TEKNILLINEN KORKEAKOULU
Elektroniikan, tietoliikenteen ja automaation tiedekunta
Elektroniikan laitos

Jussi Kuutti

KALIBROINTIKAASUJEN SEKOITUSMENETELMIEN TUTKIMINEN JA KEHITTÄMINEN

Diplomityö, joka on jätetty opinnäytteenä tarkastettavaksi diplomi-insinöörin tutkintoa varten Espoossa 8.4.2009

Työn valvoja:

Professori Raimo Sepponen

Työn ohjaajat:

Antero Pitkäkoski, Vaisala Oyj

DI Ilkka Kotamäki, Vaisala Oyj

TEKNILLINEN KORKEAKOULU DIPLOMITYÖN TIIVISTELMÄ

Tekijä:	Jussi Kuutti		
Työn nimi:	Kalibrointikaasujen sekoitusmenetelmien tutkiminen ja kehittäminen		
Päivämäärä:	8.4.2009	Sivumäärä:	106
Tiedekunta:	Elektroniikan, tietoliikenteen ja automaation tiedekunta		
Professuuri:	Sovellettu elektroniikka	Koodi:	S-66
Työn valvoja:	Professori Raimo Sepponen		
Työn ohjaaja:	Mittanormaalilaboratorion esimies Antero Pitkäkoski Vanhempi kalibrointi-insinööri, DI Ilkka Kotamäki		

Työn tavoitteena oli löytää sopiva menetelmä tuottaa jäljitettävästi ja käytössä olevaa sekoitustapaa tarkemmin hiilidioksidi-typpikaasuseoksia, 0,01…2 % hiilidioksidipitoisuudella. Lisäksi tavoitteena oli arvioida valitun menetelmän soveltuvuus muiden kaasuseosten, esimerkkinä happi-typpiseos, valmistamiseen. Tehdyn markkinatutkimuksen perusteella keskityttiin massavirtasäätimillä toteutettavan sekoitusjärjestelmän tutkimiseen.

Testejä varten tilattiin termisiä sekä differentiaalipaineen mittaukseen perustuvia hiilidioksidi- ja typpimassavirtasäätimiä. Säädintyypit olivat eri laitevalmistajilta. Näille sekä nykyisin käytössä oleville termisille massavirtasäätimille tehtiin sarja koekalibrointeja. Säätimien suorituskykyä vertailtiin massavirtalukeman korjauksen sekä mittauksen toistuvuuden ja hystereesin perusteella. Käytössä olevia säätimiä lukuun ottamatta, typpisäätimille tehtiin lisäkalibroinnit kahdella eri syöttöpaineella, mahdollisen massavirtalukeman paineriippuvuuden selvittämiseksi.

Koekalibrointitulosten perusteella nykyisin käytössä olevat massavirtasäätimet eivät pärjänneet testin parhaalle säädinmallille. Massavirtalukemien suhteellinen standardiepävarmuus kalibrointialueilla saavutettavalla pienimmällä 0,07 % hiilidioksidipitoisuudella oli testien parhaan säädinmallin CO_2-säätimelle 0,19 %, ja N_2-säätimelle 0,01 %. Tavoitteeksi asetetun 0,01 % CO_2-pitoisuuden suhteellista standardiepävarmuutta ei kalibrointialueiden rajoitusten vuoksi voitu arvioida.

Avainsanat: Hiilidioksidivirtaus, typpivirtaus, kaasujen sekoitus, massavirtaus, tilavuusvirtaus, massavirtamittari ja -säädin, massavirtakalibrointi

HELSINKI UNIVERSITY OF TECHNOLOGY ABSTRACT OF MASTER'S THESIS

Author:	Jussi Kuutti		
Title of thesis:	Research and Development of Mixing Calibration Gases		
Date:	8.4.2009	Pages:	106
Faculty:	Faculty of Electronics, Communications and Automation		
Chair:	Applied Electronics	Chair code:	S-66
Supervisor:	Professor Raimo Sepponen		
Instructor:	Head of Measurement Standards Laboratory Antero Pitkäkoski Senior Calibration Engineer Ilkka Kotamäki, M.Sc. (Tech.)		

The aim of this thesis was to find a suitable method to produce traceable carbon dioxide - nitrogen mixtures for 0,01…2 % carbon dioxide concentration. The new method was supposed to be more accurate than the existing one. An additional aim was to consider the suitability of the method to produce different gas mixtures as well, e.g. oxygen - nitrogen mixtures. On the basis of the accomplished market analysis the research was focused on a mixing system involving mass flow controllers.

For the tests thermal and differential pressure based mass flow controllers were ordered, both types from different manufacturers. Series of test calibrations, similar to those used for present thermal controllers were then carried out. The performances of the controllers were compared by correction to the mass flow reading, repeatability and hysteresis of the measurement. To find out possible pressure dependence of mass flow readings additional calibrations were carried out to nitrogen controllers, with two different supply pressures. The controller type in use was excluded.

On the basis of the calibration results, the mass flow controller type currently in use was not the best of the controllers included in the tests. At the lowest carbon dioxide concentration reachable (0,07 %) with the calibration ranges the standard uncertainty of the mass flow reading was with the best test controller type 0,19 % for the CO_2 controller, and 0,01 % for the N_2 controller. The standard uncertainty of targeted 0,01 % CO_2 concentration could not be estimated due to limitations of the calibration ranges.

Keywords: Carbon dioxide flow, nitrogen flow, gas mixing, mass flow, volumetric flow, mass flow meter and controller, mass flow calibration

Esipuhe

Tämä diplomityö on tehty 1.4.2008 - 18.12.2008 välisenä aikana Vaisalan Oyj:n Mittanormaalilaboratoriossa Vantaalla. Diplomityön keskeinen tavoite oli löytää sekoitusmenetelmä, jolla voidaan tuottaa tarkasti pienten hiilidioksidipitoisuuksien hiilidioksidityppikaasuseoksia ja myös arvioida sen soveltuvuutta muiden kaasuseosten valmistamiseen. Kaasuseoksia käytetään Vaisalan laitetuotannossa ja -huollossa hiilidioksidimittalaitteiden kalibroinnissa. Ennen opinnäytetyötäni olin ehtinyt työskennellä Vaisalan Mittanormaalilaboratoriossa (MNL) neljänä peräkkäisenä kesänä vuosina 2004-2007, mm. kaasuvirtauskalibrointien parissa. Näin ollen työn aihepiiri oli minulle jo ennestään jossain määrin tuttu.

Työni valvojana toimi TKK:n Sovelletun elektroniikan professori Raimo Sepponen ja pääasiallisena ohjaajana Vaisalan Mittanormaalilaboratorion esimies Antero Pitkäkoski. Myös laboratorion kalibrointi-insinööri DI Ilkka Kotamäki osallistui työni ohjaamiseen. Heille lausun parhaimmat kiitokseni arvokkaasta ja asiantuntevasta avusta työni aikana sekä kiinnostuksesta työtäni kohtaan. Testausinsinööri Mika Mannosta kiitän monista neuvoista sekä väsymättömästä Vaisalan mittausohjelmiston muokkauksesta testaustarpeisiini. Testausinsinööri Teemu Lomanille kiitokset opastuksesta Vaisalan tuotannon ja laitehuollon hiilidioksidikalibrointiasemien toimintaan ja kalibrointi-insinööri Jouni Leskiselle avusta ja neuvoista laboratorion virtauskalibrointiaseman kanssa. Kiitokset avusta ja mukavasta työilmapiiristä myös muulle Mittanormaalilaboratorion henkilökunnalle Antti Leivoselle, Lasse Mäelle, Pekka Puttoselle, Ilari Suorsalle ja Ville Vuoriolle sekä Vaisala Services'n after sales -prosessien päällikölle Janne Kivilaaksolle. Vaisala Oyj:tä kiitän minulle diplomityötä varten myönnetystä apurahasta.

Niin ikään haluan kiittää lämpimästi kaikkia ystäviäni ja sukulaisiani, erityisesti äitiäni Leenaa opiskeluaikana saamastani jatkuvasta kannustuksesta ja tuesta. Erityiskiitos kuuluu myös kihlatulleni Silkelle, jonka läsnäolo ja henkinen tuki on ollut minulle korvaamaton voimavara.

Espoossa 8.4.2009

Jussi Kuutti

Sisältö

Esipuhe ..... **iv**

Sisältö ..... **v**

Symbolit ja lyhenteet ..... **viii**

1 Johdanto **1**

2 Kaasuvirtausmittauksen teoriaa **6**

2.1 Massavirta ja tilavuusvirta 6

2.2 Massavirtamittari ja massavirtasäädin 7

2.3 Laminaarivirtauselementti 9

2.3.1 Väliaineen viskositeetti 9

2.3.2 Kaasuvirtauksen tyypit 9

2.3.3 Reynoldsin luku 10

2.3.4 Laminaarivirtauselementin rakenne 11

3 Kaasuvirtausten mittaus- ja säätömenetelmiä sekä kaasunsekoitusjärjestelmiä **12**

3.1 Prosessikäyttöön soveltuvia kaasuvirtausmittareita 12

3.1.1 Rotametri 12

3.1.2 Terminen massavirtamittari 14

3.1.3 Differentiaalipainemassavirtamittari 16

3.1.4 Coriolis-massavirtamittari 18

3.2 Massavirtakalibrointien mittanormaaleja 21

3.2.1 Mäntä- ja kellovirtausmittarit 21

3.2.2 PVTt -virtausmittausjärjestelmä 22

3.2.3 Kriittiset virtaussuuttimet 22

3.2.4 Staattinen ja dynaaminen punnitus 23

3.3 Muita kaasuille sopivia virtausmittareita 24

3.3.1 Turbiinivirtausmittari 24

3.3.2 Kuplavirtausmittari 25

3.3.3 Pyörrevirtausmittari 26

3.3.4 Ultraäänivirtausmittarit ... 27
3.4 Kaasujen sekoitus painesäätimien avulla ... 29
3.5 Kaupalliset kaasunsekoitusjärjestelmät ... 29
3.5.1 WITT-Gasetechnik MDE-MFC -kaasunsekoittaja ... 30

4 Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemat ja niiden kalibrointikaasunsekoitusjärjestelmät ... 32
4.1 Yleistä kalibrointiasemista ... 32
4.2 Kalibrointikaasun syöttö ja sekoitus ... 32
4.3 Terminen massavirtasäädin Brooks Instrument 5850S ... 35

5 Termisten massavirtasäätimien kalibrointi Vaisalassa ... 39
5.1 Mittanormaalilaboratorio ... 39
5.2 Massavirtakalibrointiasema ... 40
5.3 Massavirtareferenssit ... 42
5.4 Termisten massavirtasäätimien kalibrointimenettely ... 44
5.5 Massavirtareferenssien kalibrointi ... 46

6 Koekalibroinneissa käytettyjen massavirtasäätimien ominaisuuksia ... 48
6.1 Differentiaalipainemassavirtasäädin Alicat Scientific 16 ... 48
6.2 Terminen massavirtasäädin Horiba Stec SEC-Z500X ... 52

7 Massavirtasäätimien koekalibroinnit hiilidioksidilla ja typellä ... 56
7.1 Yleisiä koejärjestelyjä ... 56
7.2 Mittauskierrokset ja kalibrointipisteet ... 57
7.3 Kalibrointimenettely ... 58
7.4 Koekalibroinnit eri kaasunsyöttöpaineilla ... 58

8 Koekalibrointitulosten tarkastelua ja johtopäätöksiä ... 62
8.1 Yleistä koekalibrointituloksista ... 62
8.2 Massavirtalukeman tarkkuus ... 63
8.3 Massavirtalukeman toistuvuus ... 65
8.4 Massavirtalukeman hystereesi ... 67
8.5 Massavirtalukeman suhteellinen standardiepävarmuus ja laajennettu mittausepävarmuus ... 69

8.6 Kalibrointitulokset eri syöttöpaineilla ... 71
8.6.1 Massavirtalukeman tarkkuus ja hystereesi ... 71
8.6.2 Massavirtalukeman korjauksen paineriippuvuus ... 73
8.7 Virhelähteitä ... 74
8.8 Johtopäätöksiä ... 75

9 Kalibroinneissa käytettävien kaasujen ominaisuuksia ... 76
9.1 Typpi ... 76
9.1.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset ... 76
9.1.2 Turvallisuus ... 76
9.2 Hiilidioksidi ... 77
9.2.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset ... 77
9.2.2 Turvallisuus ... 78
9.3 Happi ... 79
9.3.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset ... 79
9.3.2 Turvallisuus ... 79
9.4 Kaasusäiliöiden varastointiin liittyviä yleisiä turvallisuusnäkökohtia ... 80

10 Yhteenveto ... 82

Viitteet ... 84

Liite A Testimassavirtasäätimien sarjaliikennekomentoja ... 89

Liite B Vaisala CARBOCAP® -hiilidioksidianturin tuote-esite ... 91

Symbolit ja lyhenteet

Latinalaiset

Symboli	Selite	Yksikkö
A	Amplitudi	V
a	Massavirtalukeman aritmeettinen korjaus	sccm
b	Massavirtalukeman korjauskertoimilla laskettu korjaus	sccm
C_0	Massavirtalukeman korjausvakio	sccm
C_1	Massavirtalukeman ensimmäisen asteen korjauskerroin	-
C_2	Massavirtalukeman toisen asteen korjauskerroin	1/sccm
C_D	Dimensiovakio	m^3
C_G	Geometrinen vakio	m^3
c	Ominaislämpökapasiteetti	J/(kg K)
f	Taajuus	Hz
G	Kaasupitoisuus	%
g	Kaasun muuntokerroin	-
I	Sähkövirta	A
k	Kattavuustekijä	-
k_s	Jousivakio	kg/s^2
k_{ang}	Kulmajousivakio	$kg\ m^2/s^2$
L	Pituus	m
L	Pituus tuumina	"
m	Massa	kg
N	Lukumäärä	-
P	Teho	W
p	Paine	Pa, bar
q	Massavirta	kg/s, sccm
q_V	Tilavuusvirta	m^3/s
R	Resistanssi	Ω
R_f	Virtausvastus	$m^2\ s/kg$

Symboli	Selite	Yksikkö
Re	Reynoldsin luku	-
r	Säde	m
S	Strouhalin luku	-
T	Absoluuttinen lämpötila	K
T	Lämpötila	°C
t	Aika	s
U	Tasajännite	V
U_k	Laajennettu mittausepävarmuus	sccm
u	Vaihtojännite	V
u_s	Standardiepävarmuus	sccm
V	Tilavuus	m^3
v	Nopeus	m/s
w	Suhteellinen standardiepävarmuus	%
y_0	Painelähettimen kalibrointivakio	kPa
y_1	Painelähettimen ensimmäisen asteen kalibrointikerroin	kPa/V
y_2	Painelähettimen toisen asteen kalibrointikerroin	kPa/V^2
y_3	Painelähettimen kolmannen asteen kalibrointikerroin	kPa/V^3
X	Kalibrointipistemuuttuja	sccm
Z	Puristuvuustekijä	-

Kreikkalaiset

Symboli	Selite	Yksikkö
γ	Adiabaattivakio	-
Δ	Erotus, muutos	-
η	(Absoluuttinen) viskositeetti	$N\ s/m^2$
μ	Kinemaattinen viskositeetti	m^2/s
ρ	Tiheys	kg/m^3
Σ	Summa	-
σ	Keskihajonta	-

φ	Absoluuttinen kulma	rad
ω	Kulmanopeus	rad/s

Lyhenteet

Lyhenne	Selite
bps	Bits per second
	Bittiä sekunnissa
CMM	Coriolis-massavirtamittari
DC	Direct current
	Tasavirta
DPMM	Differentiaalipainemassavirtamittari
DPMS	Differentiaalipainemassavirtasäädin
DWS	Dynamic weighting system
	Dynaaminen punnitusjärjestelmä
EA	European co-operation for Accreditation
	Eurooppalainen akkreditoinnin yhteistyöelin
FINAS	Finnish Accreditation Service
	Suomen akkreditointipalvelu
GND	Ground
	Maajohdin
HTP	Haitalliseksi tunnettu pitoisuus
IDLH	Immediately dangerous to life and health
	Välittömästi hengelle ja terveydelle vaarallinen
LCD	Liquid crystal display
	Nestekidenäyttö
LVE	Laminaarivirtauselementti
MIKES	Mittatekniikan keskus
MNL	Mittanormaalilaboratorio (Vaisala Oyj)
MSL	Measurement Standards Laboratory (Vaisala Oyj)
NIST	National Institute of Standards and Technology
	Yhdysvaltain kansallinen mittanormaalien ja teknologian laitos
NPT	National pipe thread taper
	Yhdysvaltain kansallinen putkikierrekoko

Lyhenne	Selite
NTP	Normal temperature and pressure
	Normaalilämpötila ja -paine (p = 100 000 Pa, T = 273,15 K)
ppm	Parts per million
	Kappaletta (partikkelia) miljoonassa
psi	Pounds per square inch
	Paunaa per neliötuuma (1 psi = 6,895 kPa)
RxD	Received data
	Vastaanotettu data
sccm	Standard cubic centimeters per minute
	Standardikuutiosenttimetriä minuutissa
scfm	Standard cubic feet per minute
	Standardikuutiojalkaa minuutissa
SI	Système International d'Unités
	Kansainvälinen yksikköjärjestelmä
slm	Standard liters per minute
	Standardilitraa minuutissa
STM	Sosiaali- ja terveysministeriö
TMM	Terminen massavirtamittari
TMS	Terminen massavirtasäädin
TxD	Transmitted data
	Lähetetty data
USB	Universal serial bus
VIN	Vaisala Instruments
VSE	Vaisala Services

Ylä- ja alaviitteet

Ylä- tai alaviite	Selite
a	Absoluuttinen arvo
ave	Keskiarvo
c	Korjattu arvo
cal	Kalibrointikaasu

Ylä- tai alaviite	Selite
cap	Kapillaariputki
CO2	Hiilidioksidi
cor	Coriolisvärähtely
down	Laskeva kalibrointisekvenssi
i	Summalausekkeen muuttuja
in	Syöttöpaine
m	Massavirtamittarin tai -säätimen mittausarvo eli lukema
max	Maksimiarvo
min	Minimiarvo
N	Standardiolosuhteet
n	Summalausekkeen muuttujan suurin arvo
N2	Typpi
p	Vakiopaine
r	Referenssi
T	Vakiolämpötila
t	Virtausputki
tot	Kokonaisarvo
up	Nouseva kalibrointisekvenssi

Kemialliset kaavat

Kaava	Selite
C_2H_5OH	Etanoli
$(C_2H_5)_2O$	Dietyylieetteri
C_2H_6S	Dimetyylisulfidi
C_3H_6O	Asetoni
$C_3H_6O_2$	Metyyliasetaatti
$C_6H_5CH_3$	Tolueeni
C_6H_6	Bentseeni
C_7H_{16}	Heptaani
CO	Hiilimonoksidi, häkä
CO_2	Hiilidioksidi

Kaava	Selite
$CO_2 + O_2$	Lääkinnällinen karbogeeni
CO_3^{2-}	Karbonaatti
HCO_3^-	Bikarbonaatti, vetykarbonaatti
H_2CO_3	Hiilihappo
H_2O	Vesi
Li	Litium
N_2	Typpi
Mg	Magnesium
O_2	Happi

1 Johdanto

Vaisala Oyj:n toimialaan kuuluvat tuotteiden ja palvelujen kehittäminen ja markkinointi ympäristömittaukseen ja teollisuuden mittaustarpeisiin. Yrityksen juuret ulottuvat vuoteen 1936, jolloin professori Vilho Väisälän kehittämän radiosondin toimitukset alkoivat. Radiosondin saavuttaman menestyksen myötä Väisälä perusti vuonna 1944 Mittari Oy:n niiden laajamittaisempaa tuotantoa varten. Yrityksen nimi muuttui Vaisala Oy:ksi vuonna 1955, jolloin yhtiö myös muutti Helsingin Pasilasta nykyisiin toimitiloihinsa Vantaanlaaksoon silloiseen Helsingin maalaiskuntaan. Helsingin pörssiin Vaisala Oyj listautui vuonna 1994. [31] [47]

Tänä päivänä Vaisala on monilla toimialueillaan maailman markkinajohtaja. Yrityksen teollisuudelle suunnattuihin tuotteisiin kuuluvat mm. mittalaitteet barometriselle paineelle, hapelle, hiilidioksidille, kastepisteelle, suhteelliselle sekä maakaasun ja öljyn kosteudelle, näkyvyydelle, pilven korkeudelle, tuulelle ja vallitsevalle säälle, sekä säälähettimet ja -tutkat – perinteisiä radiosondeja unohtamatta. Muita Vaisalan keskeisiä toimintoja ovat asiakaslähtöiset ja räätälöidyt säähavaintoratkaisut ja palvelut, kuten mittalaitteiden kalibrointi- ja huoltopalvelut.

Käsillä olevan diplomityön kannalta keskeisiä Vaisalan valmistamia mittalaitteita ovat Vaisala CARBOCAP® -infrapunahiilidioksidianturilla (liite B) varustetut mittalaitteet kuten hiilidioksidimittapäät, -lähettimet, -mittarit ja -moduulit (kuva 1 ja kuva 2). Vaisalan valmistamat hiilidioksidimittalaitteet perussuoritusarvoineen on listattu taulukossa 1. Hiilidioksidimittalaitteilla on nykypäivänä lukuisia käyttökohteita mm. biologisessa tutkimuksessa, kasvihuoneviljelyssä, panimo- ja viinituotannossa sekä huoneilman miellyttävyyttä ja terveellisyyttä edistävissä ilmastointiratkaisuissa. [51]

Ennen uuden tuotteen asiakkaalle lähettämistä tehdään hiilidioksidimittalaitteille ns. tehdaskalibrointi, jota laitteen suorituskyvyn ylläpitämiseksi niin ikään tarjotaan asiakkaille huoltosopimuksena tai erikseen tilattuna palveluna. Hiilidioksidikalibrointeja tehdään Vaisala Instruments'n (VIN) tuotannossa ja Vaisala Services'n (VSE) lähes kaikissa huoltokeskuksissa (Eurooppa, Pohjois-Amerikka ja Aasia). Kalibrointiasemissa kalibrointikaasun tarvittava hiilidioksidi-typpi-sekoitussuhde saadaan termisten massavirtasäätimien avulla tai, erityisen pienten hiilidioksidipitoisuuksien ollessa kyseessä, käytetään valmista pullotettua sertifioitua sekoitekaasua. Massavirtasäätimet puolestaan kalibroidaan VSE:n Mittanormaalilaboratoriossa (MNL) paine-eron-mittaukseen perustuvia laminaarivirtauselementtejä vastaan. MNL:n massavirtareferensseillä on jäljitettävyys Yhdysvaltain kansallisen mittanormaalien ja teknologian laitoksen (National Institute of Standards and Technology, NIST) kautta SI-järjestelmän massan ja ajan perusyksiköihin, kilogrammaan ja sekuntiin (kuva 26).

Vaikka pienten hiilidioksidipitoisuuksien kalibrointiin käytettävien valmiiden sekoitekaasujen tarkkuus on hyvin luotettava, kokonaistaloudellisempaan lopputulokseen on mahdollista päästä sekoittamalla tarvittavat kalibrointikaasut puhtaista raakakaasuista vasta kalibrointiasemassa. Näin menetellen vuosittaiset kalibrointikaasukustannukset voivat olla jopa yli kuusi kertaa pienemmät kuin valmista kaasusekoitetta käytettäessä [29]. Tämän diplomityön tavoitteena on löytää sopiva menetelmä tuottaa jäljitettävästi

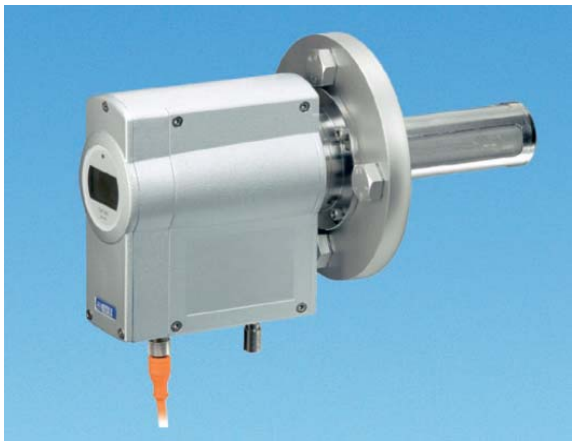
ja käytössä olevaa sekoitustapaa tarkemmin pienten hiilidioksidipitoisuuksien hiilidioksidi-typpikaasuseoksia. Sekoitusmenetelmän on lisäksi oltava tuotannolliseen käyttöön sovellettavissa. Ideaalitapauksessa sopivalla sekoitusjärjestelmällä voidaan saavuttaa huomattavia kustannussäästöjä korvaamalla kaikki valmiita sekoituskaasuja käyttävät hiilidioksidi- ja happikalibrointiasemat sekä VIN:n tuotannossa että VSE:n huoltopisteissä maailmanlaajuisesti. Mikäli tällä hetkellä tarvittavat eri hiilidioksidikalibrointikonsentraatiot saataisiin valmiista sekoitekaasuista, tarkoittaisi tämä käytännössä, että varastossa pitäisi jatkuvasti olla 12 eri hiilidioksidikonsentraatiota varapulloineen, eli yhteensä 24 kaasupulloa. Mikäli kaikki kaasuseokset voitaisiin sekoittaa itse, olisi tarpeen pitää varastossa vain puhdasta hiilidioksidia ja typpeä sisältävät pullot, eli varapullot mukaan lukien neljä pulloa.

Kuva 1. Vaisala GMP343 -hiilidioksidimittapäitä [51]. Vasemmalla diffuusio- ja oikealla läpivirtausmalli

Kuva 2. Vaisala GMD/W20 -sarjan ilmastointiratkaisuihin tarkoitettuja hiilidioksidilähettimiä [51]. Vasemmalla seinään asennettavia GMW20-sarjan ja oikealla kanavaan asennettavia GMD20-sarjan laitteita

Tällä hetkellä Vaisalassa käytössä olevissa, Brooks Instrument'n termisillä massavirtasäätimillä varustetuissa hiilidioksidikalibrointiasemissa voidaan teoriassa valmistaa hiilidioksidi-typpikaasuseoksia noin 0,1...20 % hiilidioksidipitoisuudella. Käytännössä alin asemissa riittävän luotettavasti saavutettava hiilidioksidipitoisuus on 2 %. Säätimien tarkkuus on valmistajan spesifikaatioiden mukaan ± 0,5 % säätimien näyttämästä ja ± 0,1 % niiden mittausalueesta. MNL:ssa tehtyjen koe- ja määräaikaiskalibrointien perusteella on yksittäisten säätimien massavirta-arvon näyttämissä kuitenkin esiintynyt jopa 20 % epästabiiliutta.

Tavoitteena on, että kalibrointiasemissa voitaisiin puhtaita hiilidioksidi- ja typpikaasuja käyttäen riittävällä tarkkuudella valmistaa kalibrointikaasuseoksia myös hiilidioksidipitoisuusalueella 0,01...2 % (100...20 000 ppm). Mahdollisuuksien mukaan sekoitusmenetelmää voitaisiin käyttää myös muiden kalibrointikaasuseosten, mm. happi-typpikaasuseosten valmistamiseen. Vaisalan tuotevalikoimaan kuuluu optinen, diodilaseriin perustuvan Vaisala SPECTRACAP® -happianturin sisältävä OMT355 -happilähetin (kuva 3). OMT355:n mittausalue on 0...25 % O_2. Sitä käytetään happipitoisuuden mittaamiseen mm. teollisissa prosesseissa, polttoaineiden kuljetuksessa ja lääketieteellisissä sovelluksissa, sekä muissa tilanteissa joissa happipitoisuuden mittaaminen on turvallisuussyistä tärkeää. [51]



Kuva 3. Vaisala OMT355 -happilähetin [51]

Työn toisessa luvussa käydään läpi kaasuvirtausmittaukseen liittyvää teoriaa. Kolmannen luvun pääosan muodostavat kaasuille sopivat massavirtamittarit ja -säätimet. Yleisimmin tavattujen mittareiden ja -säätimien lisäksi kuvataan lyhyesti myös harvinaisempia mittalaitteita. Esillä on sekä prosessikäyttöön että kalibrointireferensseiksi soveltuvia laitteita ja mittausjärjestelmiä. Lisäksi luvussa esitellään Daltonin painelakiin perustuva kaasujensekoitusratkaisu.

Neljännen luvun aiheena on VIN:n tuotannon ja VSE:n huolto-osaston nykyisten hiilidioksidikalibrointiasemien sekä MNL:n massavirtauskalibrointiaseman kokoonpano ja

toiminta. Viidennessä luvussa käsitellään Vaisalassa nykyisin käytössä olevien termisten massavirtasäätimien kalibrointiketjua ja kalibroinnin jäljitettävyyttä.

Kuudennessa luvussa esitellään testeihin valittujen differentiaalipainemassavirtasäätimien ja termisten massavirtasäätimien, samoin kuin tällä hetkellä Vaisalassa käytössä olevien termisten säätimien ominaisuuksia. Seitsemännessä luvussa kuvataan testimassavirtasäätimien koekalibrointijärjestelyt ja kahdeksannessa luvussa tarkastellaan saatuja kalibrointituloksia ja tehdään niiden pohjalta johtopäätöksiä massavirtasäätimien sopivuudesta haluttuun kalibrointisovellukseen.

Yhdeksännen luvun aiheena ovat Vaisalan kaasukalibrointiasemissa käytettävien kaasujen, hiilidioksidin, typen ja hapen fysikaaliset ja kemialliset ominaisuudet. Luvussa käsitellään lyhyesti myös ko. kaasuihin liittyviä riskitekijöitä ja turvallisuusnäkökohtia. Työn tulosten yhteenveto ja johtopäätökset ovat viimeisessä eli kymmenennessä luvussa.

Taulukko 1. VIN:n valmistamat hiilidioksidimittalaitteet [51]

Malli	Laitetyyppi	Mittapää	CO_2 -mittausaluevaihtoehdot	Tarkkuus
GMP343	Hiilidioksidimittapää (diffuusio- ja läpivirtausmalli)		0...1 000 ppm	± (3 ppm + 1 % lukemasta) [3]
			0...2 000 ppm, 0...3 000 ppm, 0...4 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...2 % *	± (5 ppm + 2 % lukemasta) * Tarkkuutta ei ole määritetty alle 200 ppm CO_2 -pitoisuudessa 2 % mittausalueelle [3]
GMT221	Hiilidioksidilähetin	GMP221	0...2 %, 0...3 %, 0...5 %, 0...10 %, 0...20 %	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5] [6]
GMT222	Hiilidioksidilähetin	GMP222	0...2 000 ppm, 0...3 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...7 000 ppm, 0...10 000 ppm	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5]
GM70	Kannettava hiilidioksidimittari	GMP221	0...2 %, 0...3 %, 0...5 %, 0...10 %, 0...20 %	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5] [6]
		GMP222	0...2 000 ppm, 0...3 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...7 000 ppm, 0...10 000 ppm	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5]
GMD20(D) [1]	Kanavaan asennettava hiilidioksidilähetin		0...2000 ppm, 0...5000 ppm, 0...10 000 ppm, 0...20 000 ppm	± (2 % + 2 % lukemasta) [4]
GMW21(D) [1]	Seinään asennettava hiilidioksidilähetin [2]		0...2 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...10 000 ppm, 0...20 000 ppm	± (2 % + 2 % lukemasta) [4]
GMW22(D) [1]	Seinään asennettava hiilidioksidilähetin		0...2 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...10 000 ppm, 0...20 000 ppm	± (2 % + 2 % lukemasta) [4]
GMW115	Hiilidioksidilähetin		0...2 000 ppm	± (2,5 % + 3 % lukemasta) [4]
GMM111	Hiilidioksidimoduuli		0…5 %, 0…10 %, 0…20 %	± (1,5 % + 3 % lukemasta) [4]
GMM112	Hiilidioksidimoduuli		0...2 000 ppm	± (2,5 % + 3 % lukemasta) [4]
GMM221	Hiilidioksidimoduuli	GMP221	0...2 %, 0...3 %, 0...5 %, 0...10 %, 0...20 %	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5] [6]
GMM222	Hiilidioksidimoduuli	GMP222	0...2 000 ppm, 0...3 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...7 000 ppm, 0...10 000 ppm	± (1,5 % + 2 % lukemasta) [4] [5]
GMM20W	Hiilidioksidimoduuli		0...2 000 ppm, 0...5 000 ppm, 0...10 000 ppm, 0...20 000 ppm	± (2 % + 2 % lukemasta) [4]

1) Versiossa D on näyttölaite
2) Mahdollisuus analogiseen lämpötilanmittausmoduuliin GMA20T (ei mahdollista kun näyttölaite on lisätty)
3) Olosuhteissa 25 °C, 101,3 kPa, tehdaskalibroinnin jälkeen (0,5 % tarkkuuden kaasuilla). Tarkkuus ei sisällä kohinaa
4) Mukaan lukien toistettavuus, epälineaarisuus ja kalibroinnin epävarmuus
5) Olosuhteissa + 25 °C, 101,3 kPa
6) Pitoisuuksille, jotka ylittävät 2 % mittausalueesta

2 Kaasuvirtausmittauksen teoriaa

2.1 Massavirta ja tilavuusvirta

Kaasun massavirralla q tarkoitetaan tietyn pinta-alan läpi tietyssä ajassa t virtaavan kaasun massaa m (yksikkönä 1 kg/s tai 1 g/min):

$$q = \frac{m}{t} \ . \tag{1}$$

Kaasun lämpötilan tai paineen muutos ei vaikuta sen massaan eikä näin ollen myöskään sen massavirtaan. Haluttaessa mitata kaasun tilavuusvirtaa q_V (yksikkönä 1 m^3/s tai 1 l/min) on kuitenkin otettava huomioon kaasun tiheyden muutos ympäristöolosuhteiden muuttuessa, jotta mittaustulokset olisivat vertailtavissa eri ympäristöolosuhteissa:

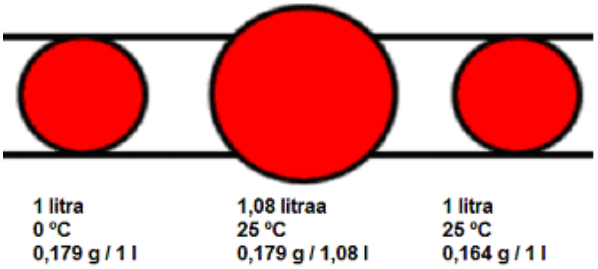
$$q_V = \frac{V}{t} = \frac{m}{\rho(T,p)t}, \tag{2}$$

missä V on ajassa t virranneen kaasun tilavuus, m virranneen kaasun massa ja $\rho(T,p)$ kaasun tiheys lämpötilan ja paineen funktiona.

Lämpötilan noustessa kaasumolekyylit liikkuvat nopeammin ja kimpoilevat törmäyksen sattuessa kauemmaksi, mikä pienentää kaasun tiheyttä. Esimerkiksi lämpötilassa 0 ºC on ilman tiheys 1,29 g/l, kun taas lämpötilassa 25 ºC tiheyden arvo on 1,19 g/l. Lämpötilojen välillä on ilmalla siis 0,1 g/l tiheysero. Näin ollen mitattaessa esimerkiksi suuruudeltaan 100 l/min tilavuusvirtaa, ilman että virtaavan kaasun tiheyden muutos otetaan huomioon, saadaan massavirrassa em. lämpötilojen välillä 10 g/min virhe. Vastaavasti kaasun paineen lisäys kasvattaa sen tiheyttä.

Yleisenä käytäntönä on ilmoittaa massavirta standarditilavuusvirtayksikköinä, jotka saadaan varsinaisesta massavirtayksiköstä jakamalla ne virtaavan kaasun tiheydellä tietyssä standardilämpötilassa ja -paineessa. Standarditilavuusvirtayksikkönä on yleisimmin standardikuutiosenttimetri, eli standardimillilitra, minuutissa (1 sccm) tai standardilitra minuutissa (1 slm). Anglosaksisissa maissa käytetään usein myös yksikköä standardikuutiojalka minuutissa (1 scfm). Standardiolosuhteet vaihtelevat massavirtamittarin tai -säätimen valmistajasta riippuen ja ilmoitetaan laitteen spesifikaatioissa. Usein standardilämpötilana käytetään arvoja 0 ºC tai + 25 ºC ja standardipaineena arvoa 101,325 kPa.

Kuvan 4 mukaisesti standarditilavuus voidaan määritellä usealla tavalla. Kuvan vasemmanpuoleisin ilmapallo sisältää 0,179 g heliumia NTP-olosuhteissa (0 ºC, 100 kPa), tilavuuden ollessa 1 l. Lämmitettäessä helium lämpötilaan + 25 ºC sen massa säilyy luonnollisesti samana, mutta tilavuus kasvaa 1,08 l:aan (keskimmäinen pallo). Näin ollen yksi standardilitra painaa lämpötilassa +25 ºC ainoastaan 0,164 g (oikeanpuoleisin pallo). Vastaavasti mikäli pallo ei olisi elastinen ja kaasu ei pääsisi laajenemaan, kasvaisivat lämpötilan noustessa pallossa olevan kaasun paine ja tiheys. [43] [53]



Kuva 4. Lämpötilan vaikutus kaasun tiheyteen [43]. Pallojen pinta-alojen muutos suhteessa niiden tilavuuden muutokseen on havainnollisuuden vuoksi liioiteltu

Kaasuvirtausmittareita on saatavilla sekä massavirtaa että tilavuusvirtaa mittaavina. Tilavuusvirtaa mittaavat laitteet eivät sovellu luotettavien kaasuseosten valmistamiseen, sillä niiden kalibrointi on käytännössä pulmallista. Kaasusekoitusten valmistamiseen käytettävien typpitilavuusvirtasäätimen kalibrointiolosuhteet voivat olla esimerkiksi + 24 ºC ja 101.3 kPa ja hiilidioksiditilavuusvirtasäätimen + 25 ºC ja 101.4 kPa, jonka lisäksi niiden käyttöolosuhteet ovat + 23 ºC ja 101.1 kPa. Näin ollen laitteiden kalibrointitulokset ja niiden käyttökohteiden tilavuusvirtausmittaukset eivät ole keskenään vertailukelpoisia.

Sen sijaan mittaustavasta riippuen massavirtamittari mittaa suoraan kaasun massa- tai tilavuusvirtaa, jonka se muuttaa tietyn standarditiheyden tai lämpötila- ja painemittaustulosten avulla standarditilavuusvirtayksiköiksi. Mittari siis ilmoittaa mittaustuloksena kuinka suuri sen hetkinen tilavuusvirtaus olisi standardiolosuhteissa. Jotkin mittarityypit, kuten coriolis-ilmiöön perustuva, ilmoittavat kuitenkin massavirtalukeman muodossa massa per aikayksikkö. On myös mahdollista, että laite tarjoaa massavirtalukeman lisäksi tilavuusvirran vallitsevissa olosuhteissa.

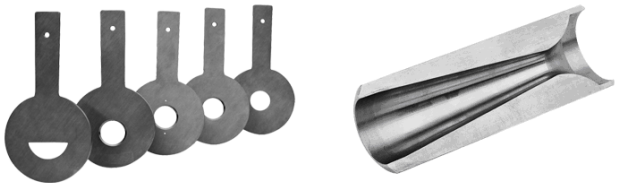
Massavirtaa mitattaessa vaihtelevat kalibrointiolosuhteet eivät vaikuta eri laitteiden virtauslukemien vertailukelpoisuuteen. Kun mittareita käytetään samoissa, vaikkakin vaihtelevissa, ympäristöolosuhteissa, voidaan niiden massavirtalukemia käyttää kaasujen sekoitussuhteiden asettelemiseen. [43] Mittaamalla massavirtaa tilavuusvirran sijaan voidaan myös saavuttaa kustannussäästöjä, sillä ympäristöolosuhteet eivät vaikuta kaasun massaan ja kulutusta on helpompi valvoa [41].

2.2 Massavirtamittari ja massavirtasäädin

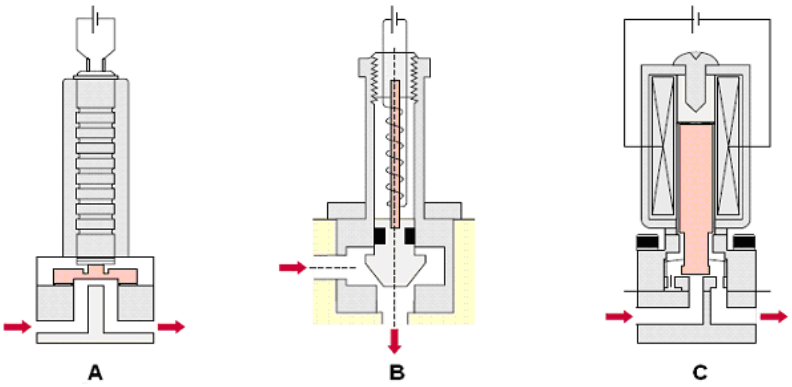
Massavirtamittari voidaan rakenteensa puolesta jakaa kahteen osaan. Ensimmäinen, eli primaariosa on kosketuksissa ja vuorovaikutuksessa mitattavan kaasun kanssa virtausputkessa. Primaariosa voi olla esim. pyörivä turbiini, laminaarivirtauselementti (LVE), virtauskanavaan kavennuksen tekevä venturiputki tai turbulenssia aiheuttava reikälevy (englanniksi orifice plate, kuva 5). Toinen, eli sekundaariosa muuttaa yhden tai useamman primaariosan aikaansaaman fysikaalisen ilmiön, kuten pyörimisliikkeen tai paine-

eron mitattavaksi suureeksi. [41] Edellä lueteltuihin primaariosiin sopivia sekundaariosia voivat olla esimerkiksi terminen kapillaarimassavirta-anturi, sähkömagneettinen pyörähdystunnistin tai paine-eromittari.

Erilaisia kaasuille sopivia massavirtamittareita on markkinoilla lukuisia. Lähes kaikista massavirtamittarityypeistä voidaan tehdä massavirtasäädin liittämällä siihen virtauksen halutunsuuruiseksi rajoittava venttiili. Yleensä venttiili on mittariin tehdasvalmisteisesti integroitu ja suoraan laitteen mittaustuloksiin reagoiva, mutta on myös mahdollista, että massavirtamittarilla hallitaan erillistä ulkoista venttiiliä. Yleisiä venttiilityyppejä ovat solenoidi- ja pietso-venttiili sekä terminen venttiili (kuva 6). Solenoidi-venttiilissä venttiilin männän ferromagneettista materiaalia olevan akselin ympärillä on käämi. Käämiin johdettava sähkövirta saa aikaan magneettikentän, joka vetää akselia puoleensa. Pietso-venttiilin toiminta perustuu pietsosähköisen materiaalin mekaaniseen jännittymiseen siihen johdetun sähkövirran seurauksena. Termisessä venttiilissä puolestaan sähkövastuksen lämmittämän akselin lämpölaajeneminen saa aikaan männän liikkeen. Edellä mainitut venttiilit on yleensä varustettu niitä ilman ulkoista energiaa joko kiinni tai auki pitävällä jousella, ja venttiilien avautuma riippuu ohjausvirran suuruudesta. [23] Rotametrien (luku 3.1.1) sisäänrakennetut venttiilit ovat tyypillisesti manuaalisesti säädettäviä ruuviventtiilejä.



Kuva 5. Massavirtamittarien primaariosia: vasemmalla erilaisia reikälevyjä ja oikealla venturiputki (halkileikkaus) [7]



Kuva 6. Erilaisia massavirtasäätimien venttiilejä. A pietso-venttiili, B terminen venttiili, C solenoidiventtiili [23]

2.3 Laminaarivirtauselementti

2.3.1 Väliaineen viskositeetti

Viskositeetti, eli väliaineen kyky vastustaa leikkausjännityksiä, on eräs virtaavan väliaineen keskeisimmistä piirteistä. Sitä voidaan pitää väliaineen sisäisenä kitkana. Viskositeetti on seurausta väliaineen osasten välisistä vetovoimista, eli koheesiosta, sekä liikemäärän vaihdosta erinopeuksisten väliainepartikkeleiden välillä. Kaasuilla viimeksi mainittu on olennaisempi viskositeetin lähde. Tämän ns. absoluuttisen viskositeetin η yksikkö on 1 N s/m^2. Toisinaan käytetään myös yksikköä poisi, 1 P = 0,1 N s/m^2.

Toisin kuin nesteillä, lämpötilan nousulla on voimakas vaikutus kaasujen viskositeetin kasvuun. Tämä on seurausta kaasumolekyylien liike-energian lisääntymisestä. Sen sijaan paineen vaikutus kaasujen absoluuttiseen viskositeettiin on vähäinen.

Kinemaattinen viskositeetti μ määritellään absoluuttisen viskositeetin η ja väliaineen tiheyden ρ suhteena:

$$\mu = \frac{\eta}{\rho} . \tag{3}$$

Kinemaattisen viskositeetin yksikkö on 1 m^2/s. Erityisesti kaasuilla paineen muutoksella on suuri vaikutus niiden kinemaattiseen viskositeettiin. Tämä on seurausta kaasujen kokoonpuristuvuudesta. [19]

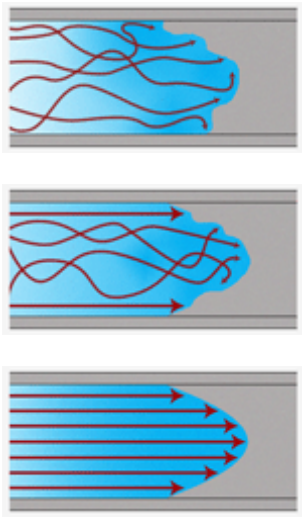
2.3.2 Kaasuvirtauksen tyypit

Kaasuvirtauksella on kolme tyyppiä: turbulenttinen, transitionaalinen ja laminaarinen virtaus (kuva 7). Turbulentissa virtauksessa kaasun rakenneosaset eivät etene suoraviivaisesti vaan virtauksessa esiintyy pyörteilyä ja muuta jatkuvaa vaihtelua. Tämän vuoksi sen nopeudesta, painehäviöstä tietyllä virtausmatkalla tai muusta fysikaalisesta ominaisuudesta on mahdotonta tehdä luotettavia mittauksia. Turbulenssia aiheuttaa mm. virtausputken seinämien epätasaisuus ja sitä esiintyy erityisesti suurilla virtausnopeuksilla ja poikkileikkaukseltaan isoissa putkissa.

Laminaarisessa virtauksessa kaasupartikkelit etenevät suoraviivaisesti, eikä pyörteilyä esiinny. Voidaan ajatella, että aivan virtausputken reunalla kaasupartikkelit ovat viskositeetin vuoksi levossa ja virtauksen nopeus kasvaa suurimmaksi putken keskikohtaan mennessä. Toisin kuin turbulenttisen virtauksen, ovat laminaarisen virtauksen fysikaaliset ominaisuudet, esimerkiksi painehäviö tietyllä matkalla, luotettavasti mitattavissa. Laminaarista virtausta esiintyy suhteellisen pienillä virtausnopeuksilla ja halkaisijaltaan pienissä putkissa.

Transitionaalinen virtaus on tietyissä kohdissa, yleensä virtausputken seinämän vieressä, laminaarista ja putken keskellä turbulenttia. Turbulenttisen virtauksen tavoin myös transitionaalisen virtauksen fysikaalisia ominaisuuksia on hankala mitata luotettavasti.

Laminaarivirtauselementin (LVE) tarkoitus on pakottaa kaasuvirtaus laminaariseksi virtausmittausta varten. [4] [19] [38] LVE:ia käytetään usein differentiaalipainemassavirtamittarin sekä termisen massavirtamittarin primaariosana.



Kuva 7. Kaasuvirtauksen muodot (ylhäältä alas): turbulentti, transitionaalinen ja laminaarinen virtaus [4]. Nuolet ovat nopeusvektoreita

2.3.3 Reynoldsin luku

Dimensioton Reynoldsin luku kuvaa virtaavaan väliaineeseen vaikuttavien inertiavoimien suhdetta sen muodonmuutosta vastustaviin eli viskooseihin voimiin. Laminaarisesti virtaavan kaasun virtausvastus R_f on riippuvainen ainoastaan sille ominaisesta Reynoldsin luvusta Re [17]:

$$R_f = \frac{\mathrm{Re}^{n-2}}{\rho v^2}, \tag{4}$$

missä ρ on kaasun tiheys, v virtauksen nopeus ja n virtaustyypille ominainen parametri. Laminaarivirtaukselle $n = 1$, joten sen virtausvastukseksi saadaan

$$R_f = \frac{\mathrm{Re}^{-1}}{\rho v^2}. \tag{5}$$

Reynoldsin luku Re määräytyy virtauksen nopeuden, tarkastelukohtaan liittyvän pituuden ja kaasun ominaisuuksien perusteella seuraavasti:

$$\mathrm{Re} = \frac{\rho v r}{\eta} = \frac{v r}{\mu}, \tag{6}$$

missä ρ on kaasun tiheys, v virtauksen nopeus, r virtausputken säde, η kaasun absoluuttinen viskositeetti ja μ kinemaattinen viskositeetti.

Reynoldsin luvun perusteella virtaus yleensä luokitellaan laminaariseksi luvun ollessa alle 2 000 ja turbulentiksi sen ollessa yli 4 000. Reynoldsin luvun ollessa 2 000 ja 4 000 välissä sanotaan virtauksen olevan transitionaalista. [16]

2.3.4 Laminaarivirtauselementin rakenne

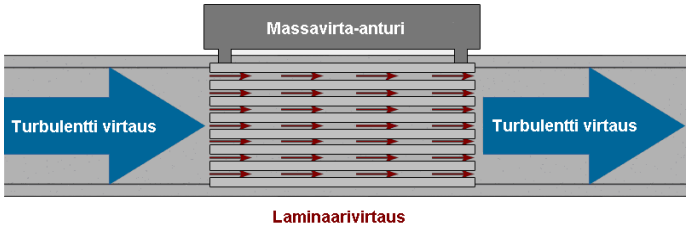
Laminaarivirtauselementin perusperiaate on saattaa alun perin turbulentti kaasuvirtaus laminaariseksi massavirtamittausta varten. Tämä tapahtuu johtamalla se yhteen tai useampaan riittävän kapeaan virtauskanavaan, niin ettei virtauksessa pääse esiintymään turbulentille virtaukselle tyypillistä pyörteilyä (kuva 8).

LVE:n sisäiselle rakenteelle on useita vaihtoehtoja. Näistä yleisiä ovat mm.

- Pyöreä, pituussuuntaisilla kapeilla putkilla varustettu lieriö. Putkien määrä riippuu säätimen kapasiteetista (mm. Brooks Instrument'n TMS, kuva 25 ja Horiba Stec'n TMS, kuva 36).

- Lieriömäisen elementin sisälle sijoitettu ja päistään tuettu kiinteä mäntä (tuurna), joka lieriön kanssa rajaa kapean, rengasmaisen virtauskanavan (mm. Molbloc-laminaarivirtauselementti, kuva 30).

- Liuskamainen, matalista päällekkäisistä laminaarilevyistä ja niiden väliin jäävistä kapeista, poikkileikkauksiltaan suorakulmaisista virtauskanavista muodostuva rakenne (mm. Alicat Scientific 16-sarja, kuva 11).



Kuva 8. Laminaarivirtauselementin toimintaperiaate [5]. Kuvassa lieriömäinen putki-LVE

3 Kaasuvirtausten mittaus- ja säätömenetelmiä sekä kaasunsekoitusjärjestelmiä

Tässä kappaleessa tarkastellaan lähemmin kaasuille sopivia virtausmittausmenetelmiä. Mittausratkaisut on jaettu prosessikäyttöön soveltuviin massavirtamittareihin ja massavirtakalibrointien mittanormaaleiksi soveltuviin järjestelmiin. Lyhyesti tutustutaan myös muutamaan muuhun kaasujen mittaukseen sopivaan, joskin niille harvemmin käytettävään virtausmittariin. Lisäksi käsitellään kaasujen osapaineisiin perustuvaa sekoitusratkaisua sekä esimerkkinä yhtä kaupallista kaasunsekoittajaa. Mittausmenetelmien rakenteiden ja esimerkkitarkkuuksien yhteenveto on taulukossa 2.

3.1 Prosessikäyttöön soveltuvia kaasuvirtausmittareita

Rotametrit, termiset massavirtamittarit ja differentiaalipainemassavirtamittarit sopivat hyvin jatkuville kaasuvirtauksille ja niitä käytetään yleisesti prosessisovelluksissa, kuten kaasun kulutuksen valvonnassa tai säätimellä varustettuna kaasujen sekoituksessa. Tarkkoja differentiaalipainemassavirtamittareita käytetään myös sekundaarikalibrointistandardeina. Mainitut esimerkkitarkkuudet ovat mittarinvalmistajien ilmoittamia. On myös muistettava, että massavirtasäätimen tarkkuus poikkeaa vastaavan massavirtamittarin tarkkuudesta venttiilin ja muiden säätöominaisuuksien vuoksi.

3.1.1 Rotametri

Rotametri, eli vaihtelevan alan mittari (englanniksi variable area meter, kuva 9) on mekaaninen, yleensä muovista tai lasista valmistettu virtausmittari, jonka kartiomaisessa virtauskanavassa on metallinen tai muovinen uimuri. Kaasun virratessa alhaalta ylöspäin uimuriin kohdistuu virtaukseen verrannollinen noste. Samalla uimurin ja virtauskanavan välinen poikkipinta-ala kasvaa. Rotametrejä on saatavilla myös nestevirtauksien mittaamiseen.

Rotametri on yleensä läpinäkyvä ja sen sivussa on mitta-asteikko, jolloin virtauslukema on luettavissa silmämääräisesti uimurin kohdalta. Mikäli muovista tai lasista valmistettu virtausputki on, esim. suuren virtauspaineen takia, sopimaton, voidaan materiaalina käyttää metallia. Tällöin uimurin paikka tunnistetaan magneettisesti tai sähköisesti. Koska rotametrin toiminta perustuu painovoimaan, se on asennettava pystysuoraan. Markkinoilla on myös jousitetulla uimurilla varustettuja mittareita, jolloin pystysuora asennus ei ole välttämätöntä.

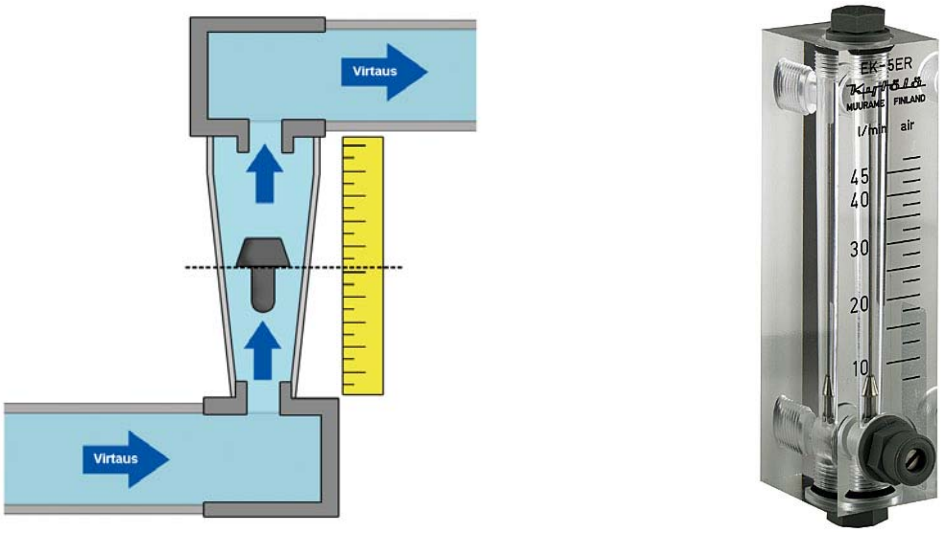
Sopivilla mitoituksilla uimurin paikka virtauskanavassa vastaa lineaarisesti kaasun tilavuusvirran suuruutta, joskin myös logaritmiset asteikot ovat mahdollisia. Yleensä mittaasteikolle merkitään suoraan tilavuusvirran yksiköt, mutta myös yksiköttömiä, ns. korreloituja asteikoita on käytössä. Tällöin lukema muunnetaan halutuiksi yksiköiksi muuntotaulukoiden avulla. Vakioyksikköasteikolliset mittarit sopivat yleensä vain tietylle kaasulle tietyissä ympäristöolosuhteissa. Samaa korreloitua mittaria voidaan kuitenkin käyttää useille eri kaasuille, ja jopa nesteille. Samoin ympäristöolosuhteiden muuttuessa voidaan valita uusia olosuhteita vastaava taulukko. Näin ollen korreloitu

mittari pystyy mittaamaan myös massavirtaa. Rotametriin voidaan liittää (yleensä manuaalinen) säätöventtiili.

Mallista ja rakenteesta riippuen rotametrillä voidaan mitata kaasujen tilavuusvirtoja muutamasta kymmenestä millilitrasta useisiin kuutiometreihin minuutissa. Myös uimurin muotoa ja kokoa vaihtamalla voidaan saman rotametrin mittausaluetta laajentaa eri kaasuille ja virtausalueille.

Rotametrin etuja ovat yksikertainen rakenne, riippumattomuus ulkoisesta käyttöenergiasta, edullinen hinta sekä pitkä käyttöikä. Mittarit myös sopivat laajalle joukolle kemikaaleja. Huonoja puolia ovat herkkyys likaantumiselle, matalan toiminta-alueen puuttuminen, vakioasteikollisen mittarin lukeman riippuvuus ympäristöolosuhteista ja kaasun syöttöpaineesta, sekä usein suhteellisen suuri virtauksen aikariippuvuuden aiheuttama virhe. Myös uimurin taakse syntyvä ja sen muodosta ja mallista riippuva pyörre on merkittävä virhelähde. Lisäksi manuaalisesti luettavan ja säädettävän rotametrin käyttö tarkkuutta vaativissa virtausmittauksissa ei ole mahdollista. Mittauksen automatisointi on tosin mahdollista sähköistä ja magneettista uimurin paikantunnistusta tai kameralukutekniikkaa käyttäen.

Rotametrin tarkkuus on luokkaa ± 2…4 % mittarin täydestä mittausalueesta (esimerkkinä Kytölä Oy). Sen käyttökohteita ovat sovellukset, joissa virtaus on tasaista eikä vaadi jatkuvaa säätöä. Tällaisia ovat mm. monet prosessiteollisuuden ja sairaanhoidon ratkaisut. [17] [38] [41]



Kuva 9. Rotametrin toimintaperiaate (vasemmalla) [5]. Virtauksen suuruus luetaan mitta-asteikolta uimurin alareunan (katkoviiva) kohdalta. Oikealla akryylirunkoinen Kytölä EK-5ER -rotametri metalliuimurilla ja manuaalisella virtauksen asetteluventtiilillä [25]

3.1.2 Terminen massavirtamittari

Termisessä massavirtamittarissa (TMM) massavirran mittaus perustuu lämmön siirtymiseen virtaavan kaasun mukana. Laminaarivirtauselementillä (LVE) varustetuissa TMM:ssa vain pieni osa kaasuvirtauksesta kulkee varsinaisen mittauskanavan, eli termisen massavirta-anturin, lävitse ja loput LVE:n muodostaman ohituksen läpi. Jotta massavirtausmittaus olisi mahdollista, mittauskanavan ja LVE:n kautta kulkevien virtausten suhde on pidettävä kokonaisvirtauksesta riippumatta vakiona. [38]

TMM:n mittauskanavana toimii terminen kapillaarimassavirta-anturi (kuva 10), joka on kytketty LVE:n rinnalle. Kun virtaus TMM:n läpi on laminaarista, kapillaarin läpi kulkee kokonaisvirtaukseen suoraan verrannollinen osavirtaus. Kapillaariputken ympärille on kierretty kahdesta kolmeen suuriresistanssista ja -lämpötilakertoimista lämpötila-anturikelaa.

Kolmen kelan anturimallissa putken keskelle sijoitettu lämmitysvastuskela lämmittää virtaavaa kaasua vakioteholla. Kapillaariputken alkupäässä oleva lämpötila-anturikela mittaa kaasun lämpötilaa ennen lämmitystä ja loppupäässä oleva anturikela lämmityksen jälkeen. Kaksikelaisessa anturissa virtaussuunnassa ensimmäinen lämpötila-anturikela toimii myös lämmityskelana. Molemmissa tapauksissa lämpötila-antureiden välille syntyy lämpötilaero ja niiden resistanssit muuttuvat erisuuruisiksi. Muutos voidaan mitata esimerkiksi Wheatstonen silta -kytkennällä. Käytännössä anturi siis mittaa lämmön siirtymistä kapillaariputkessa siinä virtaavan kaasun mukana. Lämmön siirtyminen on verrannollinen kaasun virtausnopeuteen ja lämpökapasiteettiin.

On myös mahdollista rakentaa terminen kapillaarimassavirta-anturi siten, että se lämmittämisen sijasta viilentää virtaavaa kaasua, tai että kapillaariputken lämpötila pidetään vakiona lämmityselementissä kulkevaa sähkövirtaa muuttamalla. Viimeksi mainitut menetelmät ovat kuitenkin harvinaisempia kuin kaasun vakiolämmitykseen perustuva tekniikka. [17] [27] [38]

Ideaalisessa tapauksessa TMM:n mittaama massavirta saadaan seuraavasti:

Lämmitysteho P on

$$P = I^2 R\,, \tag{7}$$

missä I on lämmityselementtiin johdettu sähkövirta ja R lämmityselementin resistanssi. Jos oletetaan, että kaikki lämmitysenergia siirtyy kapillaariputkessa virtaavaan kaasuun, lämmitysteho P on

$$P = q_{cap} c_p \Delta T\,, \tag{8}$$

missä q_{cap} on kaasun massavirta kapillaarin läpi, c_p kaasun ominaislämpökapasiteetti vakiopaineessa ja ΔT lämpötila-antureiden lämpötilaero.

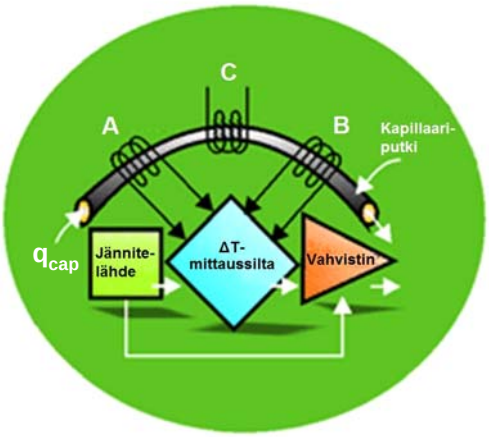
Yhdistämällä yhtälöt (7) ja (8), saadaan kapillaariputken massavirralle q_{cap} lauseke

$$q_{cap} = \frac{I^2 R}{c_p \Delta T}. \tag{9}$$

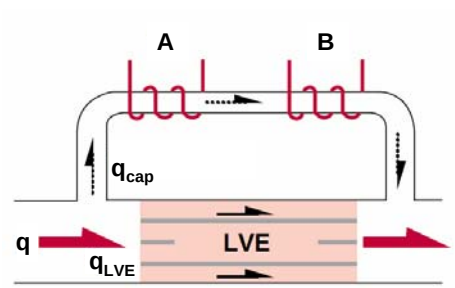
Koko mittarin läpi kulkeva massavirta q on siis kapillaarin ja LVE:n massavirran summa. Jos LVE:n läpi kulkeva massavirta on N-kertainen kapillaarin läpi kulkevaan massavirtaan verrattuna, kokonaismassavirta q on

$$q = q_{cap} + q_{LVE} = q_{cap} + N \cdot q_{cap} = (N+1) q_{cap}. \tag{10}$$

Edelleen saadaan kaasun massavirta yleisemmin käytetyissä standarditilavuusvirtayksiköissä jakamalla yhtälö (10) kaasun tiheydellä $\rho_{p,T}$ vakiopaineessa ja -lämpötilassa. [17] [38]



a)



b)

Kuva 10. Termisen kapillaarimassavirta-anturin rakenne. a) Kolmikelainen malli [11]: q_{cap} = kapillaariputken virtaus, A = ensimmäinen lämpötila-anturikela, B = jälkimmäinen lämpötila-anturikela, C lämmitysvastus. b) Kaksikelainen malli [23]: q = TMM:n kokonaisvirtaus, q_{LVE} = LVE:n virtaus, q_{cap} = kapillaariputken virtaus, A = yhdistetty ensimmäinen lämmitysvastus- ja lämpötila-anturikela, B = jälkimmäinen lämpötila-anturikela. Lämpötilaeron mittausperiaate on molemmissa malleissa kuvan a) kaltainen ja virtauksen jakautuminen kapillaariputken ja LVE:n kesken kuvan b) kaltainen.

Terminen massavirtamittari on yksi suosituimmista kaasujen mittausratkaisuista. Sen vasteaika on lyhyt, joten se sopii sovelluksiin, joissa kaasuvirtaus on aikariippuvaa. Mittarissa ei myöskään ole liikkuvia osia, mikä lisää sen mekaanista kestävyyttä. Koska TMM käyttää massavirran laskentaan paineriippuvaa kaasun ominaislämpökapasiteettia, myös mittaustulos on paineriippuvainen.

Useimmat mittarinvalmistajat käyttävät TMM:ien tehdaskalibrointiin vain yhtä kaasua, useimmiten typpeä sen edullisuuden vuoksi. Mitattava kaasu on mahdollista valita käyttämällä laskennallisia muuntokertoimia, jotka ottavat huomioon kaasujen eri ominaislämpökapasiteetit. Usein TMM:iin voidaan ohjelmallisesti valita mitattava kaasu. Näin ei kuitenkaan päästä yhtä hyvään tarkkuuteen kuin kaasukohtaisella kalibroinnilla.

Mittausvirheitä ja epäluotettavuutta TMM:ssa aiheuttaa mittauskanavan seinämän läpi johtuva lämpö, joka on peräisin mm. laitteen elektroniikasta ja massavirtasäätimen ollessa kyseessä, mahdollisesta sähkökäyttöisestä säätöventtiilistä. Vaikkei kaasuvirtausta kapillaariputkessa olisikaan, kapillaariputki saattaa johtaa lämpöä antureille. Tämä virhe voidaan eliminoida tarkkailemalla LVE:n yli olevaa paine-eroa. Myös osa kaasuun syötetystä lämmöstä johtuu kanavan seinämän läpi ympäristöön.

TMM:n tarkkuus on luokkaa ± 0,5 % mittarin näyttämästä ja ± 0,1 % täydestä mittausalueesta (esimerkkinä Bronkhorst). Mittarin sovelluskohteita ovat mm. elintarvike- ja prosessiteollisuuden kaasuvirtausten tarkkailu, kaasujen sekoitus sekä kaasukromatografia. TMM:lla mitattavassa kaasussa ei saa olla irtopartikkeleita. Suurin osa TMM:sta on tarkoitettu kaasun mittaamiseen, mutta markkinoilla on myös nesteille sopivia malleja. [11] [41]

3.1.3 Differentiaalipainemassavirtamittari

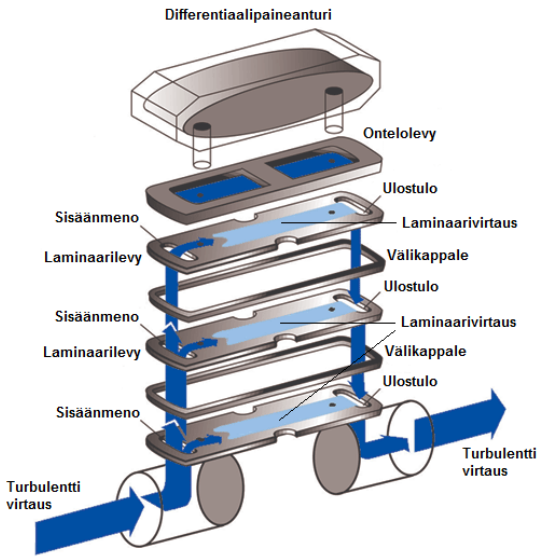
Differentiaalipainemassavirtamittarin (DPMM) toiminnan perusta on kaasuvirtauksen paineen muutos eli paine-ero laminaarivirtauselementin (LVE) yli (kuva 11) [41]. Kaasuvirtauksen ollessa laminaarista on kaasun tilavuusvirta suoraan verrannollinen muodostuvaan paine-eroon [38]. Myös muuta virtausta rajoittavaa elementtiä (esim. venturiputkea, kuva 5) on mahdollista käyttää. LVE:llä saatu mittaustulos on kuitenkin tarkempi, sillä virtauksen ollessa laminaarista paineen muutos on lineaarinen. LVE-mittarit ovat myös markkinoilla tätä nykyä yleisimpiä. Paine-ero mitataan joko kahdella absoluuttipaineanturilla tai erityisellä differentiaalipaineanturilla (kuva 11).

Poikkileikkaukseltaan ympyränmuotoisen LVE:n läpi kulkeva tilavuusvirta q_V saadaan Hagen-Poiseuille'n yhtälöstä [2] [53]

$$q_V = \frac{p_1 - p_2}{8\eta L}\pi r^4, \tag{11}$$

missä p_1 on paine mittarin sisääntulossa, p_2 paine mittarin ulostulossa, r LVE:n säde, η kaasun viskositeetti ja L LVE:n pituus.

Koska π, r ja L ovat vakioita, voidaan kaava (11) kirjoittaa muotoon



Kuva 11. Differentiaalipainemassavirtamittarin rakenne. Alicat Scientific 16-sarjan massavirtasäädin, jossa liuskamainen LVE [6]

$$q_V = C_G \frac{\Delta p}{\eta L}, \tag{12}$$

missä Δp on sisään- ja ulostulopaineiden erotus ja LVE:n geometrinen vakio

$$C_G = \frac{\pi r^4}{8}. \tag{13}$$

Edellä esitetyt kaavat pätevät tarkasti vain poikkileikkaukseltaan ympyränmuotoiselle LVE:lle. Muun muotoisille rakenteille on valittava sopiva geometrinen vakio kokeellisesti tai laskennallisesti [30].

Koska kaavan (12) mukaisesti mittaustuloksena on tilavuusvirta, DPMM on varustettu lisäksi erillisellä kaasun absoluuttipainetta ja lämpötilaa mittaavilla antureilla. Näiden mittaustulosten avulla voidaan laskea massavirta q [3]:

$$q = \frac{T_s p_{a,m}}{T_m p_{a,s}} q_V, \tag{14}$$

missä T_s ja T_m ovat kaasun absoluuttinen lämpötila standardi- ja mittausolosuhteissa, sekä $p_{a,s}$ ja $p_{a,m}$ kaasun absoluuttinen paine standardi- ja mittausolosuhteissa vastaavasti. DPMM:llä on yleensä mahdollista mitata lukuisia kaasuja käyttämällä korjauskertoimena niiden viskositeettia. Tällöin kalibrointikaasusta poikkeavan kaasun, jonka viskositeetti on η, massavirta q saadaan seuraavasti [2]:

$$q = \frac{\eta}{\eta_{cal}} q_{cal}, \tag{15}$$

missä η_{cal} on kalibrointikaasun viskositeetti ja q_{cal} DPMM:n massavirtalukema kalibrointikaasun viskositeetilla.

DPMM:n hyviä puolia ovat liikkuvien osien puuttuminen. Joustavuutta lisää eri kaasujen mittaus viskositeettiarvoa vaihtamalla. Tämä ei kuitenkaan poista sitä tosiseikkaa, ettei näin menetellen päästä kaasukohtaisella kalibroinnilla saavutettuun mittaustarkkuuteen. DPMM:eita on saatavilla kaasujen lisäksi nesteille.

Kaasun lämpötilan ja paineen muutosten vaikutus sen viskositeettiin voivat aiheuttaa virhettä DPMM:n mittaustulokseen, mikä kuitenkin on kompensoitavissa edellä mainituilla mittariin lisätyillä kaasun absoluuttipainetta ja lämpötilaa mittaavilla antureilla. Mitattavien kaasujen on myös oltava irtopartikkeleista riittävän puhtaita, jottei mittarin LVE tukkeudu.

DPMM:n mittaustarkkuus on luokkaa ± 0,4 % lukemasta ja ± 0,2 % täydestä mittausalueesta (esimerkkinä Alicat Scientific). Sen käyttösovelluksia ovat kemialliset ja lääketieteelliset prosessit, laboratoriosovellukset sekä elintarviketeollisuuden mittaukset. [53] Prosessikäytön lisäksi differentiaalipainemassavirtamittareita käytetään kalibrointimittanormaaleina, mm. Vaisalassa (luku 5.3).

3.1.4 Coriolis-massavirtamittari

Coriolis-ilmiö on vaikutus, joka havaitaan suoraan ja vakionopeudella maapallon pinnan suhteen liikkuvien kappaleiden radan poikkeamana. Coriolis-voima ilmenee pohjoisella pallonpuoliskolla kappaleen kiihtyvyydellä myötäpäivään ja eteläisellä pallonpuoliskolla vastapäivään. Ilmiön määritteli vuonna 1835 ranskalainen tiedemies Gaspard-Gustave Coriolis. [41]

Coriolis-massavirtamittarissa (CMM) on laitevalmistajasta riippuen yleensä yhdestä kahteen kaarevaa u:n muotoista virtausputkea (kuva 12). Jos putkia on kaksi, kulkee niissä yhtä suuri virtaus. Virtausputkea poikkeutetaan vakiotaajuudella tasapainoasemastaan tukiakselinsa ympäri sähkömagneettisen värähtelijän avulla (kaksiputkisessa anturissa putkia poikkeutetaan toisistaan erilleen). Tämän ns. poikkeutusvärähtelyn amplitudi on yleensä muutaman millimetrin luokkaa ja taajuus on 100 Hz molemmin puolin. Putken värähtely rekisteröidään kahdella, putken sisään- ja ulosvirtauspuolella olevalla sähkömagneettisella värähtelyanturilla.

Poikkeutusvärähtely aiheuttaa virtausputkelle tukiakselin ympäri kulmanopeuden, joka tukiakselin kohdalla on nolla ja suurimmillaan virtausputken huipussa värähtelyakselin leikkauskohdassa (kuva 12). Näin ollen kaasun virratessa värähtelevän putken läpi, kiihtyy sen kulmanopeus tasaisesti tukiakselin kohdan nolla-arvosta rotaatioakselin maksimiarvoon ja tukiakselia kohti palatessa jälleen tasaisesti nollaan. Tämä kulmakiihtyvyys aiheuttaa putkeen kohdistuvan kulmanopeuden muutosta vastustavan coriolis-voiman, joka saa aikaan värähtelevän virtausputken vääntymisen (kuva 13) ja värähtelytaajuuden

muutoksen. Putkessa virtaavan kaasun massavirta q on tällöin suoraan verrannollinen virtauksellisen putken taipumiskulmaan virtauksettomaan putkeen verrattuna ja kääntäen verrannollinen virtauksellisen putken värähtelytaajuuteen, eli coriolis-taajuuteen f_{cor} [39]:

$$q = k_{ang} \frac{\varphi}{8\pi f_{cor} L r}, \tag{16}$$

missä k_{ang} on virtausputken elastisuutta kuvaava kulmajousivakio, φ putken taipumiskulma radiaaneina virtauksettomaan putkeen verrattuna (kuva 13), L putken pituus ja r putken u:n muotoisen osan säde.

CMM:n pystyy myös määrittämään virtaavan kaasun tiheyden ρ, joka on kääntäen verrannollinen virtauksellisen putken coriolis-taajuuden f_{cor} neliöön [39]:

$$\rho = \frac{1}{V}\left(\frac{k_s}{4\pi^2 f_{cor}{}^2} - m_t\right), \tag{17}$$

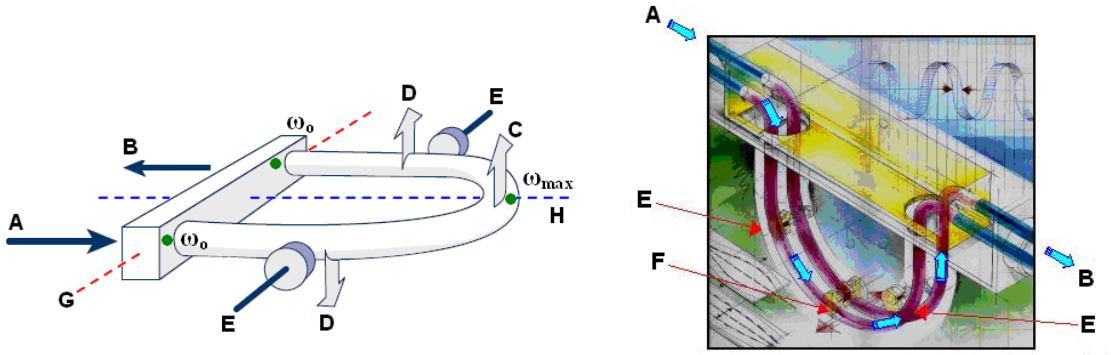
missä V on virtausputken tilavuus, k_s virtausputken elastisuutta kuvaava jousivakio ja m_t virtausputken massa.

Käytännössä CMM:n massavirta mitataan rekisteröimällä värähtelyantureilla muutokset virtausputken värähtelytaajuudessa, -vaiheessa tai amplitudissa. Toisin sanoen mitä suurempi massavirta, sitä suurempi on virtausputken vääntymä ja mitatun suureen muutos. Antureilla mitattuja arvoja voidaan verrata joko keskenään tai virtauksettoman putken arvoihin. Käytetty mittausratkaisu vaihtelee laitevalmistajan mukaan.

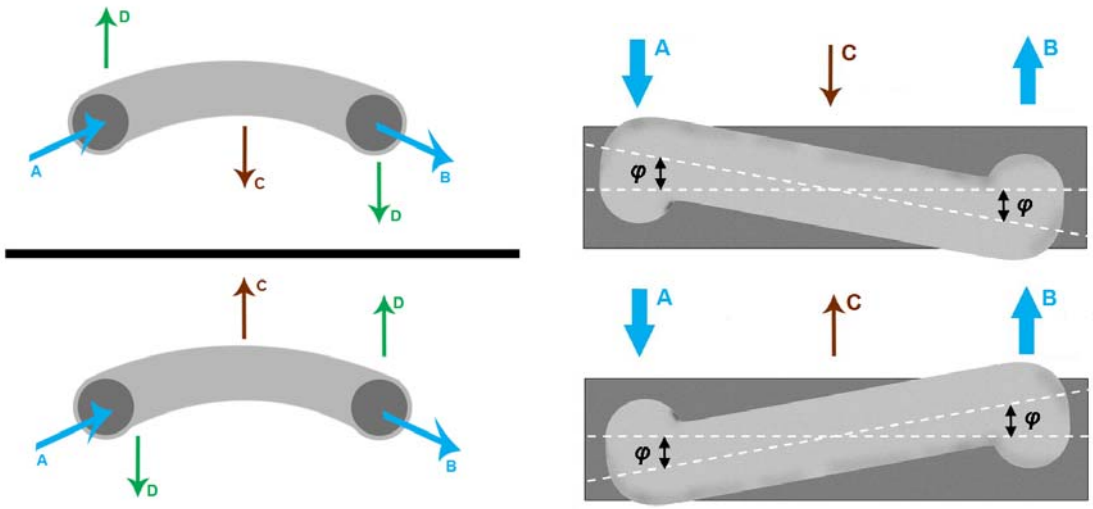
Virtausmittareiden joukossa Coriolis-massavirtamittari on tarkka ja dynaamiselta mittausalueeltaan laaja. CMM mittaa tilavuusvirran sijaan massavirtaa, joten mittaustulos ei ole riippuvainen mahdollisista kaasun paineen ja lämpötilan vaihteluista. Sen sijaan virtausputken mekaanisiin ominaisuuksiin (jousivakioihin) lämpötila vaikuttaa. Tämän vuoksi CMM on yleensä varustettu lämpötila-anturilla, jonka avulla lämpötilan vaikutus on kompensoitavissa.

Mittaamansa virtaavan kaasun tiheyden avulla mittari voi ilmoittaa massavirran myös standarditilavuusyksikköinä tai tilavuusvirran suuruuden. CMM:n aiheuttama virtauksen painehäviö on verraten pieni, sillä siinä ei ole kaarevan virtausputken lisäksi erityisiä virtausta rajoittavia elementtejä. Erittäin viskooseja nesteitä mitattaessa painehäviö voi kuitenkin muodostua käyttöä rajoittavaksi tekijäksi. CMM:n tarkkuus ja toimintaalue näkyvät luonnollisesti sen hinnassa.

CMM:n mittaustarkkuus on luokkaa ± 0,2…1 % mittarin lukemasta (esimerkkinä Brooks Instruments). Sovelluskohteita sille ovat kaasujen ja nesteiden yleismittaukset, maakaasun kulutuksen seuranta ja prosessiteollisuuden tarpeet. Yleisesti ottaen CMM sopii paremmin nesteiden mittaamiseen niiden suuremman tiheyden vuoksi. [41]



Kuva 12. Coriolis-anturin rakenne, vasemmalla yksiputkinen [9] ja oikealla kaksiputkinen malli [52]. A kaasuvirtaus sisään, B kaasuvirtaus ulos, C poikkeutusvärähtely yhteen suuntaan, D ko. poikkeutusvärähtelyn suuntaa vastaavan coriolis-voiman suunta, E värähtelyanturi, F värähtelijä, G tukiakseli, H kiertoakseli, ω_0 anturiputken kulmanopeus tukiakselin kohdalla, ω_{max} anturiputken kulmanopeus putken ja kiertoakselin leikkauspisteessä



Kuva 13. Coriolis-massavirta-anturin toimintaperiaate [5]. A virtaus sisään, B virtaus ulos, C virtausputken poikkeutusvärähtelyn suunta, D kulloinkin syntyvän coriolis-voiman suunta (oikeanpuoleisessa kuvassa putken taipumiskulma φ)

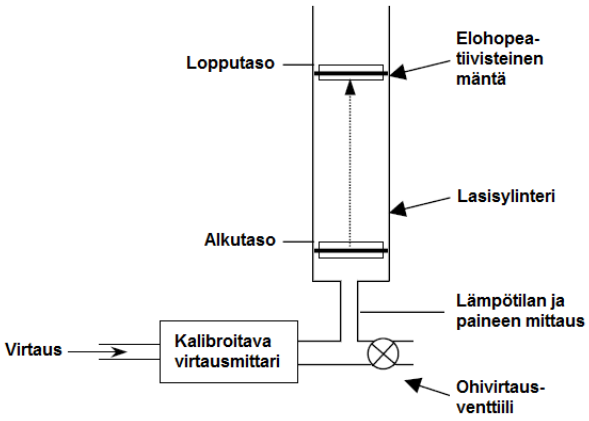
3.2 Massavirtakalibrointien mittanormaaleja

Eräät tarkat massavirtamittausmenetelmät eivät työläytensä ja hankinta- tai käyttökustannustensa takia sovellu prosessimittaustarkoituksiin. Sen sijaan niitä käytetään prosessilaitteiden massavirtakalibrointien mittanormaaleina eli referensseinä. Tämän osion esimerkkeinä käsitellään Yhdysvaltain National Institute of Standards and Technology'n (NIST) ja Suomen Mittatekniikan keskuksen (MIKES) kaasuvirtauskalibrointeihin käyttämiä mittalaitteistoja.

3.2.1 Mäntä- ja kellovirtausmittarit

Mäntävirtausmittari on eräs vanhimmista kaasuvirtauksen mittaustavoista. Mittari ei sovellu pitkäaikaisiin mittauksiin, mutta hyvän tarkkuutensa vuoksi sitä käytetään mm. NIST:ssa kaasuvirtausmittareiden kalibrointiin. Mittarin valmistusmateriaalit voivat vaihdella. NIST:n mittari koostuu lasisylinteristä, jonka sisällä on muovinen tiivisterenkaalla varustettu mäntä. Männän on kuitenkin liikuttava mahdollisimman kitkattomasti sylinteriä vasten, joten tiiviste sisältää liukastusaineena elohopeaa.

Kalibrointikaasun syöttöpaine on verraten matala, luokkaa 0,5 kPa ylipainetta. Kun kalibrointijärjestelmään (kuva 14) yhdistetyn kalibroitavan virtausmittarin läpi kulkeva kaasuvirtaus on stabiloitunut, suljetaan ohivirtausventtiili. Tällöin virtaus ohjautuu lasisylinteriin ja mäntä alkaa nousta käynnistäen samanaikaisesti ajanoton sylinterin kyljessä olevan valokennon avulla. Kun mäntä on noussut riittävän ylös, ts. tarpeeksi suuri tilavuus kaasua on virrannut sylinteriin, katkaisee se ajanoton sylinterin yläosassa olevan valokennon kohdalla. Lasisylinterin valokennojen välinen tilavuus tiedetään hyvin tarkasti ja jakamalla se täyttymiseen kuluneella ajalla saadaan selville virranneen kaasun tilavuusvirta. Kalibrointikaasun tiheys saadaan määritettyä sen mittauksen aikaisten lämpötilan ja paineen avulla. Jakamalla tilavuusvirta tiheydellä saadaan edelleen selville virranneen kaasun massavirta.



Kuva 14. NIST:n mäntävirtausmittarin rakenne ja toimintaperiaate [49]

NIST:ssa käytetään kolmea erikokoista mäntävirtausmittaria kalibrointeihin virtausalueella 0,0372…29,7 l/min. Näiden lisäksi virtausalueelle 16,1…1 440 l/min on käytössä kaksi erikokoista ns. kellomittaria, joissa toisesta päästään avoin kuperapohjainen metallisylinteri, ns. kello, kelluu pohja ylöspäin rengasmaisessa voiteluaineella täytetyssä altaassa. Kellon sisään johdetaan sen alapuolelta stabiloitunut kaasuvirtaus, jolloin se alkaa kohota. Sylinterin pohjaan on vaijerin ja väkipyörien välityksellä kytketty vastapainot, jotka pitävät sen tasapainossa. Ajanotto ja tilavuus- sekä massavirran laskeminen tapahtuvat vastaavasti kuten mäntävirtausmittaria käytettäessä.

NIST:n mäntävirtausmittareiden mittausepävarmuus on 0,16…0,19 %, ja kellovirtausmittareiden 0,17 % (kattavuustekijä k = 2, 95 % todennäköisyys). [49] [50]

3.2.2 PVTt -virtausmittausjärjestelmä

PVTt- eli paine-, tilavuus-, lämpötila- ja aikamittausmenetelmä toimii monelta osin samalla tavalla kuin edellisen kohdan mäntävirtausmittari. NIST:n mittausjärjestelmässä kalibroitavan virtausmittarin läpikulkeva tasaantunut kaasuvirtaus ohjataan vakiotilavuiseen säiliöön, jonne sen annetaan virrata tietty aika. Säiliöön on yhdistetty tyhjiöpumppu, jolla se voidaan tyhjentää siellä ennestään olevasta kaasusta ennen massavirtamittauksia. Itse kalibroitava mittari on erotettu säiliössä tapahtuvista paineen vaihteluista kriittisellä virtaussuuttimella (luku 3.2.3). Säiliöön kertyneen kaasun tiheys lasketaan kaasujen tilayhtälön ja mitattujen lämpötilan ja paineen avulla. Kertomalla tiheys säiliön ja siihen välittömästi liittyvien putkien tilavuudella, saadaan selville kertyneen kaasun massa.

NIST:n käytössä on kolme PVTt-mittausjärjestelmää kolmella erikokoisella keräyssäiliöllä, 34 l, 677 l ja 26 m^3. Mittausjärjestelmillä tehdään kalibrointeja alueilla 1…100 l/min, 10…2 000 l/min ja 900…78 000 l/min vastaavasti. Kahden pienemmällä säiliöllä varustetun laitteiston mittausepävarmuus on kalibrointikaasusta riippuen 0,02…0,05 %, ja isointa säiliötä käyttävän, kuivaa ilmavirtausta mittaavan laitteiston mittausepävarmuus 0,13 % (kattavuustekijä k = 2, 95 % todennäköisyys).

Virheet näytteenotossa ovat järjestelmän merkittävä epävarmuustekijä; esimerkiksi säiliön täyttö- ja tyhjennysvaiheet aiheuttavat lämpötilagradientteja säiliöön ja kaasuun. Tällöin kalibroinnin alku- ja loppumittauksissa on nopeita lämpötila- ja painevaihteluita, jotka aiheuttavat epävarmuutta kerätyn kaasun massan määrittämisessä.

PVTt-menetelmä on verraten pitkäkestoinen kalibrointitapahtuma, yhteen mittaukseen kuluu NIST'n laitteistolla noin tunti. Aikaa vievä kalibrointi vastaavasti nostaa palvelun hintaa. [33] [49]

3.2.3 Kriittiset virtaussuuttimet

Kriittiset virtaussuuttimet (englanniksi critical nozzles, sonic nozzles) ovat eräitä tarkimpia kaasuvirtausmittareita. Suutin saa aikaan virtausputkeen venturiputken (kuva 5) kaltaisen kavennuksen, jossa kaasuvirtauksen nopeus saavuttaa kriittisen suuruisen nopeuden. Tämä paikallista äänen nopeutta vastaava nopeus on suurin mahdollinen ko.

olosuhteissa. Kaasun massavirta lasketaan suuttimeen syntyneen patopaineen, lämpötilan ja termodynaamisten kertoimien perusteella. [1]

Kriittisillä virtaussuuttimilla voidaan mitata kaasumassavirtoja suuruusluokaltaan 1 g/min…500 kg/min. Eri maiden virtauslaboratorioiden tutkimusten mukaan ne voivat säilyttää stabiilisuutensa 0,2 % sisällä jopa 30 vuotta. [26] NIST:n kriittisten suuttimien, ns. työskentelystandardien mittausepävarmuus on 0,1 % alle 2 000 l/min virtauksilla ja 0,16 % yli 2 000 l/min virtauksilla (kattavuustekijä $k = 2$, 95 % todennäköisyys) [33]. Virtaussuuttimia voidaan käyttää jopa 700 K lämpötilaan asti. NIST:n kriittiset virtaussuuttimet kalibroidaan laboratorion PVTt-mittausjärjestelmää vastaan. [49]

3.2.4 Staattinen ja dynaaminen punnitus

Kaasuvirtauksen mittaaminen gravimetrisellä menetelmällä, eli punnituksella, perustuu suoraan jäljitettävissä oleviin massan ja ajan mittanormaaleihin. Mittausreferenssinä käytettävä vaaka viritetään näyttämään ns. konventionaalista eli kuvitteellista massaa, jonka tiheys on 8 000 kg/m^3, ilmantiheydessä 1,2 kg/m^3 ja lämpötilassa 20 ºC. Punnitusmenetelmät sopivat työläytensä ja tarkkuutensa puolesta lähinnä referensseinä käytettävien massavirtamittareiden ja -säätimien, kuten laminaarivirtauselementtien kalibrointiin.

Staattista punnitusta käytettäessä täysi kaasusäiliö punnitaan ja liitetään kalibroitavaan laitteeseen. Kaasun annetaan virrata tietyn ajan tasaisesti laitteen läpi, jonka jälkeen säiliö irrotetaan ja punnitaan jälleen. Alku- ja loppumassan sekä kuluneen ajan perusteella voidaan laskea kaasun massavirta. Staattisen menetelmän tarkkuutta huonontaa epätasainen virtaus mittausjakson alussa ja lopussa.

Dynaamisessa punnituksessa kaasusäiliö on koko mittauksen ajan sijoitettuna vaa'an päälle ja mittaus käynnistetään vasta kaasuvirtauksen tasoittumisen jälkeen. Menetelmä on staattista punnitusta vaivattomampi, sillä mittauksia voidaan tehdä useita säiliötä irrottamatta. Dynaamisessa punnituksessa mitataan vain kaasupullon massan muutosta, eli konventionaalisen massan käyttö vaa'an virityksessä ei aiheuta virhettä mittaustuloksiin. Ympäristöolosuhteiden vaikutus säiliötä ympäröivän ilman nosteeseen on kuitenkin otettava huomioon. [38]

Mittatekniikan keskus (MIKES) tarjoaa kalibrointipalveluita mm. kaasuvirtausmittareille ja -säätimille. Mikäli laitteen suhteellinen tarkkuustaso on parempi kuin 1 % käytetään sen kalibrointiin dynaamiseen punnitukseen perustuvaa laitteistoa. MIKES:n DWS-kalibrointilaitteiston (dynamic weighting system) mittausalue on 0,1…625 mg/s ja mittausepävarmuus on 0,3…0,8 % (kattavuustekijä $k = 2$, 95 % todennäköisyys). [32]

3.3 Muita kaasuille sopivia virtausmittareita

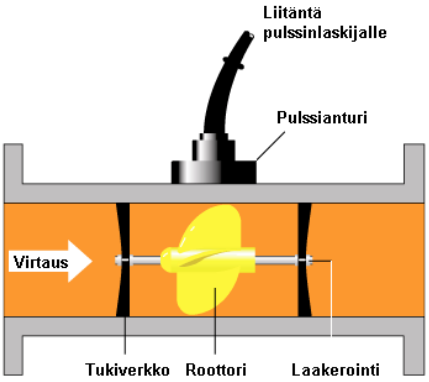
Kaasuvirtauksien mittaamiseen soveltuvat myös turbiini-, kupla-, pyörre- ja ultraääni-virtausmittarit, joskin niiden käyttö on yleisempää nestevirtausten mittaamiseen. Yhteistä näille mittareille on se, että ne ensisijaisesti mittaavat kaasuvirtauksen nopeutta (m/s), ja tilavuusvirta saadaan edelleen mittarin virtausputken poikkipinta-alan avulla. Markkinoilla on lisäksi virtausmittareita, jotka sopivat ainoastaan nestevirtausten mittaamiseen kuten ovaalipyörävirtausmittari ja magneettivirtausmittari.

3.3.1 Turbiinivirtausmittari

Turbiinivirtausmittarin (kuva 15) läpi virratessaan kaasu pyörittää virtausputken turbiinia, jonka kierrosten määrä aikayksikössä on verrannollinen kaasun virtausnopeuteen. Turbiinin lapojen liikkeet tunnistetaan putken kyljessä olevalla sähkömagneettisella pulssianturilla. Kierrokset lasketaan pulssinlaskijalla ja muutetaan ohjelmallisesti todellisiksi tilavuusvirtayksiköiksi. Turbiinin pyörimisliikkeestä johtuen on pulssianturin ulostulojännitesignaali u sinimuotoinen:

$$u = A\omega \sin(N\omega t)\,, \tag{18}$$

missä A on signaalin amplitudi, ω turbiinin kulmanopeus, N turbiinin lapojen määrä ja t aika.



Kuva 15. Turbiinivirtausmittarin rakenne [40]

Turbiinivirtausmittarilla on hyvä vasteaika (muutamia millisekunteja), laajat toimintaalueet paineen ja lämpötilan suhteen sekä kompakti ja kestävä rakenne. Kehittyneimmät mittarit on varustettu jopa nopealla lämpötilan ja mittaussignaalin ohjelmallisella korjauksella ja linearisoinnilla. Tällöin mittari pystyy automaattisesti kompensoimaan väliaineen tiheyden muutokset, eli mittaamaan massavirtaa. Haittapuolia ovat mahdollisesti

tukkeutuvat liikkuvat osat ja tietyn pituisen suoran putkiosuuden tarve mittarin jälkeen turbulentin virtauksen vähentämiseksi. Lisäksi turbiinivirtausmittarit eivät ole kovin lineaarisia mittausalueensa alapäässä. Turbiinivirtausmittarit sopivat mm. rotametrien korvaajaksi sekä kaasukulutuksen tarkkailuun. [41]

3.3.2 Kuplavirtausmittari

Kaasujen mittaamiseen sopivassa kuplavirtausmittarissa (kuva 16) on kaksiosainen virtausputki, jonka alaosassa oleva säiliö on täytetty saippualiuoksella. Mitattava kaasuvirtaus on yhdistetty mittarin virtausputkeen liuossäiliön yläpuolelle. Kaasuvirtauksen joukkoon syötetään saippuailmakuplia puristamalla säiliön kumipumppua joko käsin tai automaattisesti. Kuplien nopeus, joka on sama kuin virtaavan kaasun nopeus, mitataan kahden optisen anturin avulla. Näin ollen kuplien määrällä virtauksessa ei ole merkitystä, kunhan niiden välillä vain on riittävän pitkä tauko. Pieni määrä kaasun joukossa olevaa saippuaa kerätään talteen virtauksenerottimessa.

Kuva 16. Kuplavirtausmittari kaasuille [42]

Kuplavirtausmittarin etuja on, ettei tilavuusvirran määrittämiseksi ole tarpeen tietää kaasuseoksen koostumusta – massavirran laskemista varten tämä kuitenkin on välttämätön tieto. Samaa mittaria voidaan siis käyttää lukuisille kaasuille. Lisäksi mittari on stabiili eivätkä sen anturit ole kosketuksissa mitattavaan väliaineeseen. Kuplavirtausmittarin käyttöä rajoittaa saippualiuoksessa käytetyn veden mahdollinen reagointi tiettyjen kaasujen kanssa. Liuoksen takia mittari on myös puhdistettava aina käytön jälkeen. Mittari ei myöskään sovellu jatkuvaan käyttöön, vaan se on mittauksen jälkeen poistettava kaasulinjastosta. Näin ollen se sopii parhaiten linjaston loppupään virtausmittauksiin.

Kuplavirtausmittareiden teolliset sovellukset ovat melko rajoitetut. Niitä käytetään yleisimmin laboratorio-olosuhteissa mm. erityiskriittisissä kaasuerotteluissa, kromatografiasovelluksissa ja muissa matalien virtausten sovelluksissa. Kuplavirtausmittari soveltuu

myös nesteiden mittaamiseen, joskin niille sopiva malli eroaa jonkin verran kaasuille tarkoitetusta mittarista. [42]

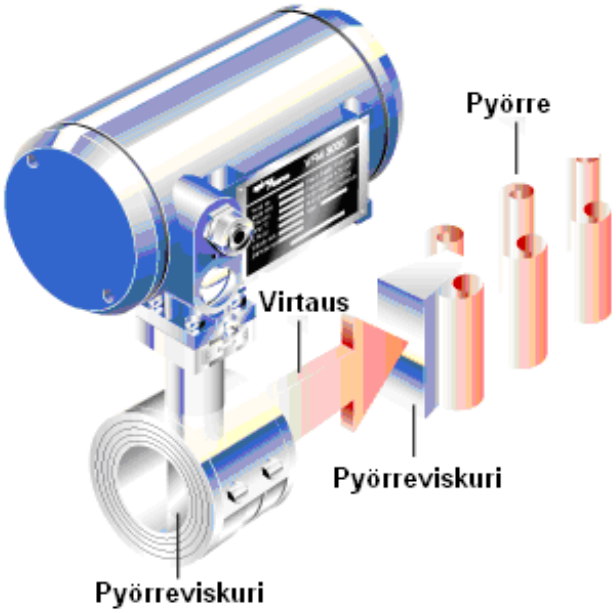
3.3.3 Pyörrevirtausmittari

Pyörrevirtausmittarin (englanniksi vortex meter, kuva 17) virtauskanavassa on pystysuora virtausta rajoittava kappale, ns. pyörreviskuri (englanniksi vortex shedder). Viskuri saa aikaan virtaavaan kaasuun pyörteitä joiden taajuus f on verrannollinen sen virtausnopeuteen:

$$f = \frac{Sv}{L}, \tag{19}$$

missä S on viskurin muodolle ominainen Strouhalin luku, v virtauksen nopeus viskurin yli ja L viskurin karakteristinen pituus.

Heti pyörreviskurin takana on anturi (esim. paine tai ultraäänianturi), joka tunnistaa pyörteiden taajuuden niiden virtaukseen aikaansaamien paine- ja nopeusmuutosten perusteella. Muutokset ovat tietyissä rajoissa riippumattomia virtaavan aineen tiheydestä, paineesta ja lämpötilasta.



Kuva 17. Pyörrevirtausmittarin rakenne [40]

Pyörrevirtausmittarin etuja ovat liikkuvien osien puuttuminen, soveltuvuus kaasujen lisäksi nesteille ja höyryille, hyvä pitkän ajan stabiilius ja vähäinen huollon tarve, laaja

käyttölämpötila-alue sekä irtopartikkeleiden sietokyky. Mittarin toimintaa rajoittava tekijä on virtauksen Reynoldsin luku; alle 2 000 Reynoldsin luvun arvoilla pyörteitä ei synny ja 2 000 ja 10 000 välillä niiden vaikutukset virtaukseen eivät ole lineaarisia. Mittarin optimaaliseen toimintaan vaaditaan yleensä yli 10 000 oleva Reynoldsin luku joten se ei sovi hyvin pienille väliainevirtauksille. Pyörrevirtausmittari vaatii myös noin kymmenen kertaa putken halkaisijan pituisen suoran putkiosuuden ennen ja jälkeen mittarin.

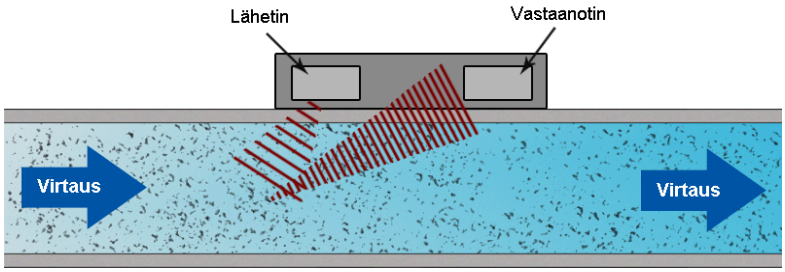
Pyörrevirtausmittarin sovelluskohteita ovat mm. maakaasun siirto sekä erilaiset kemianteollisuuden virtausmittaustarpeet. [42]

3.3.4 Ultraäänivirtausmittarit

Ultraäänivirtausmittareita on markkinoilla kahdentyyppisiä. Doppler-virtausmittarissa (kuva 18) on kaksi virtausputken ulkopuolelle sijoitettua ultraäänianturia. Näistä virtaussuunnassa ensimmäinen on lähetin, joka lähettää ultraäänipulsseja vastavirtaan. Virtaavasta kaasusta heijastunut pulssi rekisteröidään vastaanottimella. Doppler-ilmiöön perustuen vastaanotinta kohti liikkuvasta kaasuelementistä heijastuneen signaalin taajuus on lähetetyn signaalin taajuutta suurempi. Lähetetyn ja heijastuneen signaalin välisen taajuuseron perusteella voidaan laskea kaasun virtausnopeus.

Ultraäänisignaali on mittarivalmistajasta riippuen joko pulssimuotoista tai jatkuvaa. Kaasu virtaa nopeammin putken keskellä kuin reunoilla ja pulssisignaalia käyttäen voidaan määrittää virtauksen nopeusprofiili. Tämä parantaa mittauksen luotettavuutta. Yhdistämällä virtauslaskennassa useammasta eri taajuudella lähetetystä signaalista saatua mittaustulosta, voidaan mittaussignaalin ulkoista kohinaa lisäksi vähentää.

Jotta doppler-virtausmittari toimisi, virtaavan kaasun joukossa on käytännössä oltava riittävästi irtopartikkeleita, ilmakuplia tai muita epäpuhtauksia, joista ultraäänisignaali voi heijastua. Liika kontaminaatio taas voi johtaa signaalin liialliseen vaimenemiseen. Kaasun epäpuhtauspartikkeleiden konsentraatio, koko ja nopeus väliaineen suhteen vaikuttavat doppler-virtausmittarin tarkkuuteen ja mittausten toistettavuuteen.

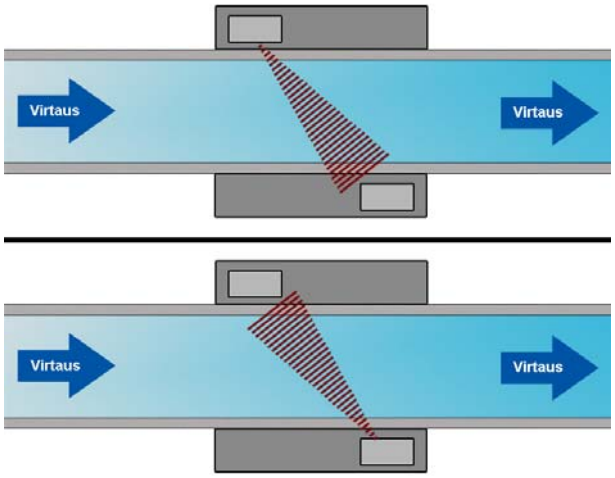


Kuva 18. Doppler-virtausmittarin toimintaperiaate [5]. Ultraäänipulssi lähetetään vastavirtaan ja heijastunut pulssi vastaanotetaan myötävirtaan.

Joissakin mittausratkaisuissa väliaineen vähimmäiskontaminaatiovaatimusta kierretään synnyttämällä turbulentti virtaus, josta ultraäänisignaali voi heijastua. Tämä voidaan toteuttaa esimerkiksi virtausputken suorakulmaisen mutkan avulla. Doppler-mittari ei siis luonnollisesti ole paras mahdollinen vaihtoehto hyvin puhtaiden kaasujen mittaamiseen, eikä se sovellu hyvin hitaille virtauksille. Sen sijaan likaisille ja syövyttäville väliaineille mittari on toimiva ja malleja on saatavilla sekä laminaarisille, turbulenteille että transitionaalisille virtaustyypeille.

Äänennopeus on riippuvainen väliaineesta ja virtausputken seinämän materiaalista, samoin kuin väliaineen lämpötilasta ja vallitsevasta paineesta. Nämä seikat on otettava huomioon doppler-virtausmittarin kaasukohtaisella kalibroinnilla tai korjauskertoimilla, sekä mahdollisesti virtaavan kaasun lämpötila- ja painemittauksilla. Doppler-virtausmittarin sovelluskohteita ovat lähinnä nesteet (myös nestekaasut), kaasujen mittaukseen sitä käytetään esimerkiksi ilmastointiratkaisuissa. [42]

Kulkuaikavirtausmittarissa (kuva 19) mitataan myötä- ja vastavirtaan lähetettyjen ultraäänipulssien kulkuajan eroa, joka on verrannollinen putkessa olevan kaasun virtausnopeuteen. Laskennassa käytetään yleensä virtausprofiilille ominaista Reynoldsin lukukorjausta, joka ottaa huomioon myös virtauksen tyypin (laminaarinen, turbulentti tai transitionaalinen). Kulkuaikavirtausmittari ei tarvitse laskentaan ultraäänisignaalin nopeutta, joten lämpötilan tai syöttöpaineen vaihtelu ei vaadi korjausta mittaustulokseen. Joidenkin valmistajien mittarit lähettävät useita pulsseja eri reittejä, jolloin virtauksen nopeusprofiilin määrittäminen on mahdollista ja mittauksen tarkkuus paranee. Mittareita on saatavilla myös pulssimuotoisille virtauksille ja toisin kuin doppler-virtausmittari, kulkuaikavirtausmittari pystyy tunnistamaan myös ns. nollavirtauksen.



Kuva 19. Kulkuaikavirtausmittarin toimintaperiaate [5]. Vaaleanharmaat laatikot ovat lähetin-vastaanottimia. Yläkuvassa ultraäänipulssi kulkee myötävirtaan ja alakuvassa vastavirtaan

Kulkuaikavirtausmittari soveltuu erityisen puhtaiden kaasujen mittaamiseen, mutta ei sovellu aineille, joissa on ilmakuplia tai muuta kontaminaatiota. Sovelluksiin, joissa virtaavan aineen puhtaus vaihtelee, on olemassa ns. hybridimittareita, jotka automaattisesti valitsevat joko doppler- tai kulkuaikamittaustavan. Suurin osa kulkuaikamittarinkin sovelluksista on nesteille, mutta myös muutamia kaasusovelluksia on olemassa, esimerkiksi voimalaitosmittauksissa.

Molempien ultraäänivirtausmittareiden etuja on, ettei niiden tarvitse olla kosketuksissa mitattavaan väliaineeseen, niissä ei ole liikkuvia osia, eivätkä ne aiheuta virtaukseen painehäviötä. Ultraäänivirtausmittarin voi asentaa joustavasti lähes minkä tahansa suoran virtausputken ympärille, eikä se synnytä vuotovaaraa. Putken halkaisija voi olla n. 1…200 ”. Jotkin putkimateriaalit kuten betoni, lasikuitu ja rauta, eivät läpäise ultraäänisignaalia. Joidenkin valmistajien valikoimiin kuuluu putken sisälle asennettavia mittareita, joilla tätä materiaalirajoitusta ei ole. Molemmat ultraäänivirtausmittarit vaativat toimiakseen luonnollisesti myös tiedon virtausputken poikkipinta-alasta. [42]

3.4 Kaasujen sekoitus painesäätimien avulla

Painesäätimillä tapahtuvassa kaasujensekoituksessa tyhjä kaasusäiliö täytetään kahta komponenttikaasua käyttäen ensin yhdellä kaasulla paineeseen p_1 ja lopuksi toisella kaasulla lopulliseen paineeseen p_{tot}. Daltonin lain mukaan kaasuseoksen kokonaispaine p_{tot} on sen muodostavien kaasukomponenttien osapaineiden summa, eli

$$p_{tot} = \sum_{i=1}^{n} p_i = p_1 + p_2 + ... + p_n , \tag{20}$$

missä p_1, p_2...p_n ovat kunkin kaasukomponentin osapaineita. Edelleen Daltonin lakia voidaan käyttää määrittämään kaasuseoksen tietyn kaasukomponentin pitoisuus G_i, mikäli seoksen kokonaispaine ja komponentin aiheuttama osapaine tiedetään:

$$G_i = \frac{p_i}{p_{tot}} \cdot 100\% . \tag{21}$$

Pitoisuuden yksikkö on tässä prosentteja. [8]

Painesäätimiä ja osapaineisiin perustuvaa sekoitusta käytettäessä ongelmaksi muodostuu se, että kaasusekoitteita pitää valmistaa erikseen ja varastoida käyttöä varten.

3.5 Kaupalliset kaasunsekoitusjärjestelmät

Markkinoilla on myös lukuisia valmiita kaasunsekoitusjärjestelmiä. Laitteet on suurelta osin suunnattu lähinnä prosessiteollisuuden käyttöön. Tästä johtuen niiden maksimivirtauskapasiteetit ovat melko suuria, lähtien hieman alle 10 l/min muutamaan sataan kuutiometriin tunnissa. Seuraavassa käsitellään yhtä esimerkkisekoituslaitteistoa jonka tiedot perustuvat valmistajan esitteisiin.

3.5.1 WITT-Gasetechnik MDE-MFC -kaasunsekoittaja

WITT-Gasetechnik valmistaa useita erilaisia kaasunsekoitusjärjestelmiä. MD 5-sarjan modulaarisella kaasunsekoittajalla MDE-MFC (kuva 20) on mahdollista valmistaa kahden tai useamman kaasun sekoituksia. Vapaasti yhdistettävissä perusmoduuleissa on joko kaksi tai kolme solenoidiventtiileillä varustettua termistä massavirtasäädintä. Virtausmittaukseen käytetään puolijohdeanturia, joka mahdollistaa nopean reagoinnin virtauksen tai asetuspisteen muutoksiin. Laitteen pitkän ajan stabiliteettia parantaa ulkoisten olosuhteiden (esim. paine, lämpötila) kompensointi.

Laitteiston maksimikaasunsyöttöpaine on 3 bar yli ilmanpaineen ja ulostulopaineen on oltava vähintään 0,5 bar syöttöpainetta alempi. Kaasujen ja käyttöympäristön lämpötila voi olla - 10…+ 50 ºC. Maksimivirtausalue vaihtelee käytettävien kaasujen mukaan, esim. typelle ja ilmalle maksimivirtaus on 80 slm ja vedylle 100 slm. Mittausalue on 1:50 ja tarkkuudeksi luvataan ± 1 % lukemasta ja ± 0,5 % täydestä alueesta. Lineaarisuus on ± 1 % ja toistuvuus on ± 0,5 % täydestä alueesta. Virtauksen asettumisajaksi ilmoitetaan alle 300 ms. Laitteessa on sekä analoginen että digitaalinen (RS-232) ohjausmahdollisuus.

MDE-MFC -kaasunsekoittaja soveltuu erityisesti poltto- tai muiden prosessikaasujen syöttöön ja siihen on integroitu turvamekanismi, joka estää mahdolliset vaaralliset kaasujen takaisinvirtaukset. Laitteeseen on esiohjelmoitu eri kaasujen virtausparametrejä, joten sekoitettavien kaasujen vaihto onnistuu ilman pitkiä viiveitä. Yksittäisen kaasujen kulutusta on mahdollista seurata ohjelmallisesti, ja kaasunsekoittajaan voidaan yhdistää erikseen myytävä kauko-ohjauslaite. Järjestelmä voidaan asentaa vapaasti valittavaan asentoon ja se säästää myös asennustilaa, sillä erillisiä massavirtasäätimiä yhdistäviä putkia ei tarvita. Sekoittajaa on saatavilla myös myrkyllisille kaasuille. [48]

Kuva 20. WITT-Gasetechnik MDE-MFC -kaasunsekoittaja kahdelle kaasulle analogisella ja digitaalisella RS-232-liitännällä [48]

Taulukko 2. Kaasuvirtausmittausmenetelmien ominaisuuksia

Laite	Primaariosa	Sekundaariosa	Mitattava suure	Tarkkuus
Rotametri	Uimuri, kartiomainen virtauskanava	Mitta-asteikko tai sähkömagneettinen tunnistus	Virtauksen uimuriin aiheuttama noste; uimurin paikka asteikolla	± 5 % mittausalueesta [1)]
Terminen massavirtamittari	Laminaarivirtaus-elementti	Terminen kapillaari-massavirta-anturi	Lämpötilaero; kaasun mukana siirtynyt lämpö	± 0,5 % lukemasta ja ± 0,1 % mittausalueesta [2)]
Differentiaalipaine-massavirtamittari	Laminaarivirtaus-elementti	Differentiaali-paineanturi	Paine-ero laminaari-virtauselementin yli	± 0,4 % lukemasta ja ± 0,2 % mittausalueesta [3)]
Coriolis-massavirtamittari	Värähtelevä kaareva virtausputki	Värähtelyanturit	Värähtelyn taajuus-, vaihe- tai amplitudiero	± 0,2…1 % lukemasta [4)]
Mäntävirtausmittari	Vakiotilavuuksinen sylinteri, liikkuva mäntä ja valokennot	Kello	Männän liikkumiseen kulunut aika	0,16…0,19 % mittausepävarmuus [5)]
Kellovirtausmittari	Liikkuva, vakiotilavuu-den saava kello, valokennot	Aikaa mittaava kello	Kellon liikkumiseen kulunut aika	0,17 % mittausepävarmuus [5)]
PVTt-mittausjärjestelmä	Keräyssäiliö, vakuumipumppu	Paine- ja lämpötila-mittarit, aikaa mittaava kello	Säiliöön kertyneen kaa-sun paine ja lämpötila, kulunut aika	0,02…0,13 % mittausepävarmuus [5)]
Kriittinen suutin	Virtausta rajoittava kavennus	Paine- ja lämpötila-mittarit	Patopaine, lämpötila	0,1…0,16 % mittausepävarmuus [5)]
Dynaaminen punnitus	Vaaka	Aikaa mittaava kello	Pullossa olevan kaasun massan muutos, kulunut aika	± 0,2...0,8 % mittausepävarmuus [6)]
Turbiini-virtausmittari	Pyörivä turbiini	Kierroslaskuri	Turbiinin kierrosten määrä	± 0,25...1 % lukemasta [7)]
Kuplavirtausmittari	Virtauksen mukana liikkuva saippuakupla	Kaksi optista anturia	Kuplan nopeus	± 2 % mittausalueesta [7)]
Pyörrevirtausmittari	Pyörreviskuri	Esim. paine- tai ultraäänianturi	Pyörteiden taajuus	± 0,75...1,5 % lukemasta [7)]
Doppler-virtausmittari	Ultraäänilähetin ja -vastaanotin	Aikaa mittaava kello	Heijastuneen äänipulssin taajuuden muutos	± 2 % virtausnopeudesta [7)]
Kulkuaika-virtausmittari	Ultraäänilähetin ja -vastaanotin	Aikaa mittaava kello	Heijastuneen äänipulssin kulkuajan muutos	± 0,5 % virtausnopeudesta [7)]

1) Kytölä Oy
2) Bronkhorst
3) Alicat Scientific
4) Brooks Instruments
5) NIST
6) MIKES
7) Lähteet [41] ja [42]

4 Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemat ja niiden kalibrointikaasunsekoitusjärjestelmät

4.1 Yleistä kalibrointiasemista

Vaisala Instruments'n (VIN) tuotannon ja Vaisala Service'n (VSE) Euroopan huoltopisteen käytössä Vantaalla on yhteensä seitsemän hiilidioksidikalibrointiasemaa. Näistä kuusi on VIN:n ja yksi VSE:n käytössä. Myös Vaisalan Pohjois-Amerikan (Boston, USA) ja Aasian (Tokio, Japani) huoltopisteissä tehdään hiilidioksidilaitteiden huoltokalibrointeja. Näissä huoltopisteissä on yksi hiilidioksidikalibrointiasema kummassakin.

VIN:n ja VSE:n Vantaan eri hiilidioksidikalibrointiasemat poikkeavat toisistaan kalibrointialueiden ja niissä kalibroitavien Vaisalan hiilidioksidimittapäiden ja -lähettimien osalta. Lisäksi asemissa kerrallaan kalibroitavien laitteiden enimmäismäärissä on eroa. Asemissa käytetään tarvittavasta hiilidioksidipitoisuudesta ja tarkkuudesta riippuen joko valmiita kaupallisia sekoitekaasuja tai vaihtoehtoisesti kalibrointikaasut sekoitetaan puhtaista hiilidioksidi- ja typpikaasuista termisillä massavirtasäätimillä. Pohjois-Amerikan ja Aasian huoltopisteiden kalibrointiasemissa käytetään ainoastaan valmiita sekoitekaasuja. Vaisalan Vantaalla olevat hiilidioksidikalibrointiasemat ominaisuuksineen on lueteltu taulukossa 3.

Kussakin kalibrointiasemassa on siinä kalibroitaville laitetyypeille sopiva mittausadapteri eli jigi. Diffuusiotyyppiset laitteet yhdistetään aseman mittakaapeleihin ja asetetaan jigin kalibrointikammioihin, joihin johdetaan kalibrointikaasu. Läpivirtaustyyppiset laitteet yhdistetään letkulla aseman kaasulinjastoon ja sähköiset kontaktit ovat jigissä itsessään. Asemien kalibrointilämpötilana on huoneenlämpötila, paitsi asemassa GMAS5, jossa eri lämpötilapisteitä on 5 kpl välillä - 30 °C ja + 50 °C. Näin ollen ko. asemassa kalibroinnit tehdään termisesti eristetyssä lämpökaapissa. Jokaista kalibrointiasemaa hallitaan tietokoneen välityksellä tarkoitusta varten räätälöidyllä Visual Basic -ohjelmalla, joten kalibrointiproseduuri voidaan alkuvalmistelujen jälkeen ajaa alusta loppuun täysin automatisoidusti. [27] [37]

4.2 Kalibrointikaasun syöttö ja sekoitus

Kalibrointiasemissa, joissa tarvitaan erityisen pieniä hiilidioksidipitoisuuksia (alimmillaan luokkaa 0,02...0,1 %), käytetään valmista tarkkuussekoitekaasua. Kahdessa diffuusiotyyppisten hiilidioksidimittapäiden kalibrointiasemassa, GMAS3 ja SERVAS2, kalibroidaan alimmillaan 2 % hiilidioksidipitoisuuksia. Tällöin riittävän tarkka kaasujen sekoitussuhde saadaan aikaan sekoittamalla puhtaita hiilidioksidi- ja typpikaasuja massavirtasäätimien avulla. Näin menetellen kalibrointikaasun eri hiilidioksidipitoisuudet saadaan aikaan muuttamalla hiilidioksidin ja typen suhteellista massavirtaa linjastossa. Sekoittamalla kalibrointikaasut itse ja vasta kalibrointivaiheessa vältytään kalliiden valmiiden tarkkuussekoitekaasujen hankinnalta ja varastoinnilta.

Seuraavassa tarkastellaan nimenomaan massavirtasäätimillä varustettujen kalibrointiasemien toimintaa. GMAS3- ja SERVAS2 -asemissa kaasujen virtauksen hallintaan käytetään Brooks Instrument'n Smart Mass Flow 5850 S termisiä massavirtasäätimiä (TMS). SERVAS2 - kalibrointikaasun sekoitusjärjestelmä on kuvassa 21 ja rakennekaavio kalibrointijigillä täydennettynä kuvassa 22.

TMS:iä käytettäessä puhtaat kaasut syötetään kalibrointiasemien linjastoihin 350 kPa paineella. Hiilidioksidi on pullossa nesteenä ja typpi kaasuna, paineiden säiliöissä ollessa 6 MPa (60 bar) ja 20 MPa (200 bar) vastaavasti. Kalibrointiasemiin sopiva syöttöpaine saadaan paineenalennusventtiileillä. Vaisalassa on lisäksi toimiva typpikaasuverkko mutta sitä käytetään ainoastaan asemien putkistojen huuhteluun, sillä ko. linjastotypen puhtaus ei ole hiilidioksidimittalaitteiden kalibrointitarkoituksiin riittävä.

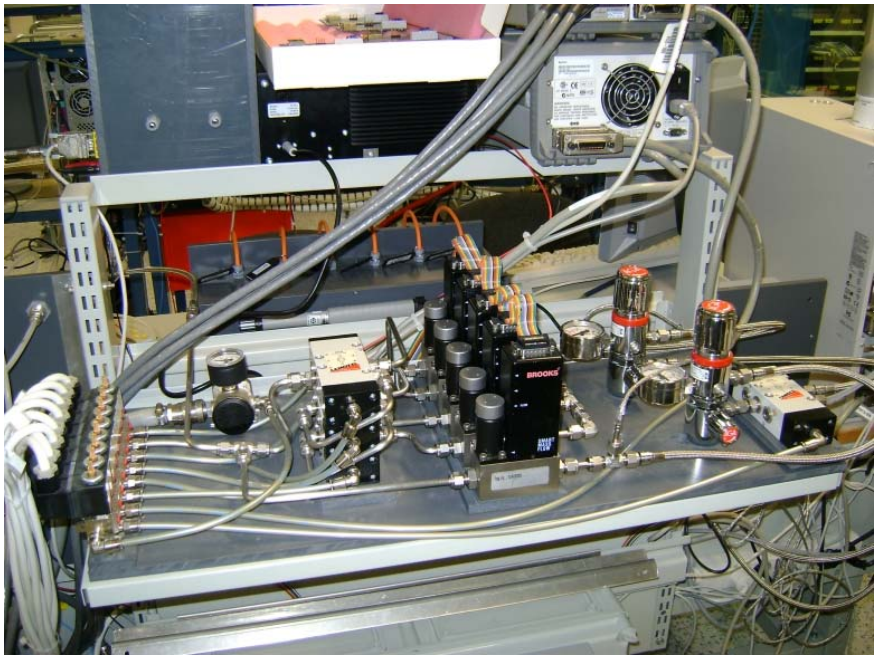
Sekoitettavat kaasut virtaavat pulloista huoneilmassa oleviin lämmöntasauskierukoihin ja kaasujen lämpötiloja seurataan Pt-100 -lämpötila-antureilla, jotka on sijoitettu syöttölinjastoon ennen massavirtasäätimiä. Antureita luetaan Vaisala PTU200 -lähettimillä.

Kalibrointiasemien kaasunsekoitusjärjestelmät on varustettu neljällä hiilidioksidi- ja yhdellä typpimassavirtasäätimellä. Eri pitoisuuksien hiilidioksidikaasun virtausmäärät ja näihin käytettävät massavirtasäätimet on esitetty taulukossa 4. Kalibroinnin aikana TMS:ien ohjaus tapahtuu tietokoneen RS-485 -portin kautta.

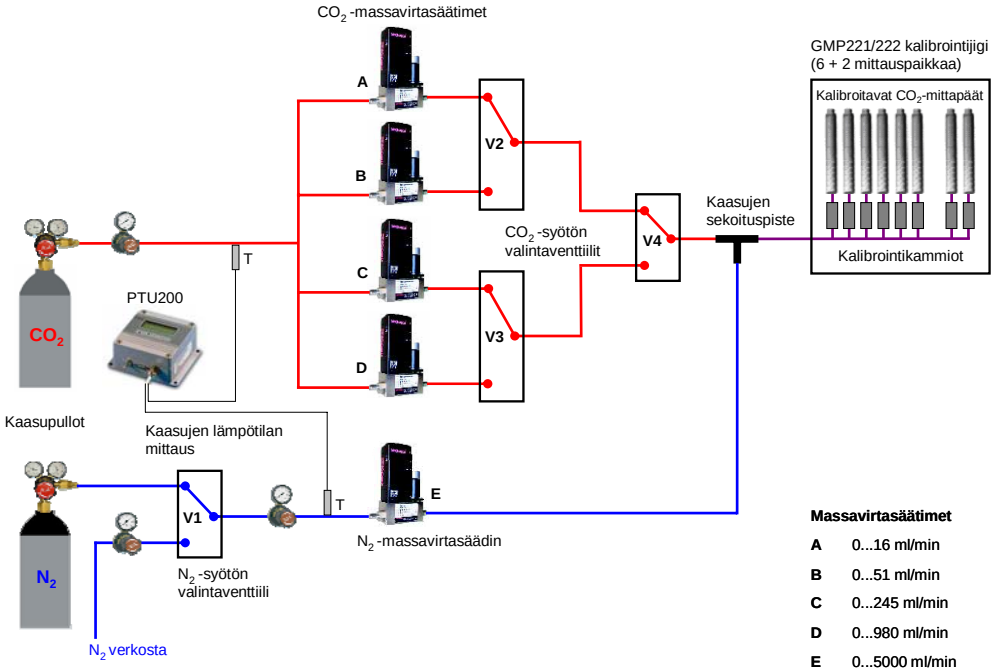
Massavirtasäätimien jälkeen linjastossa on kolme paineilmatoimista valintaventtiiliä. Brooks'n TMS:t eivät pysty täysin luotettavasti sulkemaan niiden läpi kulkevaa virtausta, vaan vuotovirtausta saattaa esiintyä. Valintaventtiileillä varmistetaan, että kaasu kulkee kerrallaan vain yhden säätimen läpi. Venttiileiden asentoja säädetään kaasulinjastosta hieman etäämmälle sijoitetuilla solenoidiventtiileillä. Näin vältytään kalibrointikaasun lämpenemiseltä, toisin kuin jos kaasuvirtausta ohjattaisiin suoraan solenoidiventtiileillä.

Virtaavat kaasut sekoittuvat ennen kalibrointikammioita syöttöputkien t-risteyksessä, jossa hiilidioksidi virtaa suoraan ja suuremman virtauksen typpi ajetaan t-haarasta hiilidioksidin kanssa samaan putkeen. Tällä menettelyllä on havaittu kaasujen sekoittuvan parhaiten. Kaasusekoite virtaa edelleen kalibrointijigissä (kuva 23) oleviin kammioihin (tyypiltään GMB220ACB), joihin kalibroitavat mittapäät on sijoitettu. Kammioista kaasu vapautuu kalibrointitilan huoneilmaan.

Mittausten toistettavuuden parantamiseksi kalibrointiaseman laitekohtainen kaasuvirtaus pidetään samana riippumatta siitä, ovatko kaikki jigin kammiot käytössä vai ei. GMAS3 -asemassa, jossa kalibrointikammioita on 10 + 2 kpl, kaasun kokonaisvirtaus on 7,2 l/min, ja 6 + 2 -kammioisessa SERVAS2 -asemassa 4,8 l/min vastaavasti. Mittapaikat on lisäksi varustettu rotametreillä (kappale 3.1.1), jotta kammiokohtaista virtausta voidaan helposti seurata. Sekoitetun kalibrointikaasun tarkkuutta on mahdollista tarkkailla asemien ylimääräisiin kammioihin sijoitetuilla (toisaalla kalibroiduilla) hiilidioksidimittapäillä (GMP221 ja GMP222). SERVAS2 -aseman kalibrointijigi on kuvassa 23.



Kuva 21. SERVAS2 -aseman kalibrointikaasun sekoitusjärjestelmä



Kuva 22. SERVAS2 -hiilidioksidikalibrointiaseman kalibrointikaasun sekoitus- ja syöttöjärjestelmän rakennekaavio [27]

Kalibrointiasemien varustukseen kuuluu lisäksi Visual Basic -pohjaisella kalibrointiohjelmalla varustettu PC-tietokone, relekortilla varustettu Agilent 34970A -kytkinyksikkö, Agilent E3632A -jännitelähde sekä erillinen releyksikkö. Kytkinyksikkö on kytketty tietokoneeseen IEEE-1394 -portin kautta. Releyksikköä käytetään paineilmatoimisia valintaventtiilejä ohjaavien solenoidiventtiileiden hallintaan. [27] [37]

Kuva 23. SERVAS2 -hiilidioksidikalibrointiaseman kalibrointijigi

4.3 Terminen massavirtasäädin Brooks Instrument 5850S

Vaisalan GMAS3- ja SERVAS2 -kalibrointiasemien hiilidioksidi- ja typpikaasuvirtausten hallintaan käytetään Brooks Instrument'n Smart Mass Flow 5850 S termisiä massavirtasäätimiä (TMS, luku 3.1.2) (kuva 24). Säätimen pääosat ovat suodatin, laminaarivirtauselementti, terminen kapillaarimassavirta-anturi, solenoidiohjattu säätöventtiili sekä mittaus- ja ohjauselektroniikka (kuva 25). Kuvan mukaisesti säätöventtiili on virtaussuunnassa massavirta-anturin jälkeen. Termisen massavirtamittarin teoreettinen toiminta on selostettu kohdassa 3.1.2.

Brooks'n TMS:n laminaarivirtauselementti koostuu lukuisista pienistä yhdensuuntaisista kanavista, yhden kanavan maksimivirtauskapasiteetin ollessa 10 ml/min ilmaa (NTP-olosuhteissa). Tällaisella rakenteella on mahdollista tehdä massavirtasäätimiä 10 ml virtauskapasiteetista jopa yli 2 000 l/min virtausalueelle. Pienten virtauskanavien vuoksi laminaarivirtauselementit ovat herkkiä ulkopuoliselle, tukoksia aiheuttavalle lialle, joten TMS:n virtauksen sisääntulossa oleva suodatin on tarpeen. Virtausalueeseen katsomatta

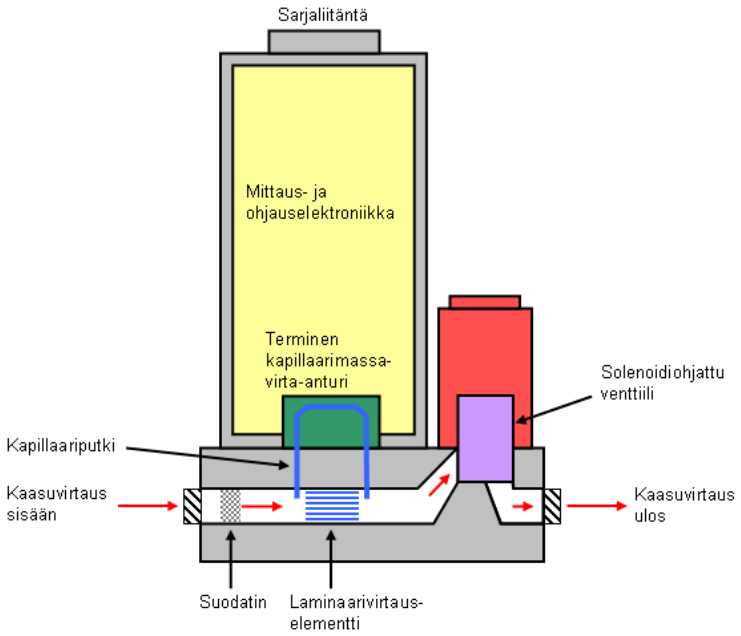
käytössä olevat Brooks'n säätimet antavat massavirtalukeman yksiköissä sccm. Valmistajan ilmoittamia säätimen spesifikaatioita on lueteltu taulukossa 10. [10] [27] [29]

Brooks Instrument'n TMS:t valittiin Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemiin aikoinaan hyvien valmistajan spesifikaatioiden perusteella. Kuitenkin säätimien määräaikaiskalibroinneissa on niiden massavirtalukemassa tullut ilmi jopa 20 % epästabiilisuuksia. Massavirtasäätimien virtauslukemaa korjataan niihin ohjelmoidulla korjauskertoimella, joka on laitteesta riippumatta 0,00327 $ºC^{-1}$. Mittanormaalilaboratoriossa tehtyjen testien mukaan lukeman lämpötilariippuvuus saattaa kuitenkin yksittäisillä laitteilla olla jopa 20 kertaa spesifioitua suurempi. [34]

Ennen käyttöä TMS:n annetaan stabiloitua termisesti riittävän kauan ympäristöolosuhteisiin. Kun anturin yli vaikuttaa työskentelypaine ja anturi on virtaukseton (ts. TMS:n solenoidiohjattu venttiili on kokonaan suljettu), lämpö on jakaantunut tasaisesti koko kapillaarin alueelle. Tällöin lämpötila-antureiden resistanssit ovat likipitäen samat ja ne tallennetaan TMS:n muistiin. Tämän nollauksen paikkansapitävyys tulee tarkistaa riittävän usein. Brooks'n TMS:issä on lisäksi erillinen anturikela, jolla mitataan massavirta-anturin "todellinen" lämpötila em. tarvittavaa lämpötilakorjausta varten.

Termisen kapillaarimassavirta-anturin mittaustulosten perusteella TMS:n ohjauselektroniikka säätää venttiilin mäntää halutun kaasuvirtauksen aikaansaamiseksi. Brooks'n TMS:n kaasuvirtauksensäätöventtiili on solenoidiohjattu, normaalisti suljettuna oleva venttiili. Toisin sanoen mikäli solenoidissa ei kulje lainkaan sähkövirtaa, on venttiili kiinni. Ongelmaksi Brooks'n säätimien kanssa on kuitenkin osoittautunut, että laitteet saattavat näyttää virtausta vaikka venttiili on suljettu. Tällöin, mikäli virtauksen asetusarvo on nolla, säädin koettaa edelleen sulkea venttiiliä ja kuumenee hyvin kuumaksi. Kuuma venttiili on omiaan aiheuttamaan virhettä säätimen mittaustulokseen. [27] [29]

Kuva 24. Brooks Instrument'n termisiä massavirtasäätimiä



Kuva 25. Termisen massavirtasäätimen Brooks Instrument 5850S rakenne [36]

Brooks Instrument käyttää typelle ja hiilidioksidille tiheysarvoja ρ_{N2} = 1,251 kg/m^3 ja ρ_{C02} = 1,977 kg/m^3. Tehdaskalibroinnit tehdään lähtökohtaisesti typpikaasulla ja massavirta muille kaasuille saadaan muuntokertoimilla. Typelle ja hiilidioksidille Brooks'n käyttämä muuntokerroin on g_{N2} = 1 ja g_{CO2} = 0,773. Korjauskertoimella laskettu massavirta hiilidioksidille saadaan kaavalla

$$q_{CO2} = q_{N2}\frac{g_{CO2}}{g_{N2}} = 0{,}773 q_{N2} \tag{22}$$

Vastaavalla tavalla voidaan laskea massavirta muille kalibrointikaasusta eroaville mittauskaasuille käyttämällä oikeaa muuntokerrointa. Valmistaja lupaa korjauskertoimen tarkkuudeksi ± 0,5 %, mutta spesifikaatioiden lisätiedoissa sen kuitenkin ilmoitetaan voivan olla jopa ± 5 %. [10]

Taulukko 3. VIN:n tuotannon ja VSE:n Euroopan huoltopisteen (Vantaa) hiilidioksidikalibrointiasemat

Kalibrointi-asema	Kalibrointi-adapteri (jigi)	Kalibrointi-paikkojen määrä	Kalibrointi-kaasun sekoitustapa	Massavirta-säätimien virtausalueet [ml/min]	Kalibrointi-kaasun CO_2 -pitoisuus [%] 1)	Virtaus mittapäätä / laitetta kohti [ml/min]	Asemassa kalibroitavat mittapäät ja -laitteet	Kalibrointi-lämpötila [ºC]
VIN - Tuotanto								
GMAS1	Vaisala J903	10 + 2 optiona	Valmis sekoitekaasu	-	0,1...2	600	GMD20	Huoneen-lämpö
GMAS2	Vaisala J824	10	Valmis sekoitekaasu	-	0,1...1 (20)	600	GMP222 (GMP221)	Huoneen-lämpö
GMAS3	Vaisala J900	10 + 2 optiona	Massavirta-säätimet	0...24 CO_2 0...76 CO_2 0...368 CO_2 0...1 472 CO_2 0...7 400 N_2	2...20	600	GMP221 (GMP222)	Huoneen-lämpö
GMAS4	Vaisala J798	10	Valmis sekoitekaasu	-	0,1...20	600	GMW2011 GMW115 GMM111 GMM112 GMM25 2)	Huoneen-lämpö
GMAS5	Vaisala J992 (J1035)	10	Valmis sekoitekaasu	-	0,02...5	600	GMP343	Lämpötila-pisteet + 25, -30, + 50, 0, + 25
GMHEL1	Vaisala J798	10	Valmis sekoitekaasu	-	0,1...20	600	GMW20 GMW115 GMM111 GMM112 GMM25 2)	Huoneen-lämpö
VSE - Huolto								
SERVAS2	Vaisala J829	6 + 2 optiona	Massavirta-säätimet	0...16 CO_2 0...51 CO_2 0...245 CO_2 0...980 CO_2 0...5 000 N_2	2...20	600	GMP221	Huoneen-lämpö

1) Alaraja on pienin mahdollinen laitteistolla kalibroitava CO_2 -pitoisuus. CO_2 -pitoisuuden ollessa 0 % on kalibrointikaasu puhdasta typpeä (N_2)
2) Vain huoltokalibrointi, GMM25 -hiilidioksidimoduulin tuotanto on lopetettu

Taulukko 4. Vaisalan GMAS3- ja SERVAS2 -kalibrointiasemien hiilidioksidikaasun massavirrat eri pitoisuuksilla ja käytettävät massavirtasäätimet. Käytännössä alin asemissa sekoitettava hiilidioksidipitoisuus on 2 % [27]

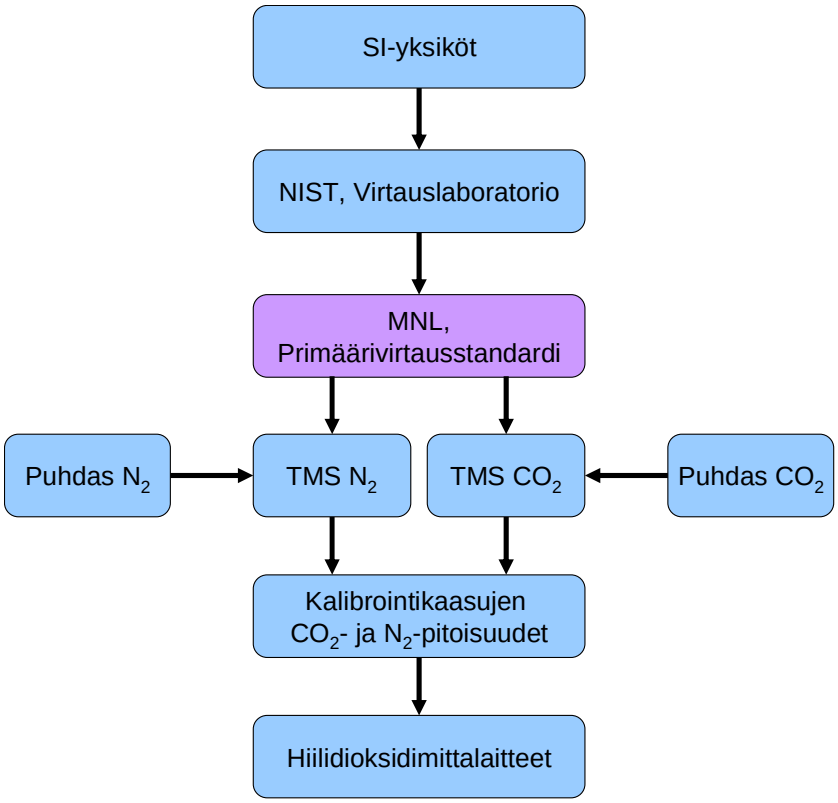
VIN - Tuotanto GMAS3			VSE - Huolto SERVAS2		
CO_2-pitoisuus [%]	CO_2-tilavuusvirta [ml/min]	Massavirtasäätimen maksimivirtaus [ml/min]	CO_2-pitoisuus [%]	CO_2-tilavuusvirta [ml/min]	Massavirtasäätimen maksimivirtaus [ml/min]
0,1	7,2	24	0,1	4,8	16
0,2	14,4	24	0,2	9,6	16
0,3	21,6	24	0,3	14,4	16
0,5	36	76	0,5	24	51
0,7	50,4	76	0,7	33,6	51
1	72	76	1	48	51
2	144	368	2	96	245
3	216	368	3	144	245
5	360	368	5	240	245
7	504	1 472	7	336	980
10	720	1 472	10	480	980
20	1 440	1 472	20	960	980

5 Termisten massavirtasäätimien kalibrointi Vaisalassa

5.1 Mittanormaalilaboratorio

VSE:n Mittanormaalilaboratorio (MNL, englanniksi Measurement Standards Laboratory, MSL) perustettiin vuonna 1978 huolehtimaan Vaisalan tuotantomittanormaalien kalibroinnista ja yrityksen primaarinormaalien jäljitettävyydestä. MNL on Mittatekniikan keskuksen (MIKES) FINAS-akkreditointipalvelun akkreditoima kalibrointilaboratorio numerolla K008. MNL tarjoaa akkreditoituja kalibrointipalveluja myös Vaisalan ulkopuolisille asiakkaille lämpötilassa, paineessa ja suhteellisessa kosteudessa.

Mittalaitteiden akkreditoiduilla kalibroinneilla on muodollinen kolmannen osapuolen hyväksyntä, jollaista tarvitaan mm. laitteille, joita käytetään mittanormaaleina tai tiettyjen viranomaismääräysten täyttämiseen. MNL tekee edellä mainituilla suureilla mittalaitteille myös akkreditoimattomia huoltokalibrointeja yhteistyössä VSE:n huollon kanssa. Lisäksi talon omille mittalaitteille tehdään sähkösuureiden (mm. sähkövirta, jännite ja resistanssi) ja hiilidioksidikalibrointiasemien termisten massavirtasäätimien (TMS) massavirtakalibrointeja. Vaisalan GMAS3- ja SERVAS2 -hiilidioksidikalibrointiasemissa kalibroitavien mittalaitteiden kalibrointiketju selviää kuvasta 26. [36] [46]

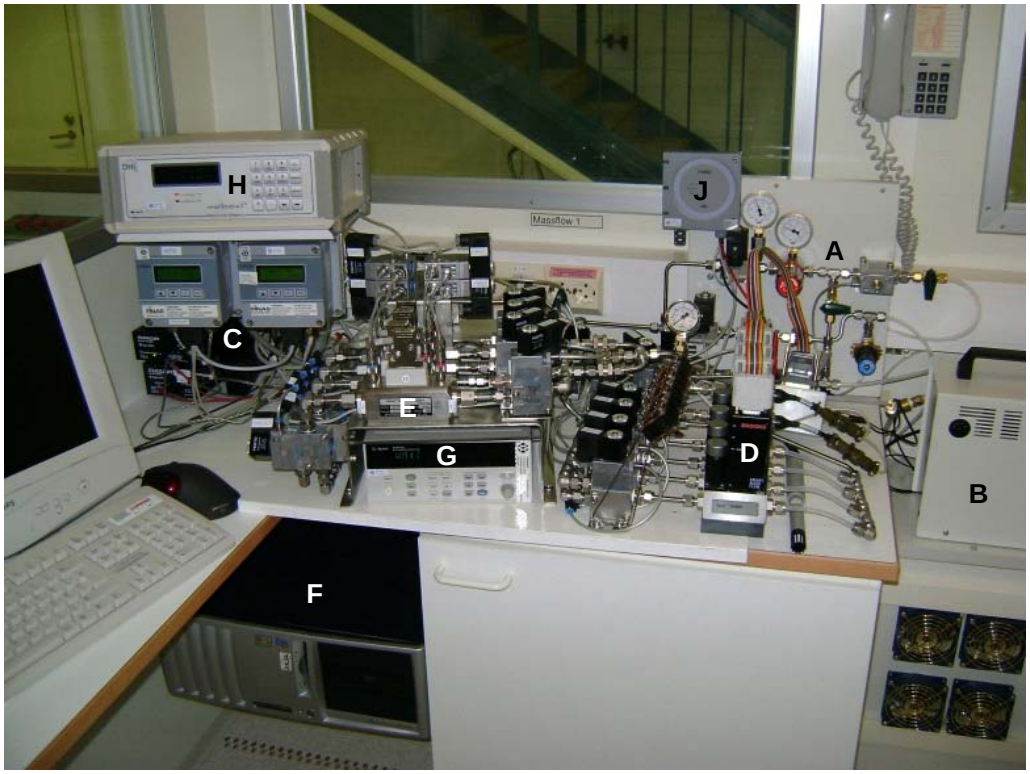


Kuva 26. Vaisalan hiilidioksidimittalaitteiden kalibrointiketju [36].

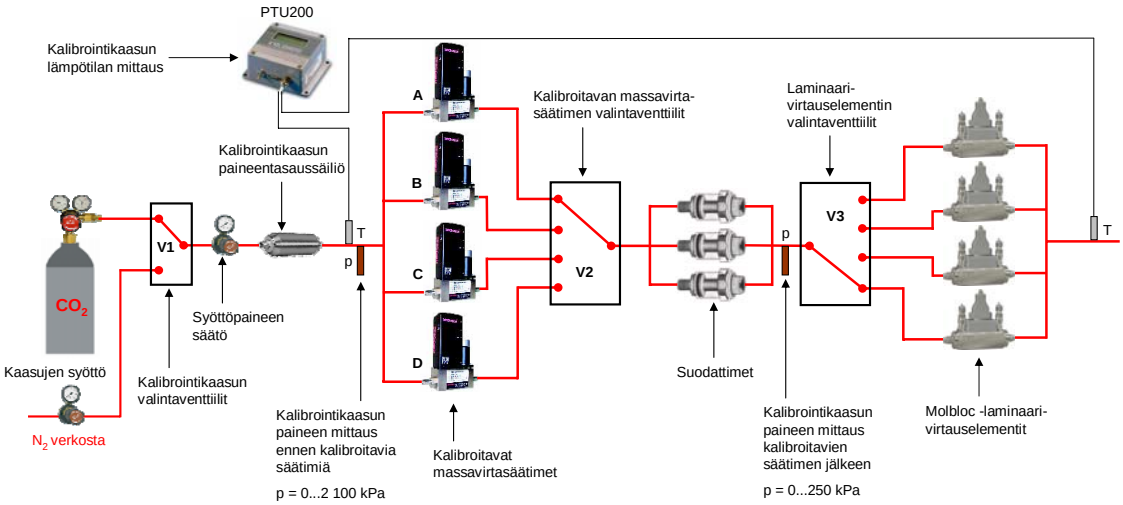
5.2 Massavirtakalibrointiasema

MNL:ssa on Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemien TMS:iä varten rakennettu massavirtakalibrointiasema (kuva 27). Asemassa on neljä paikkaa kalibroitaville säätimille ja sillä voidaan tehdä kalibrointeja typpi- ja hiilidioksidikaasuilla alueella 5 ml/min... 30 l/min. Yhdellä mittauskerralla voidaan kalibroida vain toisella kaasuista. Hiilidioksidi syötetään kalibrointiasemaan MNL:n omasta kaasupullosta ja typpi suoraan Vaisalan typpilinjastosta. Toisin kuin hiilidioksidimittalaitteiden kalibrointeihin, linjaston typpi on riittävän puhdasta massavirtasäätimien kalibrointiin. Pullotetun hiilidioksidin paine on noin 6 MPa (60 bar) ja typpilinjaston paine tyypillisesti 600...800 kPa. Kalibrointikaasujen paine alennetaan paineenalennusventtiileillä n. 350 kPa:iin.

Kalibroitavat TMS:t on mahdollista kytkeä solenoidiohjatuilla pneumaattisilla venttiileillä virtauksen suhteen joko referenssien ylä- tai alapuolelle (ns. ylä- ja alavirtakytkennät). Normaalisti MNL:n kalibroinneissa käytetään kuvan 28 mukaista ylävirtakytkentää. Kalibrointiaseman massavirtareferensseinä käytetään neljää paine-eron mittaukseen perustuvaa DH Instruments'n Molbloc -laminaarivirtauselementtiä (LVE), joita luetaan DH Instruments'n Molbox 1 -massavirtaterminaalin välityksellä (kuva 29).



Kuva 27. MNL:n massavirtakalibrointiasema. A kalibrointikaasun (typpi, hiilidioksidi) syöttö, B tyhjiöpumppu, C PTU200 -lähettimet, D kalibroitavat TMS:t, E LVE-massavirtareferenssit, F tietokone, G ohjaus- ja kytkinyksikkö, H Molbox 1 -massavirtaterminaali, J GMT221 -hiilidioksidilähetin



Kuva 28. MNL:n massavirtakalibrointiaseman rakennekaavio kun kalibroitavat säätimet on kytketty virtauksessa LVE-massavirtareferenssien yläpuolelle (ns. ylävirtakytkentä) [27]

Kuva 29. DH Instruments'n Molbox1 -massavirtaterminaali ja Molbloc -laminaari-virtauselementtejä [14]

Massavirtakalibrointiaseman muuhun perusvarustukseen kuuluu MS Visual Basic -pohjaisen kalibrointiohjelman sisältävä PC-tietokone, Agilent 34970A -kytkinyksikkö solenoidiventtiilien ohjaamista ja mittausdatan keräämistä varten, 2 kpl Vaisala PTU200 -lähettimiä kalibrointikaasun lämpötilan mittaamista ja ympäristöolosuhteiden (lämpöti-

la, paine ja suhteellinen kosteus) tallentamista varten, tyhjiöpumppu kaasulinjastojen huuhtelun ja kalibrointikaasulla täyttämisen tehostamiseksi, sekä GMT221 -hiilidioksidilähetin ilmaisemaan linjaston mahdollisen hiilidioksidivuodon. Hiilidioksidivuoto on haitallinen paitsi kalibroinnin onnistumisen kannalta, niin myös turvallisuussyistä (luku 9.2.2).

Kalibrointiaseman (kuva 28) virtauskanavien valintoihin käytetään hiilidioksidikalibrointiasemien tapaan pneumaattisia solenoidiohjattuja venttiilejä. MNL:ssa venttiilien toimintapaine otetaan talon typpilinjastosta. Venttiilillä V1 valitaan haluttu kalibrointikaasu, jonka jälkeen alennetaan syöttöpaine kalibrointilaitteiston linjastolle sopivaksi. Paineenalennusventtiiliä seuraa 0,4 l Festo -paineentasaussäiliö, jonka tarkoitus on vähentää kalibrointikaasun mahdollisesta paineen vaihteluista aiheutuvia häiriöitä. Ensimmäinen Pt-100 -lämpötila-anturi ja Druck PMP 4010 -painelähetin on sijoitettu säiliön jälkeen juuri ennen kalibroitavia massavirtasäätimiä.

Kalibroitavat massavirtasäätimet ovat linjastossa rinnakkain ja kulloinkin kalibrointivuorossa oleva laite valitaan linjastossa säätimien jälkeen olevalla pneumaattisella venttiiliryhmällä V2. Mahdollisen linjastoon joutuvan kontaminaation, kuten pienhiukkasten varalta, on venttiilin jälkeen kolme rinnakkain asennettua Swagelok -suodatinta (0,5 µm suodatuskoko). Näiden jälkeen on sijoitettu toinen edellisen kaltainen Druck -painelähetin. Painelähettimen jälkeisellä venttiiliryhmällä V3 valitaan kulloinkin sopiva Molbloc -massavirtareferenssi. Referenssien jälkeen kalibrointikaasun lämpötila mitataan vielä uudelleen (Pt-100 -anturilla) ennen kuin se johdetaan pois laboratoriosta ulkoilmaan. [27] [35]

5.3 Massavirtareferenssit

MNL:n massavirtakalibrointiasemassa referensseinä käytettävien Molbloc -laminaarivirtauselementtien rakenne on esitetty kuvassa 30. Periaatteeltaan Molbox1 / Molbloc -yhdistelmä toimii kuten differentiaalipainemassavirtamittari (luku 3.1.3). Teoreettinen Molbloc'n läpi kulkeva massavirta q lasketaan perustuen Hagen-Poiseuille'n yhtälöön (kaava 10), jota kuitenkin on muokattu Molbloc'n geometriaan sopivaksi:

$$q = \frac{p_1 - p_2}{6\eta_{p,T} L} \rho_{p,T} \pi r h^3 , \tag{23}$$

missä p_1 on paine LVE:n sisääntulossa, p_2 paine LVE:n ulostulossa, $\eta_{p,T}$ kaasun viskositeetti vakiopaineessa ja -lämpötilassa, L LVE:n pituus, $\rho_{p,T}$ kaasun tiheys vakiopaineessa ja -lämpötilassa, r LVE:n virtauskanavan sylinterin säde, ja h LVE:n virtauskanavan sylinterin ja männän välisen raon korkeus.

Kaasun tiheys $\rho_{p,T}$ vakiopaineessa ja -lämpötilassa on standardipaineessa olevan tiheyden ρ_N avulla lausuttuna

$$\rho_{p,T} = \rho_N \frac{p Z_N T_N}{p_N Z_{(p,T)} T} , \tag{24}$$

missä p on p_1:n ja p_2:n keskiarvo, T kaasun vakiolämpötila, T_N kaasun standardilämpötila (273,15 K), p_N standardipaine (101,325 kPa), Z_N kaasun puristuvuustekijä standardiolosuhteissa ja $Z_{p,T}$ kaasun puristuvuustekijä vakiopaineessa ja -lämpötilassa.

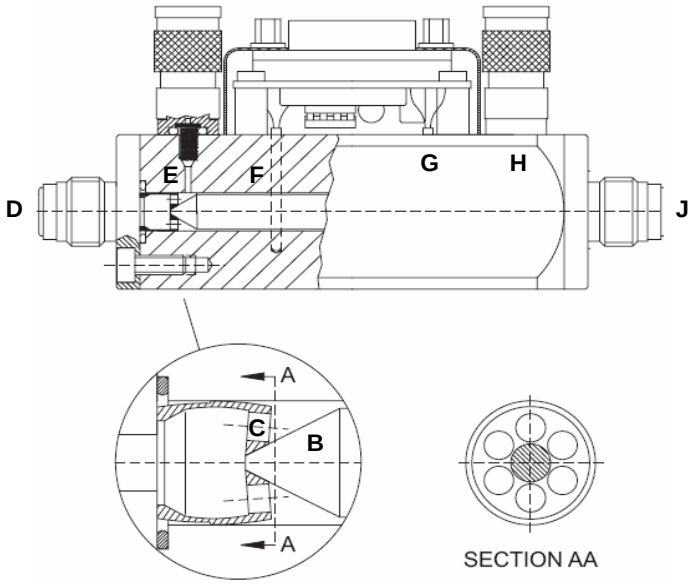
LVE:n skaalan määräävä teoreettinen dimensiovakio C_D määritellään edellä mainittujen suureiden avulla

$$C_D = \frac{\pi r h^3}{6L}. \tag{25}$$

Molbloc -LVE:n tehdaskalibroinnissa annetaan sen läpi virrata kaasua tasaisesti tietyn ajan. Dimensiovakio C_D korvataan kalibroinnissa saadulla laitekohtaisella geometrisella vakiolla C_G:

$$C_G = C_D \frac{\Delta M}{m}, \tag{26}$$

missä ΔM on kalibrointikaasusäiliön mitattu massanmuutos tietyn ajan kuluessa, eli LVE:n läpi virranneen kalibrointikaasun todellinen massa, ja m LVE:n läpi vakiopaineessa ja -lämpötilassa tietyssä ajassa virranneen kalibrointikaasun laskettu massa. [12]



Kuva 30. DHI'n Molbloc -LVE:n rakenne. Elementissä on kiinteän männän rajaama rengasmainen virtauskanava ja lisäksi männän tuet toimivat toissijaisina laminaarielementteinä, rajaten samalla paineentasauskammion männän molemmin puolin. A paineentasauskammio, B kiinteä mäntä, C männän tuki, D kaasun virtaus sisään, E kaasun paineen mittaus männän alkuosassa, F kaasun lämpötilan mittaus männän alkuosassa, G kaasun lämpötilan mittaus männän loppuosassa, H kaasun paineen mittaus männän loppuosassa, J kaasun virtaus ulos [12] [38]

Edelleen saadaan kaava, jota Molbox1 -massavirtaterminaali käyttää LVE:n läpi kulkevan massavirran q laskemiseen [12]:

$$q = \frac{p(p_1 - p_2)\rho_N Z_N T_N}{p_N \eta_{p,T} Z_{p,T} T} C_G \,. \tag{27}$$

Muuttujat ovat samat kuin edellä.

5.4 Termisten massavirtasäätimien kalibrointimenettely

GMAS3- ja SERVAS2 -hiilidioksidikalibrointiasemien massavirtasäädinsarjoja (taulukko 3) on molempia kolme kappaletta. Näistä kaksi on varsinaisia säädinsarjoja ja yksi on varasäädinsarja. Massavirtasäätimet kalibroidaan MNL:ssa 3 kk välein, siten että toinen sarja varsinaisia säätimiä on vuorollaan käytössä asianomaisessa hiilidioksidikalibrointiasemassa ja toista säilytetään MNL:ssa varasäädinsarjan kanssa. Ennen kuin käytössä oleva säädinsarja tuodaan kalibroitavaksi, tehdään kalibrointi jo laboratoriossa olevalle sarjalle. Tämä sarja vaihdetaan hiilidioksidikalibrointiasemassa olevan tilalle, joka vastaavasti tuodaan kalibroitavaksi. Viimeiseksi kalibrointiin tullut sarja jää MNL:on säilytettäväksi, kunnes se kalibroidaan uudelleen ennen seuraavaa säädinten vaihtoa. Tämä menettely on havaittu tarpeelliseksi, jotta mahdolliset liian suuret massavirtasäätimien mittausvirheet huomataan ajoissa. Varasäätimet kalibroidaan myös 3 kk välein, jotta ne ovat tarvittaessa käyttövalmiina.

TMS:ien termisten kapillaarimassavirta-anturien (luku 3.1.2) lämpötila-antureita t_1 ja t_2 ei sinällään kalibroida vaan niiden näyttämien erot korjataan massavirtakalibroinnin yhteydessä. Näille antureille on Brooks'n TMS:iin asetettu virtaavasta kaasusta riippumatta 0,00327 C^{-1} suuruinen tehdaskorjaus. Tämän tarkoitus ei ole täysin selvillä, mutta mahdollisesti sillä on tarkoitus korjata säätimen elektroniikasta ja mekaniikasta tai kaasun lämpötilaominaisuuksista johtuvaa virhettä. TMS:t kalibroidaan alueelle, jolla ko. massavirtasäädintä hiilidioksidikalibroinneissa käytetään. TMS:ien kalibrointialueet on koottu taulukkoon 5.

Kalibrointia varten TMS:t yhdistetään pneumaattisesti massavirtakalibrointiaseman putkistoon tiivistehelmin varustetuin kierreliittimin. Mikäli kalibroitavia säätimiä on vähemmän kuin neljä, ne on sijoitettava mittauspaikkoihin ensimmäisestä paikasta aloittaen. Kalibroitavat TMS:t yhdistetään sähköisesti mittausjärjestelmään 15-napaisin D-liittimin, joiden kautta ne saavat myös tarvittavan + 24 V käyttöjännitteen.

Kun TMS:t on yhdistetty kalibrointiaseman virtauslinjastoon, järjestelmälle tehdään automaattinen huuhtelu- ja täyttömenettely tarvittavalla kalibrointikaasulla. Näin putkistosta poistetaan sinne kertynyt ilma, kosteus ja mahdollinen aiemmin käytetty kalibrointikaasu. Huuhtelun ja täytön tehostamiseksi asema on varustettu tyhjiöpumpulla (kuva 27, kohta B).

Ennen kalibrointia TMS:n annetaan lämmetä ja stabiloitua laboratorion ympäristöolosuhteisiin vähintään 16 h ajan. Kalibrointipisteen asettamisen jälkeen säätimen virtauk-

sen annetaan tasaantua ennen mittauksen aloittamista. Kukin TMS mitataan tasavälein kahdeksassa kalibrointialueensa pisteessä, lähtien alimmasta massavirta-arvosta edeten suurimpaan arvoon (nouseva sekvenssi). Tämän jälkeen kalibrointi toistetaan samoissa pisteissä suurimmasta arvosta pienimpään (laskeva sekvenssi). Käytännössä TMS:lle annetaan tietty säätöarvo jonka paikkansapitävyys määritetään referenssielementin näyttämän perusteella. Jokaisessa pisteessä luetaan vuorotellen kalibroitavasta TMS:stä ja vastaavasta referenssistä kummastakin yhteensä 10 näytettä, joista lasketaan keskiarvo.

Molbox1 -massavirtaterminaali mittaa kulloinkin käytettävän Molbloc -massavirta-referenssin yli olevat paine- ja lämpötilaerot, jotka sen läpi virtaava kaasu saa aikaan. Lämpötila mitataan resistiivisesti. Näiden mittaustulosten pohjalta Molbox1 laskee kaavan (27) mukaan elementin läpi kulkevan massavirran suuruuden. Valmistajan ilmoittama epävarmuus massavirtamittaukselle on ± 0,2 % lukemasta tai ± 0,02 % mittausalueesta [13].

Kussakin asetuspisteessä referenssi-LVE:n korjattu massavirtalukema $q_{r,c}$ saadaan referenssin alkuperäisen massavirtalukeman q_r ja LVE-kohtaisten korjauskertoimien C_0, C_1 ja C_2 avulla:

$$q_{r,c} = q_r + C_0 + C_1 q_r + C_2 q_r^2 , \tag{28}$$

Edelleen kalibroitavan TMS:n lukemaan tarvittava korjaus a saadaan vähentämällä massavirtareferenssin korjatusta massavirtalukemasta $q_{r,c}$ TMS:n lukema q_m:

$$a = q_{r,c} - q_m . \tag{29}$$

Kaikkien asetuspistekohtaisten korjausten a perusteella lasketaan kullekin TMS:lle omat kolme korjauskerrointa C_0, C_1 ja C_2, joiden avulla saadaan säätimen kulloisellekin massavirtalukemalle q_m laskennallinen korjaus b:

$$b = C_0 + C_1 q_m + C_2 q_m^2 , \tag{30}$$

TMS:n todellinen massavirtalukema q on siis

$$q = q_m + b \tag{31}$$

Massavirtakalibrointitulos on siis toisen asteen polynomi jonka korjauskertoimet tallennetaan Vaisalan kalibrointitietokantaan. Käytettäessä kalibroitua TMS:tä hiilidioksidikalibrointeihin, lasketaan korjaus b ja lisätään se säätimen massavirtalukemaan automaattisesti. Kalibrointimittausten epävarmuus on suosituksen EA-4/02 mukainen, ns. mittauksen standardiepävarmuus kerrottuna kattavuustekijällä k = 2. Tämä laajennettu epävarmuus vastaa käytännössä noin 95 % kattavuustodennäköisyyttä [15].

TMS:n kalibrointitodistuksessa ilmoitetaan varsinaisten kalibrointitulosten (mittaustulokset, uudet ja vanhat korjauskertoimet ja mittausten epävarmuus) lisäksi keskimääräiset ympäristöolosuhteet kalibrointihetkellä (paine, lämpötila ja ilmankosteus), TMS:n nollaustulokset (offset-lukema ja lämpötila), TMS:n lämpötila ja paine sekä paine-ero

sen yli, sekä sisään virtaavan kalibrointikaasun lämpötila ja paine. Niin ikään kuvataan kalibrointimenettely ja korjauskertoimien käyttöön tarvittavat kaavat. [35] [36]

Taulukko 5. VIN:n ja VSE:n hiilidioksidikalibrointiasemien massavirtasäätimien kalibrointialueet

Massavirtasäätimen maksimivirtausalue [sccm] 1)	Kalibrointialue [sccm] 1) 2)	Kaasu	Kalibrointi-asema
16	4,8...16	CO_2	SERVAS2
24	7,2...24	CO_2	GMAS3
51	15,3...51	CO_2	SERVAS2
76	22,8...76	CO_2	GMAS3
245	73,5...245	CO_2	SERVAS2
368	110,4...368	CO_2	GMAS3
980	294...980	CO_2	SERVAS2
1 472	441,6...1 472	CO_2	GMAS3
5 000	1 500...5 000	N_2	SERVAS2
7 400	222 ...7 400	N_2	GMAS3

1) Olosuhteissa 0 ºC ja 101,3 kPa
2) Kalibrointiresoluutiolla 0,01 ml/min

5.5 Massavirtareferenssien kalibrointi

Molbox -massavirtaterminaalille tehdään MNL:ssa akkreditoitu painekalibrointi 12 kk välein alueella 100...550 kPa, 0,01 kPa resoluutiolla. Kalibrointiin käytetään Ruska -painevaakaa ja massasarjaa, joilla on jäljitettävyys National Institute of Standards and Technology'n (NIST) kautta SI-järjestelmän massan ja ajan perusyksiköihin, kilogrammaan ja sekuntiin.

Massavirtakalibrointiaseman Molbloc -massavirtareferenssit kalibroidaan 36 kk välein NIST:n virtauslaboratoriossa Yhdysvalloissa. Kalibrointialueet on lueteltu taulukossa 6. Myös Molbloc'eille on NIST:n laboratorion kautta jäljitettävyys SI-järjestelmän massan ja ajan perusyksiköihin, kilogrammaan ja sekuntiin. Kalibroinnit tehdään LVE:stä ja kaasusta riippuen yleensä 5-6 pisteessä ja käyttäen joko NIST:n 34 l PVTt -massavirtastandardia (luku 3.2.2) tai kriittisiä virtaussuuttimia (luku 3.2.3). Mittaukset tehdään tarpeen mukaan joko hiilidioksidilla, typellä tai molemmilla kaasuilla. LVE:t kalibroidaan yhdessä MNL:n Molbox1 -massavirtaterminaalin kanssa. Näin Molbox'n paine- ja resistanssimittaus ja massavirtalaskenta tulevat samalla kalibroitua.

Kalibrointituloksissa ilmoitetaan Molbloc'eille LVE-kohtaiset korjauskertoimet C_0, C_1 ja C_2. Näiden avulla lasketaan referenssielementtien todelliset massavirtalukemat kaavalla (28). Kalibrointeihin käytetyn NIST:n PVTt -massavirtastandardin laajennettu mittausepävarmuus on 0,05 % ja kriittisten virtaussuuttimien 0,1 % lukemasta (kattavuustekijä $k = 2$).

Taulukko 6. MNL:n massavirtakalibrointiaseman Molbloc -massavirtareferenssien kalibrointialueet

Referenssi-numero [1)]	Tyyppi	Nimelliskapasiteetti [ml/min]	Kalibrointialue, N_2 [sccm] [2)]	Kalibrointialue, CO_2 [sccm] [2)]
1	5E1-VCR-V-Q	50	-	5…75
2	5E2-VCR-V-Q	500	-	50…500
3	5E3-VCR-V-Q	5 000	500…7 500	500…5 000
4	5E1-VCR-V-Q	30 000	3 000…30 000	-

1) MNL:n massavirtakalibrointiasemassa
2) Olosuhteissa 0 ºC ja 101,325 kPa [13]

6 Koekalibroinneissa käytettyjen massavirtasäätimien ominaisuuksia

Erilaisista kaasujen virtausmittausratkaisuista valittiin laboratoriotestejä varten kaksi massavirtasäädintyyppiä. Monet virtausmittausratkaisut karsiutuivat pois tarvittavaan mittaussovellukseen sopimattomina. Esimerkiksi mekaaniset rotametri ja turbiinivirtausmittari eivät ole mittauksiin tarpeeksi tarkkoja ja luotettavia. Käytettäessä kaasujen sekoitukseen painesäätimiä, olisi saavutettava tarkkuus kenties riittävä. Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemissa kalibrointikaasunvirtaus on jatkuva, joten kalibrointikaasuja pitäisi valmistaa etukäteen ja varastoida käyttöä varten. Tarvittavia kaasuseoksia on kuitenkin lukuisia, joten varastointi ei olisi tilantarpeen takia mahdollista, eikä kustannussyistä mielekästä.

Ensimmäiseksi testilaitetyypiksi valittiin paine-eron mittaukseen perustuva, eli differentiaalipainemassavirtasäädin (DPMS). Valmistajan spesifikaatiot olivat hyvät ja Mittanormaalilaboratorion vankka kokemus painemittauksista ja -kalibroinneista tukivat valintaa. VIN:n ja VSE:n nykyisin käytössä olevien termisten massa-virtasäätimien (TMS) suorituskyky on osoittautunut valmistajan spesifikaatioita huomattavasti huonommaksi. Säätimien ikä huomioiden on kuitenkin oletettavissa, että termisenkin mittaus- ja säätötekniikan puolella on tapahtunut kehitystä. Näin ollen koekalibrointien toiseksi testilaitetyypiksi päätettiin valita eri valmistajan uudenaikaisempi, lupaavilla spesifikaatioilla ja nykyisistä Brooks Instrument’n termisistä massavirtasäätimistä eroavalla säätöventtiiliratkaisulla varustettu TMS.

Ajantasaisen vertailun vuoksi koekalibrointeihin päätettiin ottaa myös Vaisalassa nykyisin käytössä olevia Brooks Instrument'n TMS:iä (luku 4.3). Testeihin käytetyt Brooks'n säätimet on lueteltu taulukossa 7. Kaikki koekalibrointien massavirtasäätimet soveltuvat myös happivirtauksen säätämiseen ja niiden keskeiset spesifikaatiot on lueteltu taulukossa 10.

Taulukko 7. Koekalibrointien Brooks Instrument’n massavirtasäätimet

Tyyppi	Maksimi-virtausalue [sccm] 1)	Mitattava kaasu	Tehdas-kalibrointikaasu	Sarjanumero	Vaisalan mittalaitenumero
5850S	24	CO_2	N_2	T55392/001	MF 12266
5850S	7 400	N_2	N_2	T47425/003	MF 12264

1) Olosuhteissa 0 ºC ja 101,3 kPa

6.1 Differentiaalipainemassavirtasäädin Alicat Scientific 16

Koekalibrointeja varten tilattiin yhdysvaltalaiselta Alicat Scientific’lta kolme kappaletta 16-sarjan kaasuille tarkoitettuja differentiaalipainemassavirtasäätimiä (DPMS, kuva 31). Kaksi pienemmän virtausalueen säädintä tilattiin hiilidioksidille kalibroituna ja yksi

suuremman alueen säädin typelle kalibroituna. Säätimien virtausalueet on lueteltu taulukossa 8 ja differentiaalipainemassavirtamittarin yleinen toimintaperiaate on selostettu luvussa 3.1.3.

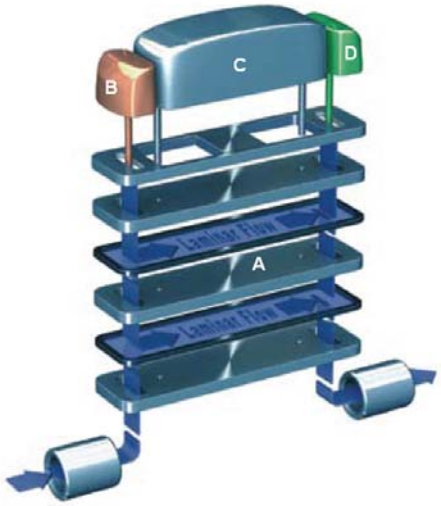
Alicat'n säätimissä on modulaarinen differentiaalipaineanturi, joka mittaa liuskamaisen laminaarivirtauselementin (LVE) yli kaasuvirtaukseen syntyvän paine-eron. Massavirran laskemista varten säätimessä on virtaussuunnassa ennen LVE:iä lämpötila-anturi ja LVE:n jälkeen absoluuttipaineanturi (kuva 32). Alicat'n säätimet ilmoittavat massavirran olosuhteissa 25 ºC, 101,3 kPa ja koekalibrointien säätimillä yksiköissä sccm (CO_2) tai slm (N_2). Virtauksen säätöön laitteet käyttävät solenoidiventtiiliä, joka on sijoitettu, monista muista markkinoilla olevista massavirtasäätimistä poiketen, virtaussuunnassa ennen LVE:ä.

Kuva 31. Alicat Scientific 16-sarjan differentiaalipainemassavirtasäädin.

Taulukko 8. Koekalibrointien Alicat Scientific'n massavirtasäätimet

Tyyppi	Maksimi-virtausalue [sccm] 1)	Mitattava kaasu	Tehdas-kalibrointikaasu	Sarjanumero	Vaisalan mittalaitenumero
MC-20SCCM-D	20	CO_2	CO_2	41607	MF 12914
MC-50SCCM-D	50	CO_2	CO_2	41608	MF 12915
MC-10SLM-D	10 000	N_2	N_2	41586	MF 12916

1) Olosuhteissa 25 ºC ja 101,3 kPa



Kuva 32. Alicat Scientific 16-sarjan massavirtasäätimen rakenne [3]. A liuskamainen LVE (osiin hajotettuna), B lämpötila-anturi, C differentiaalipaineanturi, D absoluuttipaineanturi

Paikallista manuaalista käyttöä varten Alicat'n DPMS:t on varustettu painikkeilla ja LCD-näytöllä (kuva 33). Säätimen toimintoja, kuten massavirran säätöarvon asetusta ja käyttömuotoa (paikallinen, digitaalinen tai analoginen) voidaan hallita niiden avulla. Näytössä on samanaikaisesti näkyvillä mitattavan kaasun absoluuttipaine (yksikkönä psi), kaasun lämpötila, massavirta-asetuspiste sekä kaasun sen hetkinen tilavuusvirta ja massavirta. Perustilassa näytön keskellä on pääkentässä näkyvissä mitattu massavirta, sen yksikkö ja mitattava kaasu. Myös mikä tahansa muista em. mainituista näytön suureista voidaan valita näytettäväksi pääkentässä.

Paikallisen käytön lisäksi Alicat'n säätimiä voidaan hallita joko digitaalisen väylän (RS-232) tai analogisen signaalin avulla. Säätimien liitäntäpaneeli on kuvan 34 kohdassa a) ja digitaalikommunikaatioon koekalibroinneissa käytetyn valmiin mittakaapelin liitännät ovat kohdassa b). Digitaaliväylän lukukomennolla massavirtasäädin palauttaa seuraavan muotoisen datarivin:

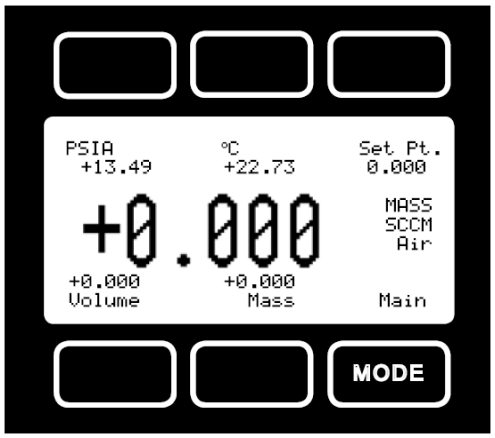
+014.70 +025.00 +02.004 +02.004 2.004 N2

Tässä arvot vasemmalta oikealle ovat kaasun absoluuttipaine yksiköissä psi, kaasun lämpötila yksiköissä ºC, tilavuusvirta yksiköissä ml/min tai l/min, massavirta yksiköissä sccm tai slm, massavirta-asetusarvo yksiköissä sccm tai slm ja mitattava kaasu. Differentiaalipaineanturin lukemaa ei kuitenkaan ole mahdollista saada selville. Alicat'n massavirtasäätimen keskeisiä komentoja on lueteltu liitteessä A.

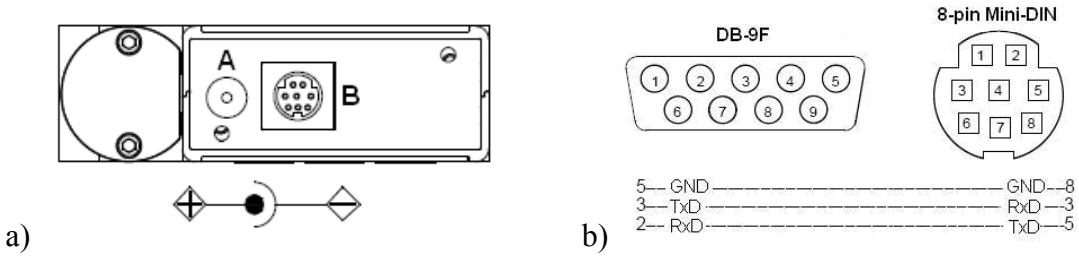
Alicat'n säätimet on varustettu automaattisella taarauksella ja laitteisiin on, esim. elektronisesti häiriöherkissä mittausolosuhteissa mahdollista asettaa massavirta-arvo jonka alapuolella näyttö ilmoittaa nollalukemaa. Arvon tehdasasetuksena on yleensä 0,5 %

täydestä virtausalueesta. Lisäksi vaihtelevalle kaasun syöttöpaineelle tai virtaukselle voidaan käyttää säädettävää keskiarvoistusta. Säätimiin on esiasennettu 29 kaasun tai kaasuseoksen viskositeetit ja tiheydet. Mitattavaa kaasua on siis periaatteessa mahdollista vaihtaa asetusarvoa vaihtamalla.

Alicat Scientific 16 -sarjan massavirtasäätimiä on saatavilla maksimivirtausalueille 0,5 sccm…1 500 slm. Lisävarusteena säätimiin on tarjolla kokonaiskaasunkulutuksen laskenta (standarditilavuusyksiköissä), 9 V paristokotelo, paikallinen massavirta-asetuspisteen säätömoduuli, kauko-ohjausyksikkö korkean lämpötilan prosesseja varten, yhdeksän säätimen kytkentärasia, RS-232/485 -konvertteri sekä MS Windows -ympäristöön sopiva hallintaohjelmisto. [2]



Kuva 33. Alicat Scientific 16-sarjan massavirtasäätimen LCD-näyttö perustilassa [2]. Lukemat yläreunassa: kaasun absoluuttipaine, kaasun lämpötila, massavirta-asetusarvo; alareunassa: tilavuusvirta, massavirta; pääkentässä keskellä massavirta ja mitattava kaasu



Kuva 34. Alicat Scientific 16 -massavirtasäätimen a) kytkentäpaneeli: A käyttöjännite-liitäntä, B digitaali/analogialiitäntä; b) Mini-DIN-liiittimen digitaalisignaalikytkennät. DB-9F-liitin tietokoneen RS232-sarjaporttiin. GND = maajohdin, RxD = datan lähetys ja TxD = datan vastaanotto [2]

6.2 Terminen massavirtasäädin Horiba Stec SEC-Z500X

Koekalibrointien termiset massavirtasäätimet (toiminnan teoria luvussa 3.1.2) tilattiin monikansalliselta Horiba Stec'ltä. Yrityksen kotimaa on Japani, mutta Pohjois-Euroopan myyntiedustusto sijaitsee Alankomaissa. Horibalta saatiin koekäyttöön kaksi SEC-Z500X -sarjan TMS:tä (kuva 35), jotka myöhemmin lunastettiin MNL:n testikäyttöön. Säätimien virtausalueet on lueteltu taulukossa 9.

Horiban säätimet on varustettu sylinterin muotoisella, useita kapeita virtausputkia sisältävällä LVE:lla (kuva 36), sekä kaksikelaisella termisellä massavirta-anturilla. Säätimet antavat massavirtalukeman standarditilavuusyksikköinä olosuhteissa 0 ºC ja 101,3 kPa. Yksikkönä on tehdasasetuksena hiilidioksidisäätimessä sccm ja typpisäätimessä slm. Kaasuvirran säätö tapahtuu pietsoventtiilillä, joka on valmistajan mukaan tarkempi ja vähemmän energiaa kuluttava kuin perinteinen solenoidiventtiili, eikä se ole herkkä magneettikentille tai radiotaajuiselle säteilylle. Pietsoventtiilin ei myöskään pitäisi aiheuttaa samoissa määrin lämpöhäiriöitä TMS:n mittaukseen kuin perinteisen solenoidiventtiilin. [20] Venttiili on säätimessä virtaussuunnassa massavirta-anturin jälkeen.

Horiban massavirtasäätimissä ei ole vakiona paikallisen käytön mahdollistavaa näyttöä tai paneelia. Laitteen massavirtapiste voidaan asettaa ja hetkellinen massavirta lukea joko analogiasignaalilla tai RS-485 -digitaalisarjaliikennettä käyttäen. Säätimien mukana tulee MS Windows ympäristössä toimiva konfigurointiohjelma, jolla säätimelle voidaan antaa lukuisia eri komentoja. Mittaustuloksena on kuitenkin mahdollista saada vain massavirtalukema. Laitteita voidaan myös käyttää ilman niiden omaa ohjelmaa, joskin komennot on annettava heksadesimaalimuodossa. Horiban massavirtasäätimien keskeisiä komentoja on lueteltu liitteessä A.

Kuva 35. Horiba Stec SEC-Z500X -terminen massavirtasäädin

Laitteen päällä olevassa kytkentäpaneelissa (kuva 37) on yhdistetty analogia-käyttöjänniteliitäntä, kaksi digitaaliliitäntäporttia (RS-485, toinen useamman laitteen linkitystä varten), kaksi sarjaliikenneosoitteen analogista valintakytkintä (heksadesimaaliluku 0x01…0x99), lukeman taarauspainike (nollauspainike, toiminto myös ohjelmallisena) sekä liikennemuodon osoittava LED. LED:n palaessa yhtenäisesti laite on analogiatilassa, vilkkuva valo taas merkitsee digitaalikommunikaatiota. Koekalibrointeja varten valmistetun sarjaliikennekaapelin kytkennät ovat kuvassa 38.

Horiban Z500X -sarjan massavirtasäätimien erikoisuutena on mahdollisuus vaihtaa ohjelmallisesti ja säädintä irrottamatta, paitsi mitattavaa kaasua, myös säätimen maksimivirtausaluetta. Tehdaskalibroinnit tehdään kuitenkin kaikille säätimille lähtökohtaisesti typellä. Koekalibrointien Horiban säätimien suurimmat valittavissa olevat maksimivirtausalueet olivat 100 sccm ja 10 slm typpeä, mutta niiden tehdasasetukset olivat maksimialueena 50 sccm hiilidioksidia ja 7,5 slm typpeä vastaavasti.

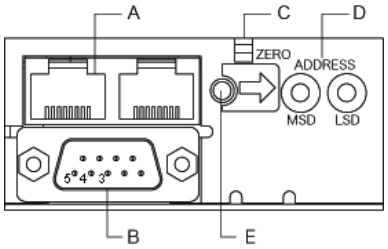
Horiba Stec Z500X -sarjan massavirtasäätimiä on saatavilla virtausalueille 0 – 10 sccm …0 – 50 slm. Lisävarusteita ovat mm. virtalähde, potentiometrit ja näyttölaitteet asetusarvon säätöä ja tarkkailua varten, sekä signaalikaapelit. [22] [23]

Taulukko 9. Koekalibrointien Horiba Stec'n massavirtasäätimet

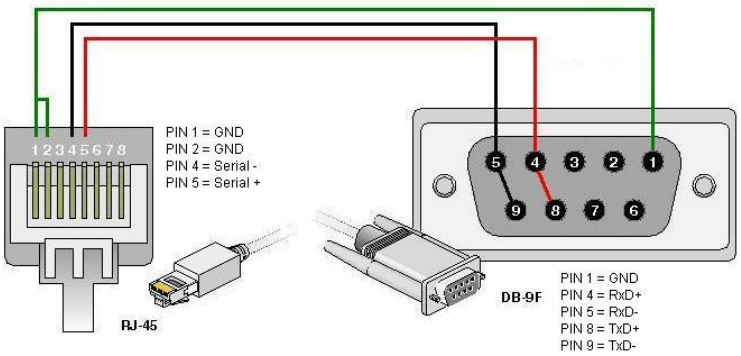
Tyyppi	Maksimi-virtausalue [sccm] 1)	Mitattava kaasu	Tehdas-kalibrointikaasu	Sarjanumero	Vaisalan mittalaitenumero
SEC-Z512MGX	50	CO_2	N_2	34 5395 3596	MF 13048
SEC-Z512MGX	7 500	N_2	N_2	34 6144 7047	MF 13049

1) Olosuhteissa 0 ºC ja 101,3 kPa

Kuva 36. Esimerkki Horiba Stec'n massavirtasäätimen laminaarivirtauselementistä [20]



Kuva 37. Horiba Stec SEC Z500X -sarjan massavirtasäätimen kytkentäpaneeli [21]. A digitaaliliitäntä (RS-485 / RJ-45), B analogia- ja käyttöjänniteliitäntä (pin 3: +15 V, pin 4: maa, pin 5: -15 V), C säätimen nollauspainike, D sarjaliikenteen osoitteen valitsimet (0x01…0x99), E kommunikaatiomuodon indikaattori-LED (analoginen: jatkuva valo, digitaalinen: vilkkuva valo)



Kuva 38. Horiba Stec SEC-Z500X -massavirtasäätimien RJ-45-liiittimen digitaalisignaalikytkennät [24]. DB-9F-liitin tulee tietokoneen RS485-sarjaporttiin. GND = maajohdin, Serial +/- sarjaliikenne, RxD/TxD +/- sarjaliikenne

Taulukko 10. Koekalibrointien säätimien valmistajien ilmoittamia teknisiä ominaisuuksia [2] [10] [22] [24]

	Alicat Scientific	Horiba Stec	Brooks Instruments
Malli	16-sarja	SEC-Z500X	Smart Series 5850 S
Toimintaperiaate	LVE, differentiaalipaine	LVE, terminen	LVE, terminen
Säätöventtiili	Solenoidi	Pietso	Solenoidi
Venttiilityyppi	Normaalisti suljettu	Normaalisti suljettu (saatavilla myös normaalisti avoinna oleva)	Normaalisti suljettu
Maksimivirtaus	0,5…20 000 sccm [1)] (…1 500 slm) [1)]	3…10 000 sccm (…50 slm) [1)]	3…30 000 sccm
Säätöarvon tarkkuus [2)]	± (0,4 % lukemasta + 0,2 % maksimialueesta)	± 0,25 % maksimialueesta (alueella 2…25 % maksimialueesta) ± 1,0 % lukemasta (alueella 25…100 % maksimialueesta)	± (0,5 % lukemasta + 0,1 % maksimialueesta)
Säätöarvon toistettavuus	± 0,2 % maksimi-alueesta	± 0,2 % maksimi-alueesta	± 0,25 % lukemasta
Maksimitoimintapaine	1 000 kPa_g (145 psi_g)	450 kPa_g	10 MPa_g (100 bar_g)
Käyttölämpötila (ympäristö ja kaasu)	- 10…+ 50 °C	5…+ 50 °C	0…+ 70 °C
Tehdaskalibrointikaasu (koekalibrointien säätimillä)	CO_2 tai N_2	CO_2 tai N_2	N_2 (muunnos CO_2:lle korjauskertoimella 0,773)
Standardiolosuhteet [3)]	25 °C; 101,3 kPa (14,696 psi)	0 °C; 101,3 kPa	0 °C; 101,3 kPa (1 013,25 mbar)
Toiminta-alue (maksimivirtausalueesta)	1…100 %	2…100 %	2…100 %
Prosessikaasuliitäntä	M5 (10-32), female (0,5…50 sccm) 1/8" NPT, female (100…20 000 sccm)	1/4" VCR, male	1/8" NPT, female
Digitaaliliitäntä	8-pin Mini-DIN, female	8-pin RJ-45	DA-15M
Sarjaväylä	RS232	RS485	RS485
Tiedonsiirtonopeus	19 200 bps	38 400 bps	1 200…38 400 bps (käytössä 9 600 bps)
Sarjaliikenneasetukset [4)]	N-8-1	O-7-1	N-8-1
Analogialiitäntä	8-pin Mini-DIN, naaras	DE-9M	DA-15M
Analogiasignaali sisään, DC	0…+ 5 V; 0…+10 V tai +4…+ 20 mA	+ 0,1...+ 5 V (min 1 MΩ)	0...+ 5 V; + 1...+ 5 V (min 2 kΩ) tai 0…+ 20 mA; +4… + 20 mA (min 250 Ω)
Analogiasignaali ulos, DC	0…+ 5 V	0...+ 5 V (min 2 kΩ)	0...+ 5 V; + 1...+ 5 V (min 2 kΩ) tai 0…+ 20 mA; +4… + 20 mA (max 375 Ω)
Käyttöjännite, DC	+ 12…+ 30 V (250 mA)	+ 15 V ± 5 % (150 mA) sekä - 15 V ± 5 % (150 mA)	+ 15 V (185 mA)… + 28 V(140 mA)
Lämpenemisaika	< 1 s	60 min	45 min

1) Eri spesifikaatioilla
2) Paras saatavilla oleva tarkkuus
3) Kaasun lämpötila ja paine jossa laitteen massavirta lasketaan (standarditilavuusyksiköissä)
4) Pariteetti (O = pariton, N = ei pariteettia) - databittien määrä - pysäytysbitti

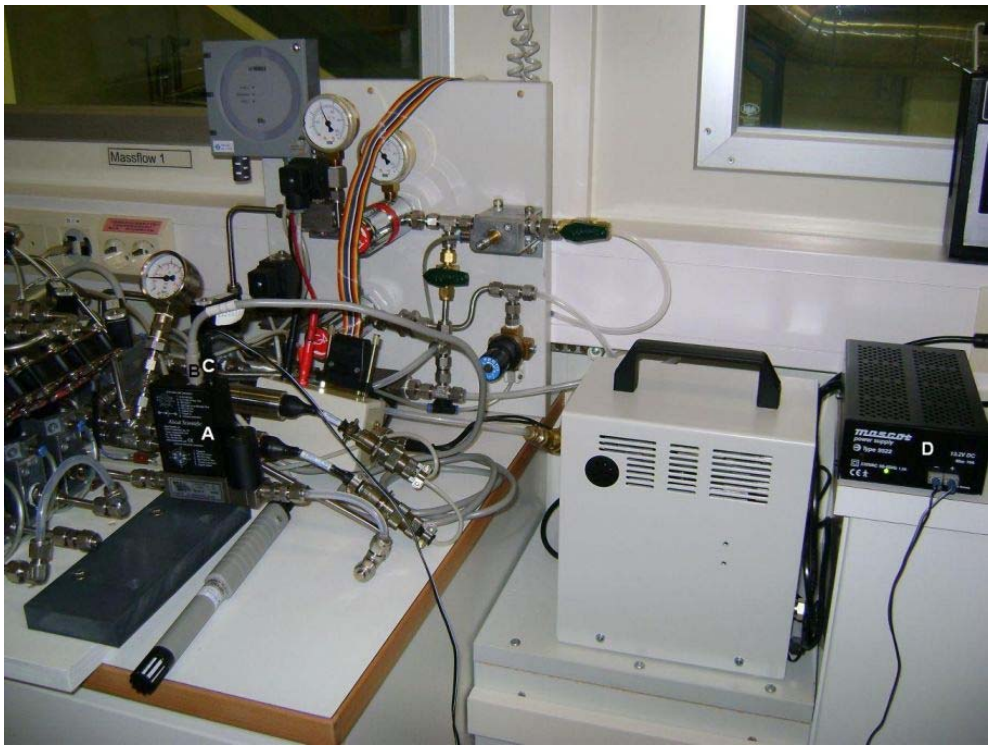
7 Massavirtasäätimien koekalibroinnit hiilidioksidilla ja typellä

7.1 Yleisiä koejärjestelyjä

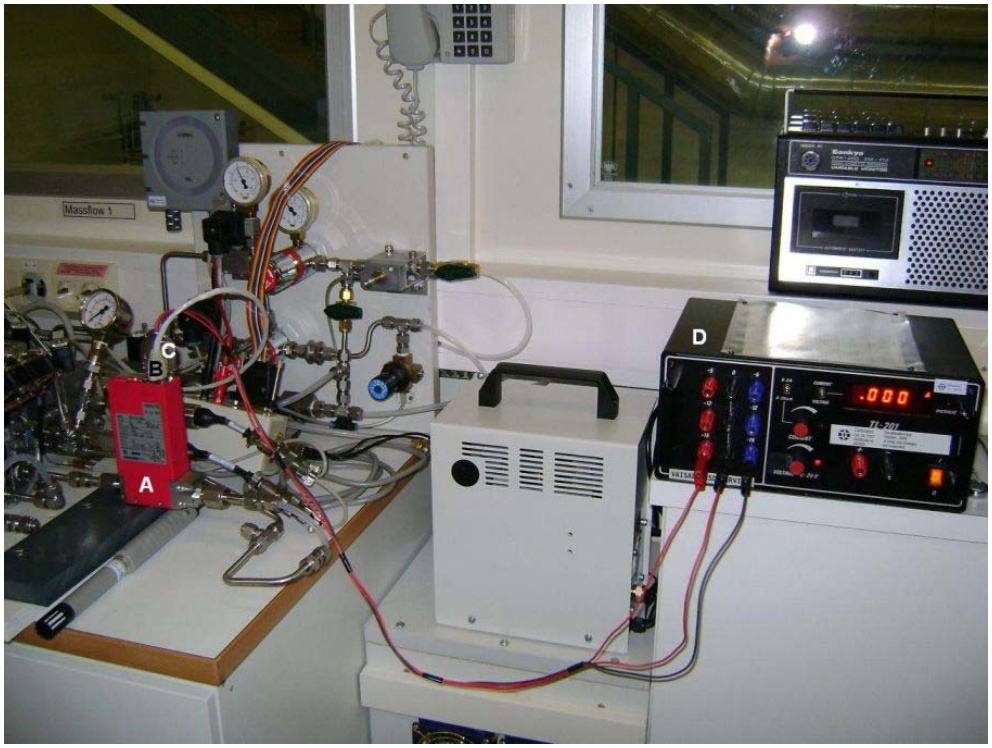
Testeihin valituille Alicat Scientific'n ja Horiba Stec'n massavirtasäätimille tehtiin koekalibroinnit Mittanormaalilaboratoriossa. Vertailun vuoksi tehtiin vastaavat kalibroinnit myös nykyisin käytössä oleville Brooks Instrument'n TMS:ille.

Koekalibrointeihin käytettiin MNL:n massavirtakalibrointilaitteistoa (luku 5.2.), johon tehtiin tätä varten pieniä väliaikaisia muutoksia. Kalibrointiaseman kerrallaan kalibroitavien säätimien testipaikkojen määrä vähennettiin yhteen poistamalla haaroituskappale.

Alicat Scientific'n säätimien käyttöjännite saatiin Mascot 9522 13,2 V tasajännitelähteestä ja sarjaliikenne tapahtui mittausaseman tietokoneen RS-232 -liitännän kautta. Horiba Stec'n säätimille käyttöjännite syötettiin Instoma TL-201 kaksipuolisesta tasajännitelähteestä (+ 15 V, maa ja - 15 V) ja digitaalikommunikaatioon käytettiin tietokoneen RS-485 -korttia. Alicat'n ja Horiban säätimien koejärjestelyt on esitetty kuvissa 39 ja 40. Brooks Instrument'n säätimille käytettiin kalibrointiaseman normaaleja käyttöjännite- ja RS-485 -liitäntöjä. Kalibrointikaasu syötettiin linjastoon n. 350 kPa paineella, joka asetettiin manuaalisesti säädettävällä analogisella paineensäätöventtiilillä.



Kuva 39. Alicat Scientific -massavirtasäätimien koekalibrointijärjestely. A massavirtasäädin, B RS-232 -liitäntä, C käyttöjänniteliitäntä, D tasajännitelähde.



Kuva 40. Horiba Stec -massavirtasäätimien koekalibrointijärjestely. A massavirtasäädin, B RS-485 -liitäntä, C käyttöjänniteliitäntä, D kaksipuolinen tasajännitelähde.

7.2 Mittauskierrokset ja kalibrointipisteet

Kalibrointiaseman Molbloc -massavirtareferenssien omat kalibrointialueet (taulukko 6) asettivat käytännössä ala- ja ylärajat testilaitteiden koekalibrointialueille. Näin ollen hiilidioksidisäätimille tehtiin kalibroinnit asetusalueella 5…20 sccm tai 5…50 sccm ja typpisäätimille alueella 500…7 500 (Brooks'lle 7 400) sccm. Hiilidioksidisäätimille käytettiin massavirtareferenssiä numero 1 ja typpisäätimille referenssiä numero 3.

Koska testien kannalta mielenkiintoisinta olivat massavirtasäätimien ominaisuudet niiden säätöalueen alapäässä, muutettiin asetusarvon askelväliä mittauskierroksen aikana siten että kalibrointipisteet olivat hiilidioksidisäätimillä asetusalueen alapäässä 1 sccm välein ja yläpäässä 2 sccm tai 10 sccm välein. Vastaavasti typpisäätimillä kalibrointipisteet olivat asetusalueen alapäässä 500 sccm välein ja yläpäässä 1 000 sccm välein. Brooks Instrument'n typpisäätimen muita säätimiä erilaisesta maksimivirtausarvosta johtuen sen kalibrointipisteet poikkesivat hieman edellä mainitusta.

Testimassavirtasäätimiä hallittiin MNL:n massavirtakalibrointilaitteistoa varten olemassa olevalla MS Visual Basic -pohjaisella ohjelmalla, johon oli Alicat'n ja Horiban säätimiä varten lisättävä niiden hallintakomennot. Tästä huolehti testausinsinööri Mika Mannonen. Brooks'n säätimien hallintaa varten itse ohjelmaan ei tarvinnut tehdä muu-

toksia. Mittauksissa tarvittuja Alicat'n ja Horiban massavirtasäätimien sarjaliikennekomentoja on lueteltu liitteessä A.

MNL massavirtakalibrointiohjelma antaa kalibroitaville massavirtasäätimille asetusarvot prosentteina ko. olevan säätimen maksimivirtausarvosta. Ohjelman asetustiedostossa määritellään prosentteina kunkin mittaussekvenssin ala- ja yläraja sekä askel seuraavaan kalibrointipisteeseen. Näin ollen jokaiselle eri säätimelle tehtiin omat mittauskierrokset, jotka yksityiskohtineen selviävät taulukoista 11, 12 ja 13.

7.3 Kalibrointimenettely

Jokaisen kalibroinnin aluksi, massavirtasäätimen järjestelmään ja käyttösähköihin kytkemisen jälkeen, massavirta-asemalle tehtiin ns. täyttömenettely. Tällöin järjestelmä tyhjennetään siellä jo olevista kaasuista, kuten ilmasta ja täytetään kalibrointikaasulla. Näin menetellen varmistetaan, että mittauksen alusta alkaen varmasti mitataan halutun kaasun massavirtaa.

Ennen mittausten aloittamista jokaisen säätimen annettiin lämmetä käyttöjännitteeseen kytkettynä 2 h ilman virtausta, mutta kaasulinjasto paineistettuna. Kukin laite nollattiin ilman virtausta joko manuaalista taarausnäppäintä painamalla (Horiba Stec ja Brooks Instrument) tai automaattista nollausasetusta käyttäen (Alicat Scientific'n säätimet tekevät automaattisen nollauksen, mikäli niiden massavirta-asetusarvo on 0 sccm yli 2 s). Kulloisenkin kalibrointipisteen asettamisen jälkeen virtauksen ei annettu stabiloitua, vaan ohjelma aloitti välittömästi mittauksen. Näin menetellen voitiin tuloksista nähdä, kuinka nopeasti virtaus saavuttaa asetusarvonsa. Jokaisessa kalibrointipisteessä tehtiin mittaus 60 kertaa peräkkäin. Yhteen mittaukseen kuului referenssilukeman ja kalibroitavan säätimen massavirtalukeman lisäksi kalibrointikaasun lämpötilan mittaus järjestelmän sisään- ja ulostulossa, kalibrointikaasun paineen mittaus ennen ja jälkeen kalibroitavan massavirtasäätimen sekä ympäristöolosuhteiden rekisteröinti. Yhden kalibrointipisteen mittaamiseen kului aikaa hieman alle 20 min.

Mittaukset tehtiin sekä nousevalla että laskevalla virtauksenmuutoksella, jotta laitteiden mahdollinen hystereesikäyttäytyminen tulisi ilmi. Jokaiselle säätimelle ajettiin viisi kalibrointikierrosta laitteiden asetuspisteiden toistettavuuden määrittämiseksi.

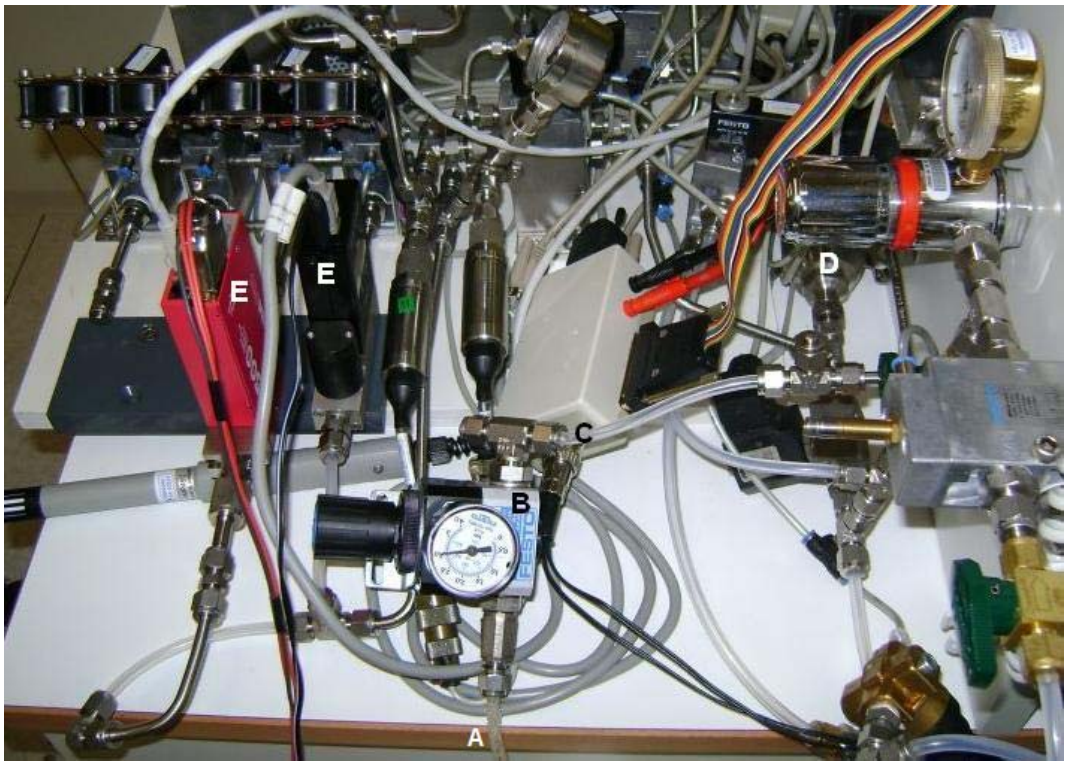
7.4 Koekalibroinnit eri kaasunsyöttöpaineilla

Edellä kuvattujen 350 kPa vakiosyöttöpaineella tehtyjen mittausten lisäksi tehtiin Alicat Scientific'n ja Horiba Stec'n typpisäätimille lisäkalibroinnit kahdella eri syöttöpaineella. Tarkoitus oli selvittää kuinka paljon kaasun syöttöpaineella on vaikutusta testimassavirtasäätimien massavirta-arvoihin.

Tarkoitusta varten massavirtakalibrointiasemaan asennettiin Festo LRP-1/4-2,5 paineregulaattori manuaalisella ruuviventtiilillä, varustettuna analogisella Festo MAP-40-4-1/8-EN -tarkkuuspainemittarilla. Paineregulaattori sijoitettiin typpikaasun syötön ja kalib-

roitavan säätimen väliin, ennen kalibrointiaseman paineentasaussäiliötä. Testikokoonpano on esitetty kuvassa 41.

Mittaukset tehtiin syöttöpaineilla n. 350 kPa (3,5 bar) ja n. 400 kPa (4 bar). Testimassavirtasäätimille ajettiin kullekin yksi mittauskierros molemmilla syöttöpaineen arvoilla (kierrokset Alicat 3 ja Horiba 2, taulukoissa 12 ja 13 vastaavasti). Tällä kertaa molempien laitetyyppien virtalähteenä käytettiin Instoma TL-201 kaksipuolista tasajännitelähdettä. Alicat'n säätimelle käytettiin edellisten kalibrointien tapaan jännitettä 13,2 V ja Horiban säätimelle kaksipuolista jännitettä + 15 V, maa ja - 15 V.



Kuva 41. Kahdella eri syöttöpaineella tehtyjen koekalibrointien testikokoonpano. A typpikaasun syöttö painesäätimelle, B paineregulaattori, C vakiopaineinen typpikaasun syöttö kalibrointiasemaan, D paineentasaussäiliö, E kalibroitavat testimassavirtasäätimet

Taulukko 11. Brooks Instrument'n massavirtasäätimen koekalibrointipisteet

Mittauskierros: Brooks 1	Kaasu: CO_2	Max: 24 sccm	Referenssi [1]: 1			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [3] [% max.]	Askel [%]	Mittaus-pisteitä
1	5	20,83	10	41,70	4,17	5
2	12	50,00	20	83,30	8,33	5
3	20	83,33	12	50,00	8,33	5
4	10	41,67	5	20,80	4,17	5

Mittauskierros: Brooks 2	Kaasu: N_2	Max: 7 400 sccm	Referenssi [1]: 3			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [3] [% max.]	Askel [%]	Mittaus-pisteitä
1	500	6,76	2500	33,90	6,76	5
2	3500	47,30	6500	87,90	13,51	4
3	7000	94,59	7400	100,00	5,41	2
4	7400	100,00	7000	94,50	5,41	2
5	6500	87,84	3500	47,30	13,51	4
6	2500	33,78	500	6,70	6,76	5

1) Taulukon 6 mukaisesti
2) Olosuhteissa 0 °C; 101,3 kPa
3) Arvo on pyöristetty askelsuunnassa seuraavaan lähimpään kymmenesosaan askelvälin epätarkkuuden niin vaatiessa

Taulukko 12. Alicat Scientific'n massavirtasäätimen koekalibrointipisteet

Mittauskierros: Alicat 1	Kaasu: CO_2	Max: 20 sccm	Referenssi [1]: 1			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [% max.]	Askel [%)]	Mittaus-pisteitä
1	5	25	10	50	5	6
2	12	60	20	100	10	5
3	20	100	12	60	10	5
4	10	50	5	25	5	6

Mittauskierros: Alicat 2	Kaasu: CO_2	Max: 50 sccm	Referenssi [1]: 1			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [% max.]	Askel [%)]	Mittaus-pisteitä
1	5	10	9	18	2	5
2	10	20	50	100	20	5
3	50	100	10	20	20	5
4	9	18	5	10	2	5

Mittauskierros: Alicat 3	Kaasu: N_2	Max: 10 000 sccm	Referenssi [1]: 3			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [% max.]	Askel [%)]	Mittaus-pisteitä
1	500	5	2500	25	5	5
2	3500	35	7500	75	10	5
3	7500	75	3500	35	10	5
4	2500	25	500	5	5	5

1) Taulukon 6 mukaisesti
2) Olosuhteissa 25 °C; 101,3 kPa

Taulukko 13. Horiba Stec'n massavirtasäätimen koekalibrointipisteet

Mittauskierros: Horiba 1	Kaasu: CO_2	Max: 50 sccm	Referenssi [1]: 1			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [% max.]	Askel [%)]	Mittaus-pisteitä
1	5	10	9	18	2	5
2	10	20	50	100	20	5
3	50	100	10	20	20	5
4	9	18	5	10	2	5

Mittauskierros: Horiba 2	Kaasu: N_2	Max: 7 500 sccm	Referenssi [1]: 3			
Sekvenssi	Alaraja [sccm] [2]	Alaraja [% max.]	Yläraja [sccm] [2]	Yläraja [3] [% max.]	Askel [%]	Mittaus-pisteitä
1	500	6,67	2500	33,40	6,67	5
2	3500	46,67	7500	100,00	13,33	5
3	7500	100	3500	46,60	13,33	5
4	2500	33,33	500	6,60	6,67	5

1) Taulukon 6 mukaisesti
2) Olosuhteissa 0 °C; 101,3 kPa
3) Arvo on pyöristetty askelsuunnassa seuraavaan lähimpään kymmenesosaan askelvälin epätarkkuuden niin vaatiessa

8 Koekalibrointitulosten tarkastelua ja johtopäätöksiä

8.1 Yleistä koekalibrointituloksista

Koekalibrointituloksista määritettiin massavirtasäätimille niiden massavirtalukeman tarkkuus ja toistuvuus, sekä hystereesi nousevan ja laskevan mittauskierroksen välillä. Lisäksi laskettiin massavirtalukemille suhteellinen standardiepävarmuus ja laajennettu mittausepävarmuus. Alicat Scientific'n ja Horiba Stec'n typpisäätimille kahdella eri syöttöpaineella tehtyjen ylimääräisten kalibrointikierrosten pohjalta määritettiin ko. säätimien massavirtalukeman tarkkuudelle paineriippuvuus.

Kaikkien tulossuureiden laskentaan käytettiin Molbloc -massavirtareferenssin (luku 5.3) ja kalibroitavan massavirtasäätimen massavirtalukeman erotusta eli massavirtalukeman korjausta. Massavirtareferensseille käytettiin kaavan (28) mukaan laskettua korjattua massavirtalukemaa. Tarvittavat referenssien korjauskertoimet ovat taulukossa 14. Jokaisen viiden mittauskierroksen kunkin kalibrointipisteen 60 mittaustuloksesta (lasketusta korjauksesta) otettiin 20 viimeistä, joista laskettiin keskiarvo. Kukin tulossuure piirrettiin prosentteina säätimen keskimääräisestä massavirtalukemasta ja säätimen keskimääräisen massavirtalukeman funktiona. Nousevan ja laskevan suunnan mittauskierrosten samansuuruiset kalibrointipisteet laskettiin korjauksen määrityksessä samaan keskiarvoon ja toistuvuuden sekä hystereesin laskennassa erikseen.

Alicat Scientific'n massavirtasäätimet käyttävät massavirran laskentaan standardiolosuhteita 25 °C ja 101,3 kPa, kun muilla koekalibrointien laitteilla ne ovat 0 °C ja 101,3 kPa. Näin ollen niiden massavirtalukemaan oli tehtävä korjaus käyttäen mitattavan kaasun tiheyksiä edellä mainituissa olosuhteissa:

$$q_0 = \frac{\rho_{25}}{\rho_0} q_{25} , \tag{32}$$

missä q_0 ja ρ_0 ovat kaasun massavirta ja tiheys olosuhteissa 0 °C ja 101,3 kPa sekä q_{25} ja ρ_{25} olosuhteissa 25 °C ja 101,3 kPa vastaavasti. Alicat'n ilmoittamat säätimen käyttämät tiheydet ovat hiilidioksidille $\rho_{CO2,0}$ = 1,9768 g/l ja $\rho_{CO2,25}$ = 1,8080 g/l, sekä typelle $\rho_{N2,0}$ = 1,2504 g/l ja $\rho_{N2,25}$ = 1,1453 g/l.

Taulukko 14. Koekalibroinneissa käytettyjen Molbloc -massavirtareferenssien korjauskertoimet

Referenssi-numero [1)]	Nimelliskapasiteetti [ml/min]	Korjauskerroin C_0 [sccm]	Korjauskerroin C_1	Korjauskerroin C_2 [1/sccm]
1	50	- 0,023	0,005835	- 0,0001797
3	5 000	- 5,57	0,01991	- 0,00000323

1) MNL:n massavirtakalibrointiasemassa

Alicat'n massavirtasäätimien erilaiset standardiolosuhteet olisi tullut ottaa huomioon edellisen luvun kalibrointipisteitä määritettäessä, sillä nyt Alicat'n säätimien asetuspisteet poikkeavat jonkin verran muista testien säätimistä. Alicat'n säätimien suorituskyky on kuitenkin muiden laitteiden tavoin nähtävissä, joten ko. seikalla ei ole suurta merkitystä mittareiden keskinäisen vertailun kannalta.

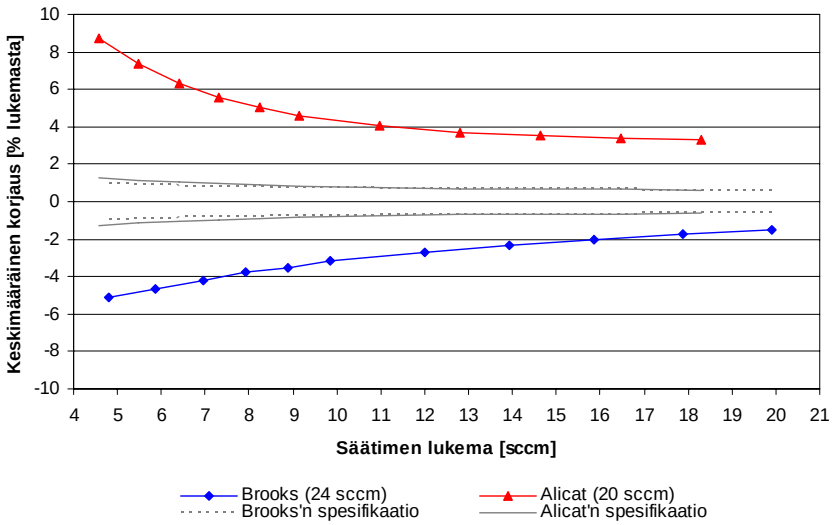
Alicat'n 50 sccm hiilidioksidisäätimen ensimmäinen mittauskierros jätettiin laskuissa huomioimatta, sillä ensimmäisen sekvenssin mittaustulokset poikkesivat huomattavasti muiden mittauskierrosten vastaavista ja aiheuttivat näin mittaustuloksiin selkeän virheen.

8.2 Massavirtalukeman tarkkuus

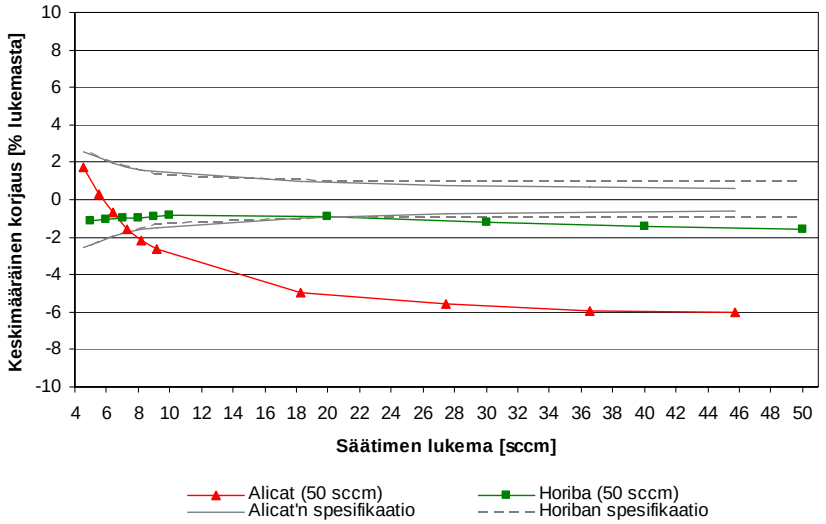
Säätimen massavirtalukeman tarkkuus kussakin kalibrointipisteessä laskettiin referenssi-LVE:n korjatun massavirtalukeman $q_{r,c}$ ja kalibroitavan säätimen massavirtalukeman q_m erotuksen eli säätimen massavirtalukeman korjauksen a keskiarvona a_{ave}:

$$a_{ave} = \frac{\sum_{i=1}^{20} (q_{r,c} - q_m)_i}{20}, \tag{33}$$

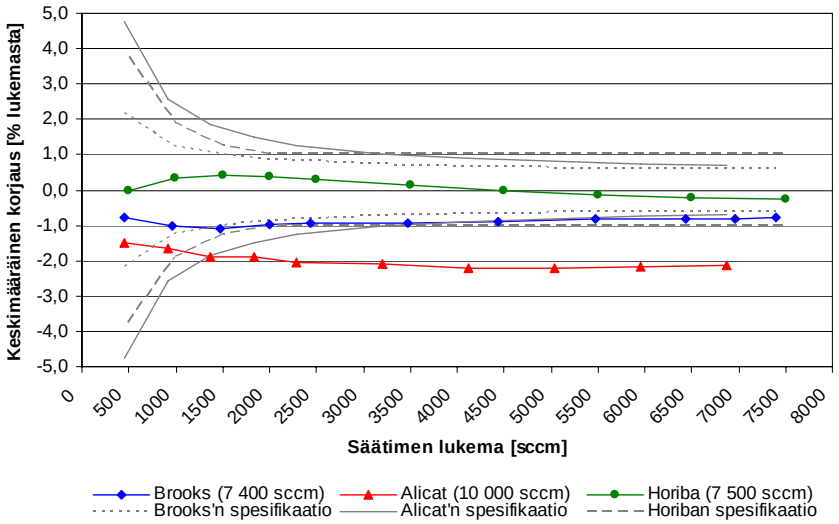
Massavirtalukemien korjaukset prosentteina keskimääräisestä massavirtalukemasta ko. kalibrointipisteessä on hiilidioksidisäätimille esitetty kuvissa 42 sekä 43 ja typpisäätimien kuvassa 44.



Kuva 42. Hiilidioksidimassavirtasäätimien lukemien keskimääräiset korjaukset säätöalueella 5…20 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 43. Hiilidioksidimassavirtasäätimien lukemien keskimääräiset korjaukset säätö-alueella 5…50 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 44. Typpimassavirtasäätimien lukemien keskimääräiset korjaukset säätöalueella 500…7 500 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus

Horiban hiilidioksidisäätimellä on muihin säätimiin verrattuna pieni ja koko kalibrointialueella melko tasainen korjaus. Sen sijaan typpisäätimiä vertailtaessa Horiban korjaukset ovat kylläkin pienimmät, mutta tasaisuudessa koko kalibrointivälillä ne häviävät selkeästi Brooks'n säätimen arvoille. Alicat'n korjaukset ovat testin suurimpia, joskin käyrä on mittausalueen yläpäässä melko tasainen. Alicat'n 20 sccm ja 50 sccm hiilidioksidisäätimillä oli samat mittauspisteet kalibrointialueidensa matalammassa päässä. Merkillepantavaa onkin, että tällä mittausalueella korjaus oli pienempi juuri 50 sccm säätimellä.

Kuvissa 42, 43 ja 44 on esitetty myös massavirtasäätimien valmistajien spesifikaatioiden (taulukko 10) perusteella lasketut maksimikorjaukset. Tulosten perusteella yksikään hiilidioksidisäätimistä ei ole koko kalibrointialueella luvatun tarkkuuden rajoissa. Typpisäätimistä huonoiten spesifikaatiot täyttää Alicat'n säädin, Brooks'n tulokset ovat lähes annetuissa rajoissa ja Horiban säätimen korjaukset vastaavat vähintäänkin sille luvattuja arvoja.

8.3 Massavirtalukeman toistuvuus

Massavirtalukeman toistuvuus laskettiin kussakin kalibrointipisteessä kaavalla

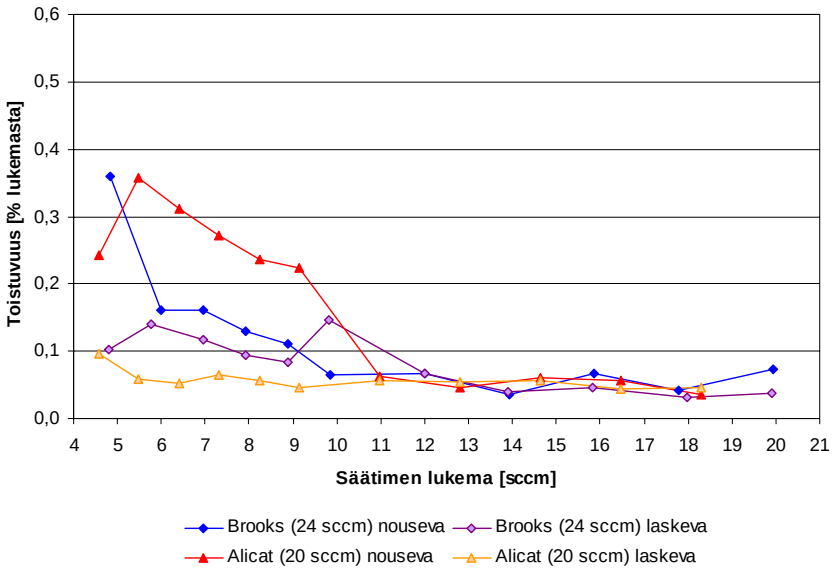
$$\frac{\left(\frac{a_{ave,\max} - a_{ave,\min}}{2}\right)}{\sqrt{3}}, \tag{34}$$

missä $a_{ave,max}$ on mittauskierrosten suurin korjausten keskiarvo ja $a_{ave,min}$ pienin korjausten keskiarvo. Toistuvuudet laskettiin erikseen sekä mittauskierroksen nousevalle että laskevalle kalibrointisekvenssille.

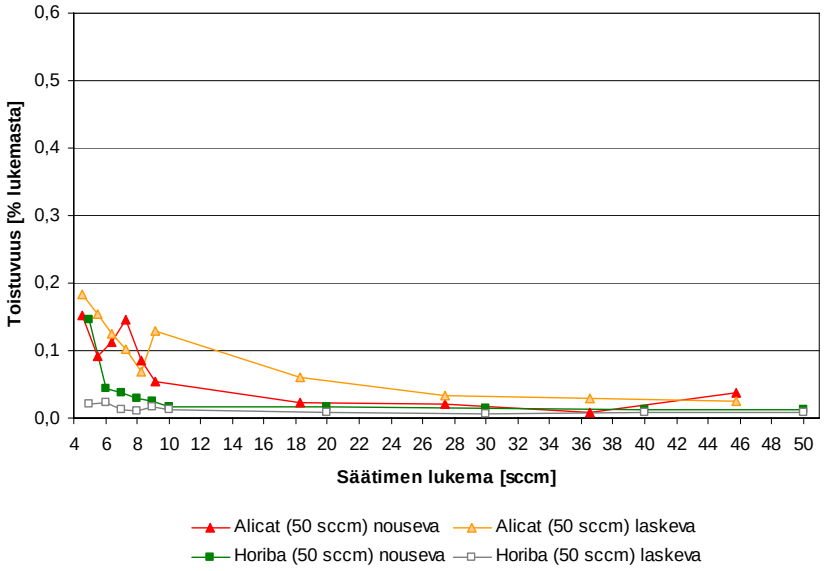
Hiilidioksidimassavirtasäätimien massavirtalukemien toistuvuudet on esitetty kuvissa 45 sekä 46 ja typpisäätimien kuvassa 47

Sekä Brooks'n hiilidioksidisäätimen että Alicat'n pienemmän virtausalueen hiilidioksidisäätimen massavirtalukeman toistuvuus kalibrointialueen alapäässä on parempi laskevalla kuin nousevalla kalibrointisekvenssillä. Säätöalueen yläpäässä ero ei ole niin merkittävä. Alicat'n suuremman virtausalueen hiilidioksidisäätimen ja Horiban säätimen toistuvuudet ovat Brooks'ia ja pienemmän kapasiteetin Alicat'ia paremmat, joskin erityisesti 50 sccm Alicat'n suorituskyky on kalibrointialueen alkupäässä loppupäätä heikompi.

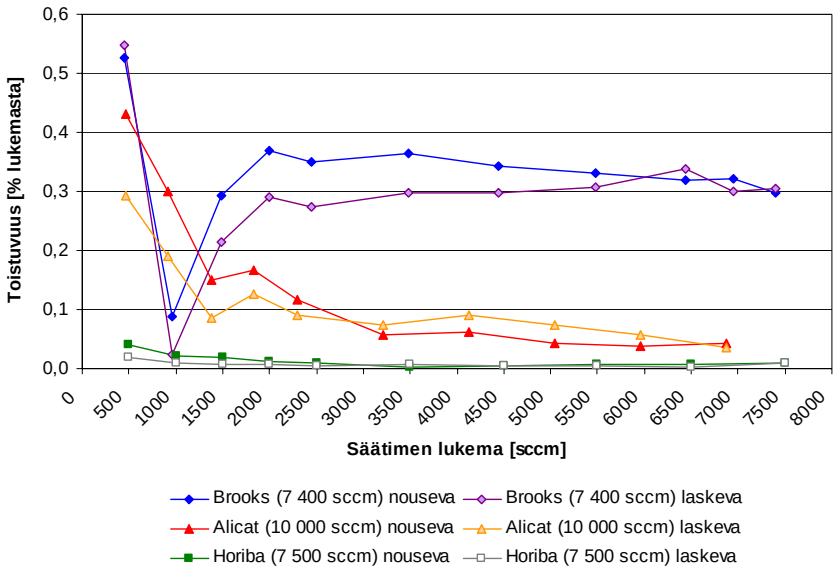
Typpisäätimien massavirtalukeman toistuvuus on selkeästi paras Horiballa. Brooks'n säätimen hyvä ja muista sen kalibrointipisteistä poikkeava toistuvuus 1 000 sccm pisteessä on arvoituksellinen, sillä se esiintyy sekä nousevilla että laskevilla kalibrointisekvensseillä.



Kuva 45. Hiilidioksidimassavirtasäätimien massavirtalukemien toistuvuudet säätöalueella 5…20 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 46. Hiilidioksidimassavirtasäätimien massavirtalukemien toistuvuudet säätöalueella 5…50 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 47. Typpimassavirtasäätimien massavirtalukemien toistuvuudet säätöalueella 500…7 500 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus

8.4 Massavirtalukeman hystereesi

Hystereesi kuvaa mitattavan suureen muuttumisen viivästymistä kun suureen hetkellinen arvo riippuu paitsi ko. hetkellä vaikuttavista tekijöistä, myös suureen aikaisemmasta kehityksestä. Mittauksessa, jossa on hystereesiä, suureen mitatut arvot poikkeavat tietyn todellisen arvon kohdalla toisistaan, riippuen siitä onko ne mitattu lähestyttäessä mitattua arvoa nousevasta vai laskevasta suunnasta.

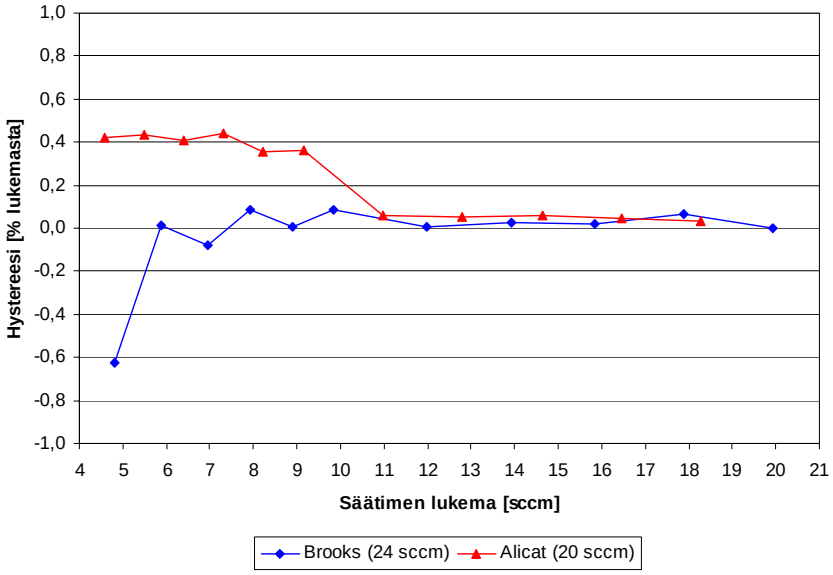
Massavirtasäätimen massavirtalukeman hystereesi kussakin kalibrointipisteessä laskettiin kaavalla

$$\frac{\sum_{i=1}^{20}\left(a_{ave,down} - a_{ave,up}\right)_i}{20}, \tag{35}$$

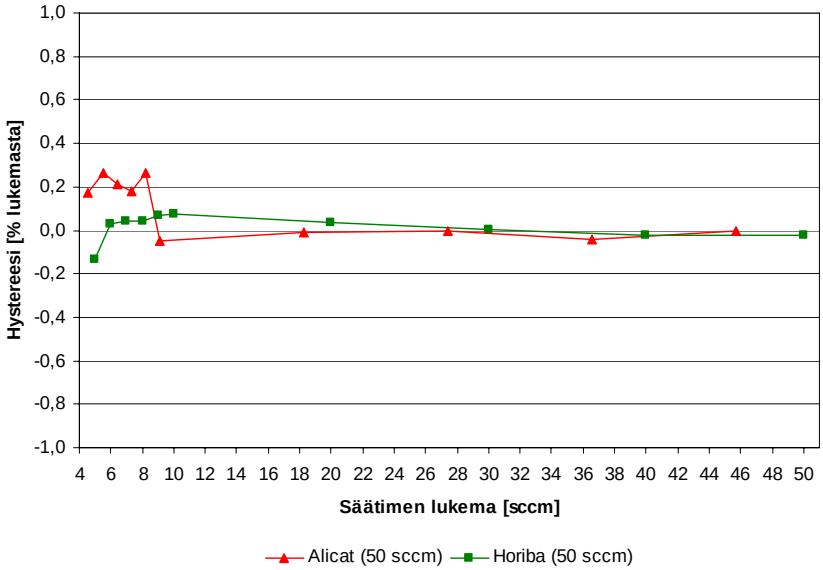
missä $a_{ave,down}$ on yhden mittauskierroksen massavirtalukeman korjauksen keskiarvo laskevilla mittaussekvensseillä ja $a_{ave,up}$ nousevilla sekvensseillä vastaavasti. Hiilidioksidimassavirtasäätimien hystereesit on esitetty kuvissa 48 ja 49 ja typpisäätimien kuvassa 50.

Kaikilla hiilidioksidisäätimillä hystereesi on selkeästi suurempi kalibrointialueen alakuin yläpäässä. Tasaisin ja keskimäärin pienin hystereesi on Horiban säätimellä. Typpisäätimien kohdalla hystereesi näyttää kaikilla säätimillä melko pieneltä. Brooks'n ja Alicat'n typpisäätimien hystereesi on kuitenkin havaittavasti suurempi kalibrointialueen

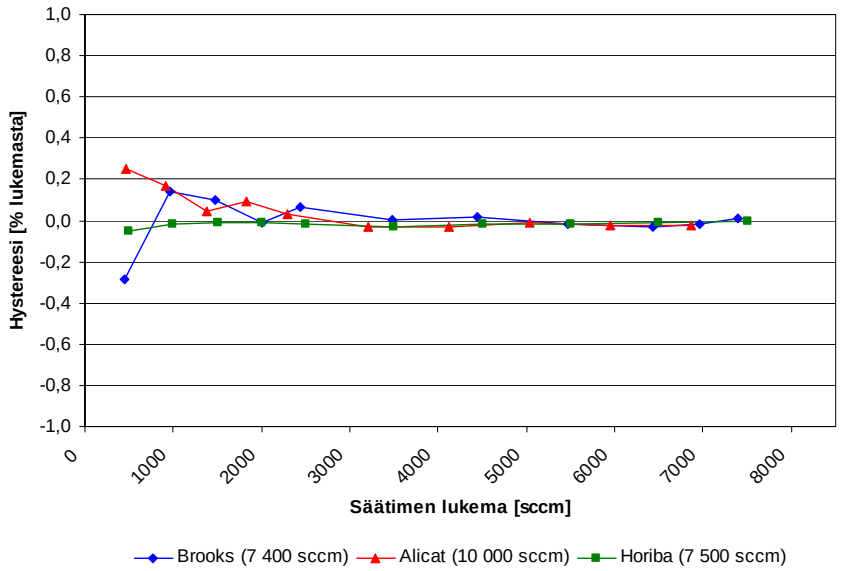
alku- kuin loppupäässä. Alicat'n 50 sccm säätimellä hystereesi on mittausalueen alapäässä jonkin verran 20 sccm säädintä pienempi.



Kuva 48. Hiilidioksidimassavirtasäätimien hystereesit säätöalueella 5…20 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 49. Hiilidioksidimassavirtasäätimien hystereesit säätöalueella 5…50 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 50. Typpimassavirtasäätimien hystereesit säätöalueella 500…7500 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus

8.5 Massavirtalukeman suhteellinen standardiepävarmuus ja laajennettu mittausepävarmuus

Testimassavirtasäätimien keskinäisen suorituskyvyn vertailemiseksi niiden massavirtalukematuloksille laskettiin ns. suhteellinen standardiepävarmuus.

Säätimen massavirtalukeman q_m luotettavuutta kussakin kalibrointipisteessä X voidaan arvioida yksittäisten massavirtalukemien korjausten a keskihajonnan perusteella lasketun standardiepävarmuuden $u_s(q_m)$ avulla:

$$u_s(q_m) = \sigma_a(X), \tag{36}$$

missä $\sigma_a(X)$ on korjausten a keskihajonta kalibrointipisteessä X. Jakamalla standardiepävarmuus säätimen kalibrointipisteen massavirtalukeman keskiarvolla $q_{m,ave}$, saadaan suhteellinen standardiepävarmuus $w(q_m)$:

$$w(q_m) = \frac{u_s(q_m)}{q_{m,ave}} \cdot 100\%, \tag{37}$$

missä tulos on prosentteina.

Massavirtalukeman laajennettu mittausepävarmuus U_k, saadaan kertomalla standardiepävarmuus kattavuustekijällä k:

$$U_k = k \cdot u_s(q_m)\,. \tag{38}$$

Yleensä kalibrointimittauksissa on sopivaa käyttää kattavuustekijää k = 2, joka vastaa 95 % kattavuustodennäköisyyttä. Massavirtasäätimen lukema on laajennetun mittausepävarmuuden kanssa muotoa $q_m \pm U_k$. [15] Säädinten eri kalibrointipisteiden massavirtalukemien kunkin mittauskierroksen korjauksien keskihajontojen (20 viimeistä massavirtalukemaa per kierros) perusteella lasketut suhteelliset standardiepävarmuudet prosentteina sekä laajennetut mittausepävarmuudet on lueteltu taulukoissa 15 ja 16.

Taulukko 15. Hiilidioksidisäätimien massavirtalukemien suhteellisia standardiepävarmuuksia $w(q_m)$ ja laajennettuja mittausepävarmuuksia U_k ($k = 2$). $q_{m,ave}$ on massavirtasäätimen lukeman keskiarvo kalibrointipisteessä

Brooks Instrument	24 sccm		Alicat Scientific	20 sccm	
$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]	$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]
4,81	0,68	0,07	4,57	0,38	0,03
5,88	0,44	0,05	5,49	0,42	0,05
6,96	0,39	0,05	6,40	0,38	0,05
7,92	0,37	0,06	7,32	0,37	0,05
8,89	0,31	0,05	8,23	0,31	0,05
9,85	0,29	0,06	9,15	0,30	0,05
11,99	0,26	0,06	10,97	0,14	0,03
13,92	0,26	0,07	12,80	0,12	0,03
15,85	0,21	0,07	14,63	0,12	0,04
17,89	0,17	0,06	16,46	0,11	0,03
19,92	0,18	0,07	18,29	0,10	0,04
Alicat Scientific	50 sccm		Horiba Stec	50 sccm	
$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]	$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]
4,57	2,16	0,20	5,00	0,19	0,02
5,49	2,05	0,22	6,00	0,11	0,01
6,40	1,80	0,23	7,00	0,09	0,01
7,32	1,57	0,23	8,00	0,09	0,01
8,23	1,46	0,24	9,00	0,08	0,01
9,15	0,20	0,04	10,00	0,08	0,02
18,29	0,12	0,04	20,00	0,04	0,01
27,43	0,10	0,06	30,00	0,02	0,01
36,58	0,09	0,06	40,00	0,02	0,02
45,73	0,08	0,08	50,00	0,02	0,02

Taulukko 16. Typpisäätimien massavirtalukemien suhteellisia standardiepävarmuuksia $w(q_m)$ ja laajennettuja mittausepävarmuuksia U_k ($k = 2$). $q_{m,ave}$ on massavirtasäätimen lukeman keskiarvo kalibrointipisteessä.

Brooks Instrument	7 400 sccm		Alicat Scientific	10 000 sccm		Horiba Stec	7 500 sccm	
$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]	$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]	$q_{m,ave}$ [sccm]	$w(x)$ [% lukeman keskiarvosta]	U_k [sccm]
443,99	0,87	7,72	457,97	0,69	6,33	499,48	0,05	0,52
962,11	0,13	2,49	915,99	0,49	9,01	999,71	0,03	0,52
1480,06	0,40	11,91	1374,42	0,32	8,75	1499,92	0,02	0,59
1998,16	0,52	20,70	1831,80	0,27	10,02	2000,15	0,02	0,66
2442,26	0,51	24,77	2290,14	0,21	9,49	2500,39	0,01	0,67
3478,13	0,54	37,84	3205,81	0,15	9,56	3500,59	0,02	1,30
4440,12	0,53	46,65	4121,76	0,14	11,15	4500,37	0,01	1,11
5476,07	0,52	57,38	5037,39	0,12	11,65	5500,17	0,01	1,44
6437,94	0,52	66,87	5953,84	0,06	11,10	6499,92	0,01	1,58
6955,97	0,50	70,19	6868,87	0,50	12,99	7499,74	0,01	2,53
7399,98	0,50	74,28						

Mikäli edelleen halutaan määrittää testimassavirtasäätimien kalibrointiepävarmuudet, tarvitaan niiden laskemiseen edellä kuvatun massavirtalukeman suhteellisen standardiepävarmuuden lisäksi kalibrointireferenssin massavirtalukeman suhteellinen epävarmuus ja stabiilisuus, lämpötila- ja paineriippuvuus sekä residy-korjaus. Testisäätimien keskinäiseen vertailuun on säätimien massavirtalukeman suhteellinen standardiepävarmuus kuitenkin riittävä.

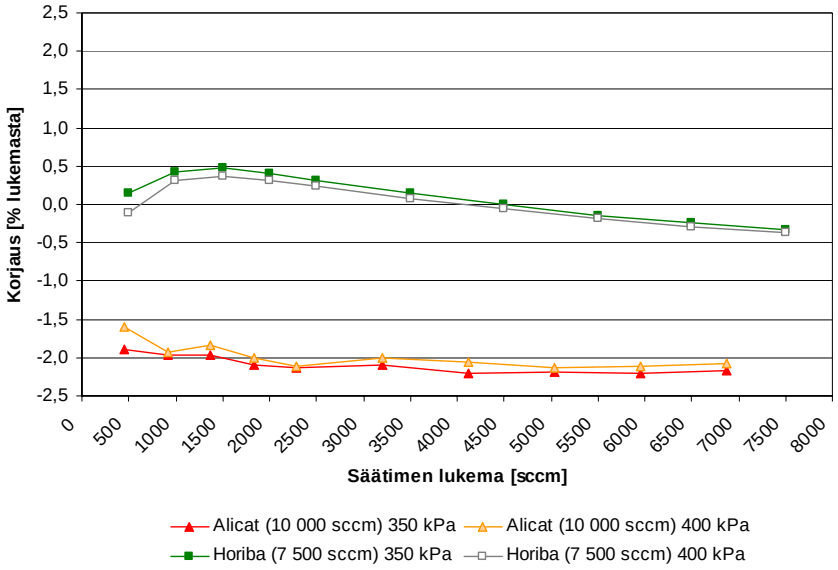
8.6 Kalibrointitulokset eri syöttöpaineilla

8.6.1 Massavirtalukeman tarkkuus ja hystereesi

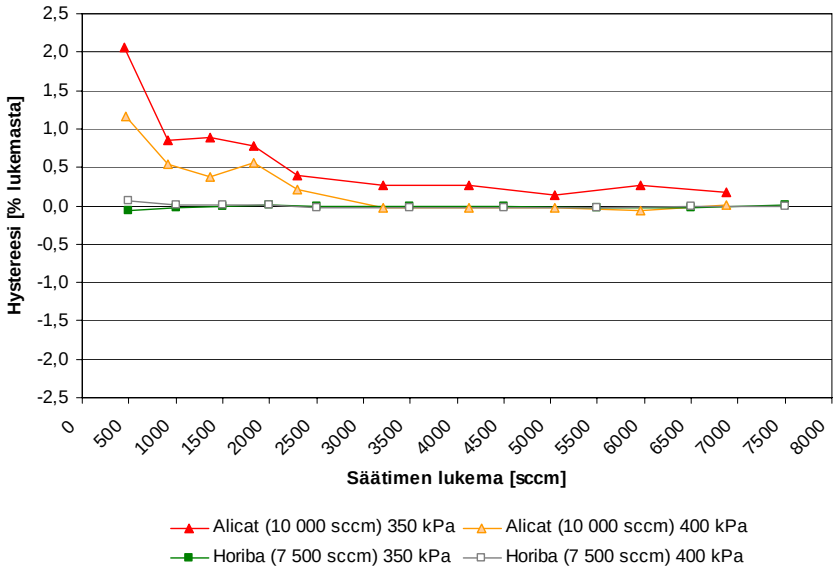
Alicat Scientific'n ja Horiba Stec'n typpisäätimille tehtiin molemmille yksi lisäkalibrointikierros kahdella eri syöttöpaineella, n. 350 kPa ja n. 400 kPa. Näistä laskettiin vakiokalibrointien lailla massavirtalukeman korjaus ja hystereesi. Massavirtalukeman korjaukset vertailtuna eri syöttöpaineilla on esitetty kuvassa 51. Syöttöpaineen nostaminen näyttäisi molemmilla säätimillä hieman pienentävän korjausta, joskin korjauskäyrien muoto koko kalibrointialueella säilyy likipitäen samana.

Alicat'n ja Horiban säätimien eri syöttöpaineilla tehtyjen mittausten hystereesit ovat kuvassa 52. Horiban säätimellä hystereesi on molemmilla syöttöpaineilla vakiokalibrointien tapaan hyvä, mutta Alicat'lla hystereesi näyttäisi kasvavan kääntäen verrannollisena syöttöpaineen suuruuteen. Alicat'n vakiokalibroinneista poikkeava hystereesikäyttäytyminen voi olla osin selitettävissä normaalikalibroinneista eroavalla paineregulaattoril-

la, joskaan yhden mittauskierroksen perusteella ei voi tehdä kovin varmoja johtopäätöksiä.



Kuva 51. Typpimassavirtasäätimien lukemien keskimääräiset korjaukset syöttöpaineilla 350 kPa ja 400 kPa säätöalueella 500…7 500 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus



Kuva 52. Typpimassavirtasäätimien hystereesit syöttöpaineilla 350 kPa ja 400 kPa säätöalueella 500…7500 sccm. Suluissa säätimen maksimivirtaus

8.6.2 Massavirtalukeman korjauksen paineriippuvuus

Massavirtasäätimen syöttöpaine mitattiin kalibrointiaseman kaasulinjastoon ennen kalibroitavia säätimiä sijoitetulla Druck PMP 4010 -painelähettimellä (ylävirtauksen paine). Lähetin antaa tasajännitelukeman U, joka muutettiin painelukemaksi p kaavalla

$$p = y_0 + y_1 U + y_2 U^2 + y_3 U^3 , \tag{39}$$

missä y_0 = 9,49 kPa, y_1 = 1914,97 kPa/V, y_2 = - 7,58 kPa/V^2 ja y_3 = 0 kPa/V^3 ovat painelähettimen lukeman kalibrointikertoimet (lähettimen painekalibroinnista).

Massavirtasäätimien lukeman paineriippuvuus eli keskimääräinen korjaus per paineen yksikkö kussakin kalibrointipisteessä laskettiin kaavalla

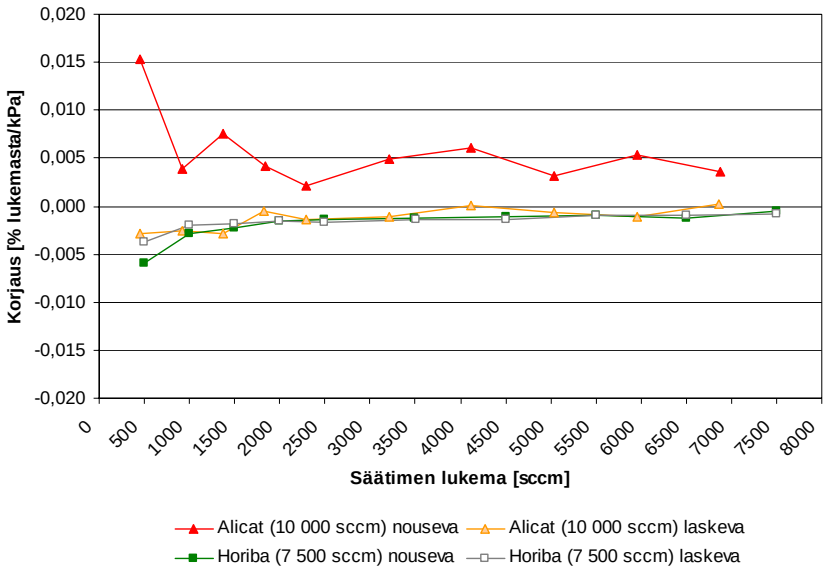
$$\frac{b_{ave,400} - b_{ave,350}}{p_{in,400} - p_{in,350}} , \tag{40}$$

missä $p_{in,400}$ ja $p_{in,350}$ ovat kaavalla (39) lasketut painelähettimen keskimääräiset lukemat syöttöpaineilla 400 kPa ja 350 kPa vastaavasti.

Tulokset sekä nousevalla että laskevalla kalibrointisekvenssillä on esitetty kuvassa 53. Alicat'n massavirtasäätimen lukeman korjauksen paineriippuvuus on selkeästi voimakkaampaa nousevalla kuin laskevalla kalibrointisekvenssillä. Myös laskevalla sekvenssillä Alicat'n paineriippuvuus on aaltoilevampaa kuin Horiban ja molemmilla säätimillä paineen vaikutus on suurin kalibrointialueen pienimmillä säätöarvoilla. Voisi olettaa, että Alicat'n säädin pystyisi paremmin kompensoimaan syöttöpaineen vaihtelut, sillä sen massavirtamittaus perustuu nimenomaan paineen mittaamiseen. Myös Horiban TMS käyttää laskennassaan paineriippuvaa kaasun lämpökapasiteettia, joskaan tiedossa ei ole miten laite ottaa syöttöpaineen huomioon. Valmistajien spesifikaatioiden (taulukko 10) mukaan Alicat'n maksimitoimintapaine on 1 000 kPa ja Horiban 450 kPa ylipainetta. Vielä ei siis kuitenkaan liikuta kummankaan laitteen toiminta-alueen rajoilla.

Vertailun vuoksi laskettiin myös Alicat'n säätimen absoluuttipainemittarin lukeman keskimääräinen ero Druck'n painelähettimeen verrattuna. Alicat'n paineanturi on virtaussuunnassa säätimen LVE:n jälkeen, joten sitä tuli verrata kalibroitavien säätimien jälkeen olevaan painelähettimeen. Tälle painelähettimelle käytettiin kaavaa (39) varten kalibrointikertoimia y_0 = 1,24 kPa, y_1 = 349,73 kPa/V, y_2 = - 1,03 kPa/V^2 ja y_3 = 0 kPa/V^3.

Alicat'n absoluuttipainelukeman keskimääräinen ero Druck -painelähettimeen verrattuna oli 350 kPa syöttöpaineella 1,22 kPa ja 400 kPa syöttöpaineella 1,25 kPa. Lukemien erotusten keskihajonnat olivat 0,40 kPa ja 0,42 kPa vastaavasti. Kalibroitavien säätimien ja Druck -painelähettimen välissä on venttiilipakka, suodattimet sekä jonkin verran virtausputkea, millä painelukemien erot lienevät selitettävissä.



Kuva 53. Typpimassavirtasäätimien lukemien korjauksen muutos suhteessa syöttöpaineen nousuun 1 kPa:lla säätöalueella 500…7 500 sccm. Laskentaan on käytetty syöttöpaineen arvoja 350 kPa ja 400 kPa. Suluissa säätimen maksimivirtaus

8.7 Virhelähteitä

Hagen-Poiseuillen laki (luku 3.1.3) pätee sellaisenaan viskooseille ja kokoon puristumattomille, suhteellisen hitaille väliainevirtauksille, ympyränmuotoista ja standardiläpimittaista virtausputkea pitkin. Toisin kuin nesteet, kaasut ovat hyvin kokoon puristuvia, eivätkä Alicat'n säätimen LVE:n virtauskanavien poikkileikkaukset ole ympyrän vaan suorakaiteen muotoisia. Alicat'n käyttöohjeessa [2] ei kuitenkaan ole mainintaa mahdollisesta korjauskertoimen käytöstä, toisin kuin esimerkiksi Molbloc'n tapauksessa [12]. Mikäli Alicat'n säädin käyttää massavirtauksen laskentaan Hagen-Poiseuillen lakia sellaisenaan, on se yksi mahdollinen virhelähde.

On myös otettava huomioon, etteivät viisi mittauskierrosta välttämättä vielä anna täysin luotettavaa kuvaa massavirtasäätimen toiminnasta. Esimerkiksi nykyisin Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemissa käytettävissä Brooks'n säätimissä on ilmennyt rutiinikalibroinneissa yllättäviä, normaalia suurempia liukumia massavirtalukemissa. Alicat'n ja Horiban typpisäätimien massavirtalukeman paineriippuvuutta varten tehtiin kummallekin säätimelle ainoastaan yksi kalibrointikierros molemmilla syöttöpaineen arvoilla. Näin ollen erityisesti paineriippuvuusmittauksista ei voida tehdä kuin suuntaa antavia päätelmiä

Massavirtasäätimien hystereesit olivat kalibrointialueen alapäässä jonkin verran yläpään arvoja suurempia. Sama pätee massavirtalukemien toistuvuuteen. Tämä voi johtua ka-

librointialueen matalamman pään pienemmästä asetusarvon askelvälistä, johon säätimien on vaikeampi reagoida käytettävissä olleen säätöajan puitteissa tarkasti.

Horiban tulosta muihin säätimiin nähden luultavasti osaltaan paransi siinä käytetty pietsoventtiiliratkaisu. Valmistajan spesifikaatioiden mukaan pietsoventtiilin tulisikin olla säädöltään tarkempi ja aiheuttaa myös vähemmän säätimen mittauselektroniikan lämpenemistä.

8.8 Johtopäätöksiä

Kalibrointipisteiden suhteellisten epävarmuuksien (taulukot 15 ja 16) perusteella Horiba Stec'n massavirtasäätimet olivat testin tarkimmat. Kalibrointialueen pienin saavutettava hiilidioksidipitoisuus oli 0,07 %, mikä vastaa n. 5 sccm hiilidioksidivirtausta ja n. 7 500 sccm typpivirtausta. Näillä virtauksilla Horiban hiilidioksidisäätimen suhteellinen epävarmuus oli 0,19 % ja typpisäätimen 0,01 %. Mittauksia rajoittivat testisäätimien kapasiteetin lisäksi MNL:n massavirtakalibrointiaseman Molbloc -referenssielementtien oma kalibrointialue. Näin ollen käsillä olevien kalibrointitulosten perusteella ei voida tehdä päätelmiä testattujen säätimien tarkkuuksista tavoitteena olleella 0,01 % hiilidioksidipitoisuudella. Tämä vaatisi joko hiilidioksidivirtauksen laskua tai typpivirtauksen nostoa, joista jälkimmäinen lienee säätimien käsillä olleella kalibrointialueella laskettujen tarkkuuksien perusteella mielekkäämpää.

Sekä hiilidioksidi- että typpimassavirtasäätimien kohdalla Horiban laitteiden suorituskyky on niin paljon nykyisiä Brooks Instrumentin säätimiä parempi, että niihin siirtyminen paitsi laajentaisi GMAS3- ja SERVAS2 -asemien kalibrointialueita alaspäin, niin myös parantaisi nykyisin tehtävien kalibrointien luotettavuutta ja tarkkuutta. Alicat Scientificin säätimet ovat suorituskyvyltään Brooks'n ja Horiban välimaastosta, joskin myös samaa hintaluokkaa, kuin Horiban säätimet. Lisäksi testeissä olleella Horiban hiilidioksidisäätimellä voitaisiin korvata kaksi nykyistä Brooks'n säädintä (taulukko 4).

Jotta massavirtasäätimien todelliset suorituskyvyt (mm. todellinen paineriippuvuus) ja pidemmän käyttöajan ominaisuudet, mm. stabiilius saataisiin selville, olisi syytä tehdä kattavampia jatkokalibrointeja. Tämä lisäisi myös tulosten luotettavuutta. Mikäli Horiban säätimet osoittautuvat nykyisiä Brooks'n säätimiä stabiilimmiksi, johtaisi tämä harvempaan massavirtasäätimien kalibrointitarpeeseen ja sitäkin kautta pienempiin hiilidioksidikalibrointikustannuksiin. Säätimien soveltuvuutta muiden kaasujen, kuten hapen mittaamiseen voidaan niin ikään selvittää jatkokalibroinneilla. Kemiallisten ja fysikaalisten ominaisuuksiensa vuoksi happikalibroinnit kuitenkin vaativat tiettyjä muutoksia kaasun poistoon laboratoriosta.

9 Kalibroinneissa käytettävien kaasujen ominaisuuksia

Vaisalan hiilidioksidimittalaitteiden kalibroinneissa käytetään typpi- ja hiilidioksidikaasuista kalibrointiasemassa sekoitettavaa tai valmiiksi sekoitettua kalibrointikaasua. Seuraavassa käydään läpi puhtaan typen ja hiilidioksidin perusominaisuuksia, vaikutuksia terveyteen ja ympäristöön sekä niiden käsittelyyn liittyviä riskitekijöitä ja turvallisuusnäkökohtia. Lisäksi käsitellään happikalibroinneissa käytettävää happea. Kaasujen keskeisiä tietoja sekä fysikaalisia ja kemiallisia ominaisuuksia on lueteltu taulukossa 17.

Tämän hetkisissä VIN:n tuotannon ja VSE:n huollon hiilidioksidikalibrointiasemissa puhdas hiilidioksidi on säiliössä nestemäisenä ja typpi kaasumaisena. Valmiina ostettavat sekoitekaasut ovat säiliöissä kaasuna. Happikalibroinneissa käytetty happi säilytetään nesteenä.

9.1 Typpi

Hajuton, mauton ja väritön typpi (N_2, kuva 54) on ilmakehän yleisin kaasu, sitä on noin 78,08 % sen vesihöyryttömästä tilavuudesta. Typen kuljetus ja varastointi tapahtuu joko paineen alla puristettuna tai nesteytettynä. Nestemäinen typpi on erittäin alhaisessa lämpötilassa ja yhdestä nestelitrasta saadaan noin 700 l typpikaasua. Veteen (H_2O) typpi on käytännössä liukenematonta.

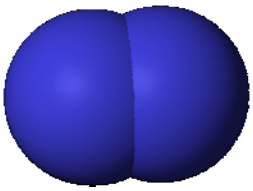
Typpeä käytetään nesteenä mm. jäähdytystarkoituksiin elintarvike- ja prosessiteollisuudessa, kaasuna taas mm. hapettumissuojana ja räjähdysten ehkäisemiseen.

9.1.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset

Ilmakehän luonnollista typpipitoisuutta korkeammilla pitoisuusarvoilla typpi syrjäyttää happea ja voi suljetussa tilassa aiheuttaa tukehtumisvaaran. Hapenpuutteen oireita ilmenee happipitoisuuden laskiessa alle 18 %:n ja ilmakehää korkeammissa paineissa on typellä narkoottisia vaikutuksia. Puhtaan typen hengittäminen johtaa välittömästi tajuttomuuteen ja edelleen kuolemaan. Nestemäisen typen koskettelu tai sen höyryjen hengittäminen voi aiheuttaa paleltumavammoja iholla, silmissä ja hengitysteissä. Silmissä nämä voivat olla pysyviä. Myös hypotermian vaara on olemassa. Typpeä ei ole mainittu Sosiaali- ja terveysministeriön (STM) asetuksessa vaarallisten aineiden luettelosta, eikä sille ole annettu arvoa työpaikan ilman haitalliseksi tunnetusta pitoisuudesta (HTP-arvo). Typpeä ei myöskään luokitella ympäristölle vaaralliseksi aineeksi.

9.1.2 Turvallisuus

Typpi on molekyylin voimakkaasta kolminkertaisesta sidoksesta johtuen syttymätön ja inertti kaasu, eikä normaaliolosuhteissa reagoi kemiallisesti muiden aineiden kanssa. Nestemäisen typen vuodot voivat alhaisen lämpötilan vuoksi aiheuttaa materiaalien haurastumista. Typpeä ei saa käsitellä sen kanssa yhteen sopimattomien litiumin (Li) ja magnesiumin (Mg) kanssa (jälkimmäinen rajoitus vain nestemäiselle typelle). [44] [45]



Kuva 54. Typpimolekyyli N_2

9.2 Hiilidioksidi

Hiilidioksidin (CO_2, kuva 55) pitoisuus on ilmakehän vesihöyryttömästä tilavuudesta argonin jälkeen neljänneksi suurin, n. 0,036 %. Ilmaa raskaampi hiilidioksidikaasu on lähes väritöntä ja hajutonta. Kiinteässä muodossa hiilidioksidi esiintyy hajuttomana ja erittäin kylmänä lumenkaltaisena jäänä, joka ilmaan sublimoituessaan muodostaa sumua. Hiilidioksidi varastoidaan ja kuljetetaan korkeapaineisena nesteenä, jossa olomuodossa sitä ei esiinny luonnossa. Säiliössä nesteen lämpötila on - 56,6... + 30,6 ºC ja vuotaessaan se muodostaa hiilidioksidikaasua ja -jäätä. Yhdestä litrasta nestemäistä hiilidioksidia saadaan noin 440 l hiilidioksidikaasua. Hiilidioksidi liukenee asetoniin (C_3H_6O), etanoliin (C_2H_5OH), dietyylieetteriin ($(C_2H_5)_2O$), bentseeniin (C_6H_6), tolueeniin ($C_6H_5CH_3$), heptaaniin (C_7H_{16}), metyyliasetaattiin ($C_3H_6O_2$) ja moniin muihin orgaanisiin liuottimiin. Veteen sen luokitellaan olevan niukkaliukoinen.

Hiilidioksidia käytetään laajasti eri teollisuuden aloilla, mm. elintarvikkeiden jäähdytyksessä, virvoitusjuomien hiilihapotuksessa ja suojakaasupakkaamisessa, sekä veden puhdistuksessa ja käsittelyssä. Inerttinä kaasuna se sopii myös prosessikaasuksi ja palonsammuttimiin. Lääkinnällinen karbogeeni ($CO_2 + O_2$) on lääkinnällisen hapen (O_2) ja hiilidioksidin seos.

9.2.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset

Lyhytaikaisella altistumisella alle 2 % hengitysilman hiilidioksidipitoisuuksille ei ole todettu olevan terveydellisiä haittavaikutuksia. Jos hiilidioksidipitoisuus ylittää 2 %, aiheuttaa tämä hengityksen kiihtymistä ja päänsärkyä. Yli 7,5 % pitoisuudet aiheuttavat levottomuutta, sekavuutta, näköhäiriöitä ja henkisen suorituskyvyn heikkenemistä. Pitoisuuden noustessa yli 10 %:in, on seurauksena hengenahdistusta, voimakasta päänsärkyä, kuulon heikkenemistä, pahoinvointia, tukehtumisen tunnetta, hikoilua, tokkuraisuutta ja noin 15 minuutin kuluttua tajuttomuus. Erittäin korkeat hiilidioksidipitoisuudet suljetussa tilassa voivat aiheuttaa pistelyä silmissä ja hapen syrjäyttämisen vuoksi välittömän tukehtumisen. Hapenpuutteen oireita alkaa esiintyä kun hengitysilman happipitoisuus laskee alle 18 %:n. Hiilidioksidin vaikutukset voimistuvat mikäli samalla tehdään fyysisesti kuormittavaa työtä.

Hiilidioksidi ei aiheuta ihoärsytystä, mutta vuotaessaan nestemäisenä se muodostaa kylmää kaasua ja lunta, joiden koskettaminen tai hengittäminen voi aiheuttaa paleltu-

mia. Myös vakavat silmien paleltumavammat ja hypotermia ovat mahdollisia. Kuumentuessaan yli + 2 000 ºC lämpötilaan, hiilidioksidi hajoaa muodostaen myrkyllistä hiilimonoksidia, eli häkää (CO).

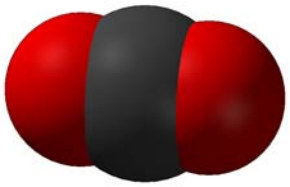
Vaikka hiilidioksidi katsotaan veteen niukkaliukoiseksi aineeksi, ympäristön kannalta se kuitenkin liukenee veteen hyvin muodostaen siihen hiilihappoa. Hiilihappoa on luonnonvesissä vapaana hiilihappona (H_2CO_3), karbonaattina (CO_3^{2-}) ja bikarbonaattina (HCO_3^-). Kaloille hiilidioksidilla on havaittu olevan haitallisia vaikutuksia 35 mg/l (96 h altistuminen) ja joillekin vesilajeille jo alle 20 mg/l pitoisuuksilla. Voimassa olevien kriteerien perusteella hiilidioksidia ei kuitenkaan luokitella ympäristölle vaaralliseksi aineeksi. [44] [45]

Hiilidioksidi on yleisin ilmakehän kasvihuonekaasu. Kasvihuonekaasut päästävät avaruudesta tulevan infrapunasäteilyn lävitseen maapallolle, mutta absorboivat maanpinnan lähettämään säteilyä ja säteilevät sitä maahan takaisin. Hiilidioksidin vaikutus kasvihuoneilmiöön on noin 55 %. Muita kasvihuonekaasuja ovat CFC-yhdisteet, metaani (CH_4), dityppioksidi (N_2O) ja otsoni (O_3). Hiilidioksidin määrää lisäävät mm. fossiilisten polttoaineiden (öljy, hiili ja maakaasu) käyttö, hiilidioksidia sitovien metsien häviäminen ja edelleen valtamerien lämpeneminen (kylmä vesi sitoo hiilidioksidia helpommin). Kasvihuonekaasujen lisääntyminen ilmakehässä aiheuttaa ilmaston lämpenemistä, josta seuraavia ongelmia ovat mm. sademäärän pienenemisen vaikutus ravinnontuotantoon, jäätiköiden sulaminen sekä voimakkaiden sääilmiöiden lisääntyminen. [28]

9.2.2 Turvallisuus

Hiilidioksidi on inertti, syttymätön ja palamista ylläpitämätön kaasu. Hiilidioksidi ei sisälly STM:n asetukseen vaarallisten aineiden luettelosta, mutta sen kiivas reagointi voimakkaiden emästen ja alkalimetallien kanssa aiheuttaa palo- ja räjähdysvaaran.

Hiilidioksidiin liittyvät raja-arvot ovat HTP-arvo = 5 000 ppm (9 100 mg/m^3) / 8 h, IDLH-arvo (immediately dangerous to life and health, välittömästi hengelle ja hengelle vaarallinen) = 40 000 ppm (72 000 mg/m^3) / 30 min. Jälkimmäinen on suurin pitoisuus, jolle terve työntekijä voi altistua 30 minuutiksi ilman pysyviä terveydellisiä tai tilasta poistumista vaikeuttavia vammoja. Hiilidioksidin sisäilman maksimipitoisuuden ohjearvo on 1 500 ppm (2 700 mg/m^3). [44] [45]



Kuva 55. Hiilidioksidimolekyyli CO_2. Hiiliatomi musta ja happiatomit punaisia

9.3 Happi

Useimpien eliöiden elämälle välttämätöntä happea (O_2, kuva 56) on ilmakehän vesihöyryttömässä tilavuudessa typen jälkeen toiseksi eniten, n. 20,95 %. Kaasuna ilmaa hieman raskaampi happi on väritöntä ja hajutonta, nesteytettynä vaalean sinistä ja hyvin kylmää. Hapen varastointi ja kuljetus tapahtuu joko puristettuna tai nesteytettynä jolloin yhdestä nestelitrasta saadaan noin 840 l happikaasua. Happi liukenee etanoliin (C_2H_5OH) ja muihin orgaanisiin liuottimiin mutta veteen se on käytännössä liukenematonta.

Hapen käyttökohteita ovat mm. hitsaus ja leikkaus, teollisuuden polttoprosessit sekä elintarvikkeiden suojapakkaaminen. Happea käytetään myös runsaasti sairaaloissa sekä biologisiin tarkoituksiin kuten jätevesien puhdistukseen.

9.3.1 Terveys- ja ympäristövaikutukset

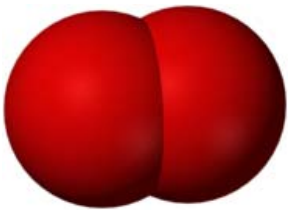
Puhtaan hapen hengittäminen 4 - 12 tunnin ajan voi herkillä ihmisillä aiheuttaa kurkun ja rinnan ärsytystä, yskää ja hengitysteiden tulehduksia. Pitkä altistuminen voi johtaa vaurioita aiheuttavaan keuhkorakkuloiden turvotukseen ja tulehtumiseen. Nestemäisen hapen kylmien höyryjen hengittäminen saattaa aiheuttaa paleltumia hengitysteissä. Suurien, yli 75 % happipitoisuuksien pitkäaikainen hengittäminen voi johtaa pahoinvointiin, hengitysvaikeuksiin sekä kouristuksiin. Happiosapaineen ylittäessä yhden ilmakehän paineen alkaa ilmetä keskushermosto-oireita. Pitkäaikainen korkeille happipitoisuuksille altistuminen ilmakehän normaalissa tai sitä korkeammassa paineessa saattaa aiheuttaa toimivan keuhkokudoksen korvautumista sidekudoksella, mikä johtaa aineenvaihdunnan heikkenemiseen ja suorituskyvyn laskuun. Suomessa ei ole määritelty hapelle HTP-arvoa.

Happea ei ole todettu, eikä sitä voimassa olevien kriteerien mukaan luokitella ympäristölle vaaralliseksi.

9.3.2 Turvallisuus

Normaalisti happi on stabiili. Se on voimakas hapetin ja yhdistyy vaihtelevissa lämpötiloissa jalokaasuja lukuun ottamatta kaikkiin alkuaineisiin, jolloin muodostuu yleensä oksideja. Kaasuna happi saattaa erityisesti kosteissa olosuhteissa syövyttää eräitä metalleja. Nestemäinen happi haurastuttaa höyrystyessään hiili- ja useimpia seosteräksiä.

Happi itsessään ei ole syttyvää, mutta lisää tulipalon voimakkuutta ja ylläpitää palamista. Kaasumaisena se reagoi voimakkaasti useiden orgaanisten ja epäorgaanisten kemikaalien kanssa, mistä aiheutuu palo- ja räjähdysvaara. Happivuoto suljetussa tilassa aiheuttaa syttymisvaaran ja hapen kyllästämät palavat materiaalit (esim. vaatteet) syttyvät helposti. Turvallisuussyistä happea on saatavilla myös dimetyylisulfidilla (C_2H_6S) hajustettuna mahdollisen vuodon havaitsemiseksi. Hapen käsittelyä ja varastointia koskee asetus vaarallisten kemikaalien teollisesta käsittelystä ja varastoinnista (59/1999 muutoksineen). [44] [45]



Kuva 56. Happimolekyyli O_2

9.4 Kaasusäiliöiden varastointiin liittyviä yleisiä turvallisuusnäkökohtia

Typpi-, hiilidioksidi- ja happipullot on varastoitava viileässä, alle + 50 ºC lämpötilassa. Pullot tulee säilyttää aina pystyasennossa, kiinnitettynä kaatumisen estämiseksi ja venttiilisuoja paikallaan. Säilytyspaikan tulee olla hyvin tuuletettu ja paloturvallinen sekä kaukana lämpö- ja syttymislähteistä sekä auringonvalolta suojassa. Tupakointi ja avotulenteko on ehdottomasti kielletty. Kaasujen takaisinvirtaus ja veden imeytyminen pulloihin on estettävä sekä riittävästä tuuletuksesta huolehdittava. Lisäksi happipullot on maadoitettava staattisen sähkön muodostumisen ehkäisemiseksi. Mahdollisia vuotoja tulee tarkkailla ja tyhjät kaasupullot merkitä sekä säilyttää erillään täysinäisistä. Käsiteltäessä matalissa lämpötiloissa olevia aineita, on käytettävä kylmyyttä kestäviä materiaaleja.

Kuumennettu säiliö saattaa revetä, esimerkiksi tulipalon seurauksena, jolloin vaara-alue joka suuntaan on kaasua sisältävällä säiliöllä 100 m ja nestettä sisältävällä 200 m. Pienen nestevuodon (noin 100 L) sattuessa, on välitön eristystarve kaikkiin suuntiin säiliöstä 25 m ja suuren vuodon (noin 10 m^3) vastaavasti 50 m, tai alue jossa ilman happipitoisuus on alle 18 % (typpi- tai hiilidioksidivuoto) tai yli 25 % (happivuoto). Kaasuvuodon sattuessa kaasupullojen lähiympäristö vaatii ulkona ja sisällä eristämistä. Typen, hiilidioksidin ja hapen aiheuttamat vammat vaativat aina lääkärin hoitoa. [45]

Taulukko 17. Kaasukalibroinneissa käytettävien kaasujen ominaisuuksia [18] [44] [45]

	Typpi	Hiilidioksidi	Happi
Kaasupullon tunnusväri	Musta	Harmaa	Valkoinen
Molekyylikaava	N_2	CO_2	O_2
Rakennekaava	N≡N	O=C=O	O=O
Moolimassa, [g/mol]	28,02	44,01	32,00
Tiheys, [10^3 kg/m^3] 1)	1,250	1,970	1,429
Ominaislämpökapasiteetti *c*, [kJ/(kg K)] 2)	1,04	0,82	0,92
Adiabaattivakio $\gamma = c_p/c_v$	1,40	1,30	1,40
Sulamispiste, [ºC] 3)	- 209,8	- 78,5 4)	- 218,4
Ominaissulamislämpö, [kJ/kg]	25,7	189	13,8
Kiehumispiste, [ºC] 3)	- 195,8	- 78,5	- 183,0
Ominaishöyrystymislämpö, [kJ/kg]	200	573	213
Kriittinen lämpötila, [K]	126,3	304,2	154,8
Kriittinen paine, [MPa]	3,40	7,38	5,08
Lämmönjohtavuus, [W/(m K)]	0,027	0,015	0,027
Viskositeetti, [10^{-6} N s/m^2] 2)	16,5	13,6	19,2
Liukoisuus veteen [g/l]	0,020 (liukenematon)	2,000 (niukkaliukoinen)	0,039 (liukenematon)
Oktanoli/vesi-jakaantumiskerroin, log Pow 5)	0,92 (ei rasvahakuinen)	0,83 (ei rasvahakuinen)	0,65 (ei rasvahakuinen)

1) NTP
2) 0 ºC
3) 101,3 kPa
4) Sublimoitumispiste
5) Kuvaa tasapainotilassa muodostuvien aineiden pitoisuuksien suhdetta oktanolin ja veden välillä. Oktanoliin liukenee samanlaisia aineita kuin eläinrasvoihin. Aine jolla on korkea (yli 3) log Pow -arvo, on hyvin rasvahakuinen ja mahdollisesti biologisesti kertyvä

10 Yhteenveto

Nykyisin kahdessa Vaisalan hiilidioksidikalibrointiasemassa on käytössä Brooks Instrument'n termisiä massavirtasäätimiä, joilla teoriassa voidaan valmistaa kaasusekoitteita alimmillaan 0,06 % hiilidioksidipitoisuudella. Käytännössä alin hiilidioksidipitoisuus on 2 %. Nykyiset Brooks'n säätimet ovat myös osoittautuneet määräaikaiskalibrointiensa perusteella melko epäluotettaviksi. Työn tavoitteena oli löytää menetelmä valmistaa riittävällä tarkkuudella hiilidioksidi-typpikaasuseoksia 0,01...2 % (100...20 000 ppm) hiilidioksidipitoisuudella. Näin voitaisiin ideaalitilanteessa sekoittaa kaikki tarvittavat kalibrointikaasut itse, ja päästä eroon nykyisin tarkoissa mittauksissa käytettävistä, hintavista ja tilaa vievistä tehdasvalmisteisista sekoitekaasuista. Uutta sekoitusjärjestelmää voitaisiin mahdollisesti käyttää myös happikalibroinneissa tarvittavien happi-typpiseoksien valmistamiseen.

Käytännössä työ jakaantui karkeasti ottaen virtausmekaniikan teoriaan perehtymiseen, sekoitusmenetelmien markkinatutkimukseen, testattavien sekoitusmenetelmien valintaan, valittujen massavirtasäätimien koekalibrointeihin ja mittaustulosten analysointiin.

Suurin osa teoreettisessa tarkastelussa ja markkinatutkimuksessa esille tulleista kaasujen sekoitusvaihtoehdoista karsiutui pois tarvittavaan sovellukseen epäsopivuutensa johdosta. MNL:ssa olevan painemittauskokemuksen vuoksi yhdeksi sekoitusmenetelmäksi koekalibrointeihin valittiin differrentiaalipaineen mittaukseen perustuva massavirtasäädin. Alicat Scientific'n säädin valittiin käytännössä valmistajan spesifikaatioiden perusteella. Valintaa helpotti myös se tosiseikka, ettei differentiaalipaineen mittaukseen perustuvia säätimiä ole markkinoilla siinä määrin runsaasti kuin esimerkiksi termisiä säätimiä. Termisiä massavirtasäätimiä pidettiin aluksi huonojen kokemuksien vuoksi poissuljettuna vaihtoehtona. Horiba Stec'n myyntiedustajan esittämät kriteerit yrityksen TMS:ien rakenteesta ja suorituskyvystä vaikuttivat pitkälti niiden valintaan testeihin. Lisäksi tehtiin vertailukalibroinnit nykyisin käytössä oleville Brooks Instrument'n termisille säätimille.

Koekalibrointeihin käytettiin MNL:n massavirtakalibrointiasemaa. Ainoaksi lieväksi käytännön ongelmaksi muodostui kalibrointien pitkä kesto. Yhden kalibrointipisteen mittaus vei hieman alle 20 min, ja kokonainen mittauskierros lähes 7 h (Brooks'n typpisäätimellä n. 7,5 h). Yhden säätimen mittauksiin kului siis noin 1,5 vuorokautta. Koska massavirtakalibrointiasemalla tehtiin samanaikaisesti GMAS3- ja SERVAS2 -asemien massavirtasäätimien rutiinikalibrointeja, tämä edellytti mittausten vuorottelua. Lisäksi hieman ylimääräistä työtä aiheutti Brooks'n hallintaohjelman säännöllinen kaatuminen ennen kalibrointitapahtuman loppua, minkä vuoksi sen mittaukset piti tehdä pienissä osissa. Alun perin suunniteltu Alicat'n massavirtasäätimien tarkempi analyysi painemittausten pohjalta ei onnistunut, sillä laitteesta ei saatu ulos puhdasta differentiaalipainelukemaa.

Katsottaessa massavirtasäätimien kalibrointipistekohtaisia lukemien suhteellisia standardiepävarmuuksia (taulukot 15 ja 16), Horiban sekä typpi- että hiilidioksidisäätimet olivat ehdottomasti tarkimpia. Koekalibrointialueen pienin saavutettava hiilidioksidipitoisuus oli 0,07 %, (5 sccm CO_2 ja 7 500 sccm N_2). Tähän tarvittavilla kaasuvirtauksilla

Horiban hiilidioksidisäätimen suhteellinen epävarmuus oli 0,19 % ja typpisäätimen 0,01 %. Paineriippuvia kalibrointeja tehtiin vain Alicat'n ja Horiban typpisäätimille, niillekin vain yksi mittauskierros. Näin ollen otos ei luonnollisesti ollut kovin kattava.

Siirtymällä itse kalibrointikaasunsa sekoittavissa hiilidioksidikalibrointiasemissa Horiban säätimiin, voitaisiin niin tehtävien kalibrointien määrää laajentaa pienempiin pitoisuuksiin ja samalla huomattavasti parantaa nykyisin jo valmistettavien kalibrointikaasujen tarkkuutta ja luotettavuutta. Lisäksi kustannussäästöjä mahdollisesti saavutettaisiin pidemmillä massavirtasäätimien kalibrointiväleillä ja pienemmällä tarvittavalla säädinmäärällä.

Massavirtasäätimien todelliset suorituskyvyt tulevat kuitenkin ilmi vasta pidemmässä käytössä. Kattavammilla jatkokalibroinneilla koekalibrointien tuloksiin saadaan lisää luotettavuutta. Mikäli Horiban säätimet osoittautuvat stabiilimmiksi kuin nykyiset kalibrointiasemien säätimet, johtaa tämä myös harvempaan kalibrointitarpeeseen ja siltäkin osin pienempiin kustannuksiin. Lisäksi jatkokalibroinnit happea käyttäen tuovat tietoa säätimien käytännön sopivuudesta happikalibrointikaasujen valmistamiseen.

Viitteet

[1] Associated Laboratory for Gas Flow Measurement. *Sonic nozzles*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 2.5.2002. Viitattu: 9.12.2008. Saatavissa: http://www.ladg-france.com/pdf/fiche3.pdf.

[2] Alicat Scientific. *16 Series mass and volumetric precision gas flow meter. Operating manual. Rev.11*. Tucson, AZ 2008. Saatavissa: http://www.alicatscietfic.com/documents/manuals/Gas_Flow_Controller_Manual.pdf.

[3] Alicat Scientific. *Complete product & technical guide.* Tucson, AZ 2008. Saatavissa: http://alicatscientific.com/documents/product_catalog/Catalog.pdf.

[4] Alicat Scientific. *Principles of Flow*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 2005. Viitattu: 2.12.2008. Saatavissa: http://www.alicatscientific.com/flow_principles.php.

[5] Alicat Scientific. *Methods of mass flow measurement.* Verkkodokumentti. Päivitetty: 2005. Viitattu: 5.9.2008. Saatavissa: http://www.alicatscientific.com/Types_of_devices.php

[6] Alicat Scientific. *Theory of operations.* Verkkodokumentti. Päivitetty: 2005. Viitattu: 28.12.2008. Saatavissa: http://www.alicatscientific.com/theory_of_operation.php.

[7] Alloy Valves & Controls. *Venturi tubes*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 29.8.2005. Viitattu: 14.10.2008. Saatavissa: http://www.avcovalve.com/products/flow-measurement/venturi-tubes/index.htm.

[8] Blaber M. *Gas mixtures and partial pressures*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 13.1.2006. Viitattu: 8.12.2008. Saatavissa: http://www.mikeblaber.org/oldwine/chm1045/notes/Gases/Mixtures/Gases06.htm.

[9] Bronkhorst Cori-Tech. *Mini Cori-Flow. Compact coriolis mass flow meters & controllers for liquids and gases*. Tuote-esite, 2008. Saatavissa: http://www.bronkhorst.nl/files/br_nl/brochures/mini_cori.

[10] Brooks Instrument. *Installation and operation manual. Brooks Smart Series (TMF) Mass Flow Meters models 5860S, 5861S, 5864S & Mass Flow Controllers models 5850S, 5851S, 5853S.* Hatfield PA, 1999.

[11] Brooks Instrument. *Thermal mass flow technology*. Verkkodokumentti. Päivitetty 30.7.2008. Viitattu 2.12.2008. Saatavissa: http://www.brooksinstrument.com/tech_types-thermal.html.

[12] Delajoud, P. et al. *A high accuracy, portable calibration standard for low mass flow*. Tempe, AZ, Yhdysvallat, DH Instruments, Inc., 1994. Saatavissa: http://www.dhinstruments.com/prod1/pdfs/papers/mf/tpmf9409.pdf.

[13] DH instruments, Inc. *Molbox1 (Ver. 5.00 and higher). Operation and maintenance manual.* Phoenix, AZ, 2001.

[14] DH instruments, Inc. *Molbloc / Molbox gas flow standards*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 18.6.2007. Viitattu: 11.12.2008. Saatavissa: http://www.dhinstruments.com/prod1/pdfs/brommfs.pdf.

[15] European co-operation for Accreditation. *EA-4/02. Expression of the uncertainty of measurement in calibration*. Suositus, Pariisi, 1999. Saatavissa: http://www.european-accreditation.org/Docs/0002_Application%20documents/0002_Application%20documents%20for%20Laboratories%20Series%204/00100_EA-4-02rev01.PDF.

[16] Flowmeter Directory. *What is Reynolds number and how can we calculate it?* Verkkodokumentti. Päivitetty: 11.5.2003. Viitattu: 26.9.2008. Saatavissa: http://www.flowmeterdirectory.com/flowmeter_artc/flowmeter_artc_03051101.html.

[17] Goldstein, R. *Fluid mechanics measurements.* 2. painos. Washington, D.C., Taylor & Francis, 1996.

[18] Haavisto, A. et. al. *MAOL-taulukot.* 1. uudistettu painos. Helsinki, MAOL ry ja Otava, 1999.

[19] Holmlund, U. *Virtausmekaniikan peruskäsitteitä ja yhtälöitä - Fundamentals of fluid mechanics and equations.* Opintomoniste, Espoo, Teknillinen korkeakoulu, 1991.

[20] Horiba Instruments Ltd. *Horiba Stec piezo mass flow controller features.* Verkkodokumentti. Päivitetty 21.12.2005. Viitattu 29.8.2008. Saatavissa: http://www.stechoriba.com/mass%20flow%20controller%20operation.htm.

[21] Horiba Stec, Co., Ltd. *High performance mass flow controller SEC-Z500X*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 2009 Viitattu: 18.01.2009 Saatavissa: http://www.jp.stec.horiba.com/products/all/sec-z500x/spec.html.

[22] Horiba Stec, Co., Ltd. *Mass flow controller. Mass flow meter. SEC/SEF-Z502MG*. Käyttöohje, 2006.

[23] Horiba Stec, Co., Ltd. *Products guidance. Combined catalog. Gas, liquid and vacuum analysis*. Kioto 2008. Saatavissa: http://www.stechoriba.com/HoribaSTEC%20fluid%20controls%20catalog%200405.pdf.

[24] Horiba Stec, Co., Ltd. *SEC-Z502 Series digital interface. Instruction manual.* Kioto, 2008.

[25] Instrumenttitehdas Kytölä Oy. *Kytola Instruments Malli E*. Verkkodokumentti. Päivitetty 2007. Viitattu 17.10.2008. Saatavissa: http://www.kytola.com/index.php?id= 51.

[26] Johnson, A. et al. *Sonic nozzles as primary standards*. Gaithersburg, MD, National Institute of Standards and Technology 2006. Saatavissa: http://www.cstl.nist.gov/projects/fy05/iais05johnson.pdf.

[27] Laakso, S. *Termisten massavirtasäätimiensoveltuvuus puhtaiden kaasujen sekoittamiseen*. Insinöörityö, Espoo, Espoon-Vantaan teknillinen ammattikorkeakoulu, 2004.

[28] Lehtiniemi, K. *Ympäristökemian verkkokurssi*. Verkkodokumentti. Päivitetty 11.3.2004. Viitattu 21.5.2008. Saatavissa: http://www.edu.fi/oppimateriaalit/ymparistokemia.

[29] Mannonen, M. *CO_2 calibration station.* Tekninen muistio, Vantaa, Vaisala Oyj, 2001.

[30] Mortensen N. et. al. Universal dynamics in the onset of a Hagen-Poiseuille flow. *Physical Review,* E 74, 017301, 13.7.2006. Viitattu 2.12.2008. Saatavissa: http://www2.mic.dtu.dk/research/MIFTS/publications/pub2005/MomentumDiffusion.pdf.

[31] Michelsen, K-E. *Global innovator - The story of Vaisala.* Helsinki, Vaisala Oyj, 2006. Saatavissa: http://www.vaisala.com/historybook.

[32] Mittatekniikan keskus. *Kalibrointipalvelut*. Verkkodokumentti. Päivitetty: 2009. Viitattu: 19.1.2009. Saatavissa: http://www.mikes.fi/frameset.aspx?url=page.aspx%3fpageID%3d933%26contentID%3d457%26lnkrow%3d111.

[33] NIST Calibration Services. *Flow measurements.* Verkkodokumentti. Päivitetty 17.1.2008. Viitattu 5.12.2008. Saatavissa: http://ts.nist.gov/MeasurementServices/Calibrations/flow.cfm.

[34] Pitkäkoski, A. *Massavirtasäätimien käyttö- ja kalibrointikokemuksia Vaisalassa*. Vantaa, Vaisala Oyj, 2003.

[35] Pitkäkoski, A. *MSL flow calibration station*. Mittausjärjestelmädokumentti, Vantaa, Vaisala Oyj, 2002.

[36] Pitkäkoski, A. *Using MFC's for mixing of pure gases at Vaisala*. Tekninen muistio, Vantaa, Vaisala Oyj, 2003.

[37] Rekolainen, L. *MFC kalibrointiasema. Ohjeita massavirtasäätimillä toteutettuun kalibrointiasemaan*. Mittausjärjestelmädokumentti, Vantaa, Vaisala Oyj, 2004.

[38] Sillanpää, S. *Pienten kaasuvirtausmittarien kalibrointilaitteiston suunnittelu, toteutus ja testaus*. Diplomityö, Espoo, Teknillinen korkeakoulu, 2003.

[39] Sparks, D. et. al. *Coriolis mass flow, density and temperature sensing with a single vaccum sealed MEMS chip*. Hilton Head Island, SC, Solid-State Sensor, Actuator and Microsystems Workshop 2004. Saatavissa: `http://www.mems-issys.com/pdf/issystec h17.pdf.`

[40] Spirax-Sarco, Ltd. *Types of steam flowmeter.* Verkkodokumentti. Päivitetty 2008. Viitattu 5.9.2008 Saatavissa: `http://www.spiraxsarco.com/resources/steam-engineering-tutorials/flowmetering/types-of-steam-flowmeter.asp.`

[41] Swearingen, C. *Selecting the right flowmeter - Part 1.* Verkkodokumentti. Päivitetty 1999. Viitattu 1.9.2008 Saatavissa: `http://www.coleparmer.com/techinfo/techinfo.asp?htmlfile=SelectingFlowmeter1.htm&ID=667.`

[42] Swearingen, C. *Selecting the right flowmeter - Part 2.* Verkkodokumentti. Päivitetty 2001. Viitattu 1.9.2008 Saatavissa: `http://www.coleparmer.com/techinfo/techinfo.asp?htmlfile=SelectingFlowmeter2.htm&ID=667.`

[43] Teledyne Hastings Instruments. *Mass flow versus volumetric flow*. Verkkodokumentti. Päivitetty 31.7.2008. Viitattu 5.8.2008. Saatavissa: `http://www.teledyne-hi.com/tech-papers/volumetric-flow.htm.`

[44] Työterveyslaitos. *Kansainväliset kemikaalikortit*. Verkkodokumentti. Päivitetty 18.2.2008. Viitattu 21.5.2008. Saatavissa: `http://kappa.ttl.fi/kemikaalikortit.`

[45] Työterveyslaitos. *Onnettomuuden vaaraa aiheuttavat aineet -turvallisuusohjeet (OVA-ohjeet)*. Verkkodokumentti. Päivitetty 16.4.2008. Viitattu 15.5.2008. Saatavissa: `http://www.ttl.fi/internet/ova.`

[46] Vaisala Oyj. *Akkreditoidut kalibrointipalvelut*. Verkkodokumentti. Päivitetty 2008. Viitattu 23.5.2008. Saatavissa: `http://www.vaisala.fi/instrumentit/palvelujatuki/palvelut/akkreditoidutkalibrointipalvelut.`

[47] Vaisala Oyj. *Vaisalan historia*. Verkkodokumentti. Päivitetty 24.1.2007. Viitattu 30.5.2008. Saatavissa: http://www.vaisala.fi/vaisalayrityksena/historia.

[48] WITT-Gasetechnik GmbH & Co KG. *Thermal processing. MD 5.* Tuote-esite. Päivitetty 1.4.2005, viitattu 4.9.2008. Saatavissa: http://www.wittgas.com/filepool/Datenblaetter/englisch/apparate/md5_mde_mfc_uk.pdf.

[49] Wright J. et. al. *Flow calibration services at NIST*. Tuote-esite, Gaithersburg, MD, National Institute of Standards and Technology, 2000. Saatavissa: http://www.cstl.nist.gov/div836/836.01/PDFs/2000/ISA2.pdf.

[50] Wright J. et. al. NIST calibration services for gas flow meters. *NIST Special Puplication,* 250-49, elokuu 1998. Viitattu: 8.12.2008. Saatavissa: http://ts.nist.gov/MeasurementServices/Calibrations/upload/SP250-49.pdf.

[51] Vaisala Oyj. *Vaisala Instruments Catalog*, 2008.

[52] Yogokawa Australia Pty. Ltd. *Coriolis principle.* Verkkodokumentti. Päivitetty 1.2.2002. Viitattu 30.6.2008. Saatavissa: http://www.flowmeterdirectory.com/flowmeter_artc/flowmeter_artc_02020102.html.

[53] Young, H. et. al. *University physics*. 9. painos. Reading, MA, Addison-Wesley, 1996

Liite A Testimassavirtasäätimien sarjaliikennekomentoja

Seuraavassa on lueteltu testimassavirtasäätimien laitekohtaisia sarjaliikennekomentoja. Säätimien komentokokoelmat ovat laajoja joten mukaan on otettu ainoastaan laitteiden koekalibroinneissa tai konfiguroinneissa tarvitut komennot. Lähteet: [2] ja [24]

Alicat Scientific 16-sarja

Kaikki komennot vaativat jälkeensä "enter" -komennon. Säätimelle syötettävä haluttua massavirta-asetusarvoa vastaava asetusluku saadaan kaavalla

$$Asetusluku = \frac{Massavirta - asetusarvo \times 64000}{Maksimimassavirta}$$

Komento	Esimerkki	Selite
*@=‹Osoite›	*@=A	Siirry kertalukutilaan (polling mode)
*@=@		Siirry jatkuvalukutilaan (streaming mode)
‹Osoite›	A	Lue säätimen lähettämä data kerran
‹OsoiteAsetusluku›	A22400	Anna säätimelle massavirta-asetusarvo (ks. kaava edellä)

Horiba Stec SEC-Z500 -sarja

Laitteen digitaalikommunikaatio tapahtuu heksadesimaalilukuina ja vaatii varsinaisen komennon lisäksi tiettyjä erikoismerkkejä.

Esim. RFV-komento laitteelle jonka osoite on 01

@	0	1	STX	R	F	V	ETX	BCC

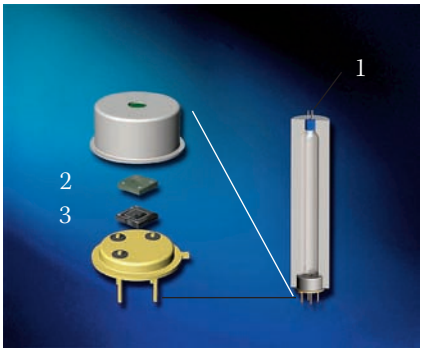
missä STX on aloitusmerkki (start of text character), EXT lopetusmerkki (end of text character) ja BCC tarkistusmerkki (block check character).

Komento	Esimerkki	Selite
AFC‹Asetusarvo›	AFC500	Anna säätimelle massavirta-asetusarvo (oletusyksikköinä)
AFC‹Asetusarvo›,‹Yksikkö›	AFC500,B	Anna säätimelle massavirta-asetusarvo halutuissa yksiköissä (esim. B = sccm, D = slm)
RFV		Lue säätimen sen hetkinen massavirta-lukema
'!+		Lue säätimen toimintatila (analoginen = NORMAL, digitaalinen = REVERSE)
'!+REVERSE		Aseta säädin digitaaliseen toimintatilaan

Liite B Vaisala CARBOCAP® -hiilidioksidianturin tuote-esite

P.O. Box 26, FI-00421 Helsinki, FINLAND
Tel: +358 9 894 91
Fax: +358 9 8949 2485
Email: industrialsales@vaisala.com
www.vaisala.com/CO2

Vaisala CARBOCAP® Sensor Technology for Stable Carbon Dioxide Measurement



The Vaisala CARBOCAP® Sensor components:
1. Infrared source
2. Tunable FPI filter
3. Infrared detector

Features/Benefits

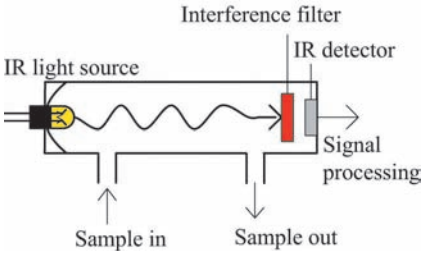
- Vaisala CARBOCAP® Sensor, a silicon-based non-dispersive infrared (NDIR) sensor
- Built-in reference measurement – superior stability
- No moving parts - excellent durability

The Vaisala CARBOCAP® Sensor is a silicon based, non-dispersive infrared (NDIR) sensor for the measurement of gaseous carbon dioxide. Its working principle is Single-Beam Dual-Wavelength NDIR, the same method that is commonly used in expensive high performance NDIR analyzers. However, in the Vaisala CARBOCAP® Sensor, the traditional rotating filter wheel is replaced with a tiny, electrically controlled Fabry-Perot Interferometer (FPI) made of silicon. A true Dual-Wavelength measurement can be provided in a very simple and practically solid-state structure.

The operating principle

An infrared source at the end of the measurement chamber emits light into the gas chamber, where any carbon dioxide gas present absorbs a part of the light at its characteristic wavelength. The FPI interference filter is electrically tuned so that its pass band coincides with the absorption wavelength of carbon dioxide. The IR detector measures the strength of the signal that passes through.

After this the pass band of the FPI is shifted to a wavelength where no absorption occurs. This provides the reference signal. The ratio of these two signals, one at the absorption wavelength and the other at the reference wavelength, indicates the degree of light absorption in the gas and thus the gas concentration. The reference signal compensates for the possible effects of sensor aging and contamination, making the sensor very stable over time.



The Vaisala CARBOCAP® Sensor is simple in structure, yet it offers high performance.

The Vaisala CARBOCAP® sensors have excellent stability, both in terms of time and temperature. The sensor is accurate and durable, and its small size enables the measurement system to be truly miniaturized. Due to the simplicity of the structure, Vaisala is able to offer customers a high quality sensor at an affordable price. In particular, Vaisala CARBOCAP® solutions will prove themselves economical over time: their stability will decrease maintenance costs significantly over the years.

Applications

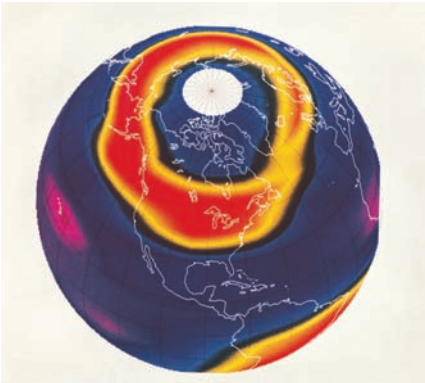
Vaisala's line of CO_2 instruments meets the needs of ecological measurements as well as industrial measurements and HVAC. Fixed transmitters and portable meters, as well as OEM modules, are available.

For ecological measurements Vaisala offers instruments, such as Vaisala CARBOCAP® Carbon Dioxide Probe GMP343, for diffusion based CO_2 measurement. The instruments can be used both in below-ground CO_2 measurements and soil respiration boxes.

The Vaisala CARBOCAP® Carbon Dioxide Transmitter Series GMT220 are designed to measure CO_2 in harsh and humid environments, such as greenhouses and industrial process sites.

For HVAC applications, Vaisala product range consist of both duct and wall mount transmitters. They are a cost-effective solution for demand controlled ventilation and related applications. The Vaisala CARBOCAP® technology is so stable that these instruments only require a calibration check every five years.

The Vaisala CARBOCAP® Hand-Held Carbon Dioxide Meter GM70 is ideal for various spot-checking applications, like laboratories, greenhouses, mushroom farms, breweries and bottling plants and as a tool for checking fixed CO_2 instruments.



A small change in the soil respiration can have a major impact on the whole atmospheric CO_2 budget and on the global ecosystem.

Forests have an important role in world's ecosystem.

Biological research.

The productivity in a greenhouse can be increased up to 30% with proper CO_2 fertilization. The optimum CO_2 concentration depend on the plant and the light conditions in the greenhouse.

Carbon dioxide is used for carbonation of beverages - CO_2 is the gas that gives the fizz to soft drinks. In breweries and wineries, CO_2 is recovered as a by-product of fermentation. CO_2 is also injected into bottles when the bottles are capped to remove oxygen.

By monitoring CO_2 and humidity levels, certain broiler houses have observed improved growth rate, feed conversion, and product quality.

The top reasons for maintaining good indoor air quality are human comfort and health aspects, energy savings and well-being of the building and it's structures.

Too low ventilation means bad air quality and an unpleasant environment.