
Norme internationale



6145/6

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 6 : Orifices avec écoulement sonique

Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Dynamic volumetric methods — Part 6: Sonic orifices

Première édition — 1986-10-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6145-6:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4061c162-2e1d-4366-b3ef-0f4a0c2bf0f9/iso-6145-6-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4061c162-2e1d-4366-b3ef-0f4a0c2bf0f9/iso-6145-6-1986>

CDU 543.27 : 53.089.68

Réf. n° : ISO 6145/6-1986 (F)

Descripteurs : analyse de gaz, étalonnage, mélange de gaz, échantillon témoin, préparation.

Prix basé sur 6 pages

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6145/6 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4061c162-2e1d-4366-b3ef-013a0c2b1019/iso-6145-6-1986>

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 6 : Orifices avec écoulement sonique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale constitue la partie 6 de l'ISO 6145, qui traite des diverses méthodes volumétriques dynamiques utilisées pour la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage.

Elle décrit la méthode de préparation, par orifices avec écoulement sonique, des mélanges de gaz pour étalonnage à un ou plusieurs constituants, avec un titre volumique égal ou supérieur à 0,1 %, dont la répétabilité sur la concentration de chacun des constituants est d'environ 0,5 % en valeur relative.

2 Références

ISO 6142, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes pondérales.*

ISO 6145/1, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques dynamiques — Partie 1: Méthodes d'étalonnage.*

3 Principe de la méthode

3.1 Généralités

La méthode consiste à ajouter, dans une chambre de mélange, des débits-masse constants de gaz obtenus par écoulement sonique du gaz à pression constante au travers de buses appropriées.

3.2 Principe de fonctionnement d'un orifice en régime sonique ou critique

Pour une pression amont donnée p_1 , le débit-masse d'un organe déprimogène (diaphragme, buse, tuyère, etc.) augmente lorsque la pression aval p_2 diminue pour tendre vers une valeur limite. Lorsque le rapport p_1/p_2 dépasse une valeur de l'ordre de 2 (point critique), le débit reste constant; il est de plus également nécessaire que le rapport d/D , du diamètre de l'organe déprimogène au diamètre de la canalisation amont D reste inférieur à 0,2 pour que les variations de pression dynamique puissent être négligées.

3.3 Expression du débit-masse en régime sonique

Le débit-masse théorique, q_m , d'un gaz se détendant au travers d'un orifice en régime sonique de façon isotropique, peut être mis sous la forme

$$q_m = A_c \cdot C_d \cdot \frac{p_1}{\sqrt{T_1}} \sqrt{\frac{M}{R} \cdot \gamma \left(\frac{2}{\gamma + 1} \right)^{\frac{\gamma + 1}{\gamma - 1}}}$$

où

A_c est l'aire de la section au col de l'orifice;

C_d est le coefficient de contraction de la veine gazeuse (appelé également coefficient de décharge);

p_1 est la pression absolue en amont;

T_1 est la température thermodynamique du gaz en amont;

M est la masse molaire du gaz;

γ est le rapport des capacités thermiques massiques c_p/c_v du gaz (c_p est la capacité thermique massique à pression constante et c_v est la capacité thermique massique à volume constant);

R est la constante molaire des gaz.

Le terme sous le radical est couramment désigné par C^* , d'où l'expression simplifiée

$$q_m = A_c \cdot C_d \cdot C^* \cdot \frac{p_1}{\sqrt{T_1}} \quad \dots (1)$$

Le produit $A_c \cdot C_d$ représente l'aire de la section de la veine gazeuse sonique, le coefficient de contraction C_d étant en général compris entre 0,6 (orifice circulaire) et 1 (tuyère profilée).

Le débit-masse pour une buse et un gaz donnés, dépend uniquement de la pression et de la température amont; il est indépendant de la pression aval.

3.4 Domaine de validité

La pression et la température ont une incidence complexe sur le débit d'une buse sonique puisqu'elles interviennent directement en p_1 et $1/\sqrt{T_1}$ et indirectement par l'intermédiaire du facteur γ . Cette dernière incidence est d'autant plus marquée que le comportement du gaz s'éloigne de celui d'un gaz parfait.

Des exemples de variations relatives de C^* , pour un écart de température ΔT_1 de 10 K et un écart de pression Δp_1 de 8 bar¹⁾, sont donnés dans le tableau

Tableau – Variations relatives de C^*

| Gaz | $T_1 = 30 \text{ °C}, \Delta p_1 = 8 \text{ bar}$ | $p_1 = 5 \text{ bar}, \Delta T_1 = 10 \text{ K}$ |
|-------------------------------|--|---|
| | $\frac{C^* (2 \text{ bar}) - C^* (10 \text{ bar})}{C^* (2 \text{ bar})}$ | $\frac{C^* (5 \text{ bar} - 30 \text{ °C}) - C^* (5 \text{ bar} - 40 \text{ °C})}{C^* (5 \text{ bar} - 30 \text{ °C})}$ |
| | % | % |
| He | -0,02 | +1,6 |
| H ₂ | -0,02 | +1,6 |
| O ₂ | -0,4 | +1,6 |
| CH ₄ | -0,5 | +1,8 |
| C ₂ H ₆ | -1,7 | +1,9 |
| CO ₂ | -1,3 | +1,8 |

Il apparaît donc que, pour la précision recherchée, C^* ne peut être considéré comme constant lorsque les conditions amont varient notablement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

De plus, le coefficient de contraction C_d dépend essentiellement de la géométrie de la buse et, par l'intermédiaire du nombre de Reynolds, de la nature du gaz.

Ceci impose, en pratique, un étalonnage de la buse dans des conditions proches de son emploi. En effet, la connaissance des variations théoriques de C^* , elles-mêmes calculées à partir des variations de γ , est soumise à une certaine imprécision. Il s'y ajoute également un écart dû au fait que la détente n'est pas totalement isentropique si bien que les prévisions de C^* s'avèrent très délicates.

3.5 Principe de calcul

Le titre molaire du constituant A, X_A , est défini par

$$X_A = \frac{\frac{q_{mA}}{M_A}}{\frac{q_{mA}}{M_A} + \frac{q_{mB}}{M_B} + \frac{q_{mC}}{M_C} + \dots}$$

où

$q_{mA}, q_{mB}, q_{mC}, \dots$ sont les débits-masse des constituants A, B, C, ... ;

M_A, M_B, M_C, \dots sont les masses molaires respectives.

1) 1 bar = 10⁵ Pa

4 Exemples de réalisation

Un mélangeur de gaz à buses soniques se présente sous la forme d'ensembles de régulateurs de pression à haute stabilité et de buses soniques débitant dans une chambre de mélange. La figure 1 montre un schéma de montage possible.

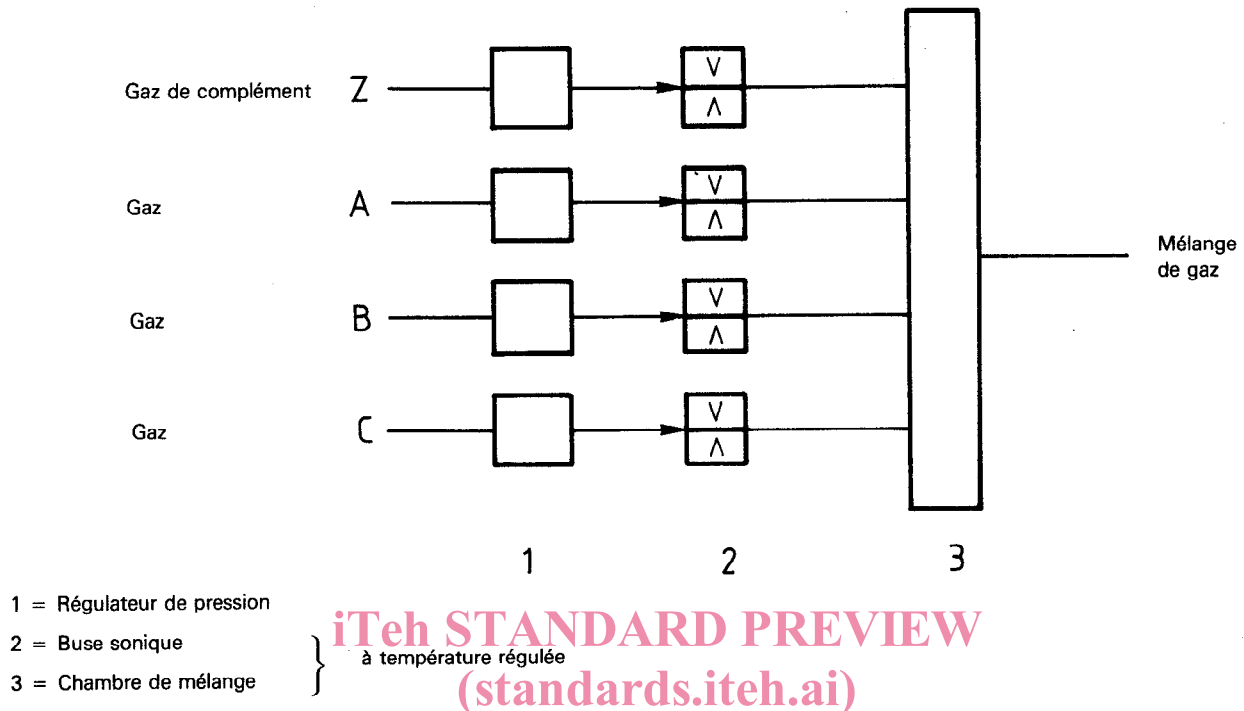


Figure 1 — Schéma d'un mélangeur de gaz avec buses soniques débitant dans une chambre de mélange

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4061c162-2e1d-4366-b3ef-0f4a0c2bf0f9/iso-6145-6-1986>

Une autre réalisation comporte plusieurs buses soniques par constituant, le mélangeur assure donc une série de concentrations dans un rapport connu, selon la combinaison des buses soniques en service. La figure 2 montre un schéma de montage possible.

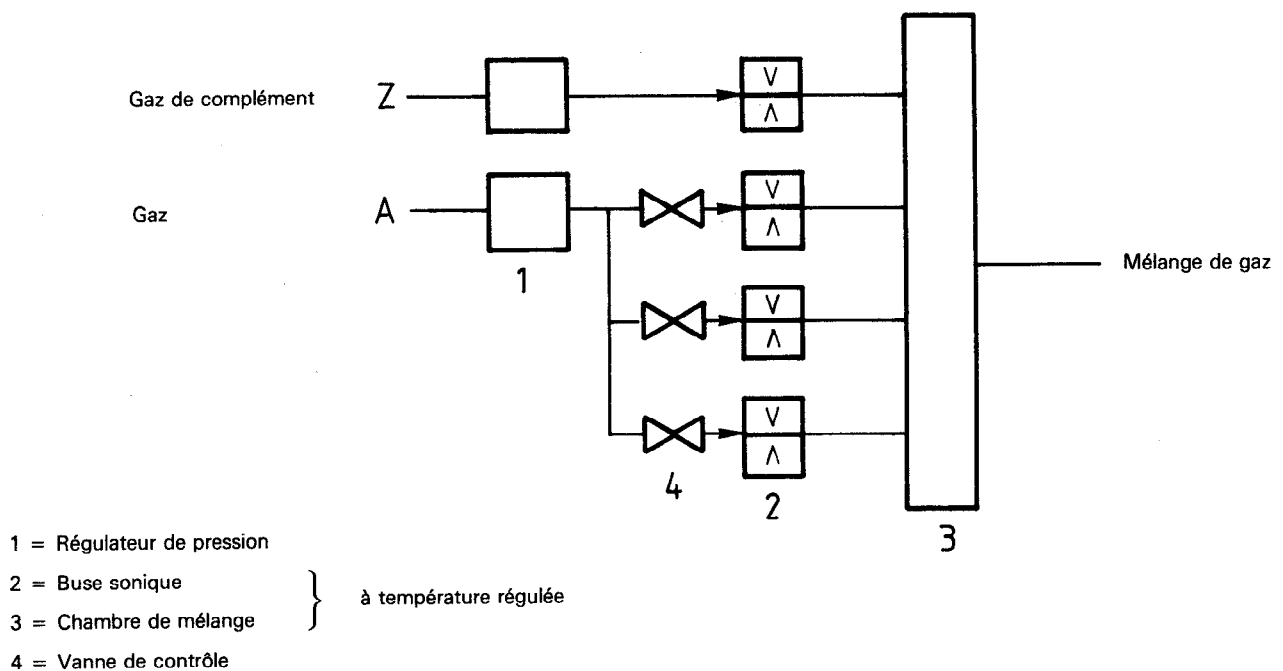


Figure 2 — Schéma d'un mélangeur de gaz avec plusieurs buses soniques par constituant

5 Conditions opératoires

5.1 Pressions

La pression absolue amont p_1 des buses soniques se situe entre 3 et 6 bar. Ce domaine de pression permet une variation des contre-pressions en aval des buses soniques de 250 mbar, sans influencer la valeur des concentrations du mélange.

Seule la pression d'alimentation des buses soniques, p_1 , doit satisfaire à des conditions précises pour atteindre les niveaux de répétabilité des taux de concentration annoncés au chapitre 1.

La stabilité de cette pression p_1 doit être meilleure que 5×10^{-4} en valeur relative.

5.2 Débits

En pratique, les débits minimaux sont de 5 cm³/min à pression et à température ambiantes.

5.3 Filtration

Il est nécessaire d'appliquer une filtration des constituants et du gaz de complément en rapport avec les sections de passage dans les composants du mélangeur.

5.4 Températures

Une variation simultanée des températures thermodynamiques des constituants et du gaz de complément n'introduit pas de variation sur la concentration du mélange.

Dans le cas d'une variation de température d'un constituant par rapport à un autre constituant du mélange, la concentration est modifiée et cette modification peut se calculer.

6 Détermination expérimentale de la concentration et examen des sources d'erreur

6.1 Généralités

On peut utiliser toute méthode d'étalonnage décrite dans l'ISO 6145/1, chapitre 3.

L'exemple d'étalonnage donné ci-dessous fait appel à la méthode gravimétrique (ISO 6145/1, paragraphe 3.2.3.2) qui permet le calcul de l'influence des régulateurs de température et de pression.

6.2 Présentation de la méthode

Soit

$$q'_m = \frac{m}{t} \quad \dots (2)$$

Le coefficient $A_c \cdot C_d \cdot C^*$ est obtenu par l'équation (3):

$$A_c \cdot C_d \cdot C^* = \left(\frac{m}{t} \right) \cdot \frac{\sqrt{T_1}}{\bar{p}_1} \quad \dots (3)$$

où

\bar{T}_1 est la température moyenne en amont de la buse;

t est le temps;

\bar{p}_1 est la pression moyenne en amont de la buse.

Les sources d'erreur de la méthode proviennent

- de la pesée, se reporter à l'ISO 6142 (paragraphe 4.2.1) pour le mode opératoire et le calcul d'erreur;
- des variations de pression et de température liées à la qualité des régulateurs mis en œuvre, et, le cas échéant, des incertitudes de mesure de ces paramètres;
- des pertes de gaz provenant de la compression et de la décompression dans les lignes de transfert.

En différenciant l'équation (3), on obtient

$$\frac{d(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} = \frac{dm}{m} - \frac{dt}{t} + \frac{1}{2} \cdot \frac{d\bar{T}_1}{\bar{T}_1} - \frac{d\bar{p}_1}{\bar{p}_1}$$

On obtient une évaluation de l'incertitude sur la détermination de $A_c \cdot C_d \cdot C^*$ par

$$\frac{\Delta(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} < \frac{\Delta m}{m} + \frac{\Delta t}{t} + \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta \bar{T}_1}{\bar{T}_1} + \frac{\Delta \bar{p}_1}{\bar{p}_1} \quad \dots (4)$$

Lors de l'emploi de la buse ainsi étalonnée, les pression et température d'utilisation p_1 et T_1 étant aussi voisines que possible des valeurs utilisées lors de l'étalonnage, le débit-masse est donné par l'équation (1):

$$q_m = A_c \cdot C_d \cdot C^* \cdot \frac{p_1}{\sqrt{T_1}}$$

Si les valeurs de p_1 et de T_1 sont sujettes à des fluctuations mesurables, il y a lieu de prendre alors les valeurs moyennes et q_m devient un débit moyen.

En différenciant l'équation (1), on obtient

$$\frac{dq_m}{q_m} = \frac{d(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} + \frac{dp_1}{p_1} - \frac{1}{2} \cdot \frac{dT_1}{T_1}$$

On obtient une évaluation de l'incertitude sur la détermination de q_m par

$$\frac{\Delta q_m}{q_m} < \frac{\Delta(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} + \frac{\Delta p_1}{p_1} + \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta T_1}{T_1} \quad \dots (5)$$

$$< \Delta \text{Cal} + \Delta f$$

L'erreur d'étalonnage, ΔCal , est calculée par

$$\Delta \text{Cal} = \frac{\Delta(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*}$$

L'erreur de fidélité, Δf , dépendant des variations aléatoires des paramètres pression et température aussi bien au cours d'une opération que d'une opération à l'autre, est donnée par

$$\Delta f = \frac{\Delta p_1}{p_1} + \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta T_1}{T_1}$$

6.3 Exemple numérique — Détermination du titre molaire d'un mélange binaire CO₂ et N₂

Dans cet exemple de calcul, on considérera que les pressions et températures ont été mesurées avec les mêmes instruments lors de l'étalonnage et de l'emploi, et que les fluctuations de ces grandeurs sont négligeables pendant le temps t .

6.3.1 Étalonnage de la buse «azote»

$$m = 0,264\ 97 \pm 10^{-5} \text{ kg} \quad \frac{\Delta m}{m} = 3,8 \times 10^{-5}$$

$$\bar{p}'_1 = 8,048\ 3 \times 10^5 \pm 250 \text{ Pa} \quad \frac{\Delta \bar{p}'_1}{\bar{p}'_1} = 3,1 \times 10^{-4}$$

$$\bar{T}'_1 = 309,3 \pm 0,1 \text{ K} \quad \frac{\Delta \bar{T}'_1}{\bar{T}'_1} = 3,2 \times 10^{-4}$$

$$t = 252,2 \pm 0,1 \text{ s} \quad \frac{\Delta t}{t} = 4,0 \times 10^{-4}$$

$$A_c \cdot C_d \cdot C^* = \left(\frac{m}{t}\right) \cdot \frac{\sqrt{\bar{T}'_1}}{\bar{p}'_1}$$

$$A_c \cdot C_d \cdot C^* = \frac{0,264\ 97}{252,2} \times \frac{\sqrt{309,3}}{8,048\ 3 \times 10^5} = 2,295\ 81 \times 10^{-8}$$

$$\frac{\Delta(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} < \frac{\Delta m}{m} + \frac{\Delta t}{t} + \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta \bar{T}'_1}{\bar{T}'_1} + \frac{\Delta \bar{p}'_1}{\bar{p}'_1} < 3,8 \times 10^{-5} + 4 \times 10^{-4} + \frac{3,2}{2} \times 10^{-4} + 3,1 \times 10^{-4}$$

On estime ainsi l'erreur d'étalonnage pour q_{N_2} :

$$\Delta \text{Cal}_{N_2} < 9,1 \times 10^{-4}$$

6.3.2 Calcul du débit-masse d'azote

$$p_1 = 8,048\ 5 \times 10^5 \pm 250 \text{ Pa} \quad \frac{\Delta p_1}{p_1} = 3,1 \times 10^{-4}$$

$$T_1 = 309,1 \pm 0,1 \text{ K} \quad \frac{\Delta T_1}{T_1} = 3,2 \times 10^{-4}$$

L'erreur de fidélité est estimée par

$$\Delta f_{N_2} < (3,1 + 1,6) \times 10^{-4}$$

$$< 4,7 \times 10^{-4}$$

$$q_{N_2} = A_c \cdot C_d \cdot C^* \cdot \frac{p_1}{\sqrt{T_1}}$$

$$= 2,295\ 82 \times 10^{-8} \times \frac{8,048\ 5 \times 10^5}{\sqrt{309,1}}$$

$$= 1,051\ 0 \times 10^{-3} \text{ kg/s}$$

$$\frac{\Delta q_{N_2}}{q_{N_2}} < \Delta \text{Cal}_{N_2} + \Delta f_{N_2}$$

$$< 9,1 \times 10^{-4} + 4,7 \times 10^{-4}$$

$$< 1,4 \times 10^{-3}$$

D'où

$$q_{N_2} = 1,051 \times 10^{-3} \pm 1,5 \times 10^{-6} \text{ kg/s}$$

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6.3.3 Étalonnage de la buse «dioxyde de carbone»

$$m = 0,296\ 18 \pm 10^{-5} \text{ kg}$$

$$\frac{\Delta m}{m} = 3,4 \times 10^{-5}$$

$$\bar{p}'_1 = 5,293\ 7 \times 10^5 \pm 160 \text{ Pa}$$

$$\frac{\Delta \bar{p}'_1}{\bar{p}'_1} = 3,0 \times 10^{-4}$$

$$\bar{T}'_1 = 307,8 \pm 0,1 \text{ K}$$

$$\frac{\Delta \bar{T}'_1}{\bar{T}'_1} = 3,2 \times 10^{-4}$$

$$t = 1\ 607,9 \pm 0,1 \text{ s}$$

$$\frac{\Delta t}{t} = 6,2 \times 10^{-5}$$

$$A_c \cdot C_d \cdot C^* = \left(\frac{m}{t}\right) \cdot \frac{\sqrt{\bar{T}'_1}}{\bar{p}'_1}$$

$$= 6,104\ 80 \times 10^{-9}$$

$$\frac{\Delta(A_c \cdot C_d \cdot C^*)}{A_c \cdot C_d \cdot C^*} < \frac{\Delta m}{m} + \frac{\Delta t}{t} + \frac{1}{2} \cdot \frac{\Delta \bar{T}'_1}{\bar{T}'_1} + \frac{\Delta \bar{p}'_1}{\bar{p}'_1}$$

Soit une erreur d'étalonnage pour CO₂

$$\Delta \text{Cal}_{CO_2} < 5,6 \times 10^{-4}$$

$$A_c \cdot C_d \cdot C^* = 6,104\ 80 \times 10^{-9} \pm 3,4 \times 10^{-12}$$

6.3.4 Calcul du débit-masse de dioxyde de carbone

$$p_1 = 5,293\,5 \times 10^5 \pm 160 \text{ Pa} \quad \frac{\Delta p_1}{p_1} = 3,0 \times 10^{-4}$$

$$T_1 = 307,9 \pm 0,1 \text{ K} \quad \frac{\Delta T_1}{T_1} = 3,2 \times 10^{-4}$$

L'erreur de fidélité est estimée par

$$\Delta f_{CO_2} < 3 \times 10^{-4} + 1,6 \times 10^{-4} < 4,6 \times 10^{-4}$$

$$q_{CO_2} = A_c \cdot C_d \cdot C^* \cdot \frac{p_1}{\sqrt{T_1}} = 1,841\,7 \times 10^{-4} \text{ kg/s}$$

$$\frac{\Delta q_{CO_2}}{q_{CO_2}} < \Delta Cal_{CO_2} + \Delta f_{CO_2} < 5,6 \times 10^{-4} + 4,6 \times 10^{-4} < 10,2 \times 10^{-4} < 1,0 \times 10^{-3}$$

q_{MCO_2} et q_{MN_2} sont les débits molaires en CO_2 et N_2 ;

q_M est le débit molaire total du mélange produit.

En négligeant les incertitudes sur les masses molaires, l'incertitude relative sur le titre molaire de CO_2 est estimée par

$$\frac{\Delta C_{CO_2}}{C_{CO_2}} < \left(\frac{\Delta q_{MCO_2}}{q_{MCO_2}} \right) \left(1 - \frac{q_{MCO_2}}{q_M} \right) + \left(\frac{\Delta q_{MN_2}}{q_{MN_2}} \right) \left(\frac{q_{MN_2}}{q_M} \right)$$

$$< \left(\frac{\Delta q_{CO_2}}{q_{CO_2}} \right) \left(1 - C_{CO_2} \right) + \left(\frac{\Delta q_{N_2}}{q_{N_2}} \right) \cdot C_{N_2}$$

$$< \left(\frac{\Delta q_{CO_2}}{q_{CO_2}} + \frac{\Delta q_{N_2}}{q_{N_2}} \right) \cdot C_{N_2}$$

$$C_{CO_2} = 100,35 \text{ mmol/mol}$$

$$\frac{\Delta C_{CO_2}}{C_{CO_2}} < (1 + 1,4) \times 10^{-3} \times 0,9$$

$$< 2,2 \times 10^{-3}$$

ou, en isolant les composants provenant de l'étalonnage et de la fidélité des deux débits,

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

$$\frac{\Delta C_{CO_2}}{C_{CO_2}} < (\Delta Cal_{CO_2} + \Delta Cal_{N_2}) \cdot C_{N_2} + (\Delta f_{CO_2} + \Delta f_{N_2}) \cdot C_{N_2}$$

$$q_{CO_2} = 1,841\,7 \times 10^{-4} \pm 1,8 \times 10^{-7} \text{ kg/s}$$

ISO 6145-6:1986 $< \Delta Cal_{CO_2} + \Delta f_{CO_2}$
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4061c162-2e1d-4366-b3ef-0f4a0c2bf0f9/iso-6145-6-1986>

6.3.5 Calcul du titre molaire du dioxyde de carbone dans l'azote

$$C_{CO_2} = \frac{\frac{q_{CO_2}}{M_{CO_2}}}{\frac{q_{CO_2}}{M_{CO_2}} + \frac{q_{N_2}}{M_{N_2}}} = \frac{q_{MCO_2}}{q_{MCO_2} + q_{MN_2}} = \frac{q_{MCO_2}}{q_M}$$

où

M_{CO_2} et M_{N_2} sont les masses molaires du dioxyde de carbone et de l'azote;

ΔCal_{CO_2} provient des erreurs d'étalonnage sur les deux débits;

Δf_{CO_2} provient des erreurs de fidélité sur les deux débits.

$$\Delta Cal_{CO_2} < (5,6 + 9,1) \times 10^{-4} \times 0,9$$

$$< 13,23 \times 10^{-4}$$

$$< 1,4 \times 10^{-3}$$

$$\Delta f_{CO_2} < (4,6 + 4,7) \times 10^{-4} \times 0,9$$

$$< 8,4 \times 10^{-4}$$

$$< 0,9 \times 10^{-3}$$

$$C_{CO_2} = 100,35 \pm 0,23 \text{ mmol/mol}$$