

RSNI3

RSNI3 ISO 6144:2003
(ditetapkan oleh BSN tahun 2024)

Rancangan Standar Nasional Indonesia 3

Analisis gas — Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi — Metode volumetrik statis

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Static volumetric method

(ISO 6144:2003, IDT)

Pengguna dari RSNI ini diminta untuk menginformasikan adanya KI dalam dokumen ini, bila diketahui, serta memberikan informasi pendukung lainnya (pemilik KI, bagian yang terkena KI, alamat pemberi KI dan lain-lain).

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Prinsip	1
5 Peralatan	3
6 Tata cara pembuatan campuran gas untuk kalibrasi	7
7 Perhitungan fraksi volume komponen kalibrasi dalam campuran gas	15
8 Penentuan ketidakpastian konsentrasi komponen kalibrasi dalam campuran gas	19
Lampiran A (informatif) Contoh peralatan yang cocok untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi dengan metode volumetrik statis	27
Lampiran B (informatif) Contoh penentuan volume jarum suntik berskala	33
Lampiran C (informatif) Contoh penentuan ketidakpastian konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi yang dibuat dengan metode volumetrik statis	37
Lampiran D (informatif) Contoh penentuan kestabilan sebagai fungsi waktu, campuran gas untuk kalibrasi yang dibuat	47

Prakata

SNI ISO 6144:2003, *Analisis gas— Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi — Metode volumetrik statis*, merupakan standar yang disusun dengan jalur adopsi tingkat keselarasan identik dari ISO 6144:2003, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Static volumetric method* dengan metode terjemahan dua bahasa yang ditetapkan oleh BSN pada tahun 2024.

Terdapat standar yang dijadikan sebagai acuan normatif dalam Standar ini telah diadopsi menjadi SNI, yaitu:

- ISO 7504:2015, *Gas analysis — Vocabulary*, telah diadopsi dengan tingkat keselarasan identik menjadi SNI ISO 7504:2015 Analisis gas - Kosakata.

Dalam Standar ini istilah *“this document”* pada standar ISO 6144:2003 yang diadopsi diganti dengan *“this Standard”* dan diterjemahkan menjadi “Standar ini”.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 71-06, Analisis Gas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 17 Juli 2024. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, pelaku usaha, konsumen, pakar akademis dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya. Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal2024 sampai dengan2024 dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ISO 6144:2003 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari Standar ini dapat berupa hak kekayaan intelektual (HAKI). Namun selama proses perumusan SNI, Badan Standardisasi Nasional telah memperhatikan penyelesaian terhadap kemungkinan adanya HAKI terkait substansi SNI. Apabila setelah penetapan SNI masih terdapat permasalahan terkait HAKI, Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab mengenai bukti, validitas, dan ruang lingkup dari HAKI tersebut.

Analisis gas — Pembuatan campuran gas untuk kalibrasi — Metode volumetrik statis

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan metode untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi dengan metode volumetrik statis dan menyediakan prosedur untuk menghitung komposisi volumetrik campuran. Ini dapat digunakan baik dengan campuran gas biner (mengandung satu komponen kalibrasi dalam gas pelengkap, yang biasanya berupa nitrogen atau udara^[1,2]) atau dengan campuran yang mengandung lebih dari satu komponen dalam gas pelengkap. Standar ini juga menetapkan bagaimana ketidakpastian yang diperluas dalam fraksi volume setiap komponen kalibrasi dalam campuran ditentukan oleh evaluasi yang cermat terhadap semua ketidakpastian pengukuran yang terlibat, termasuk yang terkait dengan peralatan yang digunakan untuk pembuatan campuran gas dan yang terkait dengan prosedur eksperimen itu sendiri.

CATATAN 1 Standar ini umumnya berlaku untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi yang mengandung komponen kalibrasi dalam rentang konsentrasi 10×10^{-9} (10 ppb — *parts per billion*) hingga 50×10^{-6} (50 ppm — *parts per million*) satuan volume. Namun, campuran gas dapat dibuat pada fraksi volume yang lebih besar atau lebih kecil, asalkan komponen yang digunakan dalam proses pengenceran statis dipilih dengan tepat.

CATATAN 2 Ketidakpastian relatif yang diperluas tidak lebih besar dari $\pm 1\%$ pada tingkat kepercayaan 95% dapat dicapai pada konsentrasi ini, dengan syarat:

- kemurnian gas induk telah ditentukan melalui analisis dan setiap pengotor yang signifikan serta ketidakpastian dalam konsentrasi terukurnya telah diperhitungkan;
- tidak terjadi efek adsorpsi atau reaksi kimia yang signifikan antara unsur gas dan permukaan bagian dalam peralatan, dan tidak ada reaksi antara komponen gas mana pun, yaitu antara komponen kalibrasi dan gas pelengkap atau antara komponen kalibrasi itu sendiri;
- semua peralatan relevan yang digunakan dalam pembuatan campuran gas untuk kalibrasi telah dikalibrasi dengan ketidakpastian pengukuran yang ditetapkan yang sesuai untuk menghitung ketidakpastian akhir yang diperluas untuk campuran gas untuk kalibrasi yang dibuat.

2 Acuan normatif

Dokumen referensi berikut sangat diperlukan untuk penerapan dokumen ini. Untuk referensi bertanggal, hanya edisi yang dikutip yang berlaku. Untuk referensi yang tidak bertanggal, berlaku edisi terbaru dari dokumen yang direferensikan (termasuk amendemennya).

ISO 7504, *Gas analysis — Vocabulary*

3 Istilah dan definisi

Untuk tujuan dokumen ini, berlaku istilah dan definisi yang diberikan dalam ISO 7504.

4 Prinsip

Campuran gas untuk kalibrasi terdiri dari satu atau lebih komponen kalibrasi dalam gas pelengkap (pengencer), dicampur dalam *chamber* pencampuran gas yang sesuai.

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Static volumetric method

1 Scope

This International Standard specifies a method for the preparation of calibration gas mixtures by a static volumetric method and provides a procedure for calculating the volumetric composition of the mixture. It can be used either with binary gas mixtures (containing one calibration component in a complementary gas, which is usually nitrogen or air^[1, 2]) or with mixtures containing more than one component in the complementary gas.

This International Standard also specifies how the expanded uncertainty in the volume fraction of each calibration component in the mixture is determined by a rigorous evaluation of all the measurement uncertainties involved, including those associated with the apparatus used for the preparation of the gas mixture and those associated with the experimental procedure itself.

NOTE 1 This International Standard is generally applicable to the preparation of calibration gas mixtures containing calibration components in the concentration range 10×10^{-9} (10 ppb — parts per billion) to 50×10^{-6} (50 ppm — parts per million) by volume. However, gas mixtures may be prepared at larger or smaller volume fractions, provided that the components used in the static dilution process are selected appropriately.

NOTE 2 A relative expanded uncertainty of not greater than $\pm 1\%$ at a level of confidence of 95% may be achievable at these concentrations, provided that:

- the purities of the parent gases have been determined by analysis and any significant impurities and the uncertainties in their measured concentrations have been taken into account;
- no significant adsorption effects or chemical reactions occur between the gaseous constituents and the internal surfaces of the apparatus, and there are no reactions between any of the gaseous components, i.e. between the calibration component and complementary gas or between the calibration components themselves;
- all the relevant apparatus used in the preparation of a calibration gas mixture have been calibrated with assigned measurement uncertainties which are appropriate to calculating the final expanded uncertainty for the calibration gas mixture prepared.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 7504, *Gas analysis — Vocabulary*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 7504 apply.

4 Principle

A calibration gas mixture consists of one or more calibration components in a complementary (diluent) gas, mixed in a suitable gas-mixing chamber.

Komponen kalibrasi ini umumnya berupa gas murni yang diambil dari silinder, atau dari cairan murni yang mudah menguap yang dibiarkan menguap ke dalam *chamber* pencampur gas. Campuran gas dibuat menggunakan jarum suntik untuk menginjeksikan:

- komponen kalibrasi gas yang diketahui volumenya (masing-masing pada tekanan sekitar 1×10^5 Pa);
- atau massa atau volume komponen kalibrasi cairan yang diketahui;

Ini diinjeksikan ke dalam volume gas pelengkap yang terkandung dalam *chamber* pencampuran (yang juga berada pada tekanan sekitar 1×10^5 Pa). Gas pelengkap selanjutnya ditambahkan untuk meningkatkan tekanan keseluruhan campuran gas hingga nilai yang terukur secara akurat di atas tekanan atmosfer ruang. Tekanan akhir (di atas atmosfer) ini diperlukan agar campuran gas untuk kalibrasi selanjutnya mengalir keluar dari *chamber* pencampuran dan dapat digunakan untuk mengkalibrasi *analyser* gas, yang biasanya dioperasikan pada tekanan sekitar.

Pada setiap tahap dalam prosedur pembuatan, campuran dihomogenisasi, biasanya dengan menggunakan alat pengaduk yang sesuai, dan kemudian dibiarkan setimbang hingga mencapai suhu atmosfer sekitar.

Fraksi volume setiap komponen kalibrasi dalam campuran gas untuk kalibrasi ditentukan dengan perhitungan perbandingan volume komponen kalibrasi terhadap volume total campuran.

5 Peralatan

5.1 Chamber pencampuran gas, terdiri dari komponen yang ditentukan dalam 5.1.1 hingga 5.1.8.

CATATAN Contoh *chamber* pencampur gas yang sesuai dijelaskan dalam Lampiran A.

5.1.1 Wadah, yang terdiri dari *chamber* pencampuran gas itu sendiri, dengan volume internal yang cukup untuk mengalirkan sejumlah campuran gas untuk kalibrasi yang diperlukan untuk setiap kalibrasi instrumen berikutnya, dibuat dari bahan yang sesuai yang bersifat inert terhadap semua komponen gas, dan dirancang untuk dapat dievakuasi dan mampu menahan tekanan operasi di atas atmosfer yang diperlukan. Ini juga harus memiliki beberapa *flange* vakum/tekanan tinggi untuk memungkinkan akses ke komponen yang dipasang di dalam *chamber* pencampuran.

CATATAN 1 Wadah dengan volume internal $0,1 \text{ m}^3$ sampai $0,5 \text{ m}^3$, mampu beroperasi hingga tekanan sekitar 2×10^5 Pa (2 bar) dan mempertahankan vakum lebih baik dari $0,1 \times 10^2$ Pa (0,1 mbar), terbukti sesuai (lihat Lampiran A).

CATATAN 2 *Chamber* pencampuran yang dibuat dari kaca borosilikat atau baja tahan karat terbukti cocok untuk spesi gas yang umum digunakan (misalnya campuran gas yang mengandung SO_2 , NO , NO_2 , CO dan C_6H_6 sebagai komponen kalibrasi). Akan tetapi, harus berhati-hati dalam memilih bahan *chamber* pencampuran, dan komponen lain yang berinteraksi dengan campuran gas, sehingga tidak mempengaruhi stabilitas campuran secara membahayakan — terutama bila campuran gas yang lebih reaktif harus dibuat.

5.1.2 Pompa vakum, mampu mengevakuasi *chamber* pencampuran dan komponen terkait ke tekanan rendah, dan termasuk katup penutup vakum yang sesuai. Tekanan rendah ini harus ditetapkan sedemikian rupa sehingga setiap kontaminasi gas yang dihasilkan dari sisa

RSNI3 ISO 6144:2003

These calibration components are generally pure gases taken from cylinders, or from pure, volatile liquids that are allowed to evaporate into the gas-mixing chamber. The gas mixture is prepared using syringes to inject:

- either known volumes of gaseous calibration components (each at a pressure of about 1×10^5 Pa);
- or known masses or volumes of liquid calibration components;

These are injected into a volume of complementary gas contained in the mixing chamber (which is also at a pressure of about 1×10^5 Pa). Further complementary gas is then added to increase the overall pressure of the gas mixture to an accurately measured value above ambient atmospheric pressure. This final (above-atmospheric) pressure is required so that the calibration gas mixture will subsequently flow out of the mixing chamber and can be used to calibrate a gas analyser, which is usually operated at ambient pressure.

At each stage in the preparation procedure, the mixture is homogenized, usually by means of a suitable stirring device, and then left to equilibrate to ambient atmospheric temperature.

The volume fraction of each calibration component in the calibration gas mixture is determined by calculation of the ratio of the volume of the calibration component to the total volume of the mixture.

5 Apparatus

5.1 Gas-mixing chamber, consisting of the components specified in 5.1.1 to 5.1.8.

NOTE An example of a suitable gas-mixing chamber is described in Annex A.

5.1.1 Vessel, comprising the gas-mixing chamber itself, of sufficient internal volume to deliver the amount of calibration gas mixture required for any subsequent instrumental calibrations, manufactured of a suitable material that is inert to all the component gases, and designed both to be evacuable and to withstand the required above-atmospheric operating pressures. It shall also have vacuum/high-pressure flanges to allow access to the components that are mounted within the mixing chamber.

NOTE 1 Vessels with internal volumes of $0,1 \text{ m}^3$ to $0,5 \text{ m}^3$, capable of operating up to pressures of about 2×10^5 Pa (2 bar) and of maintaining a vacuum of better than $0,1 \times 10^2$ Pa (0,1 mbar), have been found to be suitable (see Annex A).

NOTE 2 Mixing chambers manufactured from borosilicate glass or stainless steel have been found to be suitable for the commonly used gaseous species (e.g. gas mixtures which contain SO_2 , NO , NO_2 , CO and C_6H_6 as the calibration components). However, care shall be taken in selecting the materials of the mixing chamber, and of the other components which come into contact with the gas mixtures, so that they do not affect the mixture's stability adversely — particularly when more reactive gas mixtures are to be prepared.

5.1.2 Vacuum pump, capable of evacuating the mixing chamber and its associated components to a low pressure, and including a suitable vacuum shut-off valve. This low pressure shall be defined either so that any gaseous contamination resulting from the residual

tekanan rendah tidak berpengaruh pada keakuratan konsentrasi campuran gas yang dibuat, atau sehingga koreksi kuantitatif terhadap pengaruh sisa tekanan rendah ini dapat dilakukan terhadap konsentrasi campuran.

CATATAN Tekanan gas sisa umumnya disebabkan terutama oleh nitrogen dari udara sisa. Namun, kehati-hatian harus diberikan untuk memastikan bahwa gas-gas lain yang mungkin bereaksi dengan unsur-unsur campuran gas tidak terdapat pada konsentrasi yang signifikan dalam gas sisa ini (misalnya jejak uap air ketika gas asam digunakan sebagai komponen kalibrasi, atau jejak uap air, atau oksigen runtut dalam hal ketika campuran kalibrasi oksida nitrat sedang dibuat).

5.1.3 Saluran gas, digunakan untuk injeksi gas pelengkap, dan termasuk katup berskala dan penutup yang sesuai.

5.1.4 Pengukur tekanan, vakum dan suhu, digunakan untuk memantau parameter-parameter ini di dalam wadah pencampuran.

5.1.5 Septum, memungkinkan gas atau cairan dengan volume atau massa yang diketahui untuk diinjeksikan ke dalam *chamber* pencampuran dari jarum suntik berskala (5.2).

5.1.6 Alat pencampuran gas yang digerakkan motor, misalnya, kipas, yang memungkinkan komponen gas dalam *chamber* pencampuran gas dihomogenisasi, dan dirancang untuk memberikan pencampuran yang memuaskan semua komponen gas hingga tingkat homogenitas tertentu dalam waktu tertentu. Uji eksperimental harus dilakukan untuk menunjukkan bahwa alat pencampuran mampu mencapai homogenitas yang diperlukan dalam waktu tertentu.

5.1.7 Katup pelepas tekanan, digunakan untuk memastikan bahwa tekanan kerja internal maksimum yang aman yang ditentukan untuk wadah pencampuran dan komponen terkait tidak terlampaui.

5.1.8 Jalur pengambilan sampel gas keluar, memungkinkan campuran gas dibuat untuk digunakan untuk keperluan kalibrasi, dan memiliki alat untuk menyamakan tekanan internal campuran gas di *chamber* pencampuran dengan tekanan atmosfer sehingga memungkinkan campuran gas dapat ditentukan pada tekanan sekitar untuk tujuan kalibrasi.

5.2 Jarum suntik berskala yang dikalibrasi, yang dapat digunakan untuk menginjeksikan, dengan menggunakan piston, gas atau cairan dengan volume yang diketahui melalui jarum. Jarum suntik harus memiliki segel kedap gas untuk memastikan tidak terjadi kebocoran gas atau cairan yang signifikan.

CATATAN 1 Jarum suntik kaca yang mempunyai bantalan polytetrafluoroethene (PTFE) sebagai segelnya, dan dengan volume internal 10 ml, 5 ml, 1 ml, 0,5 ml dan 0,1 ml, terbukti sesuai bila digunakan dengan *chamber* pencampuran bervolume yang dalam penggunaan praktis, dan ketika digunakan untuk membuat campuran gas untuk kalibrasi alat *analyser* udara sekitar.

CATATAN 2 Direkomendasikan agar volume internal jarum suntik diukur secara eksperimental dengan ketidakpastian relatif maksimum sebesar $\pm 1\%$ (pada tingkat kepercayaan 95%). Selain itu, jarum suntik sebaiknya memiliki tingkat kebocoran maksimum 10×10^2 Pa (10 mbar) per jam setelah evakuasi hingga 5 Pa (5×10^{-2} mbar), agar memiliki tingkat kebocoran yang memuaskan.

5.3 Peralatan untuk pengisian jarum suntik berskala, terdiri dari komponen yang ditentukan dalam 5.3.1 hingga 5.3.9.

CATATAN Contoh pengaturan yang sesuai untuk pengisian jarum suntik dijelaskan dalam Lampiran A.

low pressure has no effect on the accuracy of the concentration of the gas mixture prepared, or so that a quantitative correction for the effect of this residual low pressure may be made to the concentration of the mixture.

NOTE The residual gas pressure is generally due mainly to nitrogen from residual air. However, care must be taken to ensure that other gases that may react with the constituents of the gas mixture are not present at significant concentrations in this residual gas (e.g. traces of water vapour when acid gases are being used as calibration components, or traces of oxygen in the case when nitric oxide calibration mixtures are being prepared).

5.1.3 Gas line, used for the injection of the complementary gas, and including appropriate metering and shut-off valves.

5.1.4 Pressure, vacuum and temperature gauges, used to monitor these parameters inside the mixing vessel.

5.1.5 Septum, enabling a gas or liquid of known volume or mass to be injected into the mixing chamber from a metering syringe (5.2).

5.1.6 Motor-driven gas-mixing device, e.g. a fan, enabling the gaseous components in the gas-mixing chamber to be homogenized, and designed to provide satisfactory mixing of all the gaseous components to a given degree of homogeneity within a specified time. Experimental tests shall be carried out to demonstrate that the mixing device is able to achieve the required homogeneity within the specified time.

5.1.7 Pressure relief valve, used to ensure that the maximum internal safe working pressure specified for the mixing vessel and its associated components is not exceeded.

5.1.8 Outlet-gas sampling line, enabling the gas mixture prepared to be used for calibration purposes, and having a device for equalizing the internal pressure of the gas mixture in the mixing chamber with atmospheric pressure so as to enable the gas mixture to be determined at ambient pressure for calibration purposes.

5.2 Calibrated metering syringe, which can be used to inject, by means of a piston, a known volume of gas or liquid through a needle. The syringe shall have gastight seals to ensure that no significant leakage of the gas or liquid takes place.

NOTE 1 Glass syringes having polytetrafluoroethene (PTFE) bushings as seals, and with internal volumes of 10 ml, 5 ml, 1 ml, 0,5 ml and 0,1 ml, have been found to be suitable when used with mixing chambers of volumes which are in practical use, and when used to prepare gas mixtures for the calibration of ambient-air analysers.

NOTE 2 It is recommended that the internal volume of the syringe be measured experimentally with a maximum relative uncertainty of $\pm 1\%$ (at a level of confidence of 95%). In addition, the syringe should have a maximum leak rate of 10×10^2 Pa (10 mbar) per hour after evacuation to 5 Pa (5×10^{-2} mbar), in order that it has satisfactory leaktightness.

5.3 Apparatus for filling the metering syringe, consisting of the components specified in 5.3.1 to 5.3.9.

NOTE An example of a suitable set-up for filling the syringe is described in Annex A.

5.3.1 Reservoir gas yang dapat dievakuasi, mampu menampung gas pada tekanan di atas atmosfer sehingga memungkinkan jarum suntik berskala diisi hingga tekanan tersebut, permukaan bagian dalamnya terbuat dari bahan yang tidak bereaksi dengan komponen kalibrasi apa pun.

CATATAN Reservoir gas dengan volume internal sekitar 100 ml, mampu beroperasi hingga tekanan $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar) dan mempertahankan vakum lebih baik dari $0,1 \times 10^2$ Pa (0,1 mbar), telah ditemukan cocok.

5.3.2 Silinder gas bertekanan tinggi, berisi komponen gas murni pilihan (atau campuran awal yang mengandung campuran gas dengan konsentrasi lebih tinggi).

5.3.3 Pengatur tekanan, digunakan untuk memungkinkan tekanan gas dalam reservoir diatur ke tekanan yang telah ditentukan sebelumnya di atas tekanan atmosfer sekitar.

5.3.4 Septum, dibuat dari bahan yang sesuai, memungkinkan jarum suntik berskala dimasukkan ke dalam reservoir gas.

5.3.5 Pompa vakum, memungkinkan reservoir gas dan komponen terkait dievakuasi hingga di bawah vakum yang diperlukan.

CATATAN Penting untuk memastikan bahwa setiap komponen gas yang mungkin berbahaya, dan yang dibuang oleh pompa vakum ke atmosfer, dibuang dengan cara yang aman.

5.3.6 Pengukur tekanan, digunakan untuk memantau tekanan gas di dalam reservoir selama berbagai tahapan prosedur pembuatan.

5.3.7 Katup penutup gas, digunakan untuk mengisolasi silinder gas dari reservoir, dan reservoir gas dari pompa vakum.

5.3.8 Katup pelepas tekanan, mampu melepaskan tekanan gas yang dipilih untuk melindungi peralatan (biasanya $1,4 \times 10^5$ Pa). Itu sebaiknya dibuang ke lokasi yang aman.

5.3.9 Wadah yang cocok, untuk digunakan bila jarum suntik berskala harus diisi dengan cairan yang mudah menguap, bukan gas, dan memungkinkan jarum suntik diisi sedemikian rupa sehingga mencegah masuknya komponen apa pun selain cairan yang mudah menguap ke dalam jarum suntik.

6 Tata cara pembuatan campuran gas untuk kalibrasi

6.1 Penentuan volume *chamber* pencampuran gas

Ada beberapa cara untuk menentukan volume internal *chamber* pencampur gas dalam praktiknya. Komponen utama volume ini adalah volume internal wadah kosong itu sendiri dan ini biasanya diukur dengan mengisinya dengan air, atau dengan cairan lain yang densitasnya diketahui, dan kemudian menentukan pertambahan massa akibat cairan tersebut. Namun, metode lain dapat digunakan jika metode ini memiliki akurasi yang diperlukan. Setelah itu, volume internal komponen dalam *chamber* pencampur gas harus ditentukan, misalnya dengan pengukuran geometrik atau perpindahan cairan. Koreksi kemudian harus dilakukan untuk volume komponen tambahan ini ketika menentukan volume bersih *chamber*. Koreksi pada beberapa komponen (misalnya alat pencampuran gas) akan menghasilkan volume yang lebih kecil sedangkan komponen lainnya (misalnya pengukur tekanan dan pipa saluran keluar yang menuju ke katup penutup) akan menyebabkan peningkatan volume.

5.3.1 Evacuable gas reservoir, capable of containing gas at above-atmospheric pressure so as to enable the metering syringe to be filled to that pressure, its internal surfaces being made of a material that does not react with any of the calibration components.

NOTE A gas reservoir with an internal volume of about 100 ml, capable of operating up to a pressure of $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar) and of maintaining a vacuum of better than $0,1 \times 10^2$ Pa (0,1 mbar), has been found suitable.

5.3.2 High-pressure gas cylinder, containing the selected pure gas component (or a pre-mixture containing a higher concentration of gas mixture).

5.3.3 Pressure regulator, used to enable the pressure of gas in the reservoir to be adjusted to a predefined pressure above that of the ambient atmosphere.

5.3.4 Septum, constructed of appropriate material, enabling the needle of the metering syringe to be introduced into the gas reservoir.

5.3.5 Vacuum pump, enabling the gas reservoir and its associated components to be evacuated to below the required vacuum.

NOTE It is important to ensure that any gaseous component which may be hazardous, and which is exhausted by the vacuum pump to the atmosphere, is vented in a safe way.

5.3.6 Pressure gauge, used to monitor the pressure of the gas in the reservoir during the various stages of the preparation procedure.

5.3.7 Gas shut-off valves, used to isolate the gas cylinder from the reservoir, and the gas reservoir from the vacuum pump.

5.3.8 Pressure-relief valve, capable of relieving a gas pressure selected to protect the apparatus (typically $1,4 \times 10^5$ Pa). It should be vented to a safe location.

5.3.9 Suitable vessel, for use when the metering syringe is to be filled with a volatile liquid rather than a gas, and enabling the syringe to be filled in a manner that prevents the ingress into the syringe of any components other than the volatile liquid.

6 Procedure for preparing the calibration gas mixture

6.1 Determination of the volume of the gas-mixing chamber

There are a number of ways by which the internal volume of the gas-mixing chamber may be determined in practice. The major component of this volume will be the internal volume of the empty vessel itself and this is normally measured by filling it with water, or with another liquid of known density, and then determining the increase in mass due to this liquid. However, other methods may be used where these have the required accuracy. Following this, the internal volumes of the components within the gas-mixing chamber shall be determined by, for example, geometric measurement or liquid displacement. Corrections shall then be made for the volumes of these additional components when determining the net volume of the chamber. Corrections for some of the components (e.g. the gas-mixing device) will lead to a smaller volume whereas others (e.g. the pressure gauge and the outlet pipes leading to the shut-off valves) will lead to an increase in volume.

Pengukuran volume komponen yang membentuk *chamber* pencampuran gas total tersebut (lihat 5.1) mungkin dilakukan pada suhu yang berbeda. Dalam hal demikian, koreksi harus dilakukan, jika signifikan, untuk mengubah volume terukur menjadi suhu ruang. Koreksi lebih lanjut mungkin perlu dilakukan jika *chamber* pencampuran lengkap dengan semua komponennya digunakan pada suhu ruang yang berbeda, asalkan koreksi tersebut signifikan.

6.2 Mengondisikan *chamber* pencampuran gas sebelum digunakan

Chamber pencampuran gas baru biasanya berisi udara sekitar, dan mungkin mengandung sedikit polutan pada tingkat yang dapat mempengaruhi keakuratan campuran gas untuk kalibrasi. Selain itu, permukaan bagian dalam *chamber* mungkin terkontaminasi dengan lapisan permukaan yang dapat bereaksi dengan beberapa spesi yang dimasukkan ke dalam *chamber* pencampuran. Oleh karena itu, *chamber* pencampuran perlu dikondisikan sebelum digunakan untuk menghindari potensi kontaminasi gas kalibrasi akibat penyebab tersebut. Lakukan ini dengan mengevakuasi *chamber* hingga tekanan kurang dari 5×10^2 Pa (5 mbar). Kemudian isi *chamber* hingga tekanan di atas atmosfer dengan gas pelengkap yang akan digunakan dalam pembuatan campuran gas untuk kalibrasi. Selanjutnya, sambungkan saluran keluar dari *chamber* pencampuran ke seperangkat instrumen yang dirancang untuk mengukur polutan udara (misalnya alat analisa yang memantau SO₂, NO_x, CO dan hidrokarbon). Ini harus memiliki sensitivitas pendeteksian yang cukup untuk menentukan apakah konsentrasi gas pengotor yang relevan ada dalam gas pelengkap di *chamber* pencampuran pada saat ini. Biarkan gas pelengkap di *chamber* pencampuran mengalir ke alat analisa ini, dan amati konsentrasi pengotor yang terdeteksi.

Ulangi prosedur ini, yang melibatkan evakuasi *chamber* pencampuran diikuti dengan pengisian ulang dengan gas pelengkap, beberapa kali atau sampai semua gas pengotor yang relevan berada di bawah konsentrasi yang diperlukan untuk mencegah kontaminasi signifikan pada campuran gas untuk kalibrasi yang akan disiapkan di dalam *chamber* tersebut. Dalam keadaan dimana hal ini tidak dapat dicapai, bersihkan *chamber* pencampuran dengan cara lain untuk menghilangkan kontaminan, atau lakukan koreksi yang sesuai ketika menghitung konsentrasi komponen kalibrasi dalam campuran gas untuk kalibrasi sehingga memungkinkan adanya pengotor.

Dalam keadaan di mana analisis pengotor yang ada dalam gas pelengkap adalah satu-satunya yang dilakukan, batas deteksi alat analisis yang digunakan harus mewakili batas atas konsentrasi pengotor yang mungkin ada dalam campuran gas untuk kalibrasi. Dalam hal ini, konsentrasi yang diwakili oleh batas deteksi ini harus diperhitungkan dalam penentuan ketidakpastian yang diperluas dari campuran gas untuk kalibrasi yang disiapkan. Namun, dalam kasus dimana analisis pengotor tambahan yang lebih sensitif dilakukan dengan cara lain, hasil analisis ini harus dimasukkan ke dalam ketidakpastian yang diperluas dari campuran gas untuk kalibrasi.

Setelah *chamber* pencampuran dipra-kondisikan menggunakan prosedur di atas, ada kemungkinan *chamber* pencampuran tidak akan digunakan dalam jangka waktu lama. Jika hal ini terjadi, isi kembali *chamber* pencampuran dengan gas pelengkap yang dipilih pada tekanan yang lebih tinggi dari tekanan sekitar, sehingga meminimalkan kontaminasi lebih lanjut yang mungkin timbul dari masuknya polutan gas dari atmosfer sekitar.

Selanjutnya, lakukan langkah-langkah berikut untuk menyiapkan campuran gas untuk kalibrasi.

These measurements of the volumes of the components that make up the total gas-mixing chamber (see 5.1) may have been carried out at different temperatures. In such cases, corrections shall be made, where significant, to convert the measured volumes to a common ambient temperature. A further correction may need to be made if the complete mixing chamber with all its components is used at a different ambient temperature, provided such a correction is significant.

6.2 Conditioning the gas-mixing chamber before use

A new gas-mixing chamber will normally contain ambient air, and this may contain trace pollutants at levels that would affect the accuracy of the calibration gas mixture. In addition, the inside surfaces of the chamber may be contaminated with a surface layer which may react with some species which are put in the mixing chamber. It is therefore necessary to condition the mixing chamber before use so as to avoid any potential contamination of the calibration gas from these causes. Do this by evacuating the chamber to a pressure of less than 5×10^2 Pa (5 mbar). Then fill the chamber to above-atmospheric pressure with the complementary gas which is to be used in the preparation of the calibration gas mixture. Subsequently, connect the outlet from the mixing chamber to a set of instruments designed to measure air pollutants (e.g. analysers which monitor SO₂, NO_x, CO and hydrocarbons). These shall have sufficient detection sensitivity to determine whether significant concentrations of the relevant gaseous impurities exist in the complementary gas in the mixing chamber at this time. Allow the complementary gas in the mixing chamber to flow into these analysers, and observe the concentrations of any impurities detected.

Repeat this procedure, involving the evacuation of the mixing chamber followed by re-filling with complementary gas, several times or until all relevant gaseous impurities are below the concentrations required to prevent significant contamination of the calibration gas mixtures to be prepared in the chamber. In circumstances where this cannot be achieved, either clean the mixing chamber by other means so as to remove the contaminants, or make a suitable correction when calculating the concentration of the calibration component in the calibration gas mixture so as to allow for such impurities.

In circumstances where such an analysis of the impurities present in the complementary gas is the only one that is carried out, the detection limits of the analysers used shall represent the upper limits for the concentrations of the impurities which could be present in the calibration gas mixture. In these cases, the concentrations represented by these detection limits shall be taken into account in the determination of the expanded uncertainty of the prepared calibration gas mixture. In cases, however, where additional, more sensitive, analyses of impurities are carried out by other means, the results of these analyses shall instead be incorporated into the expanded uncertainty of the calibration gas mixture.

After the mixing chamber has been pre-conditioned using the above procedure, it is possible that it might not be used for a significant period. If this is the case, re-fill the mixing chamber with the selected complementary gas at a pressure that is higher than ambient, so as to minimize further contamination which may arise from ingress of gaseous pollutants from the ambient atmosphere.

Subsequently, carry out the following steps to prepare the calibration gas mixture.

6.3 Mengisi *chamber* pencampuran dengan gas pelengkap

Pertama-tama evakuasi *chamber* pencampuran, menggunakan pompa vakum (5.1.2), ke tekanan sisa sedemikian rupa sehingga kontaminasi oleh komponen gas sisa tidak akan berpengaruh signifikan terhadap keakuratan dan stabilitas campuran gas untuk kalibrasi akhir (biasanya sekitar 5×10^2 Pa). Kemudian isi *chamber* dengan gas pelengkap yang dipilih melalui saluran umpan (5.1.3) hingga sekitar $0,1 \times 10^5$ Pa (0,1 bar) di atas tekanan sekitar. Suhu gas pelengkap dalam *chamber* pencampuran setelah pengisian biasanya berada di atas suhu sekitar (karena kompresi adiabatik). Oleh karena itu, diaman gas agar suhunya seimbang dengan suhu *chamber* pencampuran dan suhu atmosfer sekitar.

CATATAN Perbedaan suhu sebesar 0,2 °C akan menimbulkan ketidakpastian pada fraksi volume akhir suatu komponen yang kurang dari 0,1% (relatif) nilai konsentrasi. Oleh karena itu, dalam praktiknya, cukup dipastikan bahwa suhu gas pelengkap dan suhu ruang berada dalam kisaran 0,2 °C satu sama lain.

Setelah suhu gas pelengkap dan suhu luar seimbang, bawa tekanan gas pelengkap di *chamber* pencampuran ke tekanan ruang dengan membuka katup penutup yang terhubung ke katup pelepas tekanan (5.1.7). Catat suhu dan tekanan gas dalam *chamber* pencampuran pada titik ini, untuk selanjutnya digunakan dalam penentuan konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi.

6.4 Penentuan volume komponen kalibrasi yang diperlukan

Volume komponen kalibrasi yang diperlukan untuk diinjeksikan ke dalam *chamber* pencampuran dihitung dari komposisi campuran gas akhir yang diperlukan, volume *chamber* pencampuran itu sendiri, dan nilai target tekanan gas akhir dalam *chamber* pencampuran. Apabila cairan akan diinjeksikan, penting untuk mengetahui, setidaknya kira-kira, densitas komponen kalibrasi dalam bentuk cairnya sehingga diperoleh konsentrasi yang diperlukan dalam bentuk gas ketika campuran gas untuk kalibrasi akhir dihasilkan.

Keakuratan volume internal jarum suntik diketahui, dan setiap kebocoran ke atmosfer melalui jarum atau melalui segel jarum suntik, akan memberikan kontribusi terhadap keakuratan campuran gas untuk kalibrasi secara keseluruhan. Contoh metode yang digunakan untuk menentukan secara eksperimental volume gas dalam jarum suntik, untuk mendemonstrasikan kekencangan jarum suntik, dan untuk mendemonstrasikan jumlah gas yang hilang melalui jarum diberikan pada Lampiran B.

Pilih jarum suntik dengan volume yang sesuai untuk menghasilkan campuran gas akhir dengan ketidakpastian yang diperlukan dalam konsentrasinya. Dalam kebanyakan kasus, diperlukan beberapa injeksi menggunakan jarum suntik yang dipilih. Ketidakpastian fraksi volume akhir komponen biasanya diminimalkan dengan menggunakan jarum suntik yang memberikan jumlah minimum injeksi komponen kalibrasi ke dalam *chamber* pencampuran. Namun, pilihan jarum suntik juga akan bergantung, dalam praktiknya, pada ketersediaan jarum suntik yang sesuai dengan ketidakpastian volume yang diperlukan. Catat jumlah injeksi yang diperlukan.

6.5 Mengisi jarum suntik dengan komponen kalibrasi

6.5.1 Komponen kalibrasi gas

Jika komponen kalibrasi gas digunakan, gunakan peralatan yang dijelaskan pada 5.3 untuk mengisi jarum suntik. Kemudian lanjutkan menggunakan prosedur berikut.

6.3 Filling the mixing chamber with the complementary gas

First evacuate the mixing chamber, using the vacuum pump (5.1.2), to a residual pressure such that contamination by components of the residual gas will have no significant effect on the accuracy and stability of the final calibration gas mixture (typically about 5×10^2 Pa). Then fill the chamber with the selected complementary gas through the feed line (5.1.3) to about $0,1 \times 10^5$ Pa (0,1 bar) above ambient pressure. The temperature of the complementary gas in the mixing chamber after filling will normally be above ambient temperature (due to adiabatic compression). Allow the gas to stand, therefore, so that it equilibrates to the temperature of the mixing chamber, and to that of the ambient atmosphere.

NOTE A temperature difference of 0,2 °C will introduce an uncertainty in the final volume fraction of a component of less than 0,1% (relative) of the value of the concentration. In practice, therefore, it is sufficient to ensure that the complementary gas temperature and the ambient temperature are within 0,2 °C of each other.

After the temperature of the complementary gas and the external temperature have equilibrated, bring the pressure of the complementary gas in the mixing chamber to ambient pressure by opening the shut-off valve connected to the pressure relief valve (5.1.7). Record both the temperature and the pressure of the gas in the mixing chamber at this point, for use subsequently in the determination of the concentration of the calibration gas mixture.

6.4 Determination of the calibration component volume required

The required volume of the calibration component which is to be injected into the mixing chamber is calculated from the required composition of the final gas mixture, the volume of the mixing chamber itself, and the target value of the final gas pressure in the mixing chamber. Where a liquid is to be injected, it is important to know, at least approximately, the density of the calibration component in its liquid form so as to obtain the required concentration in the gaseous state when the final calibration gas mixture is produced.

The accuracy to which the internal volume of the syringe is known, and any leakage to the atmosphere through the needle or through the seals of the syringe, will make a contribution to the overall accuracy of the calibration gas mixture. An example of a method used to determine experimentally the volume of gas in the syringe, to demonstrate the leaktightness of the syringe, and to demonstrate the amount of gas loss through the needle is given in Annex B.

Select a syringe of appropriate volume so as to provide a final gas mixture with the required uncertainty in its concentration. In most cases, multiple injections using the selected syringe will be necessary. The uncertainty in the final volume fraction of the component is usually minimized by using a syringe that gives the minimum number of injections of calibration component into the mixing chamber. However, the choice of syringe will also depend, in practice, on the availability of a suitable syringe with the required uncertainty in its volume. Record the number of injections that are required.

6.5 Filling the syringe with the calibration component

6.5.1 Gaseous calibration components

When gaseous calibration components are employed, use the apparatus described in 5.3 to fill the syringe. Then proceed using the following procedure.

Pertama-tama tutup katup penutup pada silinder komponen kalibrasi. Kemudian gunakan pompa vakum untuk mengevakuasi seluruh peralatan, termasuk reservoir, ke tekanan yang cukup rendah untuk memastikan bahwa gas yang tersisa di reservoir tidak mempunyai pengaruh yang signifikan terhadap konsentrasi atau stabilitas campuran gas akhir.

CATATAN Tekanan sisa sekitar 1×10^2 Pa (1 mbar) secara umum dianggap sesuai. Namun, dalam praktiknya, hal ini bergantung pada jenis campuran gas yang dibuat dan konsentrasi komponen kalibrasi. Oleh karena itu, disarankan agar pertimbangan diberikan pada tekanan gas sisa yang diperlukan ketika mengevaluasi ketidakpastian konsentrasi komponen kalibrasi dalam campuran gas.

Tutup katup penutup antara pompa vakum dan reservoir, lalu isi reservoir dengan komponen kalibrasi hingga tekanan sekitar $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar). Evakuasi kembali reservoir dan isi ulang dengan komponen kalibrasi. Ulangi proses pembersihan ini beberapa kali untuk memastikan tidak ada gas pengotor yang tertinggal pada komponen kalibrasi di dalam reservoir. Setelah pengisian terakhir, periksa tekanan gas di dalam reservoir untuk memastikan tersedia tekanan berlebih yang cukup untuk mengisi jarum suntik.

CATATAN Tindakan pencegahan yang tepat sebaiknya dilakukan untuk memastikan bahwa komponen kalibrasi, jika berbahaya, dibuang dengan aman ketika dikeluarkan dari peralatan.

Masukkan jarum suntik berskala kosong yang dipilih melalui septum reservoir (5.3.4) ke dalam reservoir. Kemudian naikkan dan turunkan penghisap jarum suntik beberapa kali untuk membilas jarum suntik dengan komponen kalibrasi dan memastikan tidak ada kontaminasi signifikan yang tersisa.

Isi jarum suntik hingga penuh dengan menarik penghisap hingga penuh. Kemudian lepaskan jarum suntik dari septum dan tekan penghisapnya sehingga jarum suntik berisi volume target (lakukan tindakan pencegahan yang sesuai, jika memungkinkan, untuk menghindari pelepasan komponen kalibrasi yang berbahaya ke atmosfer).

6.5.2 Komponen kalibrasi cairan

Prosedur untuk mengisi jarum suntik berskala yang dipilih dengan cairan, pada prinsipnya, lebih mudah dibandingkan dengan komponen kalibrasi gas. Namun, alat tersebut harus dirancang sedemikian rupa untuk memastikan bahwa tidak ada sejumlah besar kontaminan, termasuk udara, yang masuk ke dalam jarum suntik selama pengisian.

6.6 Pemasukan komponen kalibrasi ke dalam *chamber* pencampuran

Masukkan jarum suntik melalui septum (5.1.5) *chamber* pencampuran gas secepat mungkin setelah volume gas dalam jarum suntik telah mencapai nilai target tetapi berikan waktu yang cukup agar tekanan awal di atas tekanan ruang dalam jarum suntik menurun hingga tekanan atmosfer. Jika memungkinkan, tentukan secara eksperimental, untuk setiap jarum suntik yang digunakan, waktu yang diperlukan untuk mengeluarkan jarum suntik dari septum alat pengisi dan menginjeksikan gas ke dalam *chamber* pencampuran.

Tekan penghisap jarum suntik secara perlahan, sehingga menginjeksikan komponen kalibrasi ke dalam *chamber* pencampuran, sekaligus menarik jarum dari septum.

Lakukan sejumlah injeksi berulang yang diperlukan (sebagaimana ditentukan dalam 6.4) untuk menghasilkan konsentrasi gas untuk kalibrasi yang diperlukan, dengan menggunakan prosedur di atas untuk mengisi jarum suntik dan menginjeksikan isinya ke dalam *chamber* pencampuran.

First close the shut-off valve on the cylinder of calibration component. Then use the vacuum pump to evacuate the whole apparatus, including the reservoir, to a sufficiently low pressure to ensure that any gas left in the reservoir does not have a significant effect on the concentration or stability of the final gas mixture.

NOTE A residual pressure of about 1×10^2 Pa (1 mbar) has generally been found to be suitable. However, this will depend, in practice, on the type of gas mixture being prepared and the concentration of the calibration component. It is recommended, therefore, that consideration be given to the residual gas pressure required when evaluating the uncertainty in the concentration of the calibration component in the gas mixture.

Close the shut-off valve between the vacuum pump and reservoir, and fill the reservoir with the calibration component up to a pressure of about $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar). Re-evacuate the reservoir and then refill it with calibration component. Repeat this purging process a sufficient number of times so as to ensure that no gaseous impurities are left with the calibration component in the reservoir. After the final filling, check the gas pressure in the reservoir to ensure that sufficient over-pressure is available to fill the syringe.

NOTE Appropriate precautions should be taken to ensure that the calibration component, if hazardous, is vented safely when it is discharged from the apparatus.

Insert the needle of the selected empty metering syringe through the reservoir septum (5.3.4) into the reservoir. Then raise and lower the plunger of the syringe a sufficient number of times to flush the syringe with the calibration component and ensure that no significant contamination remains.

Fill the syringe completely by withdrawing the plunger to its full extent. Then remove the syringe needle from the septum and depress the plunger so that the syringe contains the target volume (taking suitable precautions, where applicable, to avoid any hazardous discharge of the calibration component into the atmosphere).

6.5.2 Liquid calibration components

The procedure for filling the selected metering syringe with liquids is, in principle, more straightforward than that for gaseous calibration components. However, it shall be designed so as to ensure that no significant amounts of contaminants, including air, are drawn into the syringe during filling.

6.6 Introduction of the calibration component into the mixing chamber

Introduce the needle of the syringe through the septum (5.1.5) of the gas-mixing chamber as quickly as possible after the volume of gas in the syringe has been brought to the target value but allowing sufficient time for the initially above-ambient pressure in the syringe to decay to atmospheric pressure. Where possible, determine experimentally, for each syringe used, the time taken to extract the syringe needle from the septum of the filling apparatus and inject the gas into the mixing chamber.

Depress the plunger of the syringe slowly, thereby injecting the calibration component into the mixing chamber, at the same time withdrawing the needle from the septum.

Carry out the number of repeat injections necessary (as determined in 6.4) to produce the required calibration gas concentration, using the above procedure for filling the syringe and injecting its contents into the mixing chamber.

Homogenkan campuran gas dalam *chamber* pencampuran menggunakan alat pencampuran gas (5.1.6). Waktu yang diperlukan untuk mencapai homogenitas yang diperlukan akan bergantung pada ukuran dan bentuk *chamber* pencampuran serta kinerja alat pencampuran, dan hal ini harus diselidiki secara eksperimental untuk peralatan khusus yang digunakan.

Apabila lebih dari satu komponen kalibrasi akan ditambahkan, ulangi prosedur pada 6.5 dan 6.6 untuk masing-masing komponen kalibrasi tambahan.

6.7 Pemasukan gas pelengkap tambahan

Tingkatkan tekanan dengan memasukkan gas pelengkap tambahan (sampai tekanan kerja aman peralatan) sehingga memungkinkan tersedianya gas yang cukup untuk kalibrasi instrumen (yang umumnya dilakukan menggunakan campuran gas kalibrasi pada tekanan atmosfer).

CATATAN Ukuran *chamber* pencampuran, dikombinasikan dengan tekanan campuran gas di dalam *chamber* (lebih tepatnya, tekanan berlebih di atas atmosfer), menentukan volume gas yang dapat digunakan untuk kalibrasi pada tekanan ruang.

Setelah gas pelengkap tambahan ini dimasukkan, campur kembali gas dalam *chamber* pencampuran menggunakan alat pencampuran gas untuk jangka waktu yang sesuai sehingga homogenitas yang diperlukan tercapai.

Biarkan campuran kembali setimbang dengan suhu sekitar (lihat Catatan 6.3). Catat tekanan akhir dan suhu campuran gas seperti yang ditunjukkan oleh pengukur di *chamber* pencampuran (lihat 5.1.4), untuk selanjutnya digunakan dalam penentuan konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi.

7 Perhitungan fraksi volume komponen kalibrasi dalam campuran gas

7.1 Komponen kalibrasi gas

Fraksi volume komponen kalibrasi x_g dalam campuran gas untuk kalibrasi biner dihitung dari persamaan berikut:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 \times V(x_g)}{p_2 \times V_{cg} + p_1 \times V(x_g)} \quad (1)$$

Dimana

$\varphi(x)$ adalah fraksi volume komponen x dalam campuran gas untuk kalibrasi bila digunakan untuk kalibrasi alat analisis gas;

V_{cg} adalah volume gas pelengkap dalam *chamber* pencampuran;

$V(x_g)$ adalah volume komponen gas x_g di dalam jarum suntik, yang mengacu pada suhu yang sama dengan suhu *chamber* pencampuran;

p_1 adalah tekanan campuran gas dalam *chamber* pencampuran sebelum injeksi akhir gas pelengkap;

p_2 adalah tekanan campuran gas dalam *chamber* pencampuran setelah injeksi akhir gas pelengkap.

Kedua volume $V(x_g)$ maupun V_{cg} harus mengacu pada suhu sekitar yang sama [dalam praktiknya, suhu akan sama jika komponen kalibrasi gas (atau cairan) diinjeksikan dari jarum suntik yang suhunya sama dengan suhu alat kalibrasi *chamber* pencampuran gas].

Homogenize the gas mixture in the mixing chamber using the gas-mixing device (5.1.6). The time necessary to achieve the required homogeneity will depend both on the size and shape of the mixing chamber and on the performance of the mixing device, and this shall be investigated experimentally for the specific apparatus being used.

Where more than one calibration component is to be added, repeat the procedures in 6.5 and 6.6 for each of the additional calibration components.

6.7 Introduction of additional complementary gas

Increase the pressure by introducing additional complementary gas (up to the safe working pressure of the apparatus) so as to enable sufficient gas to be made available for instrumental calibrations (which are generally carried out using the calibration gas mixture at atmospheric pressure).

NOTE The size of the mixing chamber, combined with the pressure of the gas mixture in the chamber (more precisely, the excess pressure above atmospheric), defines the volume of gas which can be used for calibrations at ambient pressure.

Following introduction of this additional complementary gas, re-mix the gas in the mixing chamber using the gas-mixing device for a suitable length of time so that the required homogeneity is achieved.

Allow the mixture to re-equilibrate to ambient temperature (see Note to 6.3). Record the final pressure and temperature of the gas mixture as indicated by the gauges in the mixing chamber (see 5.1.4), for subsequent use in the determination of the concentration of the calibration gas mixture.

7 Calculation of the volume fraction of the calibration component in the gas mixture

7.1 Gaseous calibration components

The volume fraction of a calibration component x_g in a binary calibration gas mixture is calculated from the following equation:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 \times V(x_g)}{p_2 \times V_{cg} + p_1 \times V(x_g)} \quad (1)$$

where

$\varphi(x)$ is the volume fraction of component x in the calibration gas mixture when it is used for the calibration of a gas analyser;

V_{cg} is the volume of the complementary gas in the mixing chamber;

$V(x_g)$ is the volume of the gaseous component x_g in the syringe, referred to the same temperature as that of the mixing chamber;

p_1 is the pressure of the gas mixture in the mixing chamber before the final injection of complementary gas;

p_2 is the pressure of the gas mixture in the mixing chamber following the final injection of complementary gas.

Both volumes $V(x_g)$ and V_{cg} shall be referred to the same ambient temperature [in practice, the temperature will be the same if the gas (or liquid) calibration component is injected from a syringe which is at the same temperature as that of the gas-mixing chamber].

Perkiraan yang baik dan penyederhanaan persamaan (1) dapat diperoleh jika volume $V(x_g)$ jauh lebih kecil dari V_{cg} bila ditentukan pada suhu dan tekanan yang sama. Dalam hal ini, diperoleh persamaan berikut:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \quad (2)$$

7.2 Komponen kalibrasi cairan

Dengan cara yang sama seperti yang dibahas pada 7.1, fraksi volume, dalam campuran gas untuk kalibrasi, dari gas komponen kalibrasi yang diperoleh melalui penguapan komponen kalibrasi cair dalam *chamber* pencampur gas diberikan oleh:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 \times V(x_1)}{p_2 \times V_{cg} + p_1 \times V(x_1)} \quad (3)$$

dimana $V(x_1)$ adalah volume komponen kalibrasi x_1 setelah menguap membentuk gas, dinyatakan dalam satuan yang sama dengan V_1 (lihat di bawah);

Dalam hal ini, ketika komponen kalibrasi diinjeksikan ke dalam *chamber* pencampuran dalam fase cair menggunakan jarum suntik, diikuti dengan penguapan, volume komponen kalibrasi yang sesuai dalam *chamber* pencampuran dapat dihitung sebagai berikut:

$$V(x_1) = \frac{V_1 \times \rho \times V_M}{M} \quad (4)$$

dimana

- V_1 adalah volume komponen kalibrasi x dalam bentuk cair;
- ρ adalah densitas massa komponen kalibrasi dalam bentuk cair pada suhu penggunaan;
- M adalah massa molar komponen kalibrasi;
- V_M adalah volume molar cairan yang diuapkan, mengacu pada suhu dan tekanan *chamber* pencampuran pada saat injeksi cairan, dengan asumsi perilaku gas ideal.

CATATAN Dalam persamaan (3) dan (4), diasumsikan bahwa hukum idealitas berlaku ketika volume diubah dari cair ke gas. Namun, jika diperlukan, kompresibilitas komponen cair sebaiknya digunakan dalam perhitungan ini, dimana hal ini dapat diperoleh dari literatur ilmiah yang sesuai.

Selain itu, dengan pendekatan serupa yang digunakan untuk menurunkan persamaan (2), untuk gas kalibrasi biner yang dihasilkan melalui injeksi cairan dalam situasi di mana $V(x_1)$ jauh lebih kecil daripada V_{cg} , fraksi volume akhir $\varphi(x)$ dari komponen kalibrasi diberikan oleh:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 V(x_1)}{p_2 V_{cg}} \quad (5)$$

A good approximation to, and simplification of, equation (1) can be derived if the volume $V(x_g)$ is much less than V_{cg} when determined at the same temperature and pressure. In this case, the following equation results:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \quad (2)$$

7.2 Liquid calibration components

In the same way as discussed in 7.1, the volume fraction, in a calibration gas mixture, of the calibration component gas obtained by evaporation of a liquid calibration component in the gas-mixing chamber is given by:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 \times V(x_1)}{p_2 \times V_{cg} + p_1 \times V(x_1)} \quad (3)$$

where $V(x_1)$ is the volume of calibration component x_1 after it has evaporated to form a gas, expressed in the same units as V_1 (see below);

In this case, where a calibration component is injected into the mixing chamber in the liquid phase using a syringe, followed by evaporation, the corresponding volume of the calibration component in the mixing chamber can be calculated as follows:

$$V(x_1) = \frac{V_1 \times \rho \times V_M}{M} \quad (4)$$

where

- V_1 is the volume of calibration component x in liquid form;
- ρ is the density of the calibration component in liquid form at the temperature of use;
- M is the molar mass of the calibration component;
- V_M is the molar volume of the evaporated liquid, referred to the temperature and pressure of the mixing chamber at the time of injection of the liquid, assuming ideal-gas behaviour.

NOTE In equations (3) and (4), it has been assumed that the ideality law holds when converting from liquid to gas volumes. However, where appropriate, the compressibility of the liquid component should preferably be used instead in this calculation, where this can be derived from appropriate scientific literature.

In addition, by a similar approximation to that used to derive equation (2), for a binary calibration gas produced by liquid injection in the situation where $V(x_1)$ is much less than V_{cg} , the final volume fraction $\varphi(x)$ of the calibration component is given by:

$$\varphi(x) = \frac{p_1 V(x_1)}{p_2 V_{cg}} \quad (5)$$

dimana

$V(x_1)$ dan V_{cg}	sebagaimana didefinisikan di atas;
p_1	adalah tekanan campuran gas dalam <i>chamber</i> pencampuran sebelum injeksi akhir gas pelengkap;
p_2	adalah tekanan campuran gas dalam <i>chamber</i> pencampuran setelah injeksi akhir gas pelengkap.

8 Penentuan ketidakpastian konsentrasi komponen kalibrasi dalam campuran gas

8.1 Ketidakpastian yang diperluas

Ketidakpastian yang diperluas dalam konsentrasi (fraksi volume) komponen kalibrasi dalam campuran gas untuk kalibrasi biner harus ditentukan, jika memungkinkan, melalui evaluasi eksperimental terhadap ketidakpastian pengukuran individual yang terkait dengan semua variabel pengaruh. Ketidakpastian individu ini kemudian digabungkan dengan cara penjumlahan akar kuadrat untuk menghasilkan ketidakpastian pengukuran keseluruhan konsentrasi dalam campuran gas untuk kalibrasi. Ini dibahas di bawah.

8.2 Variabel pengaruh yang berkaitan dengan peralatan tertentu dan prosedur persiapan yang digunakan

8.2.1 Ketidakpastian volume komponen kalibrasi, $V(x_g)$ atau $V(x_1)$, yang disuntikkan ke dalam *chamber* pencampuran

Volume pasti komponen kalibrasi yang diinjeksikan dari jarum suntik berskala ke dalam *chamber* pencampuran dipengaruhi oleh sejumlah faktor, antara lain sebagai berikut:

a) Volume internal jarum suntik, yang disesuaikan dengan suhu sekitar saat digunakan, pada awalnya ditentukan oleh produsen jarum suntik, namun disarankan agar pengguna juga memeriksanya secara eksperimental.

CATATAN Praktis untuk mendapatkan jarum suntik dengan volume internal yang telah disertifikasi lebih baik dari $\pm 0,5\%$ (relatif) dari pemasok komersial.

b) Difusi gas dari komponen kalibrasi dapat terjadi melalui jarum suntik ke atmosfer. Jelasnya, pentingnya faktor ini akan tergantung, setidaknya sebagian, pada waktu antara ekstraksi jarum suntik dari septum reservoir pengisian dan waktu ketika gas diinjeksikan ke dalam *chamber* pencampuran. Hal ini harus ditentukan secara eksperimental, jika memungkinkan, untuk setiap jarum suntik yang digunakan. Namun, percobaan yang dilakukan dengan jarum suntik tertentu yang digunakan dalam praktik menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan dalam volume komponen kalibrasi yang disuntikkan ketika waktu antara ekstraksi jarum suntik dari septum reservoir pengisian dan injeksi gas ke dalam *chamber* pencampuran divariasikan dari 5 s hingga 30 s.

c) Gas dapat berdifusi ke atmosfer melalui segel jarum suntik (namun hal ini kemungkinan tidak signifikan, asalkan jarum suntik yang digunakan cukup kedap bocor, sebagaimana ditentukan dalam 6.4).

Ketidakpastian yang diakibatkan oleh semua sumber ini harus dimasukkan dalam ketidakpastian konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi. Lampiran B memberikan contoh spesifik penentuan volume internal jarum suntik berskala.

where

$V(x_1)$ and V_{cg} are as defined above;

p_1 is the pressure of the gas mixture in the mixing chamber before the final injection of complementary gas;

p_2 is the pressure of the gas mixture in the mixing chamber following the final injection of complementary gas.

8 Determination of the uncertainty in the concentration of the calibration component in the gas mixture

8.1 Expanded uncertainty

The expanded uncertainty in the concentration (volume fraction) of the calibration component in a binary calibration gas mixture shall be determined, where practical, by experimental evaluation of the individual measurement uncertainties associated with *all* the influence variables. These individual uncertainties are then combined in a square-root sum-of-squares manner to produce the overall measurement uncertainty of the concentration in the calibration gas mixture. This is discussed below.

8.2 Influence variables related to the particular apparatus and preparation procedure used

8.2.1 Uncertainty in the volume of the calibration component, $V(x_g)$ or $V(x_1)$, injected into the mixing chamber

The exact volume of calibration component injected from the metering syringe into the mixing chamber is influenced by a number of factors, including the following:

- a) The internal volume of the syringe, corrected for the ambient temperature at which it is used, is initially defined by the syringe manufacturer, but it is recommended that the user also check it experimentally.

NOTE It is practical to obtain syringes with internal volumes which have been certified to better than $\pm 0,5\%$ (relative) from commercial suppliers.

- b) Gaseous diffusion of the calibration component may take place through the needle of the syringe into the atmosphere. Clearly, the importance of this factor will depend, at least partially, on the time between extraction of the syringe needle from the septum of the filling reservoir and the time when the gas is injected into the mixing chamber.

This shall be determined experimentally, where possible, for each of the syringes used. However, experiments made with certain syringes used in practice have shown that there is no significant difference in the calibration component volume injected when the time between extraction of the syringe needle from the filling-reservoir septum and injection of the gas into the mixing chamber is varied from 5 s to 30 s.

- c) Gas may diffuse into the atmosphere through the seals of the syringe (this is unlikely to be significant, however, provided a sufficiently leaktight syringe is used, as specified in 6.4).

The uncertainties that result from all these sources shall be included in the uncertainty in the concentration of the calibration gas mixture. Annex B gives a specific example of the determination of the internal volume of a metering syringe.

8.2.2 Ketidakpastian volume gas pelengkap, V_{CG} , yang timbul dari ketidakpastian volume internal *chamber* pencampuran gas

Setiap pengukuran volume yang digunakan untuk menentukan volume total *chamber* pencampur gas (dijelaskan pada 6.1) akan memiliki ketidakpastian pengukuran. Ini harus digabungkan, menggunakan prosedur jumlah kuadrat akar kuadrat standar untuk mendapatkan ketidakpastian pengukuran keseluruhan yang dianggap berasal dari volume internal sebenarnya yang diukur dari *chamber* pencampuran gas.

Perlu juga dicatat (lihat 6.1) bahwa setiap pengukuran volume yang membentuk total mungkin dilakukan pada suhu sekitar yang berbeda. Oleh karena itu, koreksi mungkin harus dilakukan untuk mengubah volume ini menjadi suhu sekitar umum, di mana koreksi tersebut signifikan. Prosedur ini akan menghasilkan volume *chamber* pencampuran pada suhu sekitar tertentu. Namun, *chamber* pencampuran akan digunakan pada suhu sekitar, dan oleh karena itu, koreksi harus diterapkan sedemikian rupa sehingga dapat menentukan volume *chamber* pencampuran gas pada suhu sekitar yang sebenarnya digunakan. Dalam hal ini, setiap ketidakpastian signifikan yang timbul dari koreksi yang diterapkan harus dimasukkan dalam ketidakpastian pengukuran keseluruhan konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi.

8.2.3 Ketidakpastian dalam pengukuran dua tekanan p_1 dan p_2

Kedua pengukuran tekanan ini berkontribusi langsung terhadap fraksi volume akhir komponen [lihat persamaan (5)], dan oleh karena itu ketidakpastian dalam pengukuran tekanan ini harus diperhitungkan.

8.2.4 Ketidakpastian dalam pengukuran tekanan dan suhu sekitar yang mengacu pada volume $V(x)$, dan V_{CG}

Ini adalah item yang, jika signifikan, harus dimasukkan dalam ketidakpastian yang diperluas, karena koreksi dilakukan untuk menyesuaikan dari kondisi kerja p and T di wadah ke kondisi sekitar [lihat paragraf berikut persamaan (1)].

8.2.5 Ketidakpastian akibat pengotor gas dalam komponen kalibrasi dan pengotor utama dalam gas pelengkap

Semua gas mengandung pengotor, dan hal ini dapat mempengaruhi fraksi volume yang tepat dari komponen kalibrasi dalam campuran gas bila dibuat dengan metode volumetrik statis atau dengan metode alternatif apa pun [misalnya dengan metode volumetrik statis atau metode alternatif lainnya. pembuatan gravimetri (ISO 6142)^[3] dan pembuatan volumetrik dinamis (berbagai bagian ISO 6145^[4])]. Oleh karena itu, terdapat persyaratan untuk pengotor dalam komponen kalibrasi dan gas pelengkap untuk dianalisis, atau keakuratan dan/atau stabilitas campuran gas yang dibuat dapat menurun.

Pengaruh pengotor dalam gas komponen kalibrasi terhadap keakuratan campuran gas umumnya berbeda dengan pengotor dalam gas pelengkap, seperti dibahas di bawah ini:

a) Komponen kalibrasi dalam kalibrasi yang digunakan untuk menentukan $\varphi(x)$ (lihat Pasal 7) diasumsikan hanya terdiri dari spesi gas yang dipilih. Oleh karena itu, setiap pengotor gas dalam komponen ini akan menghasilkan campuran gas dengan konsentrasi komponen kalibrasi spesifik yang secara sistematis lebih rendah daripada yang dihitung menggunakan metode Pasal 7.

Jika tidak dilakukan koreksi terhadap pengotor yang ada, konsentrasi komponen kalibrasi yang dihitung akan mengalami kesalahan hingga beberapa persen (relatif).

8.2.2 Uncertainty in the volume of the complementary gas, V_{CG} , which arises from the uncertainty in the internal volume of the gas-mixing chamber

Each of the volume measurements used to determine the total volume of the gas-mixing chamber (described in 6.1) will be subject to a measurement uncertainty. These shall be combined, using the standard square-root sum-of-squares procedure to obtain the overall measurement uncertainty ascribed to the actual measured internal volume of the gas-mixing chamber.

It should also be noted (see 6.1) that each of the measurements of the volumes that make up the total may have been carried out at different ambient temperatures. Corrections may, therefore, have to be made to these in order to convert these volumes to a common ambient temperature, where such corrections are significant. This procedure will yield the volume of the mixing chamber at a specific ambient temperature. The mixing chamber will, however, be used at other ambient temperatures, and a correction shall, therefore, then be applied so as to define the volume of the gas-mixing chamber at the ambient temperature actually used. In these cases, any significant uncertainties arising from the corrections applied shall be included in the overall measurement uncertainty of the concentration of the calibration gas mixture.

8.2.3 Uncertainties in the measurement of the two pressures p_1 and p_2

These two pressure measurements contribute directly to the final volume fraction of the component [see equation (5)], and therefore the uncertainties in the measurements of these pressures shall be taken into account.

8.2.4 Uncertainties in the measurements of the ambient pressure and temperature to which both volumes $V(x)$ and V_{CG} are referred

This is an item which, if significant, must be included somehow in the expanded uncertainty, since corrections are made to adjust from the working conditions of p and T in the vessel to the ambient conditions [see paragraph following equation (1)].

8.2.5 Uncertainties due to gaseous impurities in the calibration component and key impurities in the complementary gas

All gases contain impurities, and these may affect the exact volume fraction of the calibration component in the gas mixture when prepared by the static volumetric method or by any alternative method [e.g. gravimetric preparation (ISO 6142)^[3] and dynamic volumetric preparation (the various parts of ISO 6145)^[4]]. There is, therefore, a requirement for impurities in the calibration component and the complementary gas to be analysed, or the accuracy and/or stability of the prepared gas mixture may be degraded.

The effects of impurities in the calibration component gases on the accuracy of the gas mixture are generally different from those of impurities in the complementary gas, as discussed below:

a) The calibration components in the calibrations which are used to determine $\phi(x)$ (see Clause 7) are assumed to comprise only the gaseous species selected. Therefore, any gaseous impurities in these components will give a gas mixture with a concentration of the specific calibration component which is systematically lower than that calculated using the method of Clause 7.

If no correction is made for the impurities present, the calculated concentrations of the calibration components will be in error by up to several percent (relative).

Oleh karena itu, kemungkinan pengotor dalam komponen kalibrasi harus dianalisis, dan koreksi yang sesuai harus dilakukan, jika pengotor ini berada pada konsentrasi yang signifikan.

b) Pengotor dalam gas pelengkap memengaruhi konsentrasi campuran gas yang dibuat dengan cara yang berbeda. Misalnya:

- Jika komponen kalibrasi mengandung pengotor dalam gas pelengkap, maka konsentrasi masing-masing komponen dalam campuran gas akan lebih tinggi dari yang dihitung seperti pada Pasal 7. Dalam hal ini, konsentrasi masing-masing komponen kalibrasi dalam gas pelengkap harus ditentukan dengan sensitivitas yang cukup sehingga tidak memberikan kontribusi yang signifikan terhadap ketidakpastian yang diperluas, atau konsentrasi setiap komponen kalibrasi harus terbukti berada di bawah batas deteksi pengukuran. Dalam kasus terakhir ini, batas deteksi harus dimasukkan sebagai kontribusi terhadap perluasan ketidakpastian dalam fraksi volume komponen tertentu dalam gas pelengkap.
- Alternatifnya, jika gas pelengkap mengandung pengotor yang akan bereaksi dengan komponen kalibrasi, hal ini akan berdampak buruk pada keakuratan atau stabilitas campuran gas akhir. Oleh karena itu, pengotor ini harus dianalisis dengan sensitivitas pendeteksian yang cukup untuk menunjukkan bahwa pengotor tersebut tidak terdapat dalam konsentrasi yang signifikan dalam gas pelengkap, atau kelonggaran untuk setiap ketidakstabilan yang terjadi harus diperhitungkan saat menghitung ketidakpastian yang diperluas dalam fraksi volume kalibrasi komponen. Contoh spesifik dari penentuan ketidakpastian yang diperluas termasuk ketidakpastian komponen ini diberikan dalam Lampiran C.

8.2.6 Ketidakpastian yang timbul dari tingkat stabilitas campuran gas untuk kalibrasi antara pembuatan dan penggunaan

Hal ini bergantung pada:

- spesi yang dipilih sebagai komponen kalibrasi, dan reaktivitasnya dengan dinding bagian dalam dan komponen lain dari *chamber* pencampuran (ini dapat juga merupakan fungsi dari konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi);
- reaksi antara sedikit pengotor dalam gas pelengkap atau komponen kalibrasi (misalnya untuk campuran oksida nitrat dalam nitrogen, konsentrasi oksigen yang sangat kecil dalam nitrogen akan mempengaruhi stabilitas campuran dan ini akan bergantung pada konsentrasi oksida nitrat dalam campuran gas).

Oleh karena itu, pengujian harus dilakukan, jika memungkinkan, untuk menentukan stabilitas, sebagai fungsi terhadap waktu, campuran gas yang dibuat dengan menggunakan komponen tertentu dan peralatan tertentu. Contoh spesifik dari pengujian tersebut diberikan pada Lampiran D.

8.2.7 Ketidakpastian yang timbul akibat kompresibilitas komponen campuran gas

Komponen *budget* ketidakpastian ini muncul karena campuran gas akan digunakan untuk tujuan kalibrasi pada tekanan yang berbeda dari tekanan yang disiapkan. Namun, karena tekanan-tekanan ini hanya akan sedikit berbeda satu sama lain dalam praktiknya, dan karena komponen kalibrasi umumnya berada pada konsentrasi rendah, kesalahan yang timbul dalam konsentrasi volume campuran gas sebagai akibat dari penggunaan faktor kompresibilitas yang salah tidak mungkin terjadi menimbulkan kesalahan yang signifikan dalam konsentrasi komponen kalibrasi dalam campuran akhir.

The likely impurities in the calibration components shall therefore be analysed, and appropriate corrections made, if these impurities are at significant concentrations.

b) Impurities in the complementary gas affect the concentration of the prepared gas mixture in a different way. For example:

- If calibration components are contained as impurities in the complementary gas, then the concentration of each component in the gas mixture will be higher than that calculated as in Clause 7. In this case, either the concentration of each calibration component in the complementary gas shall be determined with sufficient sensitivity so that it makes no significant contribution to the expanded uncertainty, or the concentration of each calibration component shall be shown to be below the detection limit of the measurement. In this latter case, the detection limit shall be included as a contribution to the expanded uncertainty in the volume fraction of that particular component in the complementary gas.
- Alternatively, if the complementary gas contains impurities that will react with a calibration component, these will have a detrimental effect on the accuracy or stability of the final gas mixture. These impurities shall therefore be analysed with a detection sensitivity that is sufficient to demonstrate that they are not present in significant concentrations in the complementary gas, or an allowance for any instability occurring shall be made when calculating the expanded uncertainty in the volume fraction of the calibration component. A specific example of an expanded uncertainty determination including these component uncertainties is given in Annex C.

8.2.6 Uncertainty arising from the degree of stability of the calibration gas mixture between preparation and use

This will depend on:

- the species selected as the calibration component, and its reactivity with the inside walls and the other components of the mixing chamber (this may also be a function of the concentration of the calibration gas mixture);
- reactions between any trace impurities in the complementary gas or the calibration component (e.g. for mixtures of nitric oxide in nitrogen, trace concentrations of oxygen in the nitrogen will affect the stability of the mixture and this will be dependent on the concentration of nitric oxide in the gas mixture).

Tests shall, therefore, be carried out, where possible, to determine the stability, as a function of time, of the gas mixture prepared using specific components and a particular apparatus. A specific example of such a test is given in Annex D.

8.2.7 Uncertainty arising from the compressibility of the components of the gas mixture

This component of the uncertainty budget arises because the gas mixture will be used for calibration purposes at a pressure different from that at which it was prepared. However, since these pressures will be only slightly different from each other in practice, and since calibration components are generally at low concentrations, errors which arise in the volume concentration of the gas mixture as a result of the use of incorrect compressibility factors are unlikely to give rise to significant errors in the concentrations of the calibration components in the final mixture.

8.3 Perhitungan ketidakpastian yang diperluas pada fraksi volume suatu komponen

Semua kontribusi yang signifikan terhadap ketidakpastian konsentrasi campuran akhir harus digabungkan menggunakan prosedur jumlah kuadrat akar kuadrat untuk menghasilkan ketidakpastian pengukuran keseluruhan. Ketidakpastian yang diperluas ini umumnya kemudian dinyatakan pada tingkat kepercayaan 95%, dengan menggunakan faktor t statistik yang diturunkan dari jumlah derajat kebebasan yang sesuai yang berkontribusi terhadap ketidakpastian yang diperluas ini (untuk sejumlah besar derajat kebebasan, ini melibatkan perkalian 2).

Contoh cara menghitung ketidakpastian yang diperluas konsentrasi campuran gas yang dibuat diberikan dalam Lampiran C.

8.3 Calculation of the expanded uncertainty in the volume fraction of a component

All significant contributions to the uncertainty in the concentration of the final mixture shall be combined using a square-root sum-of-squares procedure to give the overall measurement uncertainty. This expanded uncertainty is generally then expressed at a level of confidence of 95%, using a statistical t-factor which shall be derived from the appropriate number of degrees of freedom that contribute to this expanded uncertainty (for a large number of degrees of freedom, this involves a multiplicand of 2).

An example of how to calculate the expanded uncertainty in the concentration of the prepared gas mixture is given in Annex C.

Lampiran A (informatif)

Contoh peralatan yang cocok untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi dengan metode volumetrik statis

A.1 Umum

Peralatan yang lengkap harus anti bocor. Setelah evakuasi hingga sekitar 5 Pa (5×10^{-2} mbar), laju kebocoran ke dalam peralatan harus kurang dari 10×10^2 Pa/h.

A.2 Peralatan pencampur

Garis besar skema ditunjukkan pada Gambar A.1.

A.2.1 Manometer, mampu mengukur tekanan antara $0,1 \times 10^5$ Pa and $2,0 \times 10^5$ Pa (0,1 bar dan 2,0 bar) hingga ketidakpastian $1,0 \times 10^2$ Pa (1,0 mbar)

A.2.2 Katup pelepas, mampu melepaskan tekanan sebesar $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar).

A.2.3 Katup penutup

A.2.4 Alat penyeimbang tekanan

CATATAN Botol cuci berisi air dianggap cocok.

A.2.5 Sensor suhu, ditempatkan di *chamber* pencampuran dan pada cangkang luar, mampu mengukur perbedaan suhu hingga ketidakpastian 0,2 °C.

A.2.6 Pompa vakum, mampu menghasilkan vakum sebesar 5 Pa (5×10^{-2} mbar).

A.2.7 Kipas, dengan integritas dan ukuran yang memadai sehingga gas tidak bocor dan terjaminnya pencampuran yang memadai.

A.3 Peralatan pengisi jarum suntik

A.3.1 Reservoir, kedap gas, dengan volume sekitar 100 ml, dengan bukaan dan sambungan seperti ditunjukkan pada Gambar A.2, mampu dioperasikan pada tekanan $1,4 \times 10^5$ Pa dan pada vakum $0,1 \times 10^2$ Pa, terbuat dari bahan yang tidak bereaksi dengan gas komponen kalibrasi.

A.3.2 Manometer, mampu mengukur tekanan antara $0,1 \times 10^5$ Pa dan $2,0 \times 10^5$ Pa dengan ketidakpastian $1,0 \times 10^2$ Pa.

A.3.3 Katup pelepas, mampu melepaskan tekanan sebesar $1,4 \times 10^5$ Pa dan dibuang ke area aman.

Annex A
(informative)

Example of an apparatus suitable for the preparation of calibration gas mixtures by the static volumetric method

A.1 General

The complete apparatus shall be leakproof. After evacuation to about 5 Pa (5×10^{-2} mbar), the leak rate into the apparatus shall be less than 10×10^2 Pa/h.

A.2 Mixing apparatus

A schematic outline is shown in Figure A.1.

A.2.1 Manometer, capable of measuring pressures between $0,1 \times 10^5$ Pa and $2,0 \times 10^5$ Pa (0,1 bar and 2,0 bar) to an uncertainty of $1,0 \times 10^2$ Pa (1,0 mbar).

A.2.2 Relief valve, capable of relieving pressure at $1,4 \times 10^5$ Pa (1,4 bar).

A.2.3 Shut-off valves.

A.2.4 Pressure-equalization device.

NOTE A wash bottle filled with water has been found suitable.

A.2.5 Temperature sensors, placed in the mixing chamber and on the outside shell, capable of measuring temperature differences to an uncertainty of 0,2 °C.

A.2.6 Vacuum pump, capable of generating a vacuum of 5 Pa (5×10^{-2} mbar).

A.2.7 Fan, of sufficient integrity and size so that gas does not leak and adequate mixing is ensured.

A.3 Syringe-filling apparatus

A.3.1 Reservoir, gastight, with a volume of about 100 ml, with openings and connections as shown in Figure A.2, capable of being operated under a pressure of $1,4 \times 10^5$ Pa and under a vacuum of $0,1 \times 10^2$ Pa, made of a material that does not react with the calibration component gas.

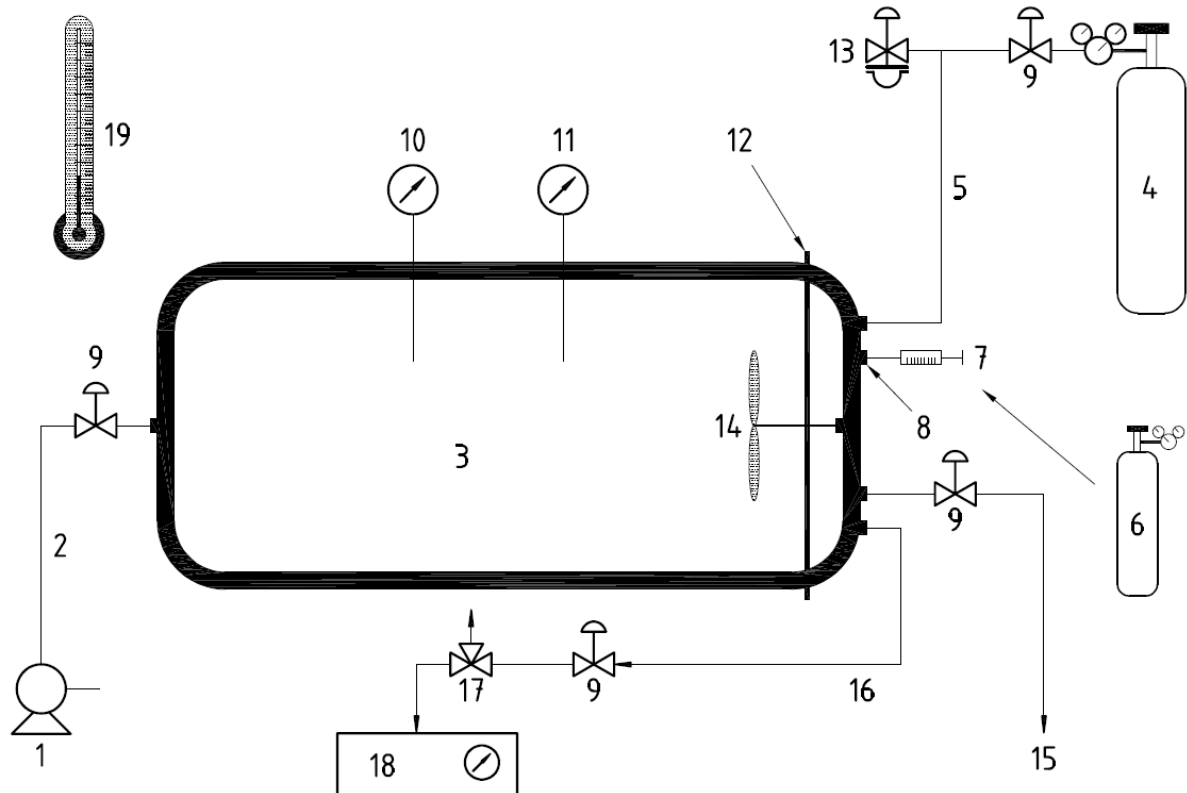
A.3.2 Manometer, capable of measuring pressure between $0,1 \times 10^5$ Pa and $2,0 \times 10^5$ Pa to an uncertainty of $1,0 \times 10^2$ Pa.

A.3.3 Relief valve, capable of relieving pressure at $1,4 \times 10^5$ Pa and vented to a safe area.

A.3.4 Katup penutup

A.3.5 Pompa vakum, mampu menghasilkan vakum sebesar 5 Pa.

A.3.6 Septum, terbuat dari misalnya karet silikon.



Keterangan

- 1 pompa vakum
- 2 jalur koneksi untuk pompa vakum
- 3 *chamber* pencampuran
- 4 gas pelengkap
- 5 jalur umpan untuk gas pelengkap
- 6 komponen kalibrasi
- 7 jarum suntik berskala
- 8 septum
- 9 katup penutup
- 10 pengukur tekanan

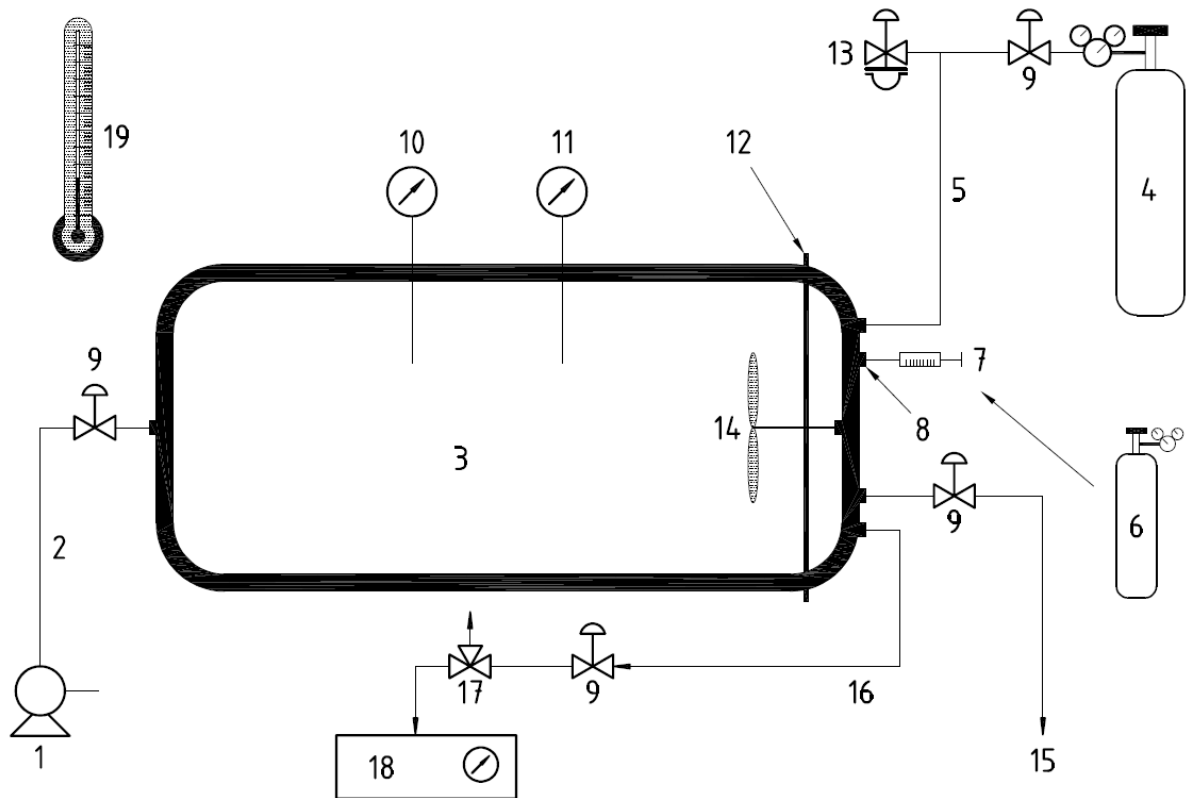
- 11 sensor suhu untuk *chamber* pencampuran
- 12 beberapa *flanges* yang permukaannya dipoles untuk sambungan ke bagian kaca standar (dengan koneksi sekrup)
- 13 katup pelepas
- 14 kipas yang digerakkan motor
- 15 ventilasi ke lokasi yang aman
- 16 jalur keluaran untuk campuran gas kalibrasi
- 17 alat penyeimbang tekanan
- 18 *analyser* referensi
- 19 sensor suhu untuk pengukuran suhu sekitar

Gambar A.1 — Diagram skematis peralatan pencampur untuk pembuatan campuran gas untuk kalibrasi dengan metode volumetrik statis

A.3.4 Shut-off valves.

A.3.5 Vacuum pump, capable of generating a vacuum of 5 Pa.

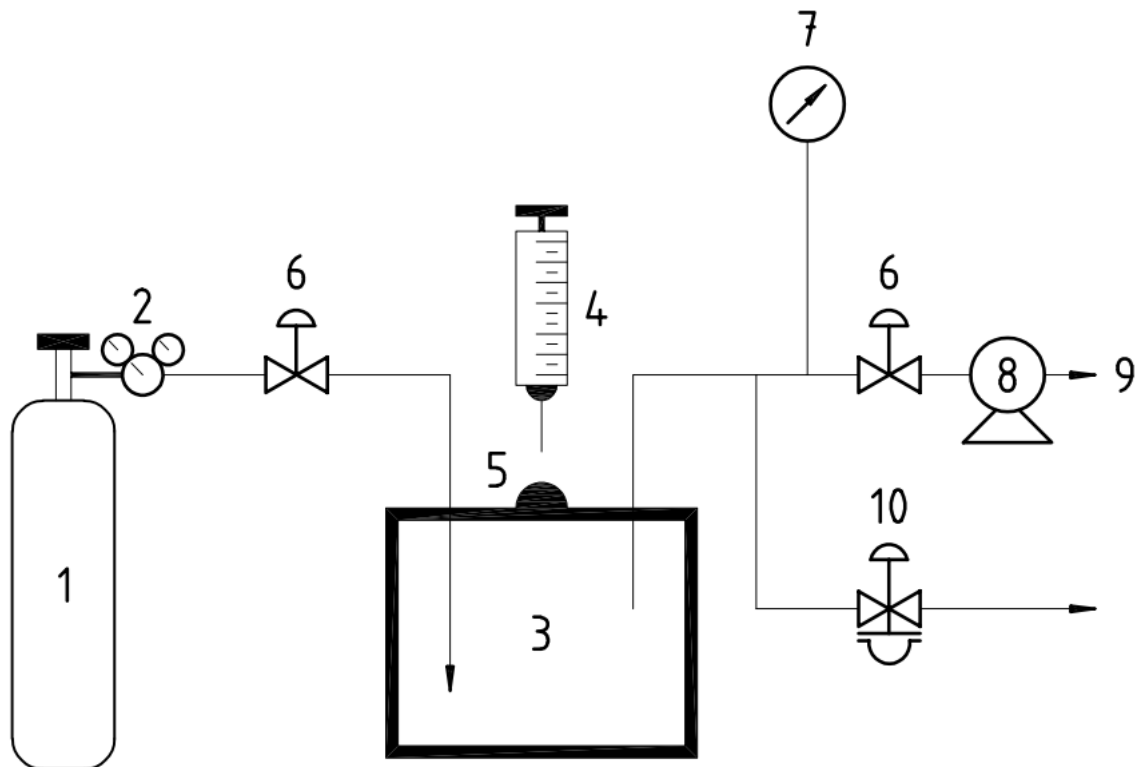
A.3.6 Septum, made of e.g. silicone rubber.



Key

- | | |
|-----------------------------------|---|
| 1 vacuum pump | 11 temperature sensor for mixing chamber |
| 2 connection line for vacuum pump | 12 plane-polished flanges for connection to standard glass parts (with screw connections) |
| 3 mixing chamber | 13 relief valve |
| 4 complementary gas | 14 motor-driven fan |
| 5 feed line for complementary gas | 15 vent to safe location |
| 6 calibration component | 16 outlet for calibration gas mixture |
| 7 metering syringe | 17 pressure-equalization device |
| 8 septum | 18 reference analyser |
| 9 shut-off valve | 19 temperature sensor for measurement of ambient temperature |
| 10 pressure gauge | |

Figure A.1 — Schematic diagram of a mixing apparatus for the preparation of calibration gas mixtures by the static volumetric method

**Keterangan**

1 komponen kalibrasi
 2 katup tekanan dua tahap
 3 reservoir
 4 jarum suntik berskala
 5 septum

6 katup penutup
 7 pengukur tekanan
 8 pompa vakum
 9 ventilasi ke lokasi yang aman
 10 katup pelepas

Gambar A.2 — Diagram skematis pengaturan pengisian jarum suntik dengan komponen kalibrasi gas

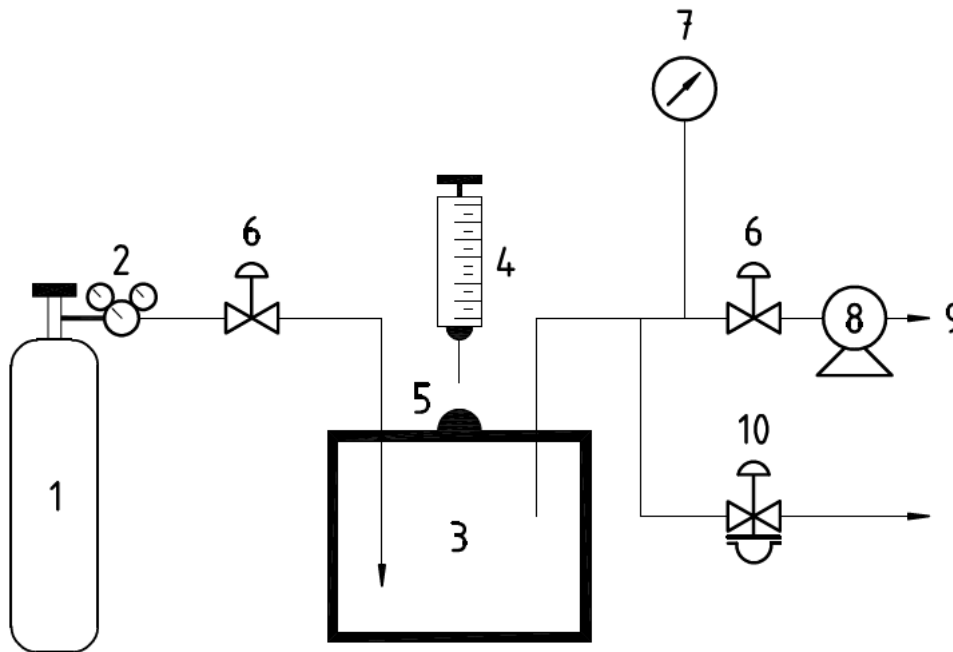
A.4 Jarum suntik

A.4.1 Jarum suntik berskala, kedap gas, dilengkapi jarum, dengan ketidakpastian relatif maksimum 1%. Jarum suntik 0,1 ml, 1,0 ml dan 10 ml, dengan bantalan PTFE sebagai segelnya, terbukti cocok.

A.5 Bahan kerja

A.5.1 Gas pelengkap, misal nitrogen atau udara sintetis, persyaratan kemurniannya tergantung pada tujuan yang dimaksudkan.

A.5.2 Komponen kalibrasi: gas murni, campuran gas atau cairan, tergantung pada tujuannya.



Key

- | | | | |
|---|--------------------------|----|-----------------------|
| 1 | calibration component | 6 | shut-off valve |
| 2 | two-stage pressure valve | 7 | pressure gauge |
| 3 | reservoir | 8 | vacuum pump |
| 4 | metering syringe | 9 | vent to safe location |
| 5 | septum | 10 | relief valve |

Figure A.2 — Schematic diagram of set-up for filling a syringe with a gaseous calibration component

A.4 Syringe

A.4.1 Metering syringe, gastight, with needle, with a maximum relative uncertainty of 1%. Syringes of 0,1 ml, 1,0 ml and 10 ml, with PTFE bushings as seals, have been found suitable.

A.5 Working materials

A.5.1 Complementary gas, e.g. nitrogen or synthetic air, the purity requirements depending on the intended purpose.

A.5.2 Calibration component: pure gas, gas mixture or liquid, depending on the intended purpose.

Lampiran B
(informatif)
Contoh penentuan volume jarum suntik berskala

B.1 Penentuan volume V jarum suntik

Volume beberapa jarum suntik NO dan SO₂ ditentukan dengan mengisi dengan air, menimbang pada timbangan bersensitivitas tinggi (Mettler AT201) dan menghitung volume dari massa cairan dalam jarum suntik (dengan asumsi densitas 0,998 g/cm³ pada 22 °C). Beberapa penentuan volume ulangan dilakukan dalam siklus berkelanjutan. Hasilnya ditunjukkan pada Tabel B.1.

Tabel B.1 — Volume jarum suntik

Jarum suntik NO 1 1×10^{-6}	Jarum suntik NO 2 1×10^{-6}	Jarum suntik NO 2 1×10^{-6}	Jarum suntik NO 3 1×10^{-6}	Jarum suntik NO 4 1×10^{-6}	Jarum suntik SO ₂ 1 1×10^{-6}	Jarum suntik SO ₂ 2 1×10^{-6}	Jarum suntik SO ₂ 3 1×10^{-6}
24,71	39,9	40,0	78,49	99,37	39,72	49,22	69,47
24,80	39,6	39,9	78,40	99,30	39,81	49,28	69,52
24,69	39,6	40,0	78,48	99,50	39,67	49,31	69,42
24,80	39,9	40,0	78,60	99,50	39,76	49,24	69,45
24,77	40,0	40,0	78,58	99,45	39,72	49,20	69,44
24,76	39,9	40,1	78,65	99,43	39,66	49,37	69,36
24,74	39,9	39,9	78,69	99,47	39,74	49,23	69,37
24,76	39,8	40,1	78,63	99,44	39,74	49,32	69,39
24,85	39,9	40,0	78,52	99,33	39,68	49,22	69,43
24,73	39,9	39,9	78,56	99,47	39,72	49,27	69,37
24,73	40,2	39,7	78,60	99,55	39,69	49,28	69,47
24,74	39,9	—	78,58	99,48	39,81	49,24	69,47
24,74	40,1	—	78,65	99,46	39,69	49,27	69,46
24,71	40,0	—	78,79	99,36	39,76	49,25	69,44
24,84	40,1	—	78,63	99,36	39,76	49,18	69,36
CATATAN	Data disediakan oleh Pusat Penelitian Gabungan Komisi Eropa, Ispra, Italia.						

Annex B
(informative)
Example of determination of the volume of metering syringes

B.1 Determination of volume V of syringe

The volumes of several NO and SO₂ syringes were determined by filling with water, weighing on a high-sensitivity balance (a Mettler AT201) and calculating the volume from the mass of liquid in the syringe (assuming a density of 0,998 g/cm³ at 22 °C). Several replicate volume determinations were carried out in a continuous cycle. The results are shown in Table B.1.

Table B.1 — Syringe volume

NO syringe 1 $l \times 10^{-6}$	NO syringe 2 $l \times 10^{-6}$	NO syringe 2 $l \times 10^{-6}$	NO syringe 3 $l \times 10^{-6}$	NO syringe 4 $l \times 10^{-6}$	SO ₂ syringe 1 $l \times 10^{-6}$	SO ₂ syringe 2 $l \times 10^{-6}$	SO ₂ syringe 3 $l \times 10^{-6}$
24,71	39,9	40,0	78,49	99,37	39,72	49,22	69,47
24,80	39,6	39,9	78,40	99,30	39,81	49,28	69,52
24,69	39,6	40,0	78,48	99,50	39,67	49,31	69,42
24,80	39,9	40,0	78,60	99,50	39,76	49,24	69,45
24,77	40,0	40,0	78,58	99,45	39,72	49,20	69,44
24,76	39,9	40,1	78,65	99,43	39,66	49,37	69,36
24,74	39,9	39,9	78,69	99,47	39,74	49,23	69,37
24,76	39,8	40,1	78,63	99,44	39,74	49,32	69,39
24,85	39,9	40,0	78,52	99,33	39,68	49,22	69,43
24,73	39,9	39,9	78,56	99,47	39,72	49,27	69,37
24,73	40,2	39,7	78,60	99,55	39,69	49,28	69,47
24,74	39,9	—	78,58	99,48	39,81	49,24	69,47
24,74	40,1	—	78,65	99,46	39,69	49,27	69,46
24,71	40,0	—	78,79	99,36	39,76	49,25	69,44
24,84	40,1	—	78,63	99,36	39,76	49,18	69,36

NOTE Data provided by European Commission's Joint Research Centre, Ispra, Italy.

B.2 Ketidakpastian dalam penentuan volume

Variasi volume yang diukur mencerminkan variasi dalam proses pengisian dan pengosongan serta kinerja timbangan. Simpangan baku estimasi V yang ditunjukkan pada Tabel B.1 adalah akar kuadrat dari u_{V1}^2 , yang juga diberikan pada Tabel B.2.

Timbangan juga mengalami penyimpangan linier + 0,02 mg (0,02 μ l) dari nilai benar dalam kisaran 0 g hingga 5 g. Dengan asumsi distribusi persegi panjang, estimasi terbaik dari ketidakpastian baku untuk V adalah akar kuadrat dari u_{V2}^2 juga diberikan pada Tabel B.2.

Tabel B.2 — Volume jarum suntik yang diukur

Jarum suntik	Volume rata-rata $l \times 10^{-6}$	u_{V1} $l \times 10^{-6}$	u_{V2} $l \times 10^{-6}$
Jarum suntik NO 1	24,71	$4,68 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik NO 2	39,86	$4,56 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik NO 3	78,43	$9,44 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik NO 4	99,23	$7,15 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik SO ₂ 1	39,65	$4,56 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik SO ₂ 2	49,16	$4,94 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
Jarum suntik SO ₂ 3	69,29	$4,86 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$

Ketidakpastian pada Tabel B.2 dimasukkan ke dalam ketidakpastian yang diperluas untuk metode volumetrik statis sebagaimana diuraikan dalam Lampiran C.

Tentu saja, ada perbedaan antara penginjeksian gas dengan jarum suntik dan penginjeksian cairan, namun perkiraan volumenya dapat dibuat dengan baik, asalkan tindakan pencegahan yang dijelaskan pada 6.5 diikuti.

B.2 Uncertainty in the volume determination

The variations in the measured volume reflect variations in the filling and emptying processes and in the performance of the balance. The standard deviations of the estimates for V shown in Table B.1 are the square roots of u_{v1}^2 , also given in Table B.2.

The balance was also subject to a linear deviation of + 0,02 mg (0,02 μ l) from the true value in the range 0 g to 5 g. Assuming a rectangular distribution, the best estimate of the standard uncertainty for V is the square root of u_{v2}^2 , also given in Table B.2.

Table B.2 — Measured volumes of syringes

Syringe	Average volume $l \times 10^{-6}$	u_{v1} $l \times 10^{-6}$	u_{v2} $l \times 10^{-6}$
NO syringe 1	24,71	$4,68 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
NO syringe 2	39,86	$4,56 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
NO syringe 3	78,43	$9,44 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
NO syringe 4	99,23	$7,15 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
SO ₂ syringe 1	39,65	$4,56 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
SO ₂ syringe 2	49,16	$4,94 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$
SO ₂ syringe 3	69,29	$4,86 \times 10^{-2}$	$1,15 \times 10^{-2}$

The uncertainties in Table B.2 were incorporated in an expanded uncertainty for the static volumetric method as outlined in Annex C.

Obviously, there are differences between injecting a gas with a syringe and injecting a liquid, but it is possible to make a good estimation of the volume, provided the precautions outlined in 6.5 are followed.

Lampiran C (informatif)

Contoh penentuan ketidakpastian konsentrasi campuran gas untuk kalibrasi yang dibuat dengan metode volumetrik statis

C.1 Prosedur

Sebuah jarum suntik yang diketahui volumenya $V(x_g)$ diisi dengan gas SO_2 murni pada tekanan atmosfer dan suhu ruang. Volume SO_2 ini diinjeksikan ke dalam wadah besar yang diketahui volumenya V_{cg} , diisi dengan udara bebas hidrokarbon pada tekanan atmosfer dan suhu ruang. Udara bebas hidrokarbon selanjutnya dimasukkan ke dalam wadah sampai diperoleh tekanan akhir yang diinginkan: biasanya sekitar $1,5 \times 10^5$ Pa (1.500 mbar) agar campuran dapat digunakan dengan mudah. Campuran siap digunakan bila sudah mencapai suhu ruang.

C.2 Persamaan model

$$\varphi(x) = \varphi(X) \times \frac{V(x_g)}{V_{cg} + V(x_g)} \times \frac{p_1}{p_2} \quad (\text{C.1})$$

Persamaan ini dapat disederhanakan dengan memperhitungkan bahwa $V_{cg} + V(x_g) \approx V_{cg}$, sehingga menghasilkan

$$\varphi(x) = \varphi(X) \times \frac{V(x_g)}{V_{cg}} \times \frac{p_1}{p_2} \quad (\text{C.2})$$

Menurut Panduan Ekspresi Ketidakpastian dalam Pengukuran^[5], ketidakpastian gabungan diberikan oleh persamaan (C.3). Diasumsikan bahwa variabel-variabel tersebut tidak berkorelasi.

$$u_c^2[\varphi(x)] = \left(\frac{p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{\varphi(X)}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{p_1}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{V(x_g)}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1 V(x_g)}{p_2^2 V_{cg}} \right)^2 u_{p_2}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}^2} \right)^2 u_{V_{cg}}^2 \quad (\text{C.3})$$

C.3 Daftar kuantitas

C.3.1 Umum

Kuantitas terkait tercantum pada Tabel C.1.

Annex C (informative)

Example of the determination of the uncertainty in the concentration of a calibration gas mixture prepared by the static volumetric method

C.1 Procedure

A syringe of known volume $V(x_g)$ was filled with pure SO_2 gas at atmospheric pressure and room temperature. This volume of SO_2 was injected into a large vessel of known volume V_{cg} filled with hydrocarbon-free air at atmospheric pressure and room temperature. Further hydrocarbon-free air was then introduced into the vessel until the desired final pressure was obtained: this is normally about $1,5 \times 10^5$ Pa (1.500 mbar) in order to permit easy use of the mixture. The mixture is ready for use when it reaches room temperature.

C.2 Model equation

$$\varphi(x) = \varphi(X) \times \frac{V(x_g)}{V_{cg} + V(x_g)} \times \frac{p_1}{p_2} \quad (\text{C.1})$$

This equation can be simplified by taking into account that $V_{cg} + V(x_g) \approx V_{cg}$, giving

$$\varphi(x) = \varphi(X) \times \frac{V(x_g)}{V_{cg}} \times \frac{p_1}{p_2} \quad (\text{C.2})$$

According to the *Guide to the expression of uncertainty in measurement*^[5], the combined uncertainty is given by equation (C.3). It is assumed that the variables are not correlated.

$$u_c^2[\varphi(x)] = \left(\frac{p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{\varphi(X)}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times V(x_g)}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{p_1}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1}{p_2 V_{cg}} \right)^2 u_{V(x_g)}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1 V(x_g)}{p_2^2 V_{cg}} \right)^2 u_{p_2}^2 + \left(\frac{\varphi(X) \times p_1 V(x_g)}{p_2 V_{cg}^2} \right)^2 u_{V_{cg}}^2 \quad (\text{C.3})$$

C.3 List of quantities

C.3.1 General

The quantities concerned are listed in Table C.1.

Tabel C.1 — Daftar kuantitas

Kuantitas	Satuan	Definisi
$\varphi(x)$	—	Fraksi volume SO ₂ dalam campuran yang dihasilkan
$\varphi(X)$	—	Fraksi volume SO ₂ dalam SO ₂ murni atau pekat yang diinjeksikan
$V(x_g)$	l	Volume SO ₂ yang diinjeksikan, dinyatakan dalam liter (atau dalam satuan yang sama dengan V_{cg})
V_{cg}	l	Volume udara bebas hidrokarbon, dinyatakan dalam liter [atau dalam satuan yang sama dengan $V(x_g)$]
p_1	Pa × 10 ² (mbar)	Tekanan SO ₂ dalam jarum suntik (satunya sama dengan p_2)
p_2	Pa × 10 ² (mbar)	Tekanan akhir dalam wadah (satunya sama dengan p_1)

C.3.2 $\varphi(x)$

Dihitung dari persamaan C.2 (lihat juga Tabel C.1).

C.3.3 $\varphi(X)$

Ketidakpastian tipe B

Nilai: 0,999(9)

Setengah lebar distribusi: 0,0001

Fraksi volume SO₂ dalam SO₂ yang diinjeksikan, $\varphi(X)$ (selanjutnya disebut kemurnian), dan ketidakpastiannya, sebaiknya ditentukan oleh pengguna akhir atau oleh laboratorium eksternal yang terakreditasi untuk pengujian tersebut.

Dalam hal ini kemurnian SO₂ dalam tabung diberikan oleh pabrikan yang terakreditasi untuk penentuan kandungan SO₂ dalam tabung gas. Namun, karena tidak adanya sertifikat, satu-satunya informasi yang diberikan oleh produsen adalah bahwa kemurniannya lebih baik dari 99,98%. Batas bawah dan atas kemurnian dipilih menjadi 0,999(8) dan 1, dengan probabilitas maksimum bahwa kemurnian sama dengan 0,999(9) dan probabilitas nol bahwa kemurnian adalah 0,999(8) atau 1. Distribusi probabilitasnya adalah kemudian berbentuk segitiga dengan probabilitas 100% bahwa kemurniannya berada dalam interval ini. Ketidakpastian baku untuk $\varphi(X)$ diberikan oleh

$$u[\varphi(X)] = \sqrt{\frac{0,0001^2}{6}} = 40,8 \times 10^{-6}$$

C.3.4 $V(x_g)$

Ketidakpastian tipe A

Nilai: 0,00003965 l

Ketidakpastian baku: $4,97 \times 10^{-8}$ l

Derajat kebebasan: 18

Table C.1 — List of quantities

Quantity	Unit	Definition
$\varphi(x)$	—	Volume fraction of SO ₂ in the resulting mixture
$\varphi(X)$	—	Volume fraction of SO ₂ in the pure or concentrated SO ₂ injected
$V(x_g)$	l	Volume of SO ₂ injected, expressed in litres (or in the same units as V_{cg})
V_{cg}	l	Volume of hydrocarbon-free air, expressed in litres [or in the same units as $V(x_g)$]
p_1	Pa × 10 ² (mbar)	Pressure of the SO ₂ in the syringe (same units as p_2)
p_2	Pa × 10 ² (mbar)	Final pressure in the vessel (same units as p_1)

C.3.2 $\varphi(x)$

Calculated from equation C.2 (see also Table C.1).

C.3.3 $\varphi(X)$

Type B uncertainty

Value: 0,999(9)

Half-width of distribution: 0,0001

The volume fraction of SO₂ in the SO₂ injected, $\varphi(X)$ (called purity hereafter), and its corresponding uncertainty, should be determined by the end-user or by an external laboratory accredited for such testing.

In this case, the purity of the SO₂ in the cylinder was given by the manufacturer, which was accredited for the determination of SO₂ contents in gas cylinders. However, in the absence of a certificate, the only information made available by the manufacturer was that the purity was better than 99,98%. The lower and upper limits of the purity were chosen to be 0,999(8) and 1, with maximum probability that the purity is equal to 0,999(9) and zero probability that the purity is 0,999(8) or 1. The probability distribution is then triangular with 100% probability that the purity lies within this interval. The standard uncertainty for $\varphi(X)$ is given by

$$u[\varphi(X)] = \sqrt{\frac{0,0001^2}{6}} = 40,8 \times 10^{-6}$$

C.3.4 $V(x_g)$

Type A uncertainty

Value: 0,00003965 l

Standard uncertainty: $4,97 \times 10^{-8}$ l

Degrees of freedom: 18

Volume jarum suntik yang digunakan untuk injeksi ditentukan dengan mengisinya dengan air dan menghitung volume dari massa air di dalam jarum suntik (dengan asumsi densitas 0,998 g/cm³ pada 22 °C). Lima belas ulangan pengukuran volume dilakukan dalam siklus berkelanjutan. Variasi volume yang diukur mencerminkan variasi dalam proses pengisian dan pengosongan serta kinerja timbangan. Simpangan baku, untuk $V(x_g) = 39,65 \mu\text{l}$, adalah akar kuadrat dari $2,15 \times 10^{-15} \text{ l}^2$ dengan derajat kebebasan 14, dihitung dari pengukuran volume berikut (dalam mikroliter):

39,64	39,58	39,61
39,73	39,66	39,73
39,59	39,66	39,61
39,68	39,60	39,68
39,64	39,64	39,68

Penimbangan yang dilakukan dengan menggunakan timbangan yang juga mempunyai ketidakpastian. Oleh karena itu, *repeatability* dan *reproducibility* timbangan dievaluasi dengan melakukan penimbangan rangkap tiga dari massa 10 g bersertifikat pada 18 hari berbeda yang tersebar dalam jangka waktu 1 bulan. Pembacaan timbangan selalu berada dalam batas nilai massa yang disertifikasi. Analisis varians tidak menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan antara variasi antar hari dan hari yang sama, sehingga semua penimbangan digunakan untuk memperkirakan ketidakpastian baku timbangan, yang merupakan akar kuadrat dari $3,12 \times 10^{-16} \text{ l}^2$ dengan derajat kebebasan 53.

Akhirnya, ketidakpastian baku untuk volume jarum suntik diberikan oleh

$$u[V(x_g)] = \sqrt{2,15 \times 10^{-15} + 3,12 \times 10^{-16}} = 4,97 \times 10^{-8} \text{ l}$$

dengan sejumlah derajat kebebasan yang diberikan oleh

$$v_{\text{eff}} = \frac{(4,97 \times 10^{-8})^4}{\frac{(\sqrt{2,15 \times 10^{-15}})^4}{14} + \frac{(\sqrt{3,12 \times 10^{-16}})^4}{53}} = 18,4$$

C.3.5 V_{cg}

Ketidakpastian tipe A

Nilai: 111,84 l

Ketidakpastian baku: 0,11184 l

Derajat kebebasan: 2

Volume total ditentukan dengan mengisi seluruh sistem dengan air. Tiga kali pengulangan menghasilkan rata-rata 111,84 l dengan ketidakpastian baku 0,1%. Karena wadah tersebut terbuat dari kaca borosilikat setebal 4 mm, volumenya diperkirakan tidak akan meningkat pada tekanan internal hingga $1,7 \times 10^5 \text{ Pa}$.

The volume of the syringe used for injection was determined by filling it with water and calculating the volume from the mass of water in the syringe (assuming a density of 0,998 g/cm³ at 22 °C). Fifteen replicate volume measurements were carried out in a continuous cycle. The variations in the measured volume reflect variations in the filling and emptying processes and in the performance of the balance. The standard deviation, for $V(x_g) = 39,65 \mu\text{l}$, is the square root of $2,15 \times 10^{-15} \text{ l}^2$ with 14 degrees of freedom, calculated from the following volume measurements (in microlitres):

39,64	39,58	39,61
39,73	39,66	39,73
39,59	39,66	39,61
39,68	39,60	39,68
39,64	39,64	39,68

The weighings made using the balance are also subject to uncertainty. The repeatability and reproducibility of the balance was therefore evaluated by performing triplicate weighings of a certified 10 g mass on 18 different days spread over a period of 1 month. The reading of the balance was always within the certified value of the mass. An analysis of the variance did not reveal any significant difference between the between-day and within-day variations, so all weighings were used to estimate the standard uncertainty of the balance, which is the square root of $3,12 \times 10^{-16} \text{ l}^2$ with 53 degrees of freedom.

Finally, the standard uncertainty for the volume of the syringe is given by

$$u[V(x_g)] = \sqrt{2,15 \times 10^{-15} + 3,12 \times 10^{-16}} = 4,97 \times 10^{-8} \text{ l}$$

with a number of degrees of freedom given by

$$v_{\text{eff}} = \frac{(4,97 \times 10^{-8})^4}{\frac{(\sqrt{2,15 \times 10^{-15}})^4}{14} + \frac{(\sqrt{3,12 \times 10^{-16}})^4}{53}} = 18,4$$

C.3.5 V_{cg}

Type A uncertainty

Value: 111,84 l

Standard uncertainty: 0,11184 l

Degrees of freedom: 2

The total volume was determined by filling the whole system with water. Three repetitions gave an average of 111,84 l with a standard uncertainty of 0,1%. As the vessel was made of 4-mm-thick borosilicate glass, it was not expected to increase in volume at internal pressures up to $1,7 \times 10^5 \text{ Pa}$.

C.3.6 p_1

Ketidakpastian tipe B

Nilai: 1.013×10^2 Pa (1.013 mbar)Ketidakpastian yang diperluas: $2,32 \times 10^2$ Pa (2,32 mbar)

Faktor cakupan: 2

SO₂ diinjeksikan pada tekanan ruang yang diukur dengan barometer. Pabrikan barometer memberikan batas atas dan bawah sebesar $(1.013 \pm 0,25) \times 10^2$ Pa. Dengan asumsi distribusi probabilitas persegi panjang bahwa tekanan terletak antara $999,75 \times 10^2$ Pa dan $1.000,25 \times 10^2$ Pa, estimasi terbaik dari ketidakpastian baku diberikan oleh

$$u(p_1)_1 = \sqrt{\frac{(0,25 \times 10^2)^2}{3}} = 14,4 \text{ Pa}$$

Tekanan dipengaruhi oleh selang waktu antara penarikan jarum suntik dari *chamber* septum dan penginjeksian SO₂ ke dalam wadah. Konsentrasi SO₂ yang diperoleh dengan interval waktu yang berbeda antara penarikan jarum suntik *chamber* septum dan injeksi ke dalam wadah diinvestigasi. Hasilnya menunjukkan bahwa terdapat sedikit perbedaan antara injeksi setelah interval 5 s dan injeksi setelah interval 15 s, meskipun tekanan berlebih sementara sebesar 0% hingga 0,2% tidak dapat dikesampingkan. Dengan asumsi distribusi persegi panjang, estimasi terbaik dari ketidakpastian baku diberikan oleh

$$u(p_1)_2 = \sqrt{\frac{(0,002 \times 1000 \times 10^2)^2}{3}} = 115 \text{ Pa}$$

Akhirnya, ketidakpastian baku p_1 diberikan oleh

$$u(p_1) = \sqrt{2,0883 \times 10^{-2} \times 10^4 + 1,33 \times 10^4} = 116 \text{ Pa}$$

C.3.7 p_2

Ketidakpastian tipe B

Nilai: 1.500×10^2 Pa (1.500 mbar)Ketidakpastian yang diperluas: $1,78 \times 10^2$ Pa (1,78 mbar)

Faktor cakupan: 2

Pabrikan sensor tekanan memberikan akurasi $\pm 0,04\%$ dan presisi pembacaan $\pm 0,025\%$. Oleh karena itu, untuk tekanan $1,5 \times 10^5$ Pa, presisi yang diklaim oleh pabrikan adalah $0,375 \times 10^2$ Pa. Namun, orang akan berpikir bahwa tampilan digital harus memiliki presisi setidaknya satu digit, yaitu 1×10^2 Pa. Dengan asumsi distribusi persegi panjang, estimasi terbaik dari ketidakpastian baku untuk p_2 adalah jumlah dari

C.3.6 p_1

Type B uncertainty

Value: 1.013×10^2 Pa (1.013 mbar)Expanded uncertainty: $2,32 \times 10^2$ Pa (2,32 mbar)

Coverage factor: 2

SO₂ was injected at room pressure, which was measured with a barometer. The barometer manufacturer gave upper and lower limits of $(1.013 \pm 0,25) \times 10^2$ Pa. Assuming a rectangular distribution of the probability that the pressure lies between $999,75 \times 10^2$ Pa and $1.000,25 \times 10^2$ Pa, the best estimate of the standard uncertainty is given by

$$u(p_1)_1 = \sqrt{\frac{(0,25 \times 10^2)^2}{3}} = 14,4 \text{ Pa}$$

The pressure is influenced by the time interval between withdrawing the syringe needle from the septum chamber and injecting the SO₂ into the vessel. The SO₂ concentration obtained with different time intervals between withdrawal of the syringe needle from the septum chamber and injection into the vessel was investigated. The results showed that there was little difference between injections after 5 s intervals and those after 15 s intervals, although a transient over-pressure of 0% to 0,2% cannot be ruled out. Assuming a rectangular distribution, the best estimate of the standard uncertainty is given by

$$u(p_1)_2 = \sqrt{\frac{(0,002 \times 1000 \times 10^2)^2}{3}} = 115 \text{ Pa}$$

Finally, the standard uncertainty of p_1 is given by

$$u(p_1) = \sqrt{2,088 \times 10^{-2} \times 10^4 + 1,33 \times 10^4} = 116 \text{ Pa}$$

C.3.7 p_2

Type B uncertainty

Value: 1.500×10^2 Pa (1.500 mbar)Expanded uncertainty: $1,78 \times 10^2$ Pa (1,78 mbar)

Coverage factor: 2

The manufacturer of the pressure sensor gave an accuracy of $\pm 0,04\%$ and a precision of $\pm 0,025\%$ of the reading. For a pressure of $1,5 \times 10^5$ Pa, therefore, the precision claimed by the manufacturer was $0,375 \times 10^2$ Pa. However, one would think that a digital display should have a precision of at least one digit, i.e. 1×10^2 Pa. Assuming a rectangular distribution, the best estimate of the standard uncertainty for p_2 is the sum of

$$u(p_2)_1 = \sqrt{\frac{(0,6 \times 10^2)^2}{3}} = 35 \text{ Pa}$$

dan

$$u(p_2)_2 = \sqrt{\frac{(1 \times 10^2)^2}{3}} = 58 \text{ Pa}$$

Tekanan akhir p_2 sebesar $1,5 \times 10^5$ Pa (1.500 mbar) tidak diukur secara tepat sampai suhu ruang tercapai. Sebuah wadah bersuhu $0,5$ °C lebih tinggi dari suhu ruang telah diamati menghasilkan penyimpangan sebesar 1×10^2 Pa (1 mbar) pada tekanan akhir p_2 . Dengan asumsi distribusi persegi panjang, estimasi terbaik dari ketidakpastian baku diberikan oleh

$$u(p_2)_3 = \sqrt{\frac{(1 \times 10^2)^2}{3}} = 58 \text{ Pa}$$

Akhirnya, ketidakpastian baku untuk p_2 diberikan oleh

$$u(p_2) = \sqrt{35^2 + 58^2 + 58^2} = 89 \text{ Pa}$$

C.4 Budget ketidakpastian

Hal ini diberikan pada Tabel C.2.

Tabel C.2 — Budget ketidakpastian

Kuantitas	Nilai	Ketidakpastian baku	Derajat kebebasan	Koefisien sensitifitas	Kontribusi ketidakpastian	Indeks
$\varphi(X)$	0,999	$40,8 \times 10^{-6}$	∞	239×10^{-9}	$9,77 \times 10^{-12}$	0%
$V(x_g)$	$39,650 0 \times 10^{-6}$ l	$49,7 \times 10^{-9}$ l	26	$6,03 \times 10^{-3}$	300×10^{-12}	37,2%
V_{CG}	111,840 l	0,118 l	2	$2,14 \times 10^{-9}$	239×10^{-12}	23,7%
p_1	$1,01300 \times 10^5$ Pa	$1,16 \times 10^2$ Pa	50	236×10^{-12}	274×10^{-12}	30,8%
p_2	$1,500000 \times 10^5$ Pa	$0,890 \times 10^2$ Pa	50	159×10^{-12}	142×10^{-12}	8,3%
$\varphi(x)$	$239,4 \times 10^{-9}$	492×10^{-12}	26	—	—	—

Hasil:

Kuantitas : $\varphi(X)$

Nilai: $239,4 \times 10^{-9}$

Ketidakpastian diperluas relatif: $0,98 \times 10^{-9}$

Faktor cakupan: 2,0

$$u(p_2)_1 = \sqrt{\frac{(0,6 \times 10^2)^2}{3}} = 35 \text{ Pa}$$

and

$$u(p_2)_2 = \sqrt{\frac{(1 \times 10^2)^2}{3}} = 58 \text{ Pa}$$

The final pressure p_2 of $1,5 \times 10^5$ Pa (1 500 mbar) was not measured exactly until room temperature was reached. A vessel temperature $0,5$ °C higher than room temperature has been observed to produce a deviation of 1×10^2 Pa (1 mbar) in the final pressure p_2 . Assuming a rectangular distribution, the best estimate of the standard uncertainty is given by

$$u(p_2)_3 = \sqrt{\frac{(1 \times 10^2)^2}{3}} = 58 \text{ Pa}$$

Finally, the standard uncertainty for p_2 is given by

$$u(p_2) = \sqrt{35^2 + 58^2 + 58^2} = 89 \text{ Pa}$$

C.4 Uncertainty budget

This is given in Table C.2.

Table C.2 — Uncertainty budget

Quantity	Value	Standard uncertainty	Degrees of freedom	Sensitivity coefficient	Uncertainty contribution	Index
$\varphi(X)$	0,999	$40,8 \times 10^{-6}$	∞	239×10^{-9}	$9,77 \times 10^{-12}$	0%
$V(x_g)$	$39,650 0 \times 10^{-6}$ l	$49,7 \times 10^{-9}$ l	26	$6,03 \times 10^{-3}$	300×10^{-12}	37,2%
V_{cg}	111,840 l	0,118 l	2	$2,14 \times 10^{-9}$	239×10^{-12}	23,7%
p_1	$1,01300 \times 10^5$ Pa	$1,16 \times 10^2$ Pa	50	236×10^{-12}	274×10^{-12}	30,8%
p_2	$1,500000 \times 10^5$ Pa	$0,890 \times 10^2$ Pa	50	159×10^{-12}	142×10^{-12}	8,3%
$\varphi(x)$	$239,4 \times 10^{-9}$	492×10^{-12}	26	—	—	—

Result:

Quantity: $\varphi(X)$

Value: $239,4 \times 10^{-9}$

Relative expanded uncertainty: $0,98 \times 10^{-9}$

Coverage factor: 2,0

Lampiran D
(informatif)
Contoh penentuan kestabilan sebagai fungsi waktu, campuran gas untuk kalibrasi yang dibuat

D.1 Metode analisis

Campuran gas untuk kalibrasi CO, NO/NO_x dan SO₂ dibuat dalam wadah kaca borosilikat, menggunakan metode volumetrik statis yang dijelaskan dalam Standar ini. Konsentrasi komponen kalibrasi kemudian ditentukan saat campuran gas dilewatkan ke *analyser*. Dimungkinkan untuk mengambil sekitar 50 l dari wadah sebelum tekanan turun di bawah yang diperlukan untuk mempertahankan laju aliran yang diperlukan untuk *analyser*.

CATATAN Untuk campuran gas untuk kalibrasi CO, wadah dan jarum suntik yang lebih kecil digunakan dibandingkan gas lainnya.

Metode analisis berikut digunakan:

- untuk CO spektroskopi korelasi inframerah non-dispersif;
- untuk NO/NO_x spektroskopi *chemiluminescence*;
- untuk SO₂ spektrometri fluoresensi UV.

D.2 Hasil**D.2.1 Umum**

Hasilnya ditunjukkan pada Tabel D.1 hingga D.3 dan Gambar D.1 hingga D.3 [dengan ucapan terima kasih kepada Laboratorium Referensi Nasional Badan Lingkungan Federal (UBA, Jerman)].

CATATAN Pada seluruh tabel dan gambar, konsentrasi dinyatakan berdasarkan volume (1 ppb = 1×10^{-9} vol/vol dan 1 ppm = 1×10^{-6} vol/vol) dan tekanan diberikan dalam bar (1 bar = 10^5 Pa).

D.2.2 NO_x/NO

Analisis dilakukan dalam kondisi berikut:

Volume wadah: 111,490 l

Volume jarum suntik 50 µl

Tekanan dalam *chamber* 1,520 bar hingga 1,007 bar

Annex D
(informative)

**Example of the determination of the stability, as a function of time,
of prepared calibration gas mixtures**

D.1 Analytical methods

CO, NO/NO_x and SO₂ calibration gas mixtures were prepared in a borosilicate glass vessel, using the static volumetric method described in this International Standard. The concentrations of the calibration components were then determined as the gas mixtures were passed to the analyser. It was possible to take about 50 l from the vessel before the pressure fell below that necessary to maintain the required flow-rate for the analyser.

NOTE For the CO calibration gas mixture, a smaller vessel and syringe were used than for the other gases.

The following methods of analysis were used:

for CO non-dispersive infrared correlation spectroscopy;
for NO/NO_x chemiluminescence spectroscopy;
for SO₂ UV fluorescence spectrometry.

D.2 Results

D.2.1 General

The results are shown in Tables D.1 to D.3 and Figures D.1 to D.3 [with acknowledgements to the National Reference Laboratory of the Federal Environmental Agency (UBA, Germany)].

NOTE Throughout the tables and figures, the concentration is by volume (1 ppb = 1×10^{-9} vol/vol and 1 ppm = 1×10^{-6} vol/vol) and the pressure is given in bars (1 bar = 10^5 Pa).

D.2.2 NO_x/NO

The analyses were carried out under the following conditions:

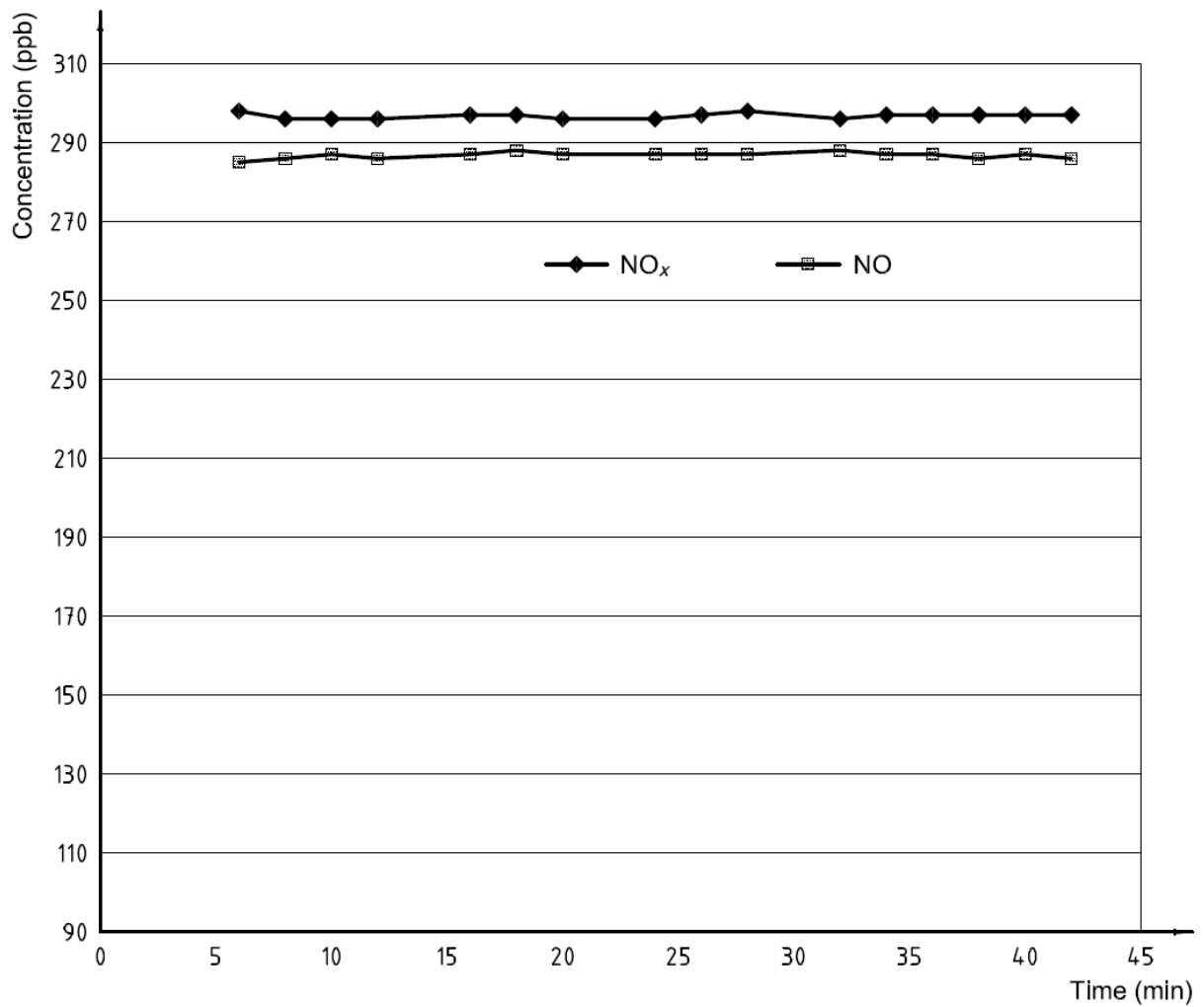
Volume of vessel: 111,490 l
Volume of syringe 50 µl
Pressure in chamber 1,520 bar to 1,007 bar

Tabel D.1 — Stabilitas konsentrasi NO_x/NO selama kalibrasi

Waktu min	Konsentrasi NO _x ppb	Konsentrasi NO ppb	Tekanan bar
0	0	0	1,520
6	298	285	1,453
8	296	286	1,418
10	296	287	1,395
12	296	286	1,371
16	297	287	1,319
18	297	288	1,283
20	296	287	1,263
24	296	287	1,211
26	297	287	1,192
28	298	287	1,166
32	296	288	1,115
34	297	287	1,089
36	297	287	1,064
38	297	286	1,041
40	297	287	1,022
42	297	286	1,009

Table D.1 — Stability of NO_x/NO concentration during calibration

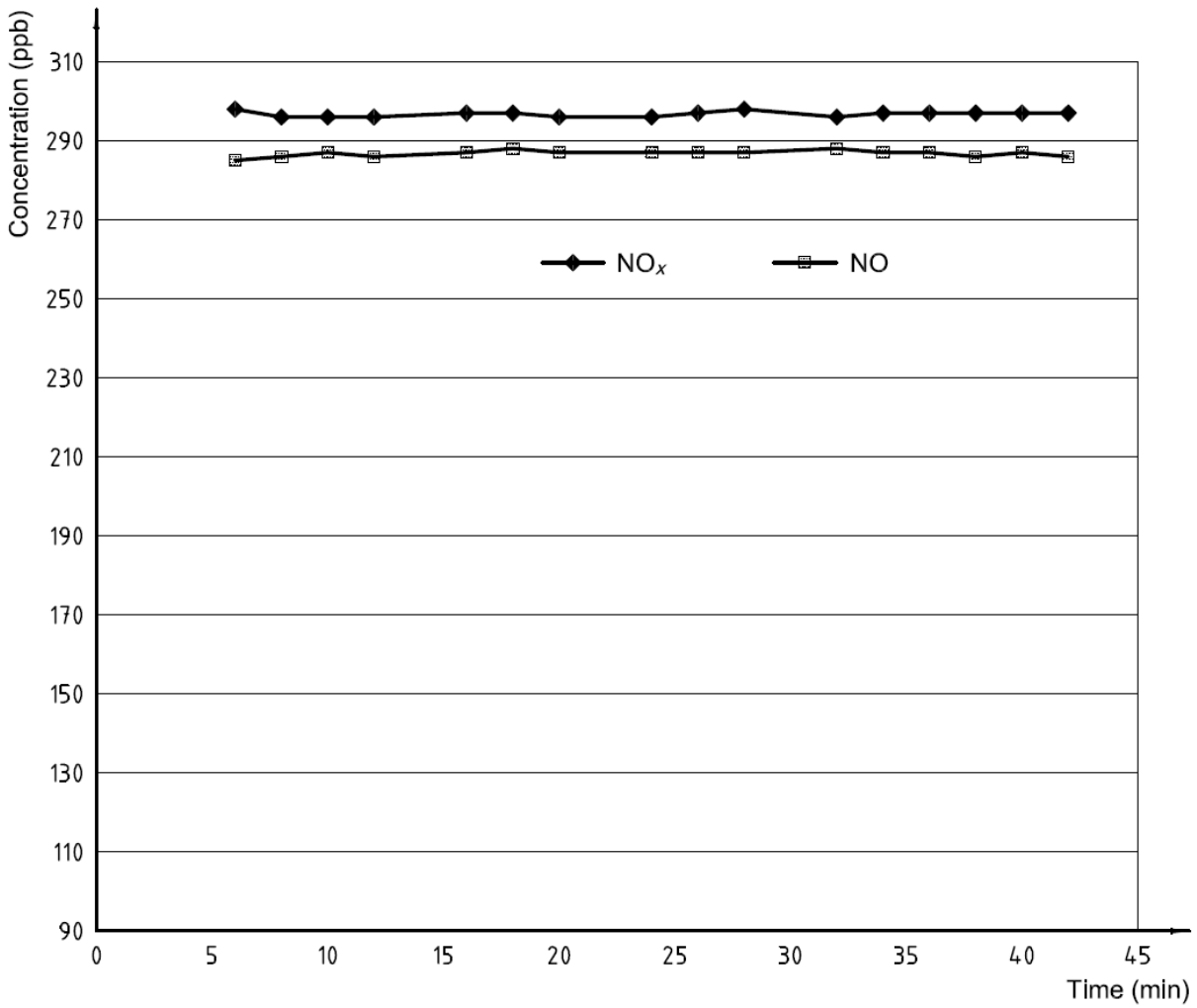
Time min	NO _x concn. ppb	NO concn. ppb	Pressure bar
0	0	0	1,520
6	298	285	1,453
8	296	286	1,418
10	296	287	1,395
12	296	286	1,371
16	297	287	1,319
18	297	288	1,283
20	296	287	1,263
24	296	287	1,211
26	297	287	1,192
28	298	287	1,166
32	296	288	1,115
34	297	287	1,089
36	297	287	1,064
38	297	286	1,041
40	297	287	1,022
42	297	286	1,009



Konsentrasi kalibrasi yang dihitung untuk NO_x : 299 ppb
 untuk NO : 299 ppb

Nilai rata-rata terukur untuk NO_x : 296,75 ppb
 untuk NO : 286,75 ppb

Gambar D.1 — Stabilitas konsentrasi NO_x/NO selama kalibrasi



Calculated calibration concentration for NO_x : 299 ppb
 for NO : 299 ppb
 Average measured value for NO_x : 296,75 ppb
 for NO : 286,75 ppb

Figure D.1 — Stability of NO_x/NO concentration during calibration

D.2.3 CO

Analisis dilakukan dalam kondisi berikut:

Volume wadah 14,019 l

Volume jarum suntik 5.000 μ l

Tekanan dalam *chamber* 9,140 bar hingga 1,002 bar

Tabel D.2 — Stabilitas konsentrasi CO selama kalibrasi

Waktu min	Konsentrasi CO ppm	Tekanan bar
0	0	9,140
3	39,60	7,700
5	39,61	7,494
10	39,56	6,964
15	39,60	6,400
20	39,56	6,005
25	39,61	5,487
30	39,59	5,014
35	39,64	4,223
40	39,65	3,438
45	39,63	2,630
50	39,64	1,856
52	39,60	1,075
53	39,57	1,015

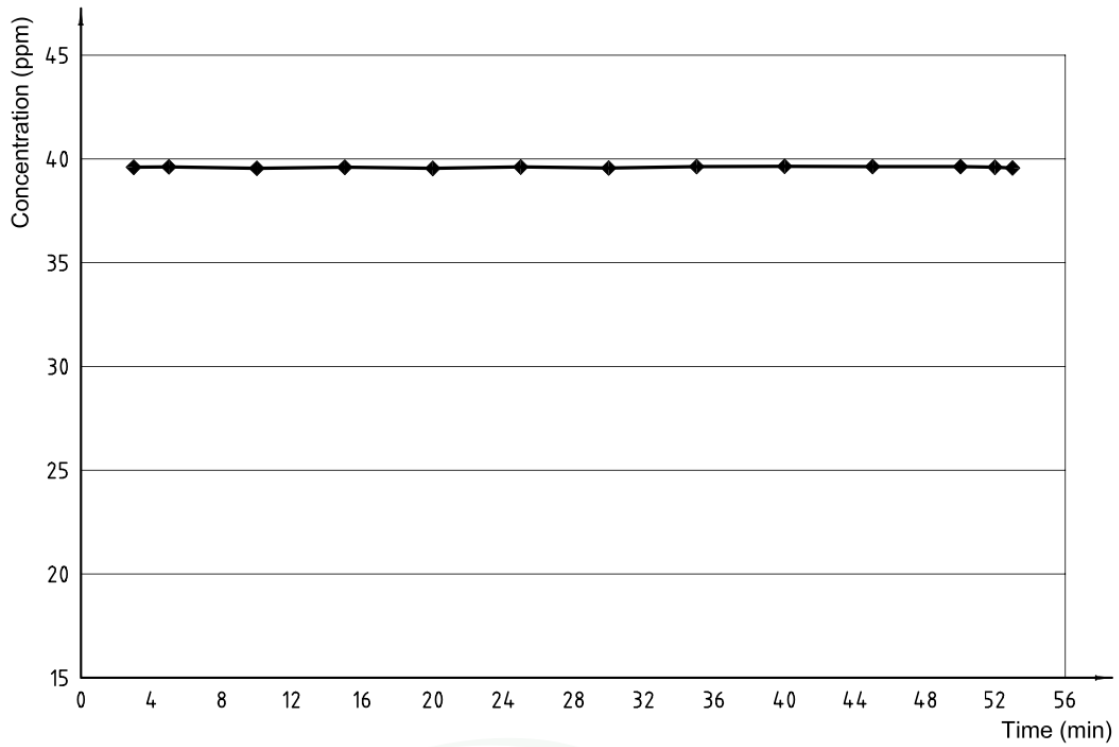
D.2.3 CO

The analyses were carried out under the following conditions:

Volume of vessel 14,019 l
Volume of syringe 5.000 µl
Pressure in chamber 9,140 bar to 1,002 bar

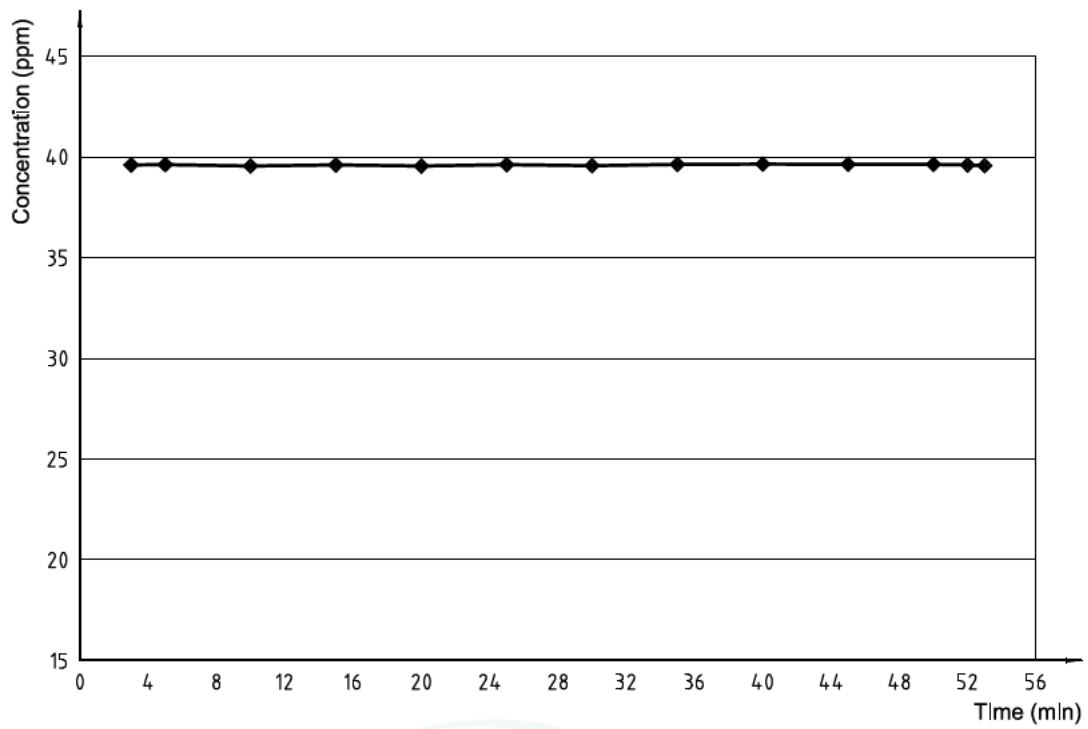
Table D.2 — Stability of CO concentration during calibration

Time min	CO concn. ppm	Pressure bar
0	0	9,140
3	39,60	7,700
5	39,61	7,494
10	39,56	6,964
15	39,60	6,400
20	39,56	6,005
25	39,61	5,487
30	39,59	5,014
35	39,64	4,223
40	39,65	3,438
45	39,63	2,630
50	39,64	1,856
52	39,60	1,075
53	39,57	1,015



Konsentrasi kalibrasi yang dihitung: 39,63 ppm
 Nilai rata-rata terukur: 39,60 ppm

Gambar D.2 — Stabilitas konsentrasi CO selama kalibrasi



Calculated calibration concentration: 39,63 ppm
Average measured value: 39,60 ppm

Figure D.2 — Stability of CO concentration during calibration

D.2.4 SO₂

Analisis dilakukan dalam kondisi berikut:

Volume wadah: 111,490 l

Volume jarum suntik 50 µl

Tekanan dalam *chamber* 1,526 bar hingga 1,0028 bar

Tabel D.3 — Stabilitas konsentrasi SO₂ selama kalibrasi

Waktu min	Konsentrasi SO₂ ppb	Tekanan bar
0	0	1,526
2	295	1,496
4	298	1,478
6	297	1,460
8	298	1,442
10	296	1,416
12	298	1,387
14	298	1,360
16	299	1,332
18	302	1,307
20	298	1,277
22	298	1,253
24	297	1,228
26	297	1,200
28	297	1,166
30	297	1,135
32	298	1,105
34	295	1,073
36	301	1,035
38	298	1,014

D.2.4 SO₂

The analyses were carried out under the following conditions:

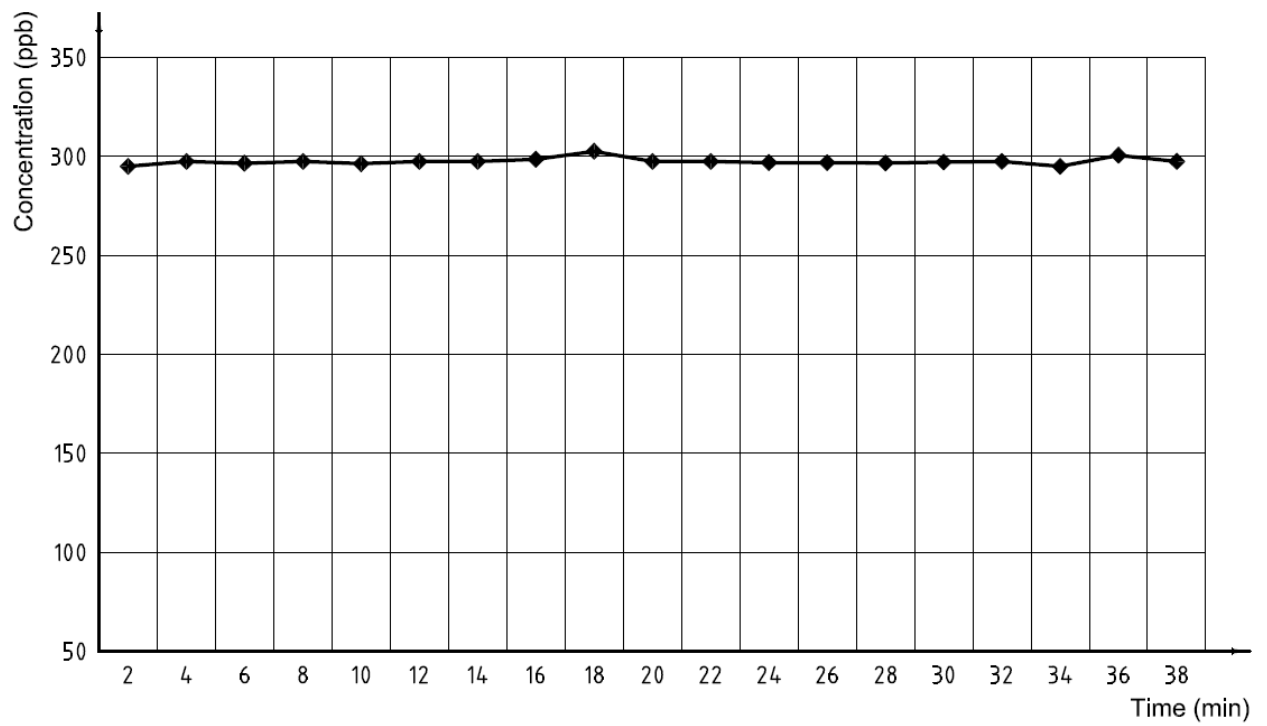
Volume of vessel: 111,490 l

Volume of syringe 50 µl

Pressure in chamber 1,526 bar to 1,0028 bar

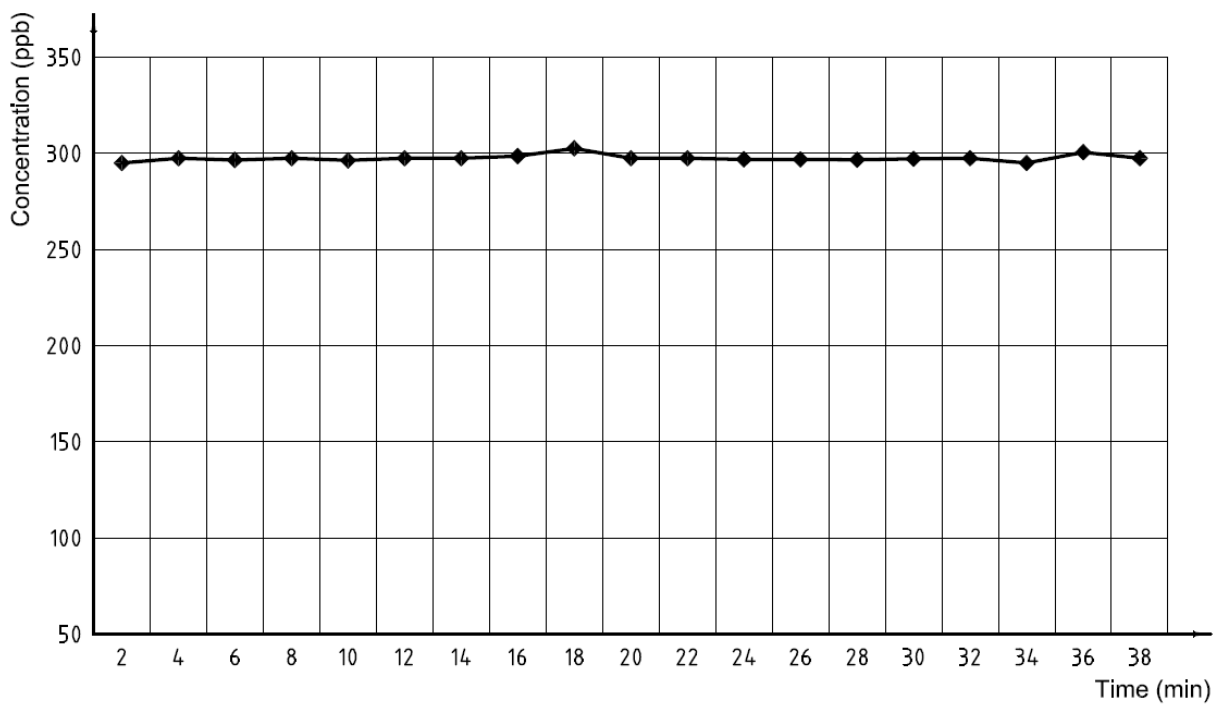
Table D.3 — Stability of SO₂ concentration during calibration

Time min	SO ₂ concn. ppb	Pressure bar
0	0	1,526
2	295	1,496
4	298	1,478
6	297	1,460
8	298	1,442
10	296	1,416
12	298	1,387
14	298	1,360
16	299	1,332
18	302	1,307
20	298	1,277
22	298	1,253
24	297	1,228
26	297	1,200
28	297	1,166
30	297	1,135
32	298	1,105
34	295	1,073
36	301	1,035
38	298	1,014



Konsentrasi kalibrasi yang dihitung: 299 ppb
Nilai rata-rata terukur: 297,5 ppb

Gambar D.3 — Stabilitas konsentrasi SO₂ selama kalibrasi



Calculated calibration concentration: 299 ppb
Average measured value: 297,5 ppb

Figure D.3 — Stability of SO₂ concentration during calibration

Bibliografi

- [1] *Approach to uncertainty estimation for ambient-air measurement*, Technical Report Rev 12.9, CEN/TC 264 in co-operation with the European Commission's Joint Research Centre, Ispra, Italy
- [2] GERBOLES, M., DIAZ, E., NORIEGA, A.: Uncertainty calculation and implementation of the static volumetric method for the preparation of NO and SO₂ standard gas mixtures, *Quality Assurance Journal*, **3**, pp. 69-78, 1998
- [3] ISO 6142, *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Gravimetric method*
- [4] ISO 6145 (all parts), *Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods*
- [5] *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*, published jointly by BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML, 1st edition, 1995

Informasi perumus SNI

[1] Komite Teknis Perumus SNI

Komite Teknis 71-06 Analisis gas

[2] Susunan keanggotaan Komite Teknis Perumus SNI

Ketua : Oman Zuas
Sekretaris : Indah Mugi Lestari
Anggota : Tri Ligayanti
Wisnu Eka Yulianto
Arika Indri Dyah Utami
Harry Budiman
Yayun Andriani
Ramos Mangisi
Hadrianus Listya Prabowo
Annisa Lestari
Rokhmaturrokhman
Andri Darmawan
Desie Khoerotunnisya
Arif Luqman
Ahmad Fatah

[3] Konseptor RSNI

1. Rokhmaturrokhman
2. Andri Darmawan

[4] Sekretariat pengelola Komite Teknis perumus SNI

Direktorat Pengembangan Standar Agro, Kimia, Kesehatan dan Halal –
Badan Standardisasi Nasional BSN

