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

**Partie 7:
Régulateurs thermiques de débit
massique**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

Part 7: Thermal mass-flow controllers

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9c04862-4fb4-4552-8c66-d085bf377fb6/iso-6145-7-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6145-7:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9c04862-4fb4-4552-8c66-d085bf377fb6/iso-6145-7-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9c04862-4fb4-4552-8c66-d085bf377fb6/iso-6145-7-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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	2
4 Symboles	2
5 Principe	2
6 Configuration	2
6.1 Généralités.....	2
6.2 Régulateur thermique de débit massique utilisant un générateur de courant constant.....	3
6.3 Régulateur thermique de débit massique opérant à température constante.....	3
7 Préparation de mélanges de gaz	4
7.1 Description du mode opératoire expérimental.....	4
7.2 Domaine de validité.....	6
7.3 Conditions de fonctionnement.....	7
8 Calculs	7
8.1 Fraction volumique.....	7
8.2 Sources d'incertitude.....	8
8.3 Incertitude de mesure.....	8
Annexe A (informative) Prémélanges gazeux utilisés pour la préparation de mélanges fortement dilués	10
Annexe B (informative) Conseils pratiques	11
Annexe C (informative) Calcul des incertitudes	13
Bibliographie	15

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6145-7:2009), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- correction de certaines erreurs dans les formules des [Annexes A](#) et [C](#);
- corrections éditoriales mineures.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 6145 se trouve sur le site web de l'ISO.

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

Partie 7: Régulateurs thermiques de débit massique

1 Domaine d'application

L'ISO 6145 est une série de documents qui traitent des diverses méthodes dynamiques utilisées pour la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage. Le présent document spécifie une méthode de préparation en continu de mélanges de gaz pour étalonnage, à partir de gaz nominale pur ou de mélanges de gaz, à l'aide de régulateurs thermiques de débit massique. La méthode s'applique à la préparation de mélanges de gaz non réactifs, c'est-à-dire des gaz qui ne réagissent avec aucun des matériaux utilisés pour la fabrication du circuit de gaz du régulateur thermique de débit massique ou des équipements auxiliaires.

Si cette méthode est employée pour la préparation de mélanges de gaz pour étalonnage, la performance optimale est la suivante: l'incertitude de mesure relative élargie U , obtenue en multipliant l'incertitude-type par un facteur d'élargissement $k = 2$, n'est pas supérieure à 2 %.

Lorsque des prémélanges gazeux sont utilisés à la place de gaz purs, il est possible d'obtenir des fractions molaires inférieures à 10^{-6} . Le mesurage du débit massique n'étant alors pas suffisamment précis, le régulateur de débit doit faire l'objet d'un étalonnage indépendant.

Cette méthode a pour principal mérite de permettre la préparation en continu d'un mélange de gaz pour étalonnage en grande quantité ainsi que de rendre la préparation de mélanges à plusieurs constituants aussi simple que celle de mélanges ne comptant que deux constituants, à condition d'utiliser le nombre approprié de régulateurs thermiques de débit massique.

NOTE Des systèmes permettant le mélange des gaz à partir de régulateurs thermiques de débit massique existent dans le commerce, certains offrant la possibilité d'informatiser et d'automatiser les commandes.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 6145-1, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Méthodes d'étalonnage*

ISO 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

ISO 12963, *Analyse des gaz — Méthodes de comparaison pour la détermination de la composition des mélanges de gaz basées sur un ou deux points d'étalonnage*

ISO 19229, *Analyse des gaz — Analyse de pureté et traitement des données de pureté*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Symboles

C_p Capacité thermique (à pression constante)

i, k Indices pour les constituants d'un gaz ou d'un mélange de gaz

j Indice pour un gaz parent

m Masse

p Pression

q Nombre de constituants dans le mélange de gaz

q_m Débit massique

q_V Débit volumique

T Température

V Volume

Φ Flux de chaleur

ϕ Fraction volumique d'un constituant dans un gaz parent

φ Fraction volumique d'un constituant dans un mélange de gaz

ρ Masse volumique

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6145-7:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9c04862-4fb4-4552-8c66-d085bf377fb6/iso-6145-7-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b9c04862-4fb4-4552-8c66-d085bf377fb6/iso-6145-7-2018>

5 Principe

La préparation en continu de mélanges de gaz pour étalonnage, à partir de gaz nominaleme nt purs ou d'autres mélanges de gaz, en utilisant les régulateurs thermiques de débit massique disponibles sur le marché, est décrite. Le réglage des points de consigne sur les régulateurs de débit massique à des valeurs prédéterminées permet de modifier rapidement et de manière continuellement variable la composition du mélange de gaz. En choisissant des combinaisons appropriées de régulateurs thermiques de débit massique et en utilisant des gaz purs, il est possible de faire varier d'un facteur 1 000 la fraction volumique du constituant ciblé dans la matrice gazeuse.

6 Configuration

6.1 Généralités

Pour préparer un mélange de gaz, chaque constituant gazeux passe dans un régulateur thermique de débit massique étalonné, à un débit contrôlé connu et à pression constante. Des débitmètres précis sont

utilisés pour mesurer les débits pertinents afin d'obtenir un niveau d'incertitude acceptable, quel que soit le réglage du régulateur de débit massique (voir également l'ISO 6145-1).

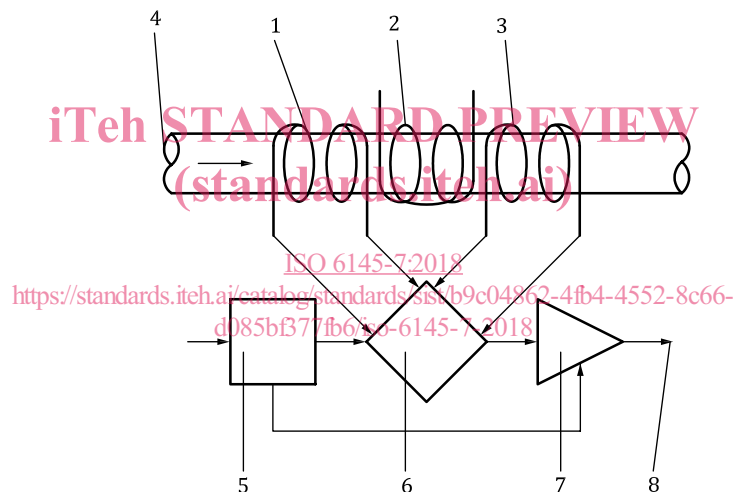
Un régulateur thermique de débit massique est constitué d'une unité de mesure du débit massique et d'une vanne de mélange à commande électronique (voir également les Références [1] et [2]).

6.2 Régulateur thermique de débit massique utilisant un générateur de courant constant

Le débit gazeux traverse un dispositif de chauffage raccordé à un générateur de courant constant, deux capteurs mesurant la température en amont et en aval du dispositif de chauffage.

La [Figure 1](#) présente le principe de fonctionnement d'un régulateur thermique de débit massique et de ses principaux éléments: dispositif de chauffage, capteurs de température et circuits qui leur sont associés. Les deux capteurs de température, situés l'un en amont et l'autre en aval du dispositif de chauffage, forment les deux bras du circuit du pont de Wheatstone, réglé pour afficher «zéro» en l'absence de débit. Lorsqu'un flux gazeux passe dans le circuit, une différence de température, ΔT , se crée entre les deux capteurs, produisant un flux de chaleur, Φ , donné par la [Formule \(1\)](#):

$$\Phi = C_p \Delta T q_m \quad (1)$$



Légende

1	capteur de température 1	5	alimentation électrique
2	dispositif de chauffage	6	pont de Wheatstone
3	capteur de température 2	7	amplificateur différentiel
4	alimentation en gaz	8	affichage du signal

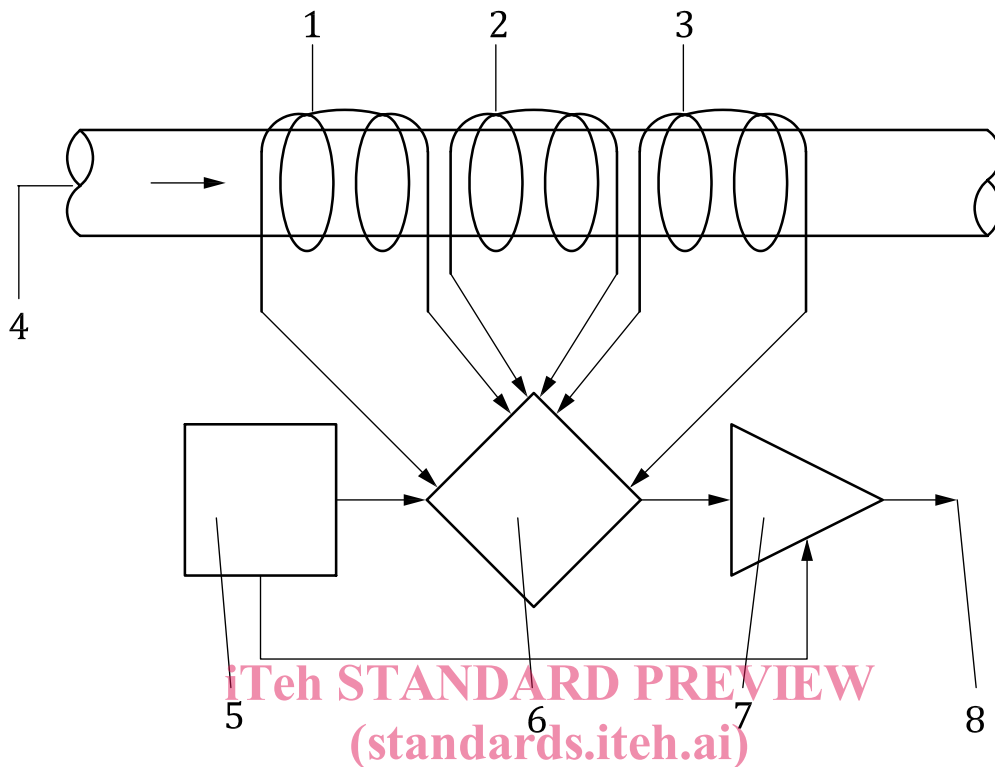
Figure 1 — Principe d'un régulateur thermique de débit massique avec générateur de courant constant

La différence de température entre les capteurs conduit à une différence de potentiel dans le circuit du pont de Wheatstone et donc à un signal. Le signal est comparé à une tension de référence réglable dans un amplificateur différentiel. Le signal de sortie qui en résulte actionne à son tour une vanne de régulation qui règle le débit du gaz.

6.3 Régulateur thermique de débit massique opérant à température constante

Dans le système illustré à la [Figure 2](#), le gaz parent traverse trois dispositifs de chauffage montés en série, chacun d'eux étant raccordé à l'un des bras du pont de Wheatstone autorégulateur. Au lieu de mesurer une différence de température, la tension à l'entrée de chaque dispositif de chauffage est réglée de façon à obtenir une répartition uniforme de la température le long du flux de gaz. Le courant

à la sortie du pont de Wheatstone est proportionnel à la perte calorifique et donc au débit massique du gaz. Le signal de sortie est à nouveau utilisé pour actionner la vanne solénoïde permettant de réguler le débit massique.



Légende

- 1 dispositif de chauffage 1
- 2 dispositif de chauffage 2
- 3 dispositif de chauffage 3
- 4 alimentation en gaz
- 5 alimentation électrique
- 6 pont de Wheatstone
- 7 amplificateur différentiel
- 8 affichage du signal

Figure 2 — Régulateur thermique de débit massique opérant à température constante

La préparation de mélanges à plusieurs constituants implique généralement l'utilisation d'un régulateur de débit massique par constituant. Il existe des régulateurs à deux canaux qui peuvent être utilisés pour préparer des mélanges à deux constituants ou encore des mélanges d'air avec un gaz donné.

7 Préparation de mélanges de gaz

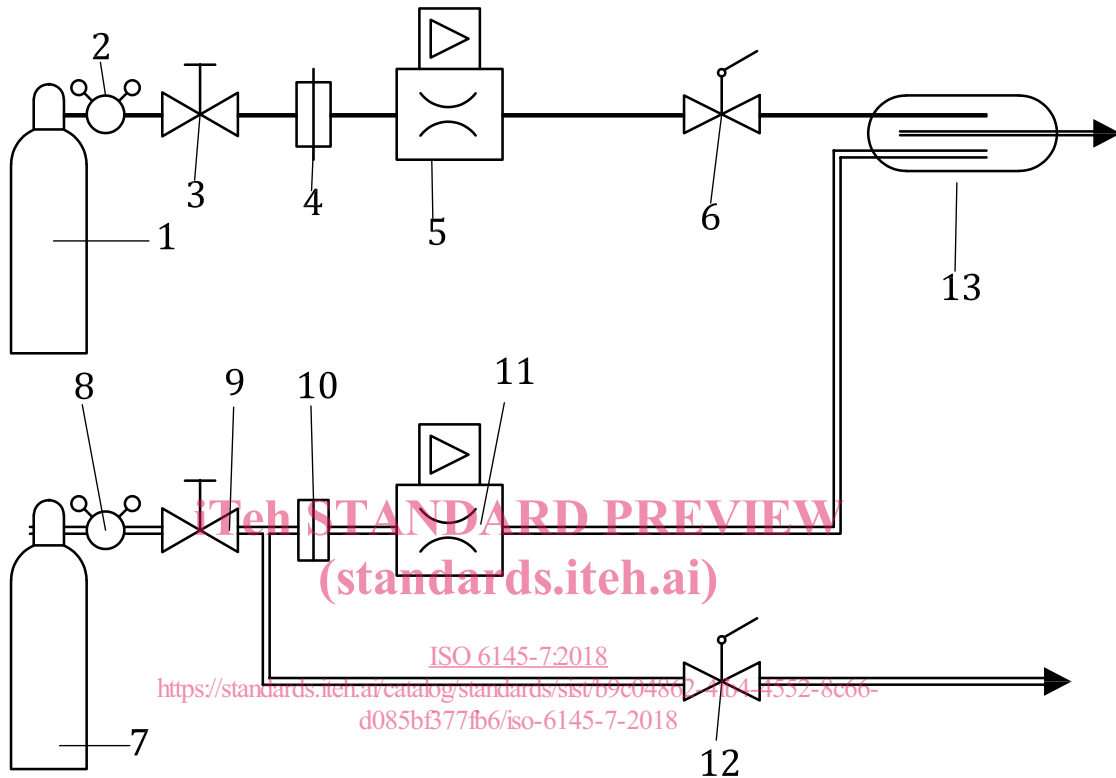
7.1 Description du mode opératoire expérimental

La [Figure 3](#) représente schématiquement le système utilisé pour la préparation de mélanges à deux constituants.

La pression et la température doivent être enregistrées au moment de l'étalonnage. En fonction des gaz à mélanger et de leur écart par rapport à un gaz parfait, la pression et la température ambiantes peuvent avoir une certaine incidence sur la fraction volumique. Au moment de l'étalonnage de l'analyseur, il convient que la pression et la température soient aussi proches que possible de celles prévalant au moment du contrôle des régulateurs thermiques de débit massique selon la méthode comparative de l'ISO 6143 ou de l'ISO 12963 (voir [7.3](#)).

Les compositions des mélanges de gaz pour étalonnage sont normalement exprimées en fractions volumiques, mais les spécifications d'exactitude des fabricants concernant les régulateurs thermiques de débit massique sont généralement exprimées en pourcentage de la pleine échelle de l'instrument.

L'incertitude élargie relative de 2 % mentionnée dans le domaine d'application du présent document correspond à 2 % de la fraction volumique du constituant d'étalonnage dans le mélange. Cette valeur suppose une utilisation optimale de chaque régulateur thermique de débit massique dans le système, ce qui signifie que chacun fonctionne à son débit maximal ou à un débit très proche de celui-ci. Ainsi, si un régulateur thermique de débit massique fonctionne à 10 % de la pleine échelle, l'incertitude élargie, exprimée en pourcentage du débit maximal (distincte de l'incertitude élargie relative), peut-être de $\pm 1\%$; par contre, exprimée en termes de pourcentage du débit réel, l'incertitude élargie relative est alors de 10 %.



Légende

Matrice gazeuse:

- 1 bouteille de gaz sous pression
- 2 régulateur de pression
- 3 vanne d'arrêt
- 4 filtre protégeant contre d'éventuelles contaminations
- 5 régulateur thermique de débit massique
- 6 vanne d'arrêt

Constituant d'étalonnage:

- 7 bouteille de gaz sous pression
- 8 régulateur de pression
- 9 vanne d'arrêt
- 10 filtre protégeant contre d'éventuelles contaminations
- 11 régulateur thermique de débit massique
- 12 vanne d'arrêt
- 13 chambre de mélange

Figure 3 — Appareil de mélange permettant la préparation de mélanges de gaz à deux constituants au moyen de régulateurs thermiques de débit massique

Un mélange à deux constituants contenant le constituant d'étalonnage à une fraction volumique de 1:11 pourrait être préparé à l'aide de deux régulateurs thermiques de débit massique, chacun de 1 000 ml/min en pleine échelle, en faisant fonctionner l'un à 100 ml/min et l'autre à 1 000 ml/min. Toutefois, l'incertitude élargie associée au débit du premier serait de $\pm 10\%$ du débit et l'incertitude élargie relative de la fraction volumique serait de $\pm 9\%$. Pour que le mélange ait une incertitude élargie relative de la fraction volumique de 2 %, utiliser un régulateur thermique de débit massique ayant une pleine échelle de 100 ml/min et un second ayant une pleine échelle de 1 000 ml/min, tous deux fonctionnant très près de leur pleine échelle.

La même exigence doit être respectée en ce qui concerne la préparation des mélanges à plusieurs constituants.

L'[Annexe B](#) décrit brièvement une méthode pour laquelle il n'y a aucune exigence relative à l'étalonnage par rapport à des étalons externes de débit gazeux ou de fraction volumique, la référence à la publication qui en donne une description complète figurant dans la bibliographie.

Comme illustré à la [Figure 3](#), les bouteilles de gaz (1) et (7) contenant respectivement la matrice gazeuse et le constituant ciblé sont raccordées aux régulateurs thermiques de débit massique (5) et (11) via les régulateurs de pression (2) et (8) et les vannes d'arrêt (3) et (9). Les deux filtres (4) et (10), montés en ligne, protègent le système contre une éventuelle contamination. Les gaz sortent des régulateurs de débit pour entrer dans la chambre de mélange (13).

Le domaine de travail recommandé pour les régulateurs de pression est compris entre 60 kPa (0,6 bar) et 600 kPa (6,0 bar). Le régulateur de pression (ou détendeur) utilisé pour le « constituant gazeux » doit également être adapté au constituant utilisé (le diaphragme doit, par exemple, être en acier inoxydable ou tout autre matériau résistant à la corrosion). De même, les régulateurs thermiques de débit massique doivent pouvoir être utilisés avec les constituants gazeux concernés et répondre aux exigences relatives au mélange de gaz.

Régler les pressions d'entrée appropriées aux régulateurs de débit massique à l'aide des régulateurs de pression et ouvrir les vannes d'arrêt (3), (6) et (9). Purger la voie d'entrée du constituant gazeux par la vanne d'arrêt (12), dont le modèle doit permettre des manœuvres rapides.

Régler ensuite les points de consigne des régulateurs de sorte que le réglage des différents débits les uns par rapport aux autres permettent d'obtenir la composition désirée pour le mélange à deux constituants; pendant ce temps, poursuivre le processus de purge du tube d'entrée du constituant gazeux en répétant les manœuvres d'ouverture et de fermeture de la vanne d'arrêt (12) jusqu'à ce que le volume total du gaz purgé soit au moins égal à 10 fois le volume du circuit de gaz.

Une fois le système complètement purgé, introduire les gaz via les régulateurs thermiques de débit massique dans la chambre de mélange (13), réalisée en matériaux inertes. Le mélange s'écoule à la pression atmosphérique ambiante vers l'instrument à étalonner à condition que la résistance à l'écoulement en aval de la chambre de mélange (13) soit faible par rapport à l'écoulement produit à la source.

Bien que, dans la plupart des applications, le mélange de gaz soit acheminé à la pression atmosphérique ambiante dominante, il est concevable que cette méthode puisse également être appliquée pour transporter des mélanges à des pressions de sortie élevées. Cependant, il serait dans ce cas nécessaire d'accorder une attention toute particulière aux variations de C_p et de la masse volumique des constituants gazeux en fonction de la pression de façon à évaluer la validité de cette méthode.

7.2 Domaine de validité

Comme indiqué dans le domaine d'application, la méthode s'applique à la préparation de mélanges de gaz non réactifs, c'est-à-dire des gaz qui ne réagissent avec aucun des matériaux utilisés pour la fabrication du circuit de gaz du régulateur thermique de débit massique ou des équipements auxiliaires. Une attention particulière doit être portée lorsque cette méthode est utilisée comme moyen de préparation de mélanges de gaz renfermant des constituants formant des mélanges potentiellement explosifs dans l'air. Les mesures nécessaires doivent être prises pour garantir que le fonctionnement de l'appareil est sans danger en ajoutant, par exemple, aux appareils énumérés en [6.1](#) des dispositifs anti-retour de flamme montés en ligne.

Cette méthode n'étant pas très précise, chaque régulateur thermique de débit massique doit être étalonné par rapport au type de gaz ou mélange de gaz pour lequel il est destiné à être utilisé.

7.3 Conditions de fonctionnement

Pour le bon fonctionnement des capteurs:

- il ne doit y avoir ni perte ni gain de chaleur autres que ceux dus à la circulation du gaz entre l'endroit où se situe le dispositif de chauffage et le capteur en aval; et
- la température doit être uniformément répartie dans le flux gazeux.

L'hypothèse selon laquelle C_p est constante ne vaut que sur une plage de températures restreinte. Les précautions générales applicables à toutes les techniques dynamiques de préparation doivent être observées. Il est impératif de prêter attention aux matériaux utilisés pour la fabrication du circuit d'écoulement. Seuls les matériaux de faible porosité ne causant aucune adsorption de l'un des constituants dans les gaz ou le mélange de gaz sont appropriés. Les tubes doivent être propres et les raccords solidement fixés.

Le régulateur thermique de débit massique doit conserver la même orientation que lors de son étalonnage, à moins que l'absence d'une sensibilité à l'orientation n'ait été établie. Les régulateurs doivent être étalonnés par rapport aux constituants concernés et il peut être nécessaire de consulter leur fabricant pour tout changement de type de gaz; il peut s'avérer nécessaire de changer le capteur.

8 Calculs

8.1 Fraction volumique

Déterminer la fraction volumique en utilisant l'une des méthodes d'étalonnage des débits décrites dans l'ISO 6145-1. Une attention particulière doit être portée à l'incertitude liée à la méthode choisie.

L'étalonnage du régulateur thermique de débit massique permet de définir le débit massique ou le débit volumique, selon la méthode utilisée.

$$q_m = \frac{\Phi}{C_p \Delta T} \quad (2)$$

$$q_V = \frac{\Phi}{C_p \rho \Delta T} \quad (3)$$

Le calcul suivant des fractions volumiques n'est valable que si des gaz de haute pureté sont utilisés, avec des fractions d'impuretés suffisamment faibles. La pureté des gaz doit être évaluée conformément à l'ISO 19229 et les données de pureté doivent être préparées en conséquence. Si les niveaux d'impuretés sont trop élevés pour être négligeables dans le calcul de la composition, une autre méthode de calcul doit être utilisée. Une possibilité est donnée dans l'[Annexe A](#).

La fraction molaire est calculée par:

$$x_A = \frac{\frac{(q_m)_A}{M_A}}{\left[\frac{(q_m)_A}{M_A} + \frac{(q_m)_B}{M_B} \right]} \quad (4)$$

où

M_A et M_B sont respectivement les masses molaires des constituants A et B;

$(q_m)_A$ et $(q_m)_B$ désignent respectivement les valeurs de débit massique des constituants A et B.