sind der Umgebungsluft ausgesetzt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Zugwiderstand kann auch subjektiv bewertet werden, indem eine Zigarette durch ein Verbraucherpanel/Geschmackspanel abgeraucht wird. Unter diesen Bedingungen wird der Zugwiderstand nicht objektiv gemessen, da die Bedingungen des formalen Begriffs nicht erfüllt sind.

3.3

Eintrittsende

(Zigaretten) Ende des Messobjekts, das dazu vorgesehen ist, angezündet zu werden

3.4

Austrittsende

Ende gegenüber dem *Eintrittsende* (3.3)

3.5

normale Strömungsrichtung

Richtung vom *Eintrittsende* (3.3) zum *Austrittsende* (3.4)

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei einem Filterstab sind das *Eintrittsende* (3.3) und das *Austrittsende* (3.4) durch die Strömungsrichtung festgelegt.

3.6

Druckabfall-TransfERNormal

TransfERNormal für Messgeräte für den Druckabfall (3.1), kalibriert unter Standard-Umgebungsbedingungen und verwendet unter lokalen Umgebungsbedingungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Form und Eigenschaften geeigneter TransfERNormale werden in Anhang A dargelegt.

3.7

„Dummy“-Normal

Vorrichtung mit der gleichen Gestalt und einer ähnlichen Form eines Druckabfall-TransfERNormals (3.6) zur Verwendung für Leckprüfungen des Kalibriergerätes

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein geeignetes „Dummy“-Normal besteht aus einem Druckabfall-TransfERNormal oder einer glatten Metallröhre ähnlicher Abmessung.

3.8

Vergleichsnormal

Druckabfall-TransfERNormal (3.6) mit dem andere TransfERNormale verglichen werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein solches Vergleichsnormal ist gewöhnlich diesem Zweck vorbehalten und wird nicht für die Routinekalibrierung von Druckabfall-Messgeräten eingesetzt.

3.9

Monitor-Vergleichsnormal

Vergleichsnormal (3.8), das zur Bestätigung der Richtigkeit der Kalibrierung eines Gerätes oder Messsystems verwendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe A.4.2.3.4.

4 Prüfbedingungen

4.1 Gemeinsame Prüfbedingungen für Zigaretten und Filterstäbe

4.1.1 Allgemeines

Die Prüfbedingungen müssen konstant sein und mit den Bedingungen übereinstimmen, unter denen die Kalibrierung vorgenommen wurde (siehe Abschnitt 5).

ANMERKUNG Die Nutzung von TransfERNormalen zur Kalibrierung erlaubt Messungen unter Versuchsbedingungen außerhalb der in ISO 3402 angegebenen.

4.1.2 Luftstrom

Die Luft muss vom Eintrittsende aus in der normalen Strömungsrichtung (siehe 3.5) hindurchströmen.

4.1.3 Lage

Die Anordnung des Messobjekts darf waagrecht oder senkrecht sein; Erzeugnisse mit Hohlräumen, die lockere Füllungen enthalten, müssen jedoch senkrecht angeordnet werden.

4.2 Besondere Bedingungen für Zigaretten — Einsetzen des Messobjektes

Das Austrittsende des Messobjektes muss so in die Messvorrichtung eingesteckt werden, dass eine Abdichtung auf einer Länge von etwa 9 mm erfolgt.

ANMERKUNG Das Ziel ist, eine gute Abdichtung zu erreichen, ohne die Ventilationsöffnungen zu verschließen.

4.3 Besondere Bedingungen für Filterstäbe — Umhüllung

Das Messobjekt muss mit seiner gesamten Länge in den Probenhalter eingespannt sein, so dass durch die Filterstabumhüllung keine Luft treten kann.

5 Kalibrieren des Messgerätes

Vor dem Messen muss das Messgerät unter Verwendung von Transfernormalen kalibriert werden. Das Kalibrieren muss mindestens einmal täglich erfolgen. Das Kalibrieren muss nach den Herstelleranweisungen des Messgerätes erfolgen.

Das Messgerät muss erneut kalibriert werden, wenn die Klima-Bedingungen variieren und sich die Temperatur um mehr als 2 °C oder die relative Feuchte um mehr als 5 % verändern.

Jedes Kalibrieren des Messgerätes muss für spätere Bezugnahmen aufgezeichnet werden.

ANMERKUNG 1 Um die größtmögliche Genauigkeit zu erzielen, wird das Gerät so nahe wie möglich an seinem Skalenvollauschlag oder dem Maximalwert der zu prüfenden Produkte kalibriert.

Für die Überprüfung von möglicherweise beim Kalibrieren aufgetretener Undichtigkeiten und für die Überprüfung der Linearität des Messsystems sollte mindestens ein zusätzliches Druckabfall-Normal zur Ermittlung eines mittleren Skalenwerts verwendet werden.

ANMERKUNG 2 Zusätzlich zum Wert der Messbereichsmittle kann mit einem Druckabfall-Normal, dessen Nominaldruckabfall in der Nähe des Zugwiderstandes oder Druckabfalls des zu messenden Prüflings liegt, eine Überprüfung der Kalibrierung erfolgen.

6 Durchführung

6.1 Gemeinsame Bedingungen für Vakuum- und Druckmessgeräte

Die Details des Gerätetyps und dessen Ausstattung, einschließlich der Beruhigungszeit der Messung, wenn diese festgelegt werden kann, werden protokolliert (siehe 6.2 und 6.3).

Das Messobjekt wird (manuell oder automatisch) in den Probenhalter eingesetzt. Der Wert für Zugwiderstand oder Druckabfall wird abgelesen und aufgezeichnet.

6.2 Besondere Bedingungen für Vakuummessgeräte

Vor dem Ablesen von Zugwiderstand oder Druckabfall wird das Messobjekt so lange im Probenhalter belassen bis sich die Anzeige stabilisiert hat.

ANMERKUNG Die Praxis hat gezeigt, dass normalerweise eine Beruhigungszeit von 4 s bis 6 s ausreicht.

6.3 Besondere Bedingungen für Druckmessgeräte (nur für Filterstäbe)

Die erforderliche Beruhigungszeit, die vom Zugwiderstand des Messobjektes und dem Typ des Messgerätes abhängt, wird bestimmt. Die Anzeige für den Druckabfall muss zu einem festgesetzten Zeitpunkt nach dem Einspannen des Messobjektes aufgezeichnet werden.

Für die in 6.2 und 6.3 beschriebenen besonderen Bedingungen hat die Praxis ergeben, dass bei niedrigem Zugwiderstand oder Druckabfall, d. h. unter 2 000 Pa (oder etwa 200 mmWS), eine Beruhigungszeit von 2 s bis 3 s ausreichend ist, während bei höheren Zugwiderständen oder Druckabfällen, d. h. oberhalb 4 000 Pa (oder etwa 400 mmWS), eine Beruhigungszeit von 4 s bis 6 s erforderlich ist.

7 Auswertung

Die Auswertung der Laborergebnisse hängt von der Verwendung der Daten und vom Grad der im Laboratorium erreichten Präzision ab.

Die Ergebnisse werden wie folgt angegeben:

- Einzelwert des Zugwiderstands oder Druckabfalls des Messobjekts, auf die nächsten 10 Pa gerundet (oder auf die nächsten 1 mmWS);
- Mittelwert und Standardabweichung des Zugwiderstands oder Druckabfalls einer Probe auf das nächste 1 Pa gerundet (oder auf die nächsten 0,1 mmWS).

8 Präzision

8.1 Ringversuch

Einzelheiten eines Ringversuches zur Präzision des Verfahrens sind in Anhang B zusammengefasst. Die von diesem Ringversuch abgeleiteten Werte dürften nicht anwendbar sein für andere Werte und Matrices als die angegebenen.

8.2 Wiederholpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen unabhängigen Ergebnissen, die derselbe Bearbeiter unter Verwendung desselben Verfahrens an identischem Untersuchungsmaterial in demselben Laboratorium mit denselben Geräten innerhalb einer kurzen Zeitspanne erhält, wird die in Tabelle 1 für Zigaretten und in Tabelle 2 für Filterstäbe angegebenen Werte nicht häufiger als in 5 % der Fälle überschreiten.

Tabelle 1 — Zigaretten

Wiederholgrenze, r	
Pa	mmWS
$r = 23$	$r = 2,3$

Tabelle 2 — Filterstäbe

Wiederholgrenze, r	
Pa	mmWS
$r = 0,007 \times m\Delta p$	$r = 0,007 \times m\Delta p$
ANMERKUNG $m\Delta p$ ist der Mittelwert des Druckabfalls Δp , ausgedrückt in Pascal (Pa) (oder in mmWS).	

8.3 Vergleichpräzision

Die absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Messergebnissen, die unter Verwendung desselben Verfahrens für identisches Untersuchungsmaterial mit verschiedenen Geräten in verschiedenen Laboratorien mit unterschiedlichen Bearbeitern erhalten wird, wird die in Tabelle 3 für Zigaretten und in Tabelle 4 für Filterstäbe angegebenen Werte nicht häufiger als in 5 % der Fälle überschreiten.

Tabelle 3 — Zigaretten

Vergleichgrenze, R	
Pa	mmWS
$R = 57$	$R = 5,8$

Tabelle 4 — Filterstäbe

Vergleichgrenze, R	
Pa	mmWS
$R = 0,023 \times m\Delta p$	$R = 0,023 \times m\Delta p$
ANMERKUNG $m\Delta p$ ist der Mittelwert des Druckabfalls Δp , ausgedrückt in Pascal (Pa) (oder in mmWS).	

9 Untersuchungsbericht

Der Untersuchungsbericht muss das angewandte Verfahren, das Messgerät und die Ausstattung des Messgerätes darlegen.

Er muss ferner alle Arbeitsbedingungen, die in dieser Internationalen Norm nicht festgelegt sind oder als optional zu betrachten sind, sowie alle Umstände, die die Ergebnisse beeinflusst haben könnten, enthalten.

Der Untersuchungsbericht muss alle notwendigen Angaben für die vollständige Identifizierung der Probe und die erhaltenen Ergebnisse enthalten.

Insbesondere muss der Untersuchungsbericht Folgendes enthalten:

- a) den Namen des Produkts oder dessen Identifizierung;
- b) das Datum der Probenahme;
- c) das Datum der Untersuchung;

- d) die Art des verwendeten Messgerätes, die Bauart des Messgerätes oder die Beruhigungszeit;
- e) die Ergebnisse;
- f) die Gesamtanzahl der untersuchten Messobjekte;
- g) die Raumtemperatur während der Untersuchung, in Grad Celsius (°C);
- h) die relative Feuchte während der Untersuchung, in Prozent (RH %);
- i) den Luftdruck.

Anhang A (normativ)

Kalibrieren von Druckabfall-TransfERNormalen

A.1 Wesentliche Eigenschaften von Kalibriernormalen

ANMERKUNG Alle Werte für die Messunsicherheit, die in diesem Anhang angegeben werden, entsprechen einem Vertrauensbereich von 95 %.

Druckabfall-TransfERNormale haben definierte Druckabfall-Werte, welche zur Kalibrierung von Messinstrumenten für die Bestimmung des Zugwiderstands von Zigaretten und dem Druckabfall in Filterstäben eingesetzt werden können.

Der zertifizierte Wert des Druckabfall-Normals ist der kalibrierte Wert, der mittels einer Kompensationsformel angepasst wird. Diese Kompensationsformel normalisiert den kalibrierten Wert auf Standard-Umgebungsbedingungen in Übereinstimmung mit ISO 3402 (vorgegeben bei 22 °C, 60 % relative Feuchte und 86 kPa bis 106 kPa).

Die Ableitung dieser Kompensationsformel wird in A.4.6 dargelegt.

A.2 Wesentliche Eigenschaften von Druckabfall-TransfERNormalen

Obwohl unterschiedliche Arten von Druckabfall-Normalen verfügbar sind, bezieht sich dieser Anhang speziell auf Normale mit 10 Kapillaren, die aus Glas angefertigt sind. Insbesondere die Anwendung der in A.4.6 dargelegten Kompensationsformel und die berechneten Werte der Wiederholpräzision und Vergleichpräzision sind spezifisch für Glas-Multikapillar-Normale. Andere Werte für die Wiederholpräzision und Vergleichpräzision und andere Kompensationen könnten für Normale anderer Bauart geeignet sein.

Druckabfall-TransfERNormale müssen die nachfolgenden Eigenschaften aufweisen.

- Sie müssen aus einem chemisch inerten Material angefertigt sein, das durch Gebrauch oder Alterung nicht beeinträchtigt wird.
- Sie müssen den physikalischen Abmessungen und der Form eines Filterstabs oder Zigarette sehr ähneln.
- Sie müssen definierte und wiederholbare Werte innerhalb der festgelegten Vertrauensbereiche aufweisen.
- Der Luftstrom durch das Druckabfall-Normal muss laminar sein und muss wiederholbare Messcharakteristika aufweisen.
- Der Grad der Unsicherheit des zertifizierten Wertes der Druckabfall-TransfERNormalen darf 1 % seines Absolutwertes nicht überschreiten.

A.3 Kalibriervorrichtung

A.3.1 Halter für das Normal bei der Untersuchung

Um den Druckabfall eines Glas-Multikapillar-TransfERNormals zu bestimmen, muss es in einen Halter eingesetzt werden, dessen mechanische Anordnung weder Änderungen der Charakteristika des Normals

bewirken darf, noch irgendwelche systematischen Einflüsse auf den Kalibrierungswert erzeugen darf. Die wesentlichen Eigenschaften einer typischen Anordnung sind in Bild A.1 dargestellt.

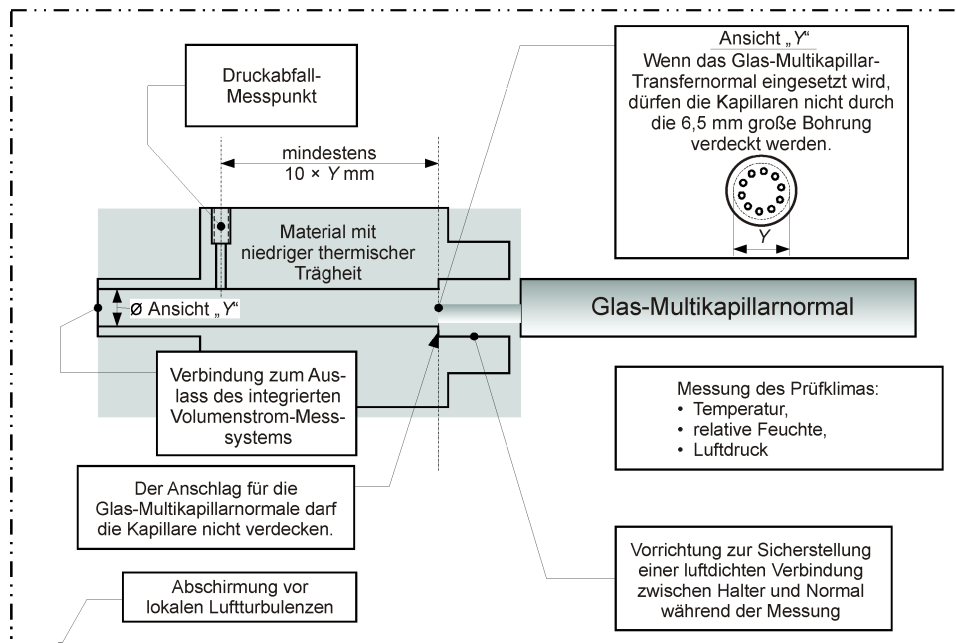


Bild A.1 — Wesentliche Eigenschaften einer Kalibriervorrichtung

A.3.2 Bestimmung des Volumenstroms

A.3.2.1 Allgemeines

Eine Volumenstrom-Messvorrichtung (VFMD), die keinerlei systematischen Einfluss auf die Durchflussmessung aufweist, wird zur Bestimmung der Zeit für die Verschiebung eines Luftvolumens verwendet, das beim Versuch durch das Normal gesaugt wird.

Die Messunsicherheit des VFMD muss bei maximal 0,3 % des angezeigten Volumens liegen.

ANMERKUNG Für Informationen über vorgegebene Grenzen der Messunsicherheit wird auf ISO 5725-1 verwiesen.

In A.3.2.2 und A.3.2.3 werden zwei Beispiele für Volumenstrom-Messvorrichtungen beschrieben.

A.3.2.2 Kolben betriebenes System

Diese Vorrichtung hat die Form eines präzise gebohrten Zylinders, in der sich ein Kolben mit konstanter Geschwindigkeit, angetrieben von einem Präzisionsmotor, bewegt, um im Versuch einen konstanten Volumenstrom durch das Normal aus der Umgebungsluft zu saugen.

A.3.2.3 Vakuum betriebenes System

Diese Vorrichtung hat die Form eines präzise gebohrten Zylinders mit einem frei beweglichen Kolben, der durch den Einsatz einer separaten Saugvorrichtung am Auslass des Zylinders, vertikal aufwärts bewegt wird. Dieses Gerät besitzt Sensoren zur Überwachung der Kolbenbewegung und erlaubt eine präzise Messung der Zeit für die Verschiebung eines bekannten Luftvolumens, das beim Versuch aus der Umgebungsluft durch das Normal gesaugt wird, und das sich unter dem Kolben ansammelt.

A.3.2.4 Messung der Lufttemperatur, der relativen Feuchte und des Luftdrucks

Die Temperatur und relative Feuchte der zu messenden Luft muss an einem Punkt in unmittelbarer Nähe des Lufteinlasses in das Normal gemessen werden, innerhalb der Abschirmung zum Schutz gegen Luftturbulenzen, die das Normal während der Messung umschließt.

Die Luftdruckmessung muss innerhalb der Testumgebung durchgeführt und gleichzeitig mit der Temperaturmessung und der Messung der relativen Feuchte aufgezeichnet werden.

Bei der Temperaturmessung muss die Messunsicherheit maximal 0,3 °C betragen.

Bei der Messung der relativen Feuchte muss die Messunsicherheit maximal 5 % betragen.

Bei der Luftdruckmessung muss die Messunsicherheit maximal 100 Pa betragen.

ANMERKUNG Siehe ISO 5725-1 für weitere Informationen zu den Grenzen der Messunsicherheit.

A.3.2.5 Druckmesssystem

Ein Differenzdruckmesssystem muss mit dem Messpunkt am Halter verbunden werden, um die Druckdifferenz zwischen dem Austrittsende des Normals und der Umgebungsluft zu messen, während das Normal von einem kontrollierten Luftstrom unter konstanten Bedingungen durchflossen wird.

Diese Druckdifferenz muss gemessen und aufgezeichnet werden.

Beim Druckmesssystem muss die Messunsicherheit maximal 0,2 % des gemessenen Wertes betragen.

A.3.2.6 Saugvorrichtung

Eine Saugvorrichtung, die in der Lage ist, einen wie in 3.2 beschriebenen konstanten Volumenstrom anzusaugen, muss in Reihe mit einem VFMD geschaltet werden, das wiederum mit dem Anschluss am Austrittsende des Halter verbunden wird.

Eine typische Anordnung der Kalibriervorrichtung ist in Bild A.2 dargestellt.

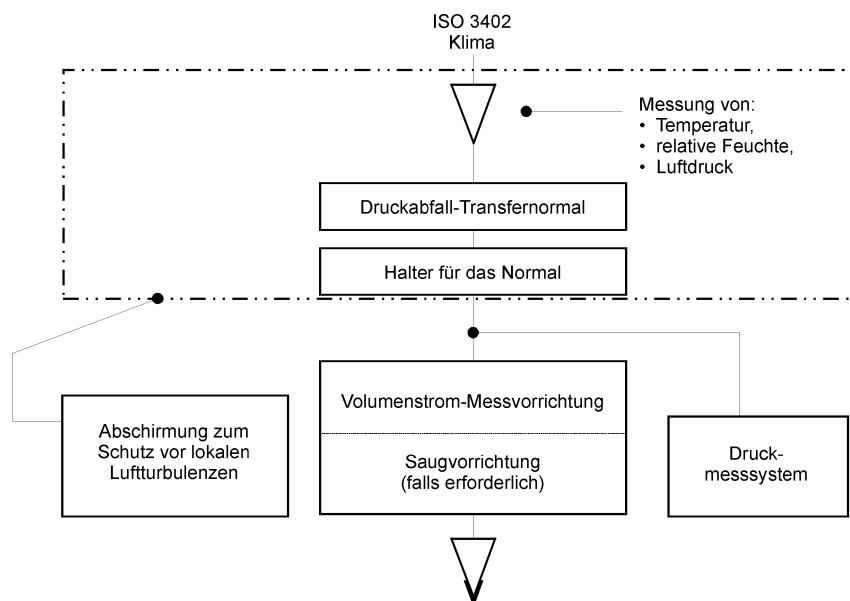


Bild A.2 — Typische Anordnung einer Kalibriervorrichtung

Netzmittel-Lamellenbüretten dürfen nicht zur Kalibrierung von Druckabfall-TransfERNormalen eingesetzt werden. Diese Vorrichtungen steigern den Feuchtegehalt der Messluft und verursachen einen Anstieg des Volumenstroms und eine verminderte Geschwindigkeit.

A.4 Kalibriervorgang

A.4.1 Reinigung der Normalen

A.4.1.1 Allgemeines

A.4.1.1.1 Vor dem Kalibrieren müssen alle Normale durch vollständiges Eintauchen in einem Ultraschallbad gereinigt werden, das eine Lösung aus destilliertem Wasser und einem 5 %igen nichtionischen oberflächenaktiven Stoff enthält.

ANMERKUNG Zwei Beispiele eines nichtionischen oberflächenaktiven Stoffes sind Igepal CO 630® (Nonylphenol Ethoxylat) und Branson GP® konzentriertes Reinigungsmittel¹⁾.

A.4.1.1.2 Die Normale müssen in der Reinigungslösung im Reinigungsbehälter für eine Mindestzeit von 10 min untergetaucht werden, mit ihrer Längsachse zwischen 10° und 20° abweichend von der Vertikalen. Dies stellt sicher, dass jeglicher Kontakt des Normals mit dem Boden des Reinigungsbehälters auf der Kante des Normals erfolgt, wodurch eine mögliche Kontamination der Kapillaren vermieden wird.

A.4.1.1.3 Nach dem Reinigungsvorgang müssen die Normale in einem Ultraschallbad mit reinem destilliertem Wasser oder entionisiertem Wasser (frei von gelösten Salzen und anderen Verbindungen) für ein Mindestzeit von 5 min eingetaucht und gespült werden.

A.4.1.1.4 Die Normale müssen anschließend getrocknet werden, so dass sichergestellt ist, dass kein Restwasser in den Kapillaren zurückbleibt und die Möglichkeit einer Kontamination minimiert wird.

A.4.2 Vor dem Kalibrieren durchzuführende Maßnahmen

A.4.2.1 Allgemeines

Die Messungen müssen mit dem Prüfklima nach ISO 3402 durchgeführt werden und die Kalibriervorrichtung muss nach der in Bild A.1 dargestellten Anordnung konfiguriert werden.

A.4.2.2 Gleichgewichtseinstellung der Normale

Die für die Untersuchungen vorgesehene Kalibriervorrichtung und die Druckabfall-TransfERNormale müssen für mindestens 12 h dem Prüfklima ausgesetzt werden, um ein Gleichgewicht mit dem Prüfklima sicherzustellen, bevor Messungen durchgeführt werden.

A.4.2.3 Test auf Undichtigkeit der Kalibriervorrichtung und Integritätsprüfung der Messung

A.4.2.3.1 Allgemeines

Ein „Dummy“-Normal muss im Halter befestigt werden und ein Test auf Undichtigkeit muss durchgeführt werden, um die Integrität des Messsystems nach A.4.2.3.2 für Vakuum betriebene Systeme oder nach A.4.2.3.3 für Kolben betriebene Systeme zu prüfen.

¹⁾ Igepal CO 630® (Nonylphenol Ethoxylat) und Branson GP® sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieser Internationalen Norm und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte durch ISO.

Der Test auf Undichtigkeit muss jeder Kalibrierung oder Abfolge von Kalibrierungen vorangestellt werden und muss an jedem Tag, an dem eine Kalibrierung stattfindet, durchgeführt werden.

A.4.2.3.2 Verfahren für Vakuum betriebene Systeme

Für Vakuum betriebene Systeme ist das folgende Verfahren durchzuführen.

- a) Ein „Dummy“-Normal muss im Kalibrierhalter befestigt werden, mit seinem stromabwärts gerichteten Ausgangsende mit dem VFMD verbunden werden, und mit dem stromaufwärts liegenden Ende frei den Umgebungsbedingungen ausgesetzt sein.
- b) Das System muss durch Anlegen eines Vakuums an der Austrittsöffnung des VFMD betrieben werden, um einen Unterdruck unterhalb des Kolbens und am Ausgangsende des Normals aufzubauen.
- c) Wenn der Kolben die Mitte des VFMD erreicht, muss das der Umgebungsluft zugängliche Ende des „Dummy“-Normals verschlossen werden und der Auslasskanal des VFMD muss in die Umgebung entlüftet werden.
- d) Nachdem dem VFMD Kolben ausreichend Zeit gelassen wurde zum Stillstand zu kommen (Minimum 30 s), wird jegliche Undichtigkeit festgestellt durch Überwachung der Position und Stabilität des Kolbens für einen bestimmten Zeitraum, um Lecks größer als 1,5 ml/min zu ermitteln.
- e) Die Überwachungszeit (t_M) für die erforderliche Kolbenbewegung von 1 mm kann mittels der Gleichung (A.1) berechnet werden:

$$t_M = \frac{A_p \times l_p}{q_{V,I}} \quad (A.1)$$

Dabei ist

A_p der Querschnitt des Kolbens, ausgedrückt in Quadratzentimeter (cm²);

l_p die Strecke der Kolbenauslenkung, z. B. 0,1 cm;

$q_{V,I}$ der Volumenstrom des kleinsten zulässigen Lecks, ausgedrückt in Milliliter je Minute, z. B. 1,5 ml/min.

So ist zum Beispiel für ein VFMD mit einem nominalen Zylinderdurchmesser von 44,5 mm eine Minimalüberwachungszeit von 1 min erforderlich, während derer die Bewegung des Kolbenniveaus geringer als 1 mm sein muss. Für ein VFMD mit einem nominalen Zylinderdurchmesser von 76,2 mm würde die äquivalente Erfassungszeit einer Undichtigkeit für eine Auslenkung von 1 mm 3 min betragen.

A.4.2.3.3 Verfahren für Kolben betriebene Systeme

Für Kolben betriebene Systeme ist das folgende Verfahren durchzuführen.

- a) Ein „Dummy“-Normal muss im Kalibrierhalter befestigt werden, mit seinem stromabwärts gerichteten Ausgangsende mit dem VFMD verbunden werden, und mit seinem stromaufwärts liegenden Ende gegenüber der Umgebungsluft abgedichtet werden.
- b) Das VFMD System muss auf ein Totvolumen von 1 000 ml $\pm$ 100 ml eingestellt werden. Ein Unterdruck im Bereich von 2,8 kPa bis 3,2 kPa muss angelegt werden.
- c) Nachdem dem Druck ausreichend Zeit zur Einstellung eines stabilen Wertes gelassen wurde, muss das Verlustvolumen gemessen werden, welches 1,5 ml/min nicht überschreiten darf.