
**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

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

Part 9: Saturation method

ISO 6145-9:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e326283a-e2ef-4ed5-9702-ade580adb5a6/iso-6145-9-2009>



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 6145-9:2009](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e326283a-e2ef-4ed5-9702-ade580adb5a6/iso-6145-9-2009>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

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 du 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.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
5.1 Montage	2
5.2 Préparation du gaz	2
5.3 Compatibilité de l'appareillage	2
5.4 Choix de l'appareillage	2
5.5 Contrôle de la pression	3
5.6 Contrôle de la température	3
5.7 Instruments	4
5.8 Pureté	4
6 Mode opératoire	4
6.1 Installation	4
6.2 Fonctionnement du système direct	4
6.3 Fonctionnement du système de circulation fermé	4
7 Incertitude de mesure	5
Annexe A (normative) Vue d'ensemble des données relatives à la tension de vapeur pour diverses substances	7
Annexe B (informative) Exemples d'estimations de l'incertitude	11
Bibliographie	14

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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6145-9:2001) ainsi que l'ISO 6145-9:2001/Cor.1:2002 qui ont fait l'objet d'une révision technique. L'Annexe B étant purement informative et intégrée sous forme de guide pour les méthodes de calcul des fractions volumiques, les exemples numériques qui y sont présentés ont été repris in extenso de l'ISO 6145-9:2001 dans cette mise à jour. Bien que certaines références aient été mises à jour dans la présente bibliographie pour tenir compte des dernières publications, les tableaux de l'Annexe A ont également été reproduits in extenso et sont fondés sur des données issues des précédentes éditions des publications correspondantes (Références [3], [4] et [7] à [10]). Pour l'application de la présente norme mise à jour, il est vivement recommandé de consulter les versions les plus récentes des publications citées, même s'il est prévu que toute modification apportée aux versions précédentes sera de nature mineure. Par exemple, la quinzième édition de la Référence [4] a été publiée en 1999 et la deuxième édition de la Référence [8] a été publiée en 1984.

L'ISO 6145-9 annule et remplace également l'ISO 6147 qui traite du même sujet. Par comparaison avec l'ISO 6147, l'ISO 6145-9 donne des informations plus détaillées sur l'utilisation de l'appareillage et un article relatif à l'incertitude de mesure a été ajouté. Les estimations de l'incertitude des méthodes et techniques d'étalonnage sont désormais combinées sous forme de la racine carrée de la somme des carrés pour donner l'incertitude-type composée relative.

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 continue par seringue d'injection*
- *Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires*
- *Partie 6: Orifices critiques*

- *Partie 7: Régulateurs thermiques de débit massique*
- *Partie 8: Méthode par diffusion*
- *Partie 9: Méthode par saturation*
- *Partie 10: Méthode par perméation*
- *Partie 11: Génération électrochimique*

L'ISO 6145-3 intitulée *Injections périodiques dans un flux gazeux* a été annulée.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e326283a-e2ef-4ed5-9702-ade580adb5a6/iso-6145-9-2009>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-9:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e326283a-e2ef-4ed5-9702-ade580adb5a6/iso-6145-9-2009>

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 fait partie d'une série de Normes internationales qui traitent des diverses méthodes volumétriques dynamiques utilisées pour la préparation des mélanges de gaz d'étalonnage. La présente partie spécifie une méthode pour la production continue de mélanges de gaz d'étalonnage contenant un ou plusieurs constituants facilement condensables. Une incertitude élargie relative, U , obtenue en multipliant l'incertitude-type composée relative par un coefficient d'élargissement $k = 2$, inférieure ou égale à $\pm 1 \%$ peut être obtenue à l'aide de la présente méthode.

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

Les gaz et vapeurs facilement condensables peuvent généralement s'adsorber sur les surfaces. Il est donc difficile de préparer à l'aide de méthodes statiques des mélanges de gaz d'étalonnage contenant ces constituants qui soient stables et dont la composition soit connue précisément. En outre, ces mélanges de gaz d'étalonnage ne peuvent être conservés à une pression proche de la limite de saturation sans que la condensation ait lieu. La méthode par saturation peut donc être utilisée pour la préparation de ce type de mélanges.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 6143, *Analyse des gaz — Méthodes comparatives pour la détermination et la vérification de la composition des mélanges de gaz pour étalonnage*

ISO 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

ISO 16664, *Analyse des gaz — Manutention des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage — Lignes directrices*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 7504 s'appliquent.

4 Principe

La tension de vapeur d'un gaz pur en équilibre avec sa phase condensée ne dépend que de la température. A des pressions proches de la pression barométrique régnante, et en l'absence d'interactions significatives dans 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 volatil à une température donnée sans intervention externe, l'équilibre (saturation) s'établit très lentement. Afin d'accélérer le processus, on fait passer le gaz de complément à travers la phase condensée à une température élevée, 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 s'assurer de l'obtention de la saturation, il est recommandé que la différence de température, $(T_1 - T_2)$, soit d'au moins 5 K.

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

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

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.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Montage

Un schéma de l'appareillage qui doit être utilisé pour la production des mélanges de gaz d'étalonnage au moyen de la méthode par saturation est illustré à la Figure 1.

Un débit continu du gaz de complément provenant de l'alimentation (repère 1 de la Figure 1) passe d'abord à travers un filtre (repère 2 de la Figure 1) contenant un matériau en fibre de quartz en vue d'éliminer les particules en suspension.

NOTE Les repères 11 et 12 de la Figure 1 ne sont requis que lorsqu'un système de recyclage du gaz d'étalonnage est employé.

Afin de réduire le plus possible l'incertitude de la fraction volumique des constituants, le mode opératoire spécifié en 5.2 à 5.8, pour l'assemblage et l'utilisation de l'appareillage doit être appliqué.

5.2 Préparation du gaz

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

5.3 Compatibilité de l'appareillage

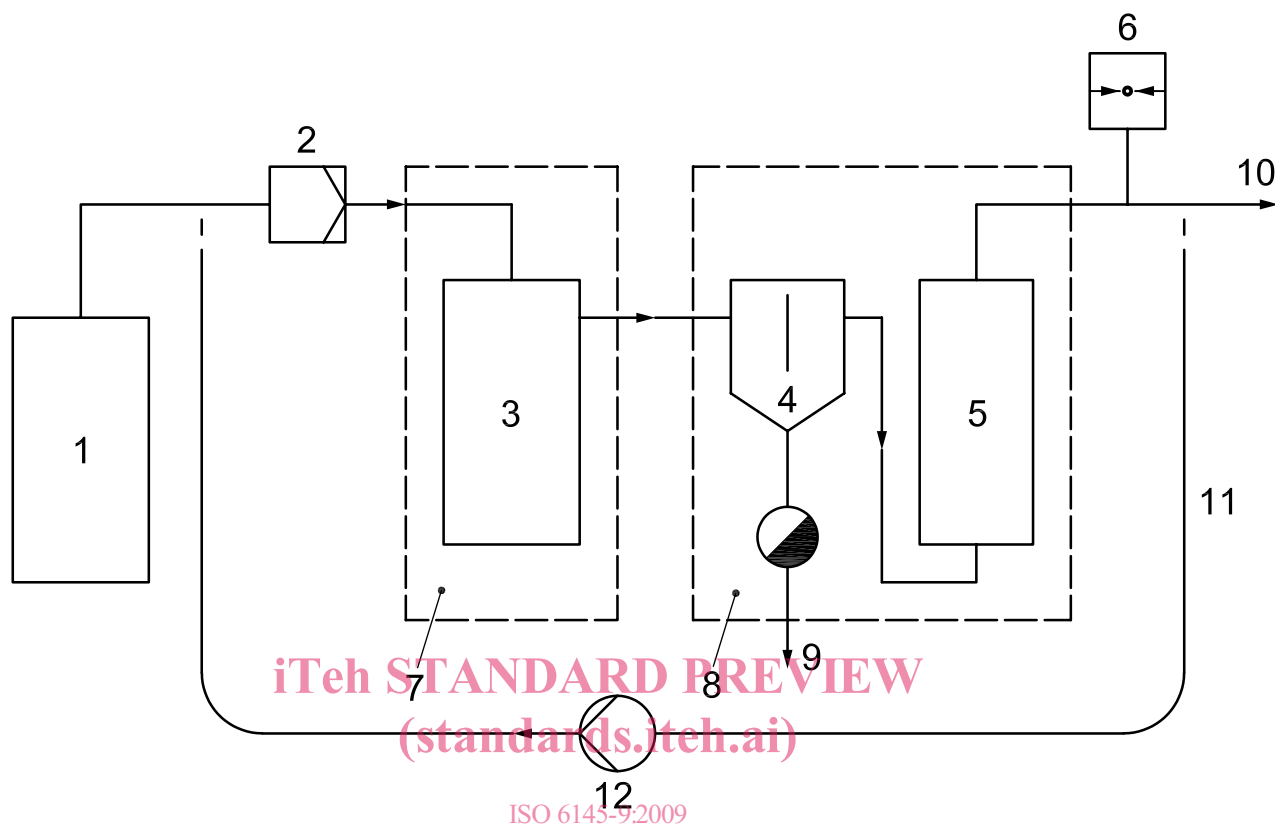
Pour l'appareillage, utiliser des composants, en particulier des lignes de prélèvement, fabriqués exclusivement en matériaux qui ne présentent pratiquement aucune interaction avec les constituants du mélange de gaz d'étalonnage. Éviter les matériaux pouvant être perméables aux constituants gazeux et/ou au mélange de gaz ou sur lesquels une adsorption pourrait se produire. En cas de doute, vérifier la compatibilité des lignes de prélèvement avant de les utiliser pour la préparation de l'échantillon de mélange de gaz.

5.4 Choix de l'appareillage

Utiliser des lignes de prélèvement dont la section transversale est suffisamment grande pour garantir que la chute de pression engendrée par la résistance à l'écoulement reste négligeable.

5.5 Contrôle de la pression

Mesurer la pression totale à la sortie du récipient d'équilibre de pression.



Légende

- | | | | |
|---|---|----|--|
| 1 | alimentation du gaz de complément | 7 | contrôle de la température constante (T_1) |
| 2 | filtre pour les particules en suspension | 8 | contrôle de la température constante (T_2) |
| 3 | saturateur | 9 | sortie du condensat |
| 4 | condenseur, fabriqué dans un matériau qui présente une conductivité thermique appropriée (par exemple cuivre ou acier inoxydable) | 10 | sortie du mélange de gaz d'étalonnage |
| 5 | récipient d'équilibre de pression, muni de chicanes | 11 | système de circulation |
| 6 | manomètre | 12 | pompe de circulation |

Figure 1 — Schéma de l'appareillage permettant de produire des mélanges de gaz d'étalonnage au moyen de la méthode par saturation

5.6 Contrôle de la température

Celle-ci doit se conformer à la spécification relative au transfert des mélanges de gaz d'étalonnage de l'ISO 16664.

S'assurer que la température de la ligne de prélèvement est suffisamment supérieure à T_2 de façon à pouvoir éviter la condensation; le cas échéant, prévoir une ligne de connexion chauffée.

5.7 Instruments

Pour effectuer les mesurages, utiliser exclusivement des instruments de haute précision; des thermomètres avec une erreur de mesure inférieure à $\pm 0,05 K$ et des manomètres avec une erreur de mesure inférieure à $\pm 1 \text{ hPa}$ [1mbar]¹⁾.

5.8 Pureté

Utiliser exclusivement des constituants de pureté $\geq 99,99 \%$, étant donné que certaines impuretés, si elles sont présentes, influent sur la tension de vapeur.

NOTE Il est possible de ne pas pouvoir se procurer des constituants présentant un tel degré de pureté. Si l'on souhaite appliquer la méthode dans ce cas, l'attention est attirée sur l'ISO 6144:2003^[5], 8.2.5 qui expose les facteurs supplémentaires à prendre en considération concernant l'estimation de l'incertitude élargie relative.

6 Mode opératoire

6.1 Installation

Disposer les surfaces de refroidissement de manière que la température du gaz et celle du condenseur soient identiques au moment de la sortie du condensat. Placer le récipient d'équilibre de pression avec des chicane en aval du condenseur afin d'éliminer les aérosols du flux de gaz. Maintenir le récipient d'équilibre de pression à la même température que le condenseur. S'assurer, par l'intermédiaire d'un circuit de contrôle, que la température du milieu de refroidissement dans la partie contenant le condenseur et le récipient d'équilibre de pression reste constante grâce à des éléments appropriés de refroidissement et de chauffage.

Outre 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.

6.2 Fonctionnement du système direct

Faire passer le gaz de complément à travers le constituant d'étalonnage en phase liquide dans le saturateur (repère 3 de la Figure 1) à la température T_1 . S'assurer que la température de condensation du constituant d'étalonnage dans le flux de gaz de complément est supérieure à la température T_2 du condenseur suivant (repère 4 de la Figure 1). Refroidir le mélange de gaz dans le condenseur jusqu'à ce qu'une partie du constituant d'étalonnage condense. Le condensat est purgé par l'intermédiaire de la sortie du condensat (repère 9 de la Figure 1). Le mélange de gaz d'étalonnage à la sortie du condenseur traverse ensuite un récipient d'équilibre de pression (repère 5 de la Figure 1) dans lequel le reste des aérosols éventuellement présents est séparé. Le condenseur (repère 4 de la Figure 1) et le récipient d'équilibre de pression (repère 5 de la Figure 1) sont tous deux situés dans un conteneur thermorégulé (repère 8 de la Figure 1) à la température T_2 . La pression du mélange de gaz d'étalonnage sortant au niveau du point d'échantillonnage (repère 10 de la Figure 1) est mesurée à l'aide du manomètre (repère 6 de la Figure 1).

6.3 Fonctionnement du système de circulation fermé

Un système de circulation à circuit fermé peut également être utilisé. Ce système fonctionne en continu et, lorsqu'il est utilisé, élimine tous les longs délais requis dans les modes opératoires pour atteindre l'équilibre. Le gaz d'étalonnage circule autour d'un circuit supplémentaire (repère 11 de la Figure 1) au moyen d'une pompe (repère 12 de la Figure 1).

Après plusieurs passages du gaz autour du circuit pour établir l'équilibre, le mélange de gaz d'étalonnage peut être prélevé au point d'échantillonnage (repère 10 de la Figure 1). Le gaz prélevé à partir du système

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

doit être soigneusement remplacé par du gaz de complément frais depuis l'alimentation (repère 1 de la Figure 1), en s'assurant de l'absence de variations de pression.

NOTE Il est possible de vérifier, en observant l'écoulement du condensat, si la saturation est atteinte dans le condenseur. Étant donné que la fraction volumique de la phase gazeuse à la phase condensée est d'environ 1000:1, et que seule une partie des composants qui passent dans le gaz de complément est séparée dans le condenseur en tant que condensat, le débit volumique par la sortie (repère 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.

7 Incertitude de mesure

L'incertitude relative dépend de la pression totale du gaz dans le condenseur et de la tension de vapeur. Pour procéder à des calculs supplémentaires à l'aide de données de tension de vapeur, les indications données dans l'Annexe A doivent être suivies. Tandis que la pression totale est connue avec une incertitude satisfaisante, celle de la valeur de la tension de vapeur dépend:

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

L'incertitude élargie relative dans la fraction volumique du constituant d'étalonnage x doit être estimée à l'aide d'incertitudes individuelles déterminables au moyen de l'Équation (2).

Les incertitudes-types relatives sont combinées sous forme de la racine carrée de la somme des carrés pour donner l'incertitude élargie 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 élargie relative dans la fraction volumique du constituant d'étalonnage;

$\left[\frac{u(p_x)}{p_x} \right]_{T_2}$ est l'incertitude-type 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 .