
**Analyse des gaz — Préparation des
mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide
de méthodes volumétriques dynamiques —**

**Partie 9:
Méthode par saturation**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic
volumetric methods —*
(standards.iteh.ai)

Part 9: Saturation method

ISO 6145-9:2001

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-
d5534aa04f67/iso-6145-9-2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001)



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6145-9:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>

© ISO 2001

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	2
5 Mode opératoire	3
6 Incertitude du mesurage	4

Annexes

A Exemples numériques d'estimation de l'incertitude étendue relative de la fraction volumique du constituant lors de la préparation d'un mélange de gaz pour étalonnage selon l'article 4	6
B Vue d'ensemble des données concernant la tension de vapeur pour diverses substances	9
Bibliographie.....	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 6145 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 6145-9 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

L'ISO 6145 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques*:

- *Partie 1: Méthodes d'étalonnage*
- *Partie 2: Pompes volumétriques*
- *Partie 4: Méthode d'injection continue*
- *Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires*
- *Partie 6: Orifices critiques*
- *Partie 7: Régulateurs thermiques de débit-masse*
- *Partie 9: Méthode par saturation*
- *Partie 10: Méthode par perméation*

La diffusion fera l'objet de la partie 8 de l'ISO 6145 qui sera élaborée ultérieurement. La partie 3 de l'ISO 6145, *Injections périodiques dans un flux gazeux*, a été annulée.

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs de la présente partie de l'ISO 6145.

Introduction

Les gaz et vapeurs facilement condensables sont exposés à des phénomènes d'adsorption et la préparation, à l'aide de méthodes statiques, de mélanges de gaz pour étalonnage contenant ces constituants est par conséquent difficile. En outre, ces mélanges de gaz pour étalonnage ne peuvent être conservés sous pression près de la limite de saturation sans que la condensation ait lieu. La méthode par saturation peut être utilisée dans ces circonstances.

La présente partie de l'ISO 6145 fait partie d'une série de Normes internationales qui traitent des diverses méthodes volumétriques dynamiques utilisées pour la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage.

Contrairement aux méthodes présentées dans les autres parties de l'ISO 6145, la méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 6145 ne demande pas un mesurage précis des débits puisque ceux-ci n'apparaissent pas dans les équations qui servent à calculer la fraction volumique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques —

Partie 9: Méthode par saturation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6145 spécifie une méthode pour la production continue de mélanges de gaz pour étalonnage avec un constituant facilement condensable. Dans la plupart des cas, l'incertitude relative étendue se produisant sur la fraction volumique est inférieure à 1 %.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 6145. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6145 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 6143, *Analyse des gaz — Méthodes comparatives pour la détermination et la vérification de la composition des mélanges de gaz pour étalonnage*. <https://standards.iso.org/standards/std/6143/iso-6143-001.html> [d5534aa04f67/iso-6145-9-2001](https://standards.iso.org/standards/std/6143/iso-6143-001.html)

VDI 3490-3:1980, *Messen von Gasen — Prüfgase — Anforderungen und Maßnahmen für den Transfer* (Mesurage des gaz — Mélanges de gaz pour étalonnage — Exigences et précautions pour le transfert).

3 Principe

La tension de vapeur d'un gaz pur en équilibre avec sa phase condensée ne dépend que de la température. À des pressions proches de la pression atmosphérique, et en l'absence d'interactions significatives de la phase gazeuse, comme cela se produit avec les mélanges d'hydrocarbures, la fraction volumique du constituant peut être calculée à partir de la température et de la pression du système.

Si un gaz de complément est mis en contact avec la phase condensée d'un constituant à une température donnée, il ne s'établit un état de saturation que plus ou moins lentement. Afin d'accélérer le processus, on fait passer le gaz de complément par la phase condensée à une température T_1 et le mélange de gaz ainsi obtenu est ensuite refroidi à une température inférieure T_2 qui se situe au-dessous du point de rosée. Pour être sûr d'obtenir la saturation, la différence de température, $(T_1 - T_2)$ doit être d'au moins 5 K.

La fraction volumique φ_x du constituant x est, pour une bonne approximation, égale à la tension de vapeur p_x du constituant à une température T_2 , divisée par la pression totale p du mélange de gaz à la même température dans le condenseur, à savoir:

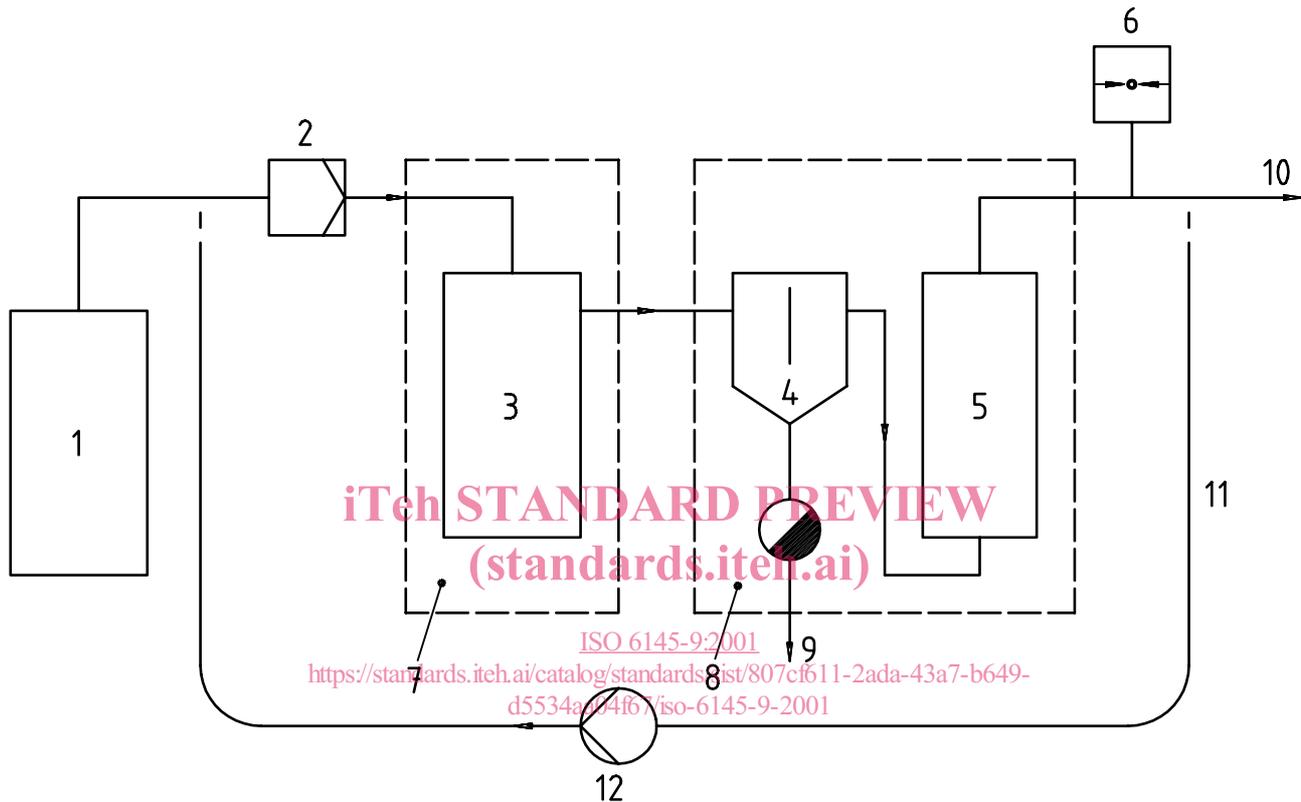
$$\varphi_x = \frac{p_x}{p} \quad (1)$$

La valeur de la pression partielle concernée (tension de vapeur) du constituant à la température T_2 se trouve dans les tableaux ou schémas des références [1] à [4] en Bibliographie.

4 Appareillage

4.1 Équipement permettant de produire des mélanges de gaz pour étalonnage au moyen de la méthode par saturation dont un exemple est montré à la Figure 1.

Un écoulement continu du gaz de complément provenant de l'alimentation (1) traverse d'abord un filtre (2) contenant des matériaux en fibre de quartz pour retirer les particules suspendues.



Légende

- | | |
|----|--|
| 1 | Alimentation de gaz de complément |
| 2 | Filtre pour les particules suspendues |
| 3 | Saturateur |
| 4 | Condenseur, fabriqué dans un matériau qui présente une conductivité thermique appropriée (par exemple, cuivre ou acier inoxydable) |
| 5 | Récipient de détente |
| 6 | Manomètre |
| 7 | Contrôle de température constante (T_1) |
| 8 | Contrôle de température constante (T_2) |
| 9 | Sortie de condensat |
| 10 | Sortie de mélange de gaz pour étalonnage |
| 11 | Système de circulation |
| 12 | Pompe de circulation |

NOTE Les parties 11 et 12 ne sont requises que lorsque l'on emploie un système de recyclage du gaz pour étalonnage.

Figure 1 — Schéma d'un équipement pour produire des mélanges de gaz pour étalonnage par la méthode par saturation

Afin de réduire les erreurs dans la fraction volumique des constituants, la procédure suivante doit être appliquée lorsque l'appareillage est monté et utilisé.

a) Préparation du gaz:

Nettoyer et sécher le gaz de complément avant de l'introduire dans le saturateur.

b) Compatibilité de l'appareillage:

Utiliser pour l'appareillage uniquement des conduites et des composants fabriqués dans un matériau qui ne présente pratiquement aucune interaction avec les constituants du mélange de gaz pour étalonnage.

c) Choix de l'appareillage:

Utiliser uniquement des conduites de liaison de sections transversales suffisamment grandes pour garantir que la chute de pression engendrée par la résistance à la circulation reste négligeable.

d) Contrôle de la pression:

Mesurer la pression totale à la sortie du récipient de détente.

e) Contrôle de la température:

Respecter les réglementations concernant le transfert des mélanges de gaz pour étalonnage, établies dans la VDI 3490-3. S'assurer que la température de la conduite de gaz est suffisamment supérieure à T_2 pour prévenir la condensation; le cas échéant, une conduite de liaison chauffée doit être prévue.

f) Instruments:

Utiliser pour le mesurage uniquement des instruments de précision: des thermomètres avec une erreur de $|\Delta T| < 0,05$ K, des dispositifs de mesurage de la pression avec une erreur de $|\Delta p| < 1$ hPa [1 mbar]¹⁾.

g) Pureté:

Utiliser uniquement des composants de pureté $> 99,99\%$, étant donné que les impuretés, si elles sont présentes, affectent la tension de vapeur.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807c1611-2ada-43e7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>

5 Mode opératoire

5.1 Installation

Disposer les surfaces de refroidissement de manière que la température du gaz et celle du condenseur soient identiques au moment où le gaz atteint la sortie du condenseur. Placer le récipient de détente avec des chicane après le condenseur, afin de retirer les aérosols du flux de gaz. Maintenir le récipient de détente à la même température que le condenseur. La température du milieu de refroidissement dans le récipient utilisé pour adapter le condenseur et le récipient de détente doit être maintenue constante au moyen d'éléments appropriés de refroidissement et de chauffage, via un circuit de contrôle.

À part la température T_2 , maintenir constante la pression p du mélange de gaz dans le condenseur et l'afficher. Recueillir le condensat produit dans le condenseur dans un récepteur de condensat ou le retirer de façon continue par pompage.

5.2 Fonctionnement du système direct

Charger le gaz avec le constituant à doser dans le saturateur (3 de la Figure 1) à la température T_2 . S'assurer que la température de condensation du constituant dans l'écoulement de gaz de complément est supérieure à la température T_2 du condenseur suivant (4 de la Figure 1). Refroidir le mélange de gaz dans le condenseur jusqu'à ce

1) $1 \text{ bar} = 10^5 \text{ N/m}^2 = 0,1 \text{ MPa}$

qu'une partie des constituants condense. Le condensat est déchargé via la sortie de condensat (9 de la Figure 1). Après le condenseur, le mélange de gaz pour étalonnage traverse un récipient de détente (5 de la Figure 1) dans lequel le reste d'aérosol éventuellement présent est séparé. Le condenseur (4 de la Figure 1) et le récipient de détente (5 de la Figure 1) sont tous deux situés dans un conteneur commandé par thermostat (8 de la Figure 1) à une température T_2 . Un manomètre (6 de la Figure 1) à la sortie (10 de la Figure 1) pour le mélange de gaz d'étalonnage fournit une lecture de la pression.

5.3 Fonctionnement du système de circulation fermé

Un système de circulation fermé peut également être utilisé. Ce système fonctionne en continu et à l'usage élimine tous les retards prolongés dans les modes opératoires requis pour atteindre des conditions d'équilibre. Le gaz d'étalonnage circule autour d'un circuit supplémentaire (11 de la Figure 1) au moyen d'une pompe (12 de la Figure 1). Après plusieurs passages de gaz autour du circuit pour établir l'équilibre, un échantillon de gaz peut être prélevé au point d'échantillonnage (10 de la Figure 1). Le gaz prélevé à partir du système doit être soigneusement remplacé par du gaz de complément frais depuis l'alimentation (1 de la Figure 1) évitant ainsi les changements de pression.

NOTE Il est possible de vérifier si la saturation est atteinte dans le condenseur en observant l'écoulement de condensat. Étant donné que la fraction volumique de la phase gazeuse à la phase condensée est d'environ 1 000:1 et que seul un rapport du constituant prélevé par le gaz de complément est séparé dans le condenseur en tant que condensat, le débit volume par la sortie (9 de la Figure 1) est très faible. Un mesurage physique du point de rosée sur le gaz de sortie peut être effectué pour confirmer que l'équilibre a été atteint.

6 Incertitude du mesurage

L'incertitude relative dépend de la pression totale du gaz dans le condenseur et de la tension de vapeur saturante. Étant donné que la pression totale est connue avec une incertitude satisfaisante, l'incertitude de la valeur de la tension de vapeur dépend de:

- l'incertitude du mesurage de la température du condensat;
- le contrôle de la température (c'est-à-dire $\Delta T < 0,05$ K peut être mesuré);
- l'incertitude des données qui sont utilisées pour la tension de vapeur;
- la pureté des composants.

Les incertitudes étendues relatives dans la fraction volumique du constituant x doit être estimée à l'aide d'incertitudes individuelles déterminables au moyen de l'équation (2).

Les incertitudes types relatives de mesurage sont combinées par la racine carrée de la somme des carrés afin de former l'incertitude étendue relative globale comme suit:

$$\frac{U(\varphi_x)}{\varphi_x} = 2\sqrt{\left\{ \left[\frac{u(p_x)}{p_x} \right]_{T_2} \right\}^2 + \left[\frac{u(p)}{p} \right]^2 + \left\{ \left[\frac{T_2}{p_x} \left(\frac{dp_x}{dT} \right)_{T_2} - 1 \right] \times \left[\frac{u(T)}{T} \right]_{T_2} \right\}^2} \quad (2)$$

où

$\frac{U(\varphi_x)}{\varphi_x}$ est l'incertitude étendue relative dans la fraction volumique du constituant;

$\left[\frac{u(p_x)}{p_x} \right]_{T_2}$ est l'incertitude relative dans la courbe de la tension de vapeur au point de service T_2 ;

$\frac{u(p)}{p}$ est l'incertitude type relative dans le mesurage de la pression totale;

$\left(\frac{dp_x}{dT}\right)_{T_2}$ est l'augmentation dans la courbe de la tension de vapeur au point de service T_2 ;

$\left[\frac{u(T)}{T}\right]_{T_2}$ est l'incertitude type relative dans le mesurage de la température de T_2 .

NOTE 1 Pour fournir un niveau de fiabilité (incertitudes étendues relatives) d'environ 95 %, les incertitudes types relatives données par l'équation (2) ont été multipliées par un facteur d'élargissement de 2.

La possibilité d'une sursaturation existe, en tant que phase stable, par la capacité de solvation dans le gaz matrice.

La concentration du constituant peut être vérifiée par comparaison avec un mélange de gaz de référence. Ceci peut être difficile à des concentrations faibles. Dans ce cas, il est possible d'utiliser un instrument dont la traçabilité a été évaluée.

NOTE 2 Des exemples de calculs sont donnés en annexe A.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/807cf611-2ada-43a7-b649-d5534aa04f67/iso-6145-9-2001>