



Teknisk notat TNN-07

Bruk og behandling av kalibreringsgasser

1. All manuell transport av gassflasker fra/til lager og internt på laboratoriet skal foregå med flaskeventilbeskyttelse på. Fest alltid kalibreringsgassflaske ved forbrukssted!
2. Oppbevar kalibreringsgasser minst 12 timer ved romtemperatur før analyse. Ved mistanke om utkondensering, følg anvisninger på sertifikatet. NB*1
3. Skru av flaskeventilbeskyttelse og sjekk for eventuelle forurensninger i utløpet av flaskeventilen. Rengjør eventuelt med støvfri klut og spyl godt med tørr inertgass.
4. Monter trykkregulator med korrekte gjenger. NB*2
5. Kontroller at reguleringsventilen på regulatoren er stengt.
6. Åpne flaskeventil langsomt til totaltrykk er nådd og steng raskt igjen. (Merk at syrefaste stål-ventiler ofte må skrues flere omdreininger før trykk kommer til regulatoren).
7. Åpne reguleringsventil og slipp av overtrykk til avtrekk. Steng reguleringsventil umiddelbart.
8. Gjenta punkt 5 til og med 7 minst 10 ggr. for å få god spyling av regulatoren. Registrer totaltrykk og reduksjonstrykk før analyse.
9. Benytt relativt lavt reduksjonstrykk og bruk reguleringsventil (eller ekstra flow-kontroller) for å opprette konstant prøvegassflow gjennom prøveloop i gassprøve ventil (GSV) for alle gassprøveinjeksjoner (eks. 100 ml/min). Bruk samme flow for kalibreringsgass og gassprøve! NB*3
10. Injisjer med automatisk GSV med samme tidsintervaller for hver parallell. NB*4
11. Etter at man har oppnådd stabile resultater lagres minst 5 parallelle GC-arealer for hver komponent. Fjern eventuelle "uteliggere". Beregn middelvei og standard avvik (SD) for de parallelle injeksjoner av henholdsvis kalibreringsgass og prøve. $SD < 0.5 \%$ relativt, ansees vanligvis som akseptable verdier.
12. Registrer flaskenummer, totaltrykk, dato og signatur for analytiker på analyseskjema.
13. Avslutt med å stenge flaskeventil og åpne regulerventil til avtrekk. Koble fra trykk regulator, skru på flaskeventilbeskyttelse og lagre flasken på forsvarlig måte (festet stående eller liggende). Som hovedregel skal kalibreringsgasser lagres ved romtemperatur. (Kalibreringsgasser kan også være montert med manuell regulator åpen og motorstyrt stengeventil for automatiske kalibreringer over tid).

Riktig bruk av kalibreringsgasser er avgjørende for analyseresultatet innen gassanalyse.

En kalibreringsgass har høy verdi og denne veiledningen er ment å sørge for at gassens spesifikasjoner ved brukerstedet er av samme kvalitet som på flasken.

Nippon Gases gir denne veiledning for faglig behandling og sikkerhet ved bruk av kalibreringsgasser.

NB!

*1 Ved bruk av kalibreringsgass med utkondenserte komponenter vil sammensetningen endres!
(Se neste side for mer informasjon)

*2 Husk riktig kvalitet og materialvalg for trykkregulator!

*3 Bruk samme reduksjonstrykk for alle injeksjoner hvis flow ikke stoppes ved injeksjon. Stopp av flow noen sekunder før injeksjons tidspunkt vil medføre bedre paralleller, men vær da oppmerksom på eventuelle endringer i atmosfæretrykket. Ved korrosive komponenter kan det være en fordel å ikke stoppe flow ved injeksjon.

*4 Husk riktig valg av materiale i GSV og overføringsrør for de aktuelle gasskomponenter! Oppvarming av GSV og overføringsrør kan for tyngre hydrokarboner gi bedre paralleller.

Mer informasjon om utkondensering

Hva er kondensering?

Kondensering defineres her som omdannelse av en gass til væske, enten ved avkjøling eller ved å bli utsatt for økt trykk.

På sertifikatet oppgis det en kondenseringstemperatur – hva er det?

Kondenseringskurver og -temperaturer beregnes hos Nippon Gases ved hjelp av dataprogram for fysikalske og termodynamiske data for gasser. Kondenseringstemperaturen til en blanding er den temperaturen der de første væskedråpene kan felles ut. Hvis dette skjer, så er ikke blandingen lenger homogen.

Hvilke type blandinger vil lettest kunne kondensere?

Innhold av tunge komponenter i gassblandingen påvirker fasekurven. Jo større mengder tunge komponenter i blandingen, jo lettere vil blandingen begynne å kondensere. Typiske blandinger der kondensering kan være en aktuell problemstilling, er naturgassblandinger med større mengder av tunge hydrokarboner («lange» karbonkjeder, f.eks. pentan, heksan osv).

Det finnes blandinger der utkondensering ikke er et problem. Dette gjelder blandinger med lette komponenter. Disse blandingene må gjerne mye lavere ned enn -20 °C for at væskedråper skal kunne felle ut. Eksempel på en slik blanding er O_2 i rest N_2 .

Damptrykket til en komponent forteller hvor lett denne komponenten vil begynne å kondensere. Generelt har komponenter som er i væskeform et lavere damptrykk enn komponenter i gassform. Dermed vil en blanding med stor andel «væskekomponenter» utkondensere raskere enn en blanding med bare gasskomponenter. For den sistnevnte vil utkondensering ofte ikke være et reelt problem.

Hva er konsekvensene av at komponenter i en blanding utkondenserer?

Hvis en gassblanding utkondenserer, så vil enkelte komponenter gå fra gassfase til væskefase. Det dannes væskedråper. Dette betyr at gassfasen endres, og at blandingen ikke lenger er homogen. Hvis en gassblanding har komponenter som er kondensert ut, så er ikke gassfasens sammensetning lenger representativ i forhold til sertifikatets verdier.

En kalibreringsgass må ikke brukes hvis den er utkondensert.

Hva kan gjøres hvis en mistenker utkondensering?

En blanding som mistenkes å ha utkondenserte komponenter må re-homogeniseres. Dette kan gjøres ved å oppbevare sylindere liggende i romtemperatur i minst 14 dager.

Det må ikke tas gass fra en kalibreringsgassflaske der det mistenkes utkondensering.

Hvordan sikre at en gassblanding ikke utkondenserer?

For å sikre at en gassblanding ikke kondenserer, så må en være bevisst på hva som er kondenseringstemperaturen. Både under lagring og spesielt transport kan gassflasken utsettes for lave temperaturer. Det er viktig at gassblandinger som inneholder kondenserbare komponenter ikke oppbevares ved lavere temperaturer enn det som anbefales.

Ved å bestille varmetransport, så kan en sikre at en gassblanding transporteres ved temperaturer som ikke vil gi utkondensering. Dette er spesielt aktuelt i vinterhalvåret når kunder ønsker å ta i bruk blandinger med en gang.

Som utgangspunkt beregner Nippon Gases fylletrykk på blandinger ved utkondenseringstemperatur på 0 °C . Dersom dette resulterer i et fylletrykk $< 20\text{ bar}$, beregner vi hva trykket blir ved 5 og 10 °C . Deretter spør vi kunden hva de ønsker. Det er viktig å være bevisst på at ved å velge en høyere kondenseringstemperatur, så vil en eventuell risiko for utkondensering øke.

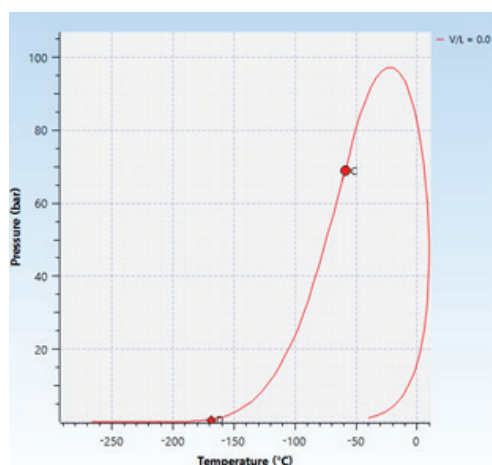
Høyeste kondenseringstemperatur som vi setter på kalibreringsgasser er $+10\text{ °C}$, og det er denne temperaturen som da gir det høyeste fylletrykket. Da er det viktig å være bevisst på at ved lavere temperaturer enn $+10\text{ °C}$, som f.eks. under transport, så er det fare for utkondensering av komponenter i blandingen.

Dersom kondenseringstemperaturen senkes til f.eks. 0 °C så reduseres faren for utkondensering tilsvarende. Det er altså mulig å senke kondenseringstemperaturen dersom flasken fylles til et lavere fylletrykk, se eksempel under.

Eksempel på ulike fylletrykk, og hvilke kondenseringstemperaturer dette gir

Fasekurven til en blanding sier hvilken fase en blanding er i ut fra temperatur og trykk. Dersom eksempelblanding X nedenfor fylles til ulike fylletrykk, så gir dette utslag i ulike kondenseringstemperaturer:

Kondenseringstemperatur:	0 °C	5 °C	10 °C
Fylletrykk:	15,0 barA	21,7 barA	30,3 barA



Ulike blandinger vil ha ulike fasekurver. Ved å være bevisst på problematikken rundt utkondensering, kan en ved å velge en høyere kondenseringstemperatur tillate et høyere fylletrykk på flasken. Det er da viktig å ta nødvendige forholdsregler for transport og oppbevaring, slik at man unngår for lave temperaturer. Alternativt må man påse at eventuell utkondensering reverseres før flasken tas i bruk.

Merking av produkter og informasjon på sertifikat

Gassblandinger som har høyere kondenseringstemperatur enn -20 °C defineres som «kondenserbare». Slike blandinger merkes med «Fare for utkondensering».

På blandingens sertifikat gis det informasjon om hva en skal gjøre dersom en mistenker utkondensering.

Generelt kan blandinger oppbevares ved temperaturer inntil 45 °C . Laveste anbefalte temperatur for oppbevaring angis av kondenseringstemperaturen.

Kondenseringsproblematikk under bruk av kalibreringsgass

Når en komprimert gass ekspanderer og trykket synker, så synker temperaturen i den. Regulering av gasser fra høyt trykk til lavt trykk resulterer generelt i et temperaturfall i den regulerte gassen. Dermed er det mulighet for avkjøling og utkondensering av en gass. Dette er ofte kjent som Joule-Thomson-kjøling.

Se ISO 16664 (Gassanalyse – Behandling av kalibreringsgasser og gassblandinger – Retningslinjer) og ISO 10715 (Naturgass – retningslinjer for prøvetaking) for mer info.