

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61207-3

Deuxième édition
Second edition
2002-04

**Analyseurs de gaz –
Expression des qualités de fonctionnement –**

**Partie 3:
Analyseurs d'oxygène paramagnétiques**

**Gas analyzers –
Expression of performance –**

**Part 3:
Paramagnetic oxygen analyzers**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61207-3:2002

Numérotation des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000. Ainsi, la CEI 34-1 devient la CEI 60034-1.

Editions consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Informations supplémentaires sur les publications de la CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique. Des renseignements relatifs à cette publication, y compris sa validité, sont disponibles dans le Catalogue des publications de la CEI (voir ci-dessous) en plus des nouvelles éditions, amendements et corrigenda. Des informations sur les sujets à l'étude et l'avancement des travaux entrepris par le comité d'études qui a élaboré cette publication, ainsi que la liste des publications parues, sont également disponibles par l'intermédiaire de:

- Site web de la CEI (www.iec.ch)
- Catalogue des publications de la CEI

Le catalogue en ligne sur le site web de la CEI (www.iec.ch/catlg-f.htm) vous permet de faire des recherches en utilisant de nombreux critères, comprenant des recherches textuelles, par comité d'études ou date de publication. Des informations en ligne sont également disponibles sur les nouvelles publications, les publications remplacées ou retirées, ainsi que sur les corrigenda.

- IEC Just Published

Ce résumé des dernières publications parues (www.iec.ch/JP.htm) est aussi disponible par courrier électronique. Veuillez prendre contact avec le Service client (voir ci-dessous) pour plus d'informations.

- Service clients

Si vous avez des questions au sujet de cette publication ou avez besoin de renseignements supplémentaires, prenez contact avec le Service clients:

Email: custserv@iec.ch
Tél: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

Publication numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series. For example, IEC 34-1 is now referred to as IEC 60034-1.

Consolidated editions

The IEC is now publishing consolidated versions of its publications. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Further information on IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology. Information relating to this publication, including its validity, is available in the IEC Catalogue of publications (see below) in addition to new editions, amendments and corrigenda. Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is also available from the following:

- IEC Web Site (www.iec.ch)
- Catalogue of IEC publications

The on-line catalogue on the IEC web site (www.iec.ch/catlg-e.htm) enables you to search by a variety of criteria including text searches, technical committees and date of publication. On-line information is also available on recently issued publications, withdrawn and replaced publications, as well as corrigenda.

- IEC Just Published

This summary of recently issued publications (www.iec.ch/JP.htm) is also available by email. Please contact the Customer Service Centre (see below) for further information.

- Customer Service Centre

If you have any questions regarding this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre:

Email: custserv@iec.ch
Tel: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61207-3

Deuxième édition
Second edition
2002-04

**Analyseurs de gaz –
Expression des qualités de fonctionnement –**

**Partie 3:
Analyseurs d'oxygène paramagnétiques**

**Gas analyzers –
Expression of performance –**

**Part 3:
Paramagnetic oxygen analyzers**

© IEC 2002 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission, 3, rue de Varembé, PO Box 131, CH-1211 Geneva 20, Switzerland
Telephone: +41 22 919 02 11 Telefax: +41 22 919 03 00 E-mail: inmail@iec.ch Web: www.iec.ch



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

U

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	8
1 Domaine d'application et objet	10
2 Références normatives	10
3 Définitions	12
4 Procédures d'établissement des spécifications	20
4.1 Spécification des unités et services auxiliaires essentiels	20
4.2 Caractéristiques supplémentaires concernant la spécification des qualités de fonctionnement	22
4.3 Aspects importants liés à la spécification des qualités de fonctionnement	22
5 Procédures pour les essais de conformité	26
5.1 Introduction	26
5.2 Procédures d'essai	28
Annexe A (informative) Gaz interférents	44
Annexe B (informative) Méthodes de préparation de la vapeur d'eau dans les gaz d'essai	50
Bibliographie	54
Figure 1 – Système à équilibrage magnétique automatique avec courant de réaction	30
Figure 2 – Capteur d'oxygène thermomagnétique	32
Figure 3 – Capteur d'oxygène à pression différentielle	34
Figure 4 – Système d'échantillonnage types – Système avec filtre séchage et pompe pour échantillons humides	36
Figure 5 – Dispositif général d'essai pour gaz secs	38
Figure 6 – Système d'échantillonnage type – Système à aspiration de vapeur avec lavage à l'eau pour échantillons humides	40
Figure 7 – Equipement général d'essai permettant d'alimenter en gaz et en vapeur d'eau des systèmes d'analyse	42
Tableau A.1 – Facteurs de correction du zéro pour des gaz courants	46

CONTENTS

FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	9
1 Scope and object.....	11
2 Normative references	11
3 Definitions	13
4 Procedures for specification	21
4.1 Specification of essential ancillary units and services.....	21
4.2 Additional characteristics related to specification of performance.....	23
4.3 Important aspects related to specification of performance.....	23
5 Procedures for compliance testing.....	27
5.1 Introduction	27
5.2 Testing procedures.....	29
Annex A (informative) Interfering gases	45
Annex B (informative) Methods of preparation of water vapour in test gases.....	51
Bibliography.....	55
Figure 1 – Magnetic auto-balance system with current feedback.....	31
Figure 2 – Thermomagnetic oxygen sensor.....	33
Figure 3 – Differential pressure oxygen sensor.....	35
Figure 4 – Typical sampling systems – Filtered and dried system with pump for wet samples.....	37
Figure 5 – General test arrangement – Dry gases	39
Figure 6 – Typical sampling system – Steam-aspirated system with water wash for wet samples.....	41
Figure 7 – Test apparatus to apply gases and water vapour to analysis systems	43
Table A.1 – Zero correction factors for current gases.....	47

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

ANALYSEURS DE GAZ – EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT –

Partie 3: Analyseurs d'oxygène paramagnétiques

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, spécifications techniques, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61207-3 a été établie par le sous-comité 65D: Appareils pour l'analyse de composition, du comité d'études 65 de la CEI: Mesure et commande dans les processus industriels.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition parue en 1998, dont elle constitue une révision technique.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
65D/79/FDIS	65D/86/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les annexes A et B sont données uniquement à titre d'information.

Cette norme doit être utilisée conjointement avec la CEI 61207-1.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**GAS ANALYZERS –
EXPRESSION OF PERFORMANCE –****Part 3: Paramagnetic oxygen analyzers**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical specifications, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61207-3 has been prepared by subcommittee 65D: Analyzing equipment, of IEC technical committee 65: Industrial-process measurement and control.

This second edition cancels and replaces the first edition published in 1998 and constitutes a technical revision.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
65D/79/FDIS	65D/86/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 3.

Annexes A and B are for information only.

This standard shall be used in conjunction with IEC 61207-1.

La CEI 61207-3 constitue la partie 3 d'une série de publications, présentées sous le titre général *Analyseurs de gaz – Expression des qualités de fonctionnement*:

- Partie 1: Généralités
- Partie 2: Oxygène contenu dans le gaz (utilisant des capteurs électrochimiques à haute température)
- Partie 3: Analyseurs d'oxygène paramagnétiques
- Partie 6: Analyseurs photométriques
- Partie 7: Analyseurs par infrarouges pour gaz

Les parties 4 et 5 sont à l'étude.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant 2006. A cette date, la publication sera

- reconduite;
- supprimée;
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

Le contenu du corrigendum de janvier 2003 et mai 2003 a été pris en considération dans cet exemplaire.

IEC 61207-3 constitutes part 3 of a series of publications under the general title *Gas analyzers – Expression of performance*:

- Part 1: General
- Part 2: Oxygen in gas (utilizing high-temperature electrochemical sensors)
- Part 3: Paramagnetic oxygen analyzers
- Part 6: Photometric analyzers
- Part 7: Infra-red analyzers

Parts 4 and 5 are under consideration.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until 2006. At this date, the publication will be

- reconfirmed;
- withdrawn;
- replaced by a revised edition, or
- amended.

The contents of the corrigendum of January 2003 and May 2003 have been included in this copy.

INTRODUCTION

Les analyseurs d'oxygène paramagnétiques sont sensibles aux pressions partielles et non pas à la concentration en volume de l'oxygène. Ils sont utilisés pour de nombreuses applications industrielles, de laboratoire et autres où le domaine de mesure assigné de l'analyseur se situe entre les gammes 0 % à 1 % et 0 % à 100 %.

Seuls quelques gaz présentent un phénomène de paramagnétisme (par exemple l'oxygène, l'oxyde 43 et le dioxyde d'azote). L'oxygène a une susceptibilité paramagnétique particulièrement forte (voir annexe A). Cette propriété particulière de l'oxygène a permis de concevoir des analyseurs capables d'effectuer des mesurages très spécifiques dans la plupart des applications industrielles, par exemple lorsqu'il peut exister une quantité importante d'hydrocarbures résiduels.

Plusieurs techniques différentes de mesurage des propriétés paramagnétiques de l'oxygène sont décrites. Les trois principales méthodes, utilisées commercialement depuis des années, ont évolué au fil du temps. Ces trois méthodes sont les suivantes:

- équilibrage automatique à méthode de zéro;
- vent thermomagnétique ou magnétique;
- pression différentielle ou méthode de Quincke.

Ces méthodes nécessitent toutes que le gaz échantillon soit propre et sec; cependant, certaines versions fonctionnent à des températures élevées, afin que les échantillons qui ont des chances de se condenser à des températures inférieures puissent être analysés.

Cette prescription fait qu'il est souvent nécessaire que les analyseurs soient équipés d'un système d'échantillonnage afin de conditionner l'échantillon avant le mesurage.

INTRODUCTION

Paramagnetic oxygen analyzers respond to partial pressure and not volumetric concentration. They are used in a wide range of industrial, laboratory and other applications where the rated measuring range of the analyzer is between 0 % to 1 % and 0 % to 100 %, at reference pressure.

Only a few gases display paramagnetism (for example, oxygen, nitric oxide and nitrogen dioxide). Oxygen has a particularly strong paramagnetic susceptibility (see annex A). By employing this particular property of oxygen, analyzers have been designed which can be highly specific to the measurement in most industrial applications, where, for example, high background levels of hydrocarbons may be present.

There are several different techniques described for measuring the paramagnetic properties of oxygen, but three main methods have evolved over many years of commercial application.

The three methods are:

- automatic null balance;
- thermomagnetic or magnetic wind;
- differential pressure or Quincke.

These methods all require the sample gas to be clean and dry, though some versions work at elevated temperatures so that samples that are likely to condense at a lower temperature can be analyzed.

Because of this requirement, analyzers often require a sample system to condition the sample prior to measurement.

ANALYSEURS DE GAZ – EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT –

Partie 3: Analyseurs d'oxygène paramagnétiques

1 Domaine d'application et objet

La présente partie de la CEI 61207 traite des trois principales méthodes de mesure présentées dans l'introduction. Elle porte sur des unités auxiliaires essentielles et concerne les analyseurs installés en intérieur comme à l'extérieur.

NOTE Les applications présentant un risque particulier au point de vue sécurité peuvent nécessiter des prescriptions supplémentaires relatives aux caractéristiques du système et de l'analyseur qui ne sont pas traitées dans la présente norme.

Cette norme a pour objet

- de spécifier la terminologie et les définitions liées aux qualités de fonctionnement des analyseurs de gaz paramagnétiques utilisés pour le mesurage de l'oxygène dans un gaz source;
- d'unifier les méthodes utilisées en fournissant et en vérifiant les indications relatives à la qualité de fonctionnement de ces analyseurs;
- de spécifier les essais à effectuer afin de déterminer la qualité de fonctionnement et la manière dont il convient de réaliser ces essais;
- de stipuler des documents de base permettant d'appliquer les normes d'assurance de la qualité (ISO 9001, ISO 9002 et ISO 9003).

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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60654-1:1993, *Matériels de mesure et de commande dans les processus industriels – Conditions de fonctionnement – Partie 1: Conditions climatiques*

CEI 61115:1992, *Expression des qualités de fonctionnement des systèmes de manipulation d'échantillon pour analyseurs de processus*

CEI 61207-1:1994, *Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs de gaz – Partie 1: Généralités*

ISO 9001:2000, *Systèmes de management de la qualité – Exigences*

ISO 9002:1994, *Systèmes qualité – Modèle pour l'assurance de la qualité en production, installation et prestations associées*

ISO 9003:1994, *Systèmes qualité – Modèle pour l'assurance de qualité en contrôle et essais finals*

GAS ANALYZERS – EXPRESSION OF PERFORMANCE –

Part 3: Paramagnetic oxygen analyzers

1 Scope and object

This part of IEC 61207 applies to the three main methods outlined in the introduction. It considers essential ancillary units and applies to analyzers installed indoors and outdoors.

NOTE Safety critical applications can require an additional requirement of system and analyzer specifications not covered in this standard.

This standard is intended

- to specify terminology and definitions related to the functional performance of paramagnetic gas analyzers for the measurement of oxygen in a source gas;
- to unify methods used in making and verifying statements on the functional performance of such analyzers;
- to specify what tests should be performed to determine the functional performance and how such tests should be carried out;
- to provide basic documents to support the application of standards of quality assurance (ISO 9001, ISO 9002 and ISO 9003).

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.

IEC 60654-1:1993, *Industrial-process measurement and control equipment – Operating conditions – Part 1: Climatic conditions*

IEC 61115:1992, *Expression of performance of sample handling systems for process analyzers*

IEC 61207-1:1994, *Expression of performance of gas analyzers – Part 1: General*

ISO 9001:2000, *Quality management systems – Requirements*

ISO 9002:1994, *Quality systems – Model for quality assurance in production, installation and servicing*

ISO 9003:1994, *Quality systems – Model for quality assurance in final inspection and test*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de la CEI 61207, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

susceptibilité magnétique

mesure (X) relative de la variation de l'intensité du champ magnétique H dans une portion d'espace contenant du vide lorsqu'on substitue à ce vide la substance en essai

$$X = \frac{H^1 - H}{H} \quad (1)$$

où

H est l'intensité du champ magnétique dans le vide;

H^1 est l'intensité du champ magnétique dans la substance en essai.

3.1.1

paramagnétisme

substances qui provoquent une augmentation du champ magnétique ($X > 0$)

3.1.2

diamagnétisme

substances qui provoquent une diminution du champ magnétique ($X < 0$ car $H^1 < H$)

3.1.3

susceptibilité magnétique spécifique

rapport de la susceptibilité magnétique à la masse comme suit:

$$X_s = \frac{X}{D} \quad (2)$$

où

D est la densité de la substance considérée, exprimée en $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ (Système Cgs), à 273,15 K (0 °C) et 101,3 kPa (= 1 bar). L'unité de mesure de X_s est donc le $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$.

3.1.4

susceptibilité magnétique molaire

la susceptibilité magnétique molaire X_m est le produit de la susceptibilité magnétique spécifique par la masse molaire de la substance considérée:

$$X_m = X_s \cdot M \quad (3)$$

où

M est exprimé en grammes par mole ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$); pour l'oxygène, $M = 32$

L'unité de mesure de X_m est donc le $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = \text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$ (Système Cgs).

NOTE 1 Les électrons déterminent les propriétés magnétiques de la matière de deux manières:

- un électron peut être considéré comme une petite sphère chargée négativement qui tourne sur son axe. Cette charge tournante produit un moment magnétique;
- un électron qui décrit une orbite autour d'un noyau produit également un moment magnétique.

3 Definitions

For the purposes of this part of IEC 61270, the following definitions apply.

3.1

magnetic susceptibility

measure (X) of the variation of the intensity of a magnetic field H , existing in a vacuum, when the vacuum is substituted (filled) by the test substance

$$X = \frac{H^1 - H}{H} \quad (1)$$

where

H is the magnetic field intensity in vacuum;

H^1 is the magnetic field intensity in the test substance.

3.1.1

paramagnetism

substances causing an increase of the magnetic field intensity ($X > 0$)

3.1.2

diamagnetism

substances causing a diminution of the magnetic field intensity ($X < 0$ because $H^1 < H$)

3.1.3

specific magnetic susceptibility

ratio of magnetic susceptibility as follows:

$$X_s = \frac{X}{D} \quad (2)$$

where

D is the density of the considered substance, expressed in $\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ at 273,15 K (0 °C) and 101,3 kPa (= 1 bar).

The measuring unit of X_s is therefore $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$.

3.1.4

molar magnetic susceptibility

the molar magnetic susceptibility X_m is the specific magnetic susceptibility multiplied by the molecular weight of the substance considered:

$$X_m = X_s \cdot M \quad (3)$$

where

M is expressed in grammes per mole ($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$) (for oxygen $M = 32$).

The measuring unit of X_m is therefore $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = \text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$.

NOTE 1 Electrons determine the magnetic properties of matter in two ways:

- an electron can be considered as a small sphere of negative charge spinning on its axis. This spinning charge produces a magnetic moment;
- an electron travelling in an orbit around a nucleus will also produce a magnetic moment.

C'est la combinaison du moment cinétique intrinsèque et du moment cinétique orbital des électrons qui régit les propriétés magnétiques d'un atome ou d'un ion.

Dans les matériaux paramagnétiques, la principale contribution au moment magnétique provient des électrons non appairés. C'est la configuration des orbites des électrons et l'orientation de leur rotation qui détermine le paramagnétisme de la molécule d'oxygène et la distingue de la plupart des autres gaz.

NOTE 2 Lorsque des gaz paramagnétiques sont placés dans un champ magnétique extérieur, le flux dans le gaz est plus élevé que ce qu'il serait dans le vide, ce qui fait que les gaz paramagnétiques sont attirés vers les zones où le champ magnétique est le plus fort. A l'opposé, les substances diamagnétiques qui contiennent des dipôles magnétiques qui rejettent certaines lignes de force du champ extérieur sont repoussées par l'application du champ magnétique.

NOTE 3 La susceptibilité magnétique molaire de l'oxygène est inversement proportionnelle à la température absolue T selon

$$X_m = (1010557/T) \times 10^{-6} \text{ cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}.$$

(seulement pour l'oxygène).

NOTE 4 Une explication complète du paramagnétisme, du diamagnétisme peut être trouvée dans les ouvrages de physique et de chimie minérale. Les explications données dans la présente norme sont destinées à fournir aux utilisateurs d'analyseurs d'oxygène paramagnétiques les bases leur permettant de comprendre les grandes lignes de la propriété physique utilisée.

3.2

analyseur à équilibrage automatique à méthode de zéro

le principe de fonctionnement de ce type d'analyseur est le déplacement d'un dispositif contenant du vide ou un gaz diamagnétique, dans un volume qui contient le gaz à analyser siège d'un champ magnétique élevé et non uniforme, par le biais de la mesure de l'action de ce champ sur les molécules d'oxygène paramagnétiques (voir figure 1).

L'élément de mesure emploie un haltère en verre dont les sphères contiennent de l'azote, suspendu à une bande de torsion entre des éléments polaires magnétiques qui concentrent le flux autour de l'haltère. L'élément de mesure doit être placé dans un circuit magnétique. L'haltère est dévié lorsque des molécules d'oxygène pénètrent dans l'élément de mesure, une force étant exercée sur l'haltère par les molécules d'oxygène qui sont attirées dans la zone où le champ magnétique est le plus intense. En utilisant des micromesureurs à miroir, une bobine de réaction et une électronique adaptée, il est possible d'obtenir en sortie un signal directement proportionnel à la pression partielle d'oxygène. Le transducteur est habituellement maintenu à une température constante pour empêcher les variations de susceptibilité magnétique liées à la température de provoquer des erreurs. De plus, la température élevée présente une utilité dans les applications où l'échantillon n'est pas particulièrement sec. Certains analyseurs sont conçus pour que le capteur fonctionne à une température de plus de 373,15 K (100 °C), afin de faciliter encore les applications où des condensats se formeraient à une température inférieure.

It is the combination of the spin moment and the orbital moment that governs the resulting magnetic properties of an individual atom or ion.

In paramagnetic materials, the main contribution to the magnetic moment comes from unpaired electrons. It is the configuration of the orbital electrons and their spin orientations that establish the paramagnetism of the oxygen molecule and distinguish it from most other gases.

NOTE 2 When paramagnetic gases are placed within an external magnetic field, the flux within the gas is higher than it would be in a vacuum, thus paramagnetic gases are attracted to the part of the magnetic field with the strongest magnetic flux. On the contrary, diamagnetic substances contain magnetic dipoles which cancel out some lines of force from the external field; thus diamagnetic gases are subject to repulsion by the magnetic flux.

NOTE 3 The molar magnetic susceptibility of oxygen is inversely proportional to the absolute temperature T according to

$$X_m = (1010557/T) \times 10^{-6} \cdot \text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1}.$$

(only for oxygen).

NOTE 4 A full understanding of paramagnetism and diamagnetism can be obtained from physics and inorganic chemistry textbooks. The explanation in this standard is to give the user of paramagnetic oxygen analyzers a simple understanding of the physical property utilized.

3.2

automatic null balance analyzer

this type of analyzer uses, as a general principle of operation, the displacement of a body containing a vacuum or a diamagnetic gas, from a region of high magnetic field by paramagnetic oxygen molecules (see figure 1).

The measuring cell typically employs a glass dumb-bell, with the spheres containing nitrogen, suspended on a torsion strip between magnetic pole pieces that concentrate the flux around the dumb-bell. The measuring cell has to be placed in a magnetic circuit. The dumb-bell is then deflected when oxygen molecules enter the measuring cell, a force being exerted on the dumb-bell by the oxygen molecules which are attracted to the strongest part of the magnetic field. By use of optical levers, a feed-back coil, and suitable electronics, an output that is directly proportional to the partial pressure of oxygen can be achieved. The transducer is usually maintained at a constant temperature to prevent the variations in magnetic susceptibility with temperature from introducing errors. Additionally, the elevated temperature helps in applications where the sample is not particularly dry. Some analyzers are designed so that the transducer operates at a temperature in excess of 373,15 K (100 °C) to further facilitate applications where condensates would form at lower temperature.

3.3

analyseurs thermomagnétiques (à «vent» magnétique)

ce type d'analyseur utilise la relation entre la susceptibilité magnétique et température pour générer un débit de gaz induit magnétiquement qui peut être mesuré par un capteur de débit. Le gaz échantillon passe dans une chambre conçue de manière que le débit soit divisé en deux à l'entrée (voir figure 2).

Les deux débits se recombinaient à la sortie. Le capteur de débit est enroulé autour d'un tube qui relie les deux branches. La moitié du tube de raccordement est placée entre les pôles d'un aimant puissant. Le capteur de débit est constitué de deux bobines de fil électrique chauffées à 353,15 K (80 °C) environ par le passage d'un courant. Les molécules d'oxygène froides sont déviées par le champ magnétique dans le tube central. Leur susceptibilité magnétique diminue au fur et à mesure qu'elles se réchauffent (gradient de température dans le tube) et d'autres molécules d'oxygène froides peuvent pénétrer dans le tube de raccordement. Un flux d'oxygène parcourt le tube dont l'effet est de refroidir la première bobine (celle placée dans la zone de champ magnétique élevé), alors que la température de la deuxième bobine du capteur n'est pas affectée par ce flux transversal. Du fait que les bobines sont constituées de fil thermo-sensible (par exemple du platine) et connectées ensemble à un pont de Wheatstone, le courant de déséquilibre résultant est fonction pratiquement proportionnelle de la pression partielle d'oxygène dans le gaz analysé.

Les analyseurs les plus récents utilisent des éléments de mesure plus élaborés, des résistances toroïdales au lieu du capteur de débit à deux bobines, et un système de régulation de température pour minimiser les changements de température ambiante.

Cette méthode reposant sur le transfert thermique, la conductivité thermique des gaz résiduels influe sur le mesurage de l'oxygène. Il est donc nécessaire de connaître la composition des gaz résiduels. Dans ce cas également, les analyseurs de gaz plus récents apportent une correction par le biais de dispositifs de compensation supplémentaires.

La sortie des analyseurs thermomagnétiques n'est pas strictement linéaire et il est nécessaire de procéder à un traitement supplémentaire du signal pour obtenir une sortie linéaire.

3.4

analyseurs à pression différentielle (Quincke)

ce type d'analyseur utilise un système de comparateur pneumatique établi à l'aide d'un gaz de référence (tel que l'azote). L'élément de mesure est conçu de telle sorte que le débit de gaz de référence soit divisé en deux à l'entrée. Ces deux débits se recombinaient en sortie, à l'endroit où le gaz à analyser est également introduit. Un capteur de pression différentielle (ou un capteur de microdébit) est positionné à l'intérieur des deux flots de gaz de référence, de sorte que tout déséquilibre soit détecté. Un aimant est placé à proximité de la sortie du gaz de référence sur une des branches de l'élément de mesure, de sorte que l'oxygène présent dans l'échantillon soit attiré dans la branche en question, ce qui provoque une contre-pression détectée par le capteur de pression (voir figure 3).

Les analyseurs à pression différentielle sont indépendants de la conductivité thermique des gaz résiduels et, comme seul le gaz de référence entre en contact avec le capteur, les problèmes de corrosion sont minimes. Certains instruments utilisent des champs magnétiques en régime pulsé pour améliorer la sensibilité à l'inclinaison (position) et d'autres modèles compensent l'effet des vibrations.

3.5

zone dangereuse

zone où il existe un risque de libération de gaz, vapeurs ou poussières inflammables. Les limitations relatives à l'utilisation d'équipements électriques s'appliquent dans ces zones

3.3

thermomagnetic (magnetic-wind) analyzers

this type of analyzer utilizes the temperature dependence of the magnetic susceptibility to generate a magnetically induced gas flow which can then be measured by a flow sensor. The sample gas passes into a chamber designed in such a way that the inlet splits the flow (see figure 2).

The two flows recombine at the outlet. A connecting tube is placed centrally with the flow sensor wound on it. Half of the connecting tube is placed between the poles of a strong magnet. The flow sensor is effectively two coils of wire heated to about 353,15 K (80 °C) by passage of a current. The cold oxygen molecules are diverted by the magnetic field into the central tube, and, as they heat up, their magnetic susceptibility is reduced and more cold oxygen molecules enter the connecting tube. A flow of oxygen is generated in this way through the transversal connecting tube, with the effect of cooling the first coil (which is placed in the magnetic field area), while the temperature of the second coil is not essentially influenced by this transversal flow. Since the two coils are wound with thermosensitive wire (for example, platinum wire) and connected together to build a Wheatstone bridge, the resulting unbalance current is a nearly proportional function of the oxygen partial pressure in the test gas.

More recent analyzers use more refined measuring cells, torodial shaped resistors instead of the two-coil flow sensor and employ temperature control to minimize ambient temperature changes.

As this method relies on heat transfer, the thermal conductivity of background gases will affect the oxygen reading and the composition of the background has to be known. Some analyzers can give a first-order correction for this by utilizing further compensation devices.

Thermomagnetic analyzers do not produce a strictly linear output, and additional signal processing is required to linearize the output.

3.4

differential pressure (Quincke) analyzers

this type of analyzer utilizes a pneumatic balance system established by using a reference gas (such as nitrogen). The measuring cell is designed so that at the reference gas inlet the flow is divided into two paths. These flows recombine at the reference gas outlet, where the sample is also introduced. A differential pressure sensor (or microflow sensor) is positioned across the two reference gas flows so that any imbalance is detected. A magnet is situated in the vicinity of the reference gas outlet in one arm of the measuring cell so that oxygen in the sample is attracted into the arm, thereby causing a back pressure which is detected by the pressure sensor (see figure 3).

Differential pressure analyzers are independent of thermal conductivity of background gases, and as only the reference gas comes in contact with the sensor, corrosion problems are minimal. Some instruments use pulsed magnetic fields to improve tilt sensitivity, and certain designs compensate for vibration effects.

3.5

hazardous area

area where there is a possibility of release of potentially flammable gases, vapours or dusts. Restrictions in the use of electrical equipment apply in hazardous areas

3.6

appareils auxiliaires essentiels

les appareils auxiliaires essentiels sont ceux sans lesquels l'analyseur ne peut fonctionner dans le respect des spécifications (par exemple systèmes d'étalonnage, systèmes pour gaz de référence, systèmes d'échantillonnage)

3.6.1

systèmes d'échantillonnage

voir figures 4 et 5, pour les systèmes d'échantillonnage types. Les prescriptions relatives aux systèmes d'échantillonnage sont présentées de manière détaillée dans la CEI 61115.

Un système d'échantillonnage est composé de divers éléments assemblés sur un panneau ou dans le boîtier d'un analyseur. Il a pour but de transporter le gaz échantillon du point d'échantillonnage à l'analyseur et de présenter l'échantillon de manière que des mesurages fiables puissent être effectués. Les composants utilisés peuvent comprendre

- des régulateurs de pression;
- des débitmètres;
- des unités de filtration;
- des pompes;
- des vannes (manuelles et/ou électriques);
- des pièges à condensats ou séparateurs;
- des réfrigérants;
- des réchauffeurs;
- des unités de séchage;
- des unités de lavage.

Ces composants sont habituellement conçus par l'utilisateur ou, plus souvent, par un fabricant, comme système d'échantillonnage, de sorte que les prescriptions relatives à l'analyseur définies dans les spécifications se situent à l'intérieur du domaine de fonctionnement assigné. Les exigences de conception du système dépendent donc en grande partie des conditions d'échantillonnage. Les variations de la pression de l'échantillon, de la température, de la charge en poussière et de la pression d'autres gaz et vapeurs influent sur la conception du système d'échantillonnage final.

3.7

point de rosée de l'échantillon

le point de rosée d'un échantillon est exprimé en K. Il s'agit de la température à laquelle ou en dessous de laquelle la condensation se produit.

Il convient de faire fonctionner l'analyseur à une température supérieure d'au moins 5 K à celle du point de rosée de l'échantillon afin d'éviter la formation d'un condensat

NOTE La présence de condensation à l'entrée d'un analyseur entraîne habituellement un mauvais fonctionnement. En fonction de la nature de l'échantillon, la vapeur d'eau ou d'autres vapeurs peuvent se transformer en condensat.

3.8

gaz de référence

l'analyseur Quincke nécessite un gaz de référence de composition constante connue. On utilise habituellement de l'azote pur. Le gaz de référence peut contenir de l'oxygène. Ceci a pour conséquence de supprimer la référence de zéro et est utile, lorsqu'on mesure des concentrations d'oxygène élevées pour réduire l'influence des variations de la pression atmosphérique

3.6

essential ancillary units

essential ancillary units are those without which the analyzer will not operate within specifications (for example, calibration systems, reference gas systems, sample systems).

3.6.1

sample systems

see figures 4 and 5 for typical sampling systems. For full details of sample systems requirements, see IEC 61115.

A sample system is a system of component parts assembled on a panel or in an analyzer house with the purpose of transporting the sample gas from the sampling point to the analyzer and presenting the sample in such a manner that reliable measurements can be obtained. The components used can include

- pressure regulators;
- flow meters;
- filtration units;
- pumps;
- valves (manual and/or electrically operated);
- catch or knockout pots;
- coolers;
- heaters;
- drying units;
- scrubbing units.

These components will usually be designed as a sample system by the user or, more often, by a manufacturer, so that the analyzer requirements defined in the specification are within the rated operating range. The required system design is therefore very dependent on the sample conditions of the process. Variations in sample pressure, temperature, dust loading, and pressure of other gases and vapours will affect the final sample system design.

3.7

sample dew point

the dew point of a sample is expressed in K and is the temperature at or below which condensation occurs.

The analyzer should be operated at a minimum of 5 K above the sample dew point to prevent formation of condensate

NOTE The presence of condensation at the inlet of an analyzer will usually cause malfunction. Condensate may form from water vapour or other vapours depending on the nature of the sample.

3.8

reference gas

the Quincke analyzer requires a reference gas of known constant composition. Pure nitrogen is usually employed. The reference gas can have an oxygen content. This has the effect of giving a suppressed zero and is useful when measuring high oxygen concentrations as it reduces the influence of barometric pressure

4 Procédures d'établissement des spécifications

Ces procédures sont décrites de manière détaillée dans la CEI 61207-1 qui traite des points suivants:

- prescriptions d'exploitation et de stockage;
- spécification des domaines de mesure et des signaux de sortie;
- limites d'erreur;
- valeurs de référence recommandées et plages des grandeurs d'influence assignées (voir CEI 60654-1).

La présente partie de la CEI 61207 donne les prescriptions relatives aux unités auxiliaires et aux services essentiels. Des caractéristiques supplémentaires pour la spécification des qualités de fonctionnement et des aspects importants des qualités de fonctionnement des analyseurs paramagnétiques sont exposées de manière détaillée.

4.1 Spécification des unités et services auxiliaires essentiels

4.1.1 Système d'échantillonnage

Le système d'échantillonnage doit être spécifié de manière à fournir une quantité d'échantillon se situant dans le domaine des grandeurs d'influence de l'analyseur.

NOTE 1 Des éléments simples du système d'échantillonnage peuvent être incorporés à l'analyseur. Des débitmètres, des systèmes de régulation de débit, des débitmètres de contournement, des systèmes de régulation de débit de contournement et des filtres d'échantillons font souvent partie intégrante de l'analyseur.

NOTE 2 Si certains éléments du système sont inclus dans l'analyseur, le domaine assigné des grandeurs d'influence sera moins strict que celui d'un analyseur sans système d'échantillonnage.

Le système d'échantillonnage allonge le temps de réponse de l'analyseur. C'est pourquoi il convient de spécifier le temps de réponse du système d'échantillonnage.

La composition chimique du débit d'échantillon doit être prise en compte lors de la spécification du système. Il est nécessaire de prendre des précautions particulières pour les échantillons inflammables, toxiques ou corrosifs.

Il convient d'éviter de recourir à certains matériaux perméables à l'oxygène (par exemple les silicones). Il convient de plus de veiller à ce que les composants du système d'échantillonnage soient propres pour permettre la présence d'oxygène en évitant toute réaction dangereuse avec des produits contaminants.

4.1.2 Services

Il est nécessaire d'ajouter aux analyseurs d'oxygène paramagnétiques des systèmes d'étalonnage après installation. Des gaz étalons en bouteille et des dispositifs de régulation de pression sont généralement exigés. Les analyseurs de Quincke demandent en outre des dispositifs d'alimentation en gaz de référence.

NOTE L'azote est habituellement utilisé pour l'étalonnage du zéro. Pour la mesure dans la plage de référence, on utilisera une concentration d'oxygène dans de l'azote correspondant à environ 80 % du niveau haut de la plage. L'air contient de 20,64 % à 20,95 % d'O₂ par volume du fait de la variation d'humidité. De l'air sec ou de l'air d'alimentation d'instruments à 20,95 % d'oxygène peut donc être utilisé pour les mesures de la plage. Si le niveau d'oxygène des échantillons est élevé, alors de l'oxygène pur (100 % d'O₂) est normalement utilisé comme plage de référence.

4.1.2.1 Domaine de pression assigné du gaz étalon et de référence

La pression du gaz étalon et de référence doit se situer dans le domaine de pression d'échantillon assigné à l'analyseur afin de ne pas endommager le capteur paramagnétique.

4.1.2.2 Domaine de débit assigné du débit de gaz étalon et de référence

Le débit de gaz étalon et de référence doit se situer à l'intérieur du domaine assigné pour le débit d'échantillon à l'analyseur. Pour minimiser les erreurs, il convient que le réglage du débit de gaz étalon soit identique à celui du débit d'échantillon. Des débits de gaz étalon et de référence trop importants peuvent endommager le capteur paramagnétique.

4 Procedures for specification

The procedures are detailed in IEC 61207-1. This covers

- operation and storage requirements;
- specification of ranges of measurement and output signals;
- limits of errors;
- recommended reference values and rated ranges of influence quantities (see IEC 60654-1).

In this part of IEC 61207, requirements for essential ancillary units and services are given. Additional characteristics for specification of performance and important aspects of performance relevant to paramagnetic analyzers are detailed.

4.1 Specification of essential ancillary units and services

4.1.1 Sampling system

The sampling system must be specified to supply the sample within the rated range of influence quantities of the analyzer.

NOTE 1 Simple elements of the sampling system may be included in the analyzer. Sample flow meters, sample flow regulation, by-pass flowmeters, by-pass flow regulations, sample filters are often part of the analyzer.

NOTE 2 If certain system elements are included in the analyzer the rated range of influence quantities will be less severe compared to an analyzer without any sampling system.

The sampling system will add a delay in addition to the response time of the analyzer. Hence, the sample system response time should be specified.

The chemical composition of the sample stream must be considered in the system specification. Special precautions need to be taken for flammable samples, toxic samples or corrosive samples.

Some materials are permeable to oxygen (for example, silicones) and should be avoided. Sampling system components should be clean for oxygen service to prevent any dangerous reactions with contaminants.

4.1.2 Services

Paramagnetic oxygen analyzers will require facilities for calibration after installation. Bottled calibration gases and pressure regulation facilities are generally required. Quincke analyzers will additionally require facilities for supplying the reference gas.

NOTE Nitrogen is usually employed for zero calibration. The span gas will usually be a known concentration of oxygen in nitrogen typically about 80 % of the measuring range. Air contains between 20,64 % and 20,95 % O₂ by volume due to varying humidity. Dry air or instrument air at 20,95 % O₂ can therefore be used for span calibrations. If the oxygen level of the sample gas is high, then 100 % O₂ is usually used as the span gas.

4.1.2.1 Rated range of calibration and reference gas pressure

Calibration and reference gas pressure shall be within the rated range of sample pressure for the analyzer, to prevent possible damage to the paramagnetic sensor.

4.1.2.2 Rated range of calibration and reference gas flow

Calibration and reference gas flow shall be within the rated range of sample flow for the analyzer. For minimum errors the calibration gas flow should be set the same as the sample flow. Excessively high calibration and reference gas flows can damage the paramagnetic sensor.

4.2 Caractéristiques supplémentaires concernant la spécification des qualités de fonctionnement

Il peut être exigé que soient spécifiées les caractéristiques suivantes, qui s'ajoutent à celles détaillées dans la CEI 61207-1, pour définir la qualité de fonctionnement d'un analyseur paramagnétique ou son adéquation à une application particulière. En fonction du modèle de l'analyseur ou de l'application, certains de ces termes supplémentaires peuvent être omis.

4.2.1 Classement en zone dangereuse de l'endroit où l'analyseur est à implanter. Les analyseurs à usage général ne peuvent être implantés dans une zone à risques.

4.2.2 Il convient de n'échantillonner les gaz ou vapeurs inflammables qu'avec des analyseurs dont il est spécifié qu'ils conviennent à cet usage et en évacuant les gaz issus de l'analyseur de façon sûre.

4.2.3 Si le gaz échantillon est toxique, il convient de le spécifier car il peut être nécessaire de suivre des instructions de maintenance particulières pour assurer un fonctionnement sans fuites. On doit également prendre en compte, lors de l'installation de l'analyseur, la façon dont le gaz échantillon est mis à l'air libre, réinjecté dans le processus ou utilisé d'une autre manière.

4.2.4 Il convient de prendre en compte l'orientation de l'analyseur. Dans des installations fixes, il convient de placer les analyseurs en position verticale de façon à minimiser les erreurs dues à l'inclinaison. Pour les installations mobiles (par exemple à bord de navires), il convient de spécifier le domaine d'inclinaison assigné.

4.2.5 Il convient de prendre en compte la susceptibilité de l'analyseur aux vibrations. Il est recommandé d'utiliser des supports antivibrations pour les applications où le niveau des vibrations se situe en dehors du domaine assigné à l'analyseur.

4.2.6 Il convient de prendre en compte le temps de réponse de l'analyseur et de son système d'échantillonnage. Le temps de réponse spécifié pour l'analyseur est habituellement de beaucoup inférieur à celui du système d'échantillonnage, mais il dépend du modèle de système d'échantillonnage.

NOTE Certains modèles d'analyseurs paramagnétiques comportent des systèmes réglables de débit d'échantillon et de débit de contournement.

4.3 Aspects importants liés à la spécification des qualités de fonctionnement

Bien qu'ils soient traités par la CEI 61207-1, les aspects suivants concernent particulièrement les analyseurs paramagnétiques.

4.3.1 Domaine assigné de température ambiante

4.3.2 Domaine assigné de température du gaz échantillon

NOTE La susceptibilité magnétique de l'oxygène dépend de la température. La valeur mesurée peut être entachée d'une erreur importante à moins que l'analyseur ne puisse, de par sa conception, compenser la température du capteur. En pratique, la température du capteur paramagnétique dépend de la température ambiante et de la température du gaz. Les analyseurs d'oxygène paramagnétiques de processus utilisent habituellement des capteurs à température régulée (autre la compensation thermique) pour minimiser l'influence des variations de la température de l'échantillon et des variations de la température ambiante. Il se peut que des analyseurs simples ne soient pas équipés de capteurs à température régulée, auquel cas il convient que l'étalonnage précède les mesurages de façon que les effets de la température ambiante et de la température de l'échantillon soient pris en compte.

4.2 Additional characteristics related to specification of performance.

The following additional characteristics to those detailed in IEC 61207-1 may be required to be specified to define the performance of a paramagnetic analyzer or its suitability for a particular application. Dependent on the analyzer design details or application, some of these additional terms may be omitted.

4.2.1 Hazardous classification of the area in which the analyzer is to be located. General purpose analyzers will not be suitable for location in hazardous areas.

4.2.2 Flammable gases or vapours should only be sampled by analyzers which are specified as suitable, and should be vented from the analyzer in a safe manner.

4.2.3 If the sample gas is toxic, this should be specified, as special maintenance instructions may be required to ensure leak-free operation. Installation of the analyzer must also take into account how the sample gas is vented, returned to process, or otherwise dealt with.

4.2.4 The attitude of the analyzer should be considered. In fixed installations, analyzers should be located in an upright attitude so that any errors due to tilt are minimized. For moving installations (for example, ships) the rated range of tilt should be specified.

4.2.5 The vibration sensitivity of the analyzer should be considered. For applications where the vibration levels are outside the rated range of the analyzer, anti-vibration mountings are recommended.

4.2.6 The response time of the analyzer and its sampling system should be considered. The response time specified for the analyzer will usually be considerably less than the sampling system, but is dependent on the sampling system design.

NOTE Some paramagnetic analyzers are designed with adjustable sample flow and by-pass flow sample systems.

4.3 Important aspects related to specification of performance

Although covered in IEC 61207-1, the following aspects are particularly relevant to paramagnetic analyzers.

4.3.1 Rated range of ambient temperature

4.3.2 Rated range of sample gas temperature

NOTE The magnetic susceptibility of oxygen is temperature-dependent, and large errors in the measurement value occur unless the analyzer is designed to compensate for temperature of the sensor. In practice, the temperature of the paramagnetic sensor will depend on ambient temperature and gas temperature. Process paramagnetic oxygen analyzers usually employ temperature-controlled sensors (in addition to temperature compensation) to minimize effects of sample temperature changes and ambient temperature changes. Simple analyzers may not have temperature-controlled sensors, in which case calibration should precede measurements so that ambient temperature effects and sample temperature effects are taken into account.

4.3.3 Domaine assigné de pression ambiante

NOTE Les valeurs mesurées dépendent de la pression de l'échantillon. Si l'analyseur est mis à l'air libre de telle sorte que l'échantillon soit à la pression ambiante à l'intérieur du capteur, les variations du mesurage barométrique entraînent des erreurs de mesurage. Pour les analyseurs où la valeur mesurée est directement proportionnelle à la pression de l'échantillon (analyseurs à équilibrage automatique à méthode de zéro), l'erreur sur le mesurage d'oxygène est (% O₂):

$$\Delta O_m = \frac{P_m - P_c}{P_c} \times O_m \quad (5)$$

où

O_m est la teneur en oxygène relevée lors du mesurage % O₂;

P_m est la pression (absolue) ambiante lors du mesurage, en kPa;

P_c est la pression (absolue) ambiante lors de l'étalonnage, en kPa.

La compensation de la pression barométrique de l'échantillon est habituellement proposée par les fabricants d'analyseurs de processus de telle sorte que ces erreurs sont minimisées.

4.3.4 Domaine assigné de pression de l'échantillon

Si l'échantillon est réinjecté dans le processus (on suppose que la pression dans le processus se situe à l'intérieur du domaine assigné de pression d'échantillon), les variations de la pression du processus entraînent des erreurs similaires.

La compensation de la pression de l'échantillon est habituellement proposée par les fabricants d'analyseurs de processus de telle sorte que ces erreurs sont minimisées.

4.3.5 Plage assignée du débit d'échantillon

Les erreurs de mesurage liées au débit d'échantillon peuvent être minimisées en réglant les débits d'étalonnage sur les niveaux de débit prévus pour l'échantillon.

4.3.6 Plage assignée pour le point de rosée de l'échantillon

Les échantillons doivent être fournis à l'intérieur du domaine assigné pour le point de rosée de l'échantillon afin d'augmenter la fiabilité de fonctionnement. Il se produit également des différences dans la valeur relevée si le mesurage est effectué sur une base humide et non sur une base sèche.

NOTE 1 Si le domaine assigné pour le point de rosée de l'échantillon pour un analyseur est bas, il se peut que le système d'échantillonnage ait à retirer de la vapeur d'eau de l'échantillon. Si, par exemple, 10 % de vapeur d'eau étaient retirés par le système d'échantillonnage, la valeur relevée correspondante serait, pour l'oxygène, 100/90 fois supérieure à celle de l'échantillon humide.

NOTE 2 Certains analyseurs d'oxygène sont conçus de manière que le capteur soit réglé à des températures se situant dans le domaine de 333,15-393,15 K (60 °C à 120 °C). Cela permettra d'analyser de façon fiable des échantillons relativement humides. Par exemple, un échantillon saturé de vapeur d'eau à 294,15 K (21 °C) contient approximativement 2,5 % de vapeur d'eau. Cet échantillon humide se situerait normalement à l'intérieur du domaine assigné pour le point de rosée de l'échantillon, pour un analyseur où le capteur est réglé à 333,15 K (60 °C). Toutefois, la teneur en eau de l'échantillon produit une erreur volumétrique par comparaison avec un mesurage effectué sur une base sèche d'où l'eau a été retirée avant le mesurage.

4.3.7 Domaine assigné pour la teneur en particules de l'échantillon

Les analyseurs d'oxygène paramagnétiques nécessitent habituellement un échantillon relativement propre pour garantir un fonctionnement fiable. Il convient de ne pas dépasser le domaine assigné pour la teneur en particules, défini en masse par mètre cube (mg/m³), ni la taille maximale des particules, exprimée en micromètres (µm).

4.3.3 Rated range of ambient pressure

NOTE Measurement values are dependent on sample pressure. If the analyzer is vented to atmosphere, so that sample within the sensor is at ambient pressure, changes in barometric reading will cause errors in the measured value. For analyzers where the measured value is directly proportional to sample pressure (automatic null balance analyzer), error in O_2 reading (% O_2),

$$\Delta O_m = \frac{P_m - P_c}{P_c} \times O_m \quad (5)$$

where

O_m is the oxygen reading at time of measurement in % O_2 ;

P_m is the absolute ambient pressure at time of measurement in kPa;

P_c is the absolute ambient pressure at time of calibration in kPa.

Barometric pressure compensation is usually offered by manufacturers to minimize this type of error.

4.3.4 Rated range of sample pressure

If the sample is returned to the process stream (assuming process pressure is within the rated range of sample pressure), variations in process pressure will cause similar errors.

Sample pressure compensation is usually offered by manufacturers of process analyzers so that this type of error is minimized.

4.3.5 Rated range of sample flow

Errors in indicated value due to sample flow can be minimized by setting the calibration flow rates to the expected sample flow rates.

4.3.6 Rated range of sample dew point

Samples must be supplied within the rated range of sample dew point to increase performance reliability. Also differences in indicated value will occur if the measurement is made on a wet basis compared to a dry basis.

NOTE 1 If the rated range of sample dew point for an analyzer is low, then the sampling system may have to remove water vapour from the sample. If, for example, 10 % water vapour were removed by the sample system, the corresponding indicated oxygen value would be 100/90 times greater than the value in the wet sample.

NOTE 2 Some oxygen analyzers are designed so that the sensor is controlled at temperatures within the range 333,15-393,15 K (60 °C to 120 °C). This will enable relatively wet samples to be analyzed reliably. For example, a sample saturated with water vapour at 294,15 K (21 °C) contains approximately 2,5 % water vapour. This wet sample would normally be within the rated range of the sample dew point for an analyzer wherein the sensor is controlled at 333,15 K (60 °C). However, the water content in the sample will produce a volumetric error compared to a measurement made on a dry basis where the water has been removed prior to measurement.

4.3.7 Rated range of sample particulate content

Paramagnetic oxygen analyzers usually require a relatively clean sample to ensure reliable operation. The rated range of particulates defined in mass per cubic metre (mg/m^3), and maximum particulate size in microns (μm) should not be exceeded.

4.3.8 Domaine assigné des erreurs d'interférence

NOTE Les analyseurs d'oxygène paramagnétiques sont conçus pour mesurer spécifiquement le magnétisme du gaz échantillon. L'oxygène possédant une forte susceptibilité magnétique, le mesurage est très spécifique. Voir toutefois l'annexe A pour ce qui concerne les interférences des autres gaz communs. Le dioxyde d'azote peut perturber significativement les mesures.

Certains analyseurs d'oxygène présentent des erreurs liées à des perturbations apportées par des propriétés de gaz autres que leur susceptibilité magnétique. Par exemple, des gaz de conductivité thermique élevée contenus dans l'échantillon peuvent provoquer des erreurs dans la valeur indiquée par les analyseurs à vent magnétique, bien que les analyseurs modernes puissent les compenser partiellement.

La teneur en vapeur d'eau doit se situer dans le domaine assigné du point de rosée de l'échantillon (voir 4.3.6). Il peut se produire des erreurs d'interférence autres que celles liées aux effets volumétriques.

4.3.9 Plage assignée d'erreur de linéarité

Certains analyseurs sont à linéarité inhérente et ne présentent que de très faibles erreurs de linéarité.

4.3.10 Les domaines assignés des grandeurs d'influence pour les conditions climatiques, les conditions mécaniques et les conditions d'alimentation électriques sont spécifiés dans la CEI 60654-1. De plus, les analyseurs d'oxygène paramagnétiques peuvent être affectés par la présence à proximité de matériaux magnétiques.

5 Procédures pour les essais de conformité

5.1 Introduction

Les essais abordés dans le présent chapitre s'appliquent à l'analyseur complet tel qu'il est fourni par le fabricant, y compris tous les équipements auxiliaires essentiels. L'analyseur aura été réglé par le fabricant, ou conformément aux instructions de ce dernier, avant les essais.

5.1.1 Matériel d'essai

Le matériel d'essai suivant est exigé pour la vérification des valeurs confirmant la qualité de fonctionnement des analyseurs d'oxygène paramagnétiques.

- a) Matériel de mélange des gaz pour préparer les gaz d'essai (il est possible d'utiliser des gaz étalons certifiés).
- b) Matériel destiné à conduire les gaz d'essai jusqu'à l'analyseur à la pression, au débit et à la température requis. Les gaz doivent pouvoir être commutés pour permettre le mesurage du temps de réponse.
- c) Matériel destiné à mesurer les erreurs d'interférence. Ce matériel comprend des barboteurs à contrôle de température permettant de mesurer les effets de la vapeur d'eau.
- d) Une chambre climatique est requise pour mesurer les erreurs d'influence, comme la température ou l'humidité.
- e) Matériel destiné à déterminer les erreurs d'influence dues aux variations de la tension d'alimentation, de la fréquence et aux coupures d'alimentation.
- f) Matériel destiné à déterminer les erreurs d'influence dues à la susceptibilité électromagnétique. Il peut être nécessaire de déterminer les émissions par rayonnement.
- g) Matériel destiné à déterminer les erreurs d'influence dues aux vibrations.

La figure 5 représente le dispositif général pour l'essai des gaz secs.

4.3.8 Rated range of interference errors

NOTE Paramagnetic oxygen analyzers are by design specifically measuring the magnetism of the sample gas. Oxygen has a high magnetic susceptibility and the measurement is therefore quite specific but see annex A for interferences of other common gases. Nitrogen oxide, in particular, has a significant cross-interference.

Some oxygen analyzers will have interference errors from properties of gases other than the magnetic susceptibility. For example, gases of high thermal conductivity in the sample may introduce errors in indicated value in magnetic wind analyzers, though modern analyzers may partially compensate for this.

Water vapour content shall be in the rated range of sample dew point (see 4.3.6). Interference errors, other than those due to volumetric effects, may occur.

4.3.9 Rated range of linearity error

Some analyzers are inherently linear and have very small linearity errors.

4.3.10 Rated range of influence quantities for climatic conditions, mechanical conditions and main supply conditions are specified in IEC 60654-1. In addition, paramagnetic oxygen analyzers may be affected by the presence of nearby magnetic material.

5 Procedures for compliance testing

5.1 Introduction

The tests considered in this section apply to the complete analyzer as supplied by the manufacturer and include all essential ancillary equipment. The analyzer will be set up by the manufacturer, or in accordance with his instruction, prior to testing.

5.1.1 Test equipment

The following test equipment for verification of values that confirm the performance of paramagnetic oxygen analyzers will be required.

- a) Gas mixing equipment to prepare the required test gases (certified calibration gases can be used).
- b) Equipment to present the test gases to the analyzer at the required pressure, flow and temperature. Gases have to be switched over to enable response time measurements.
- c) Equipment to measure interference errors. This will also include temperature controlled bubblers so that the effects of water vapour can be measured.
- d) An environmental chamber will be required to measure appropriate influence errors, such as temperature or humidity.
- e) Equipment for determining influence quantities from variation in supply voltage, frequency and supply interruption.
- f) Equipment to determine influence errors due to electromagnetic susceptibility. Radiated emissions may have to be determined.
- g) Equipment to determine influence errors under vibration.

Figure 5 shows the general test arrangement for dry gases.

5.2 Procédures d'essai

La CEI 61207-1 fournit des détails concernant les procédures d'essais appropriées qui suivent.

- Erreur intrinsèque.
- Erreur de linéarité.
- Erreur de répétabilité.
- Fluctuation du signal de sortie.
- Dérive.
- Temps de retard, temps de montée, temps de descente.
- Temps de préchauffage.
- Variations (erreurs d'influence).
- Erreurs d'interférence.

Tous les équipements auxiliaires utiles au fonctionnement correct de l'analyseur doivent être maintenus dans les conditions de référence.

Les précisions d'essai complémentaires exigées pour les analyseurs d'oxygène paramagnétiques sont donnés ci-dessous.

5.2.1 Erreurs d'interférence

La valeur d'essai et les caractéristiques des erreurs d'interférence doivent, préalablement à l'essai, faire l'objet d'un accord entre le fabricant et l'utilisateur.

Le fabricant a l'obligation d'indiquer les composants (et leur concentration), ainsi que les paramètres dont il estime par expérience qu'ils engendreront une interférence égale ou supérieure à la concentration minimale détectable. Cela comprend la pression du gaz échantillon, si aucune compensation de la pression n'est fournie.

Les erreurs d'interférence sont déterminées en soumettant en premier lieu l'analyseur au gaz étalon puis, tour à tour, à des gaz qui contiennent la plus forte concentration probable de composants interférents, puis enfin à des gaz contenant la moitié de cette concentration, ces gaz étant autrement identiques au gaz étalon.

Il est possible d'utiliser un gaz de calibration du zéro lorsque l'erreur d'interférence ne risque pas de varier de manière significative sur l'ensemble du domaine de mesure.

Chaque essai est répété trois fois et les erreurs moyennes sont déterminées et enregistrées en termes de concentration équivalente du composant à déterminer.

5.2.2 Echantillons humides

Si une exigence impose de réaliser des essais sur le domaine assigné du point de rosée, ou de mesurer des erreurs d'interférence dues à la vapeur d'eau, les prescriptions suivantes s'appliquent.

L'interférence de la vapeur d'eau peut être déterminée, après dilution, par le même mode opératoire que celui indiqué en 5.2.1. Cependant, la méthode de préparation des gaz contenant une concentration connue de vapeur d'eau nécessite un matériel spécial, décrit en figure 7.

Toutes les tuyauteries, à partir du point d'addition de vapeur d'eau ou de vapeur d'un autre produit condensable, jusqu'à et y compris l'entrée d'échantillon de l'analyseur, doivent être maintenues à une température supérieure au point de rosée.

5.2 Testing procedures

The following relevant testing procedures are detailed in IEC 61207-1.

- Intrinsic error.
- Linearity error.
- Repeatability error.
- Output fluctuation.
- Drift.
- Delay time, rise time, fall time.
- Warm-up time.
- Variations (influence errors).
- Interference errors.

Any ancillary equipment for the correct functioning of the analyzer will be kept under reference conditions.

Additional test details required for paramagnetic oxygen analyzers are given below.

5.2.1 Interference error

The value for testing and statement of interference errors shall be agreed between the manufacturer and user prior to testing.

The manufacturer bears an obligation to indicate components (and their concentrations) and parameters which he expects from experience, to provide interference equal to, or greater than, the minimum detectable concentration. This will include sample pressure if pressure compensation is not provided.

Interference errors are determined by first presenting the analyzer with calibration gas and then sequentially with gases which contain the highest expected concentration of interfering components, and then at half that level, and which are otherwise identical to the calibration gas.

Zero calibration gas may be used where the interference error is not expected to vary significantly through the effective range.

Each test is repeated three times, and the average errors are determined and recorded in terms of the equivalent concentration of the component to be determined.

5.2.2 Wet samples

If it is required that tests are performed on the rated range of dew point, or to measure interference errors due to water vapour, the following is relevant.

Water vapour interference, after allowance for dilution can be determined by the same procedure as stated in 5.2.1. However, the method of preparation of gases with a known concentration of water vapour requires special equipment as shown in figure 7.

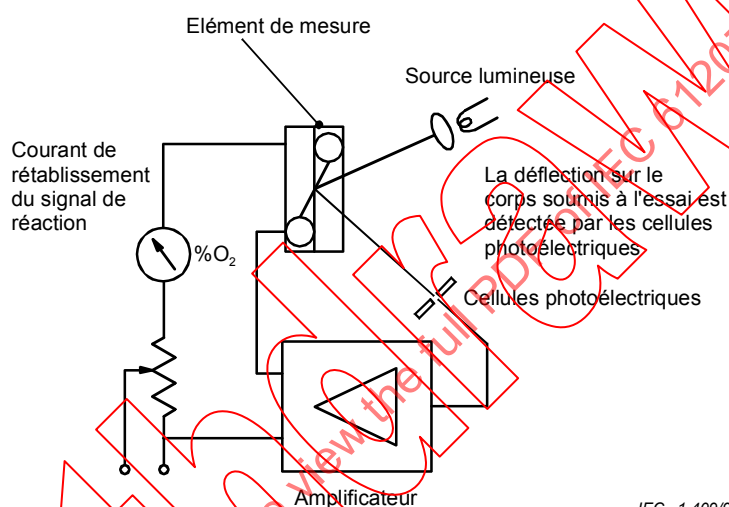
All pipework from the point of water vapour or other condensable vapour addition, up to the analyzer sample inlet, must be maintained above the dew point.

Les conditions de référence seront celles de gaz d'essai secs.

Pour les analyseurs pour lesquels un essai à points de rosée élevés est exigé, le barboteur ainsi que la tuyauterie de prise d'échantillon et l'élément de mesure peuvent fonctionner à des températures élevées. La pression partielle pour la vapeur d'eau peut être calculée entre 273,15 K et 373,15 K (0 °C – 100 °C) comme décrit dans l'équation (B.1).

5.2.3 Temps de retard, temps de montée, temps de descente

Lors de la détermination de ces temps de réponse, il est important de tenir compte des effets du tuyau et des composants traversés par l'échantillon, étant donné que les valeurs mesurées sont spécifiées au niveau de l'entrée d'échantillon de l'analyseur. En outre, les valeurs de réponse mesurées nécessitent normalement un débit maximal de l'échantillon dans son domaine assigné, de même qu'un débit de contournement maximal, si l'analyseur dispose de cette fonction.



IEC 1 409/98

Figure 1 – Système à équilibrage magnétique automatique avec courant de réaction

The reference conditions will be with dry test gases.

For analyzers requiring testing at high dewpoints, the bubbler and sample pipework and cell may be operated at elevated temperatures. The partial pressure for water vapour may be calculated over the range 273,15 K to 373,15 K (0 °C to 100 °C) as in equation (B.1).

5.2.3 Delay times, rise time, fall time

In determining these response times, it is important to consider the effects of the sample pipe and components as the stated values will be specified at the sample inlet of the analyzer. Also, stated response values will usually require that sample flow rate is at the maximum within its rated range, similarly with the by-pass flow if this function is fitted to the analyzer.

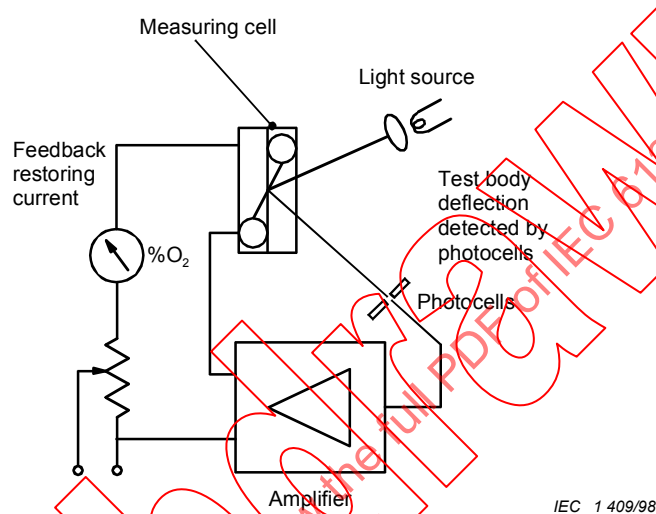
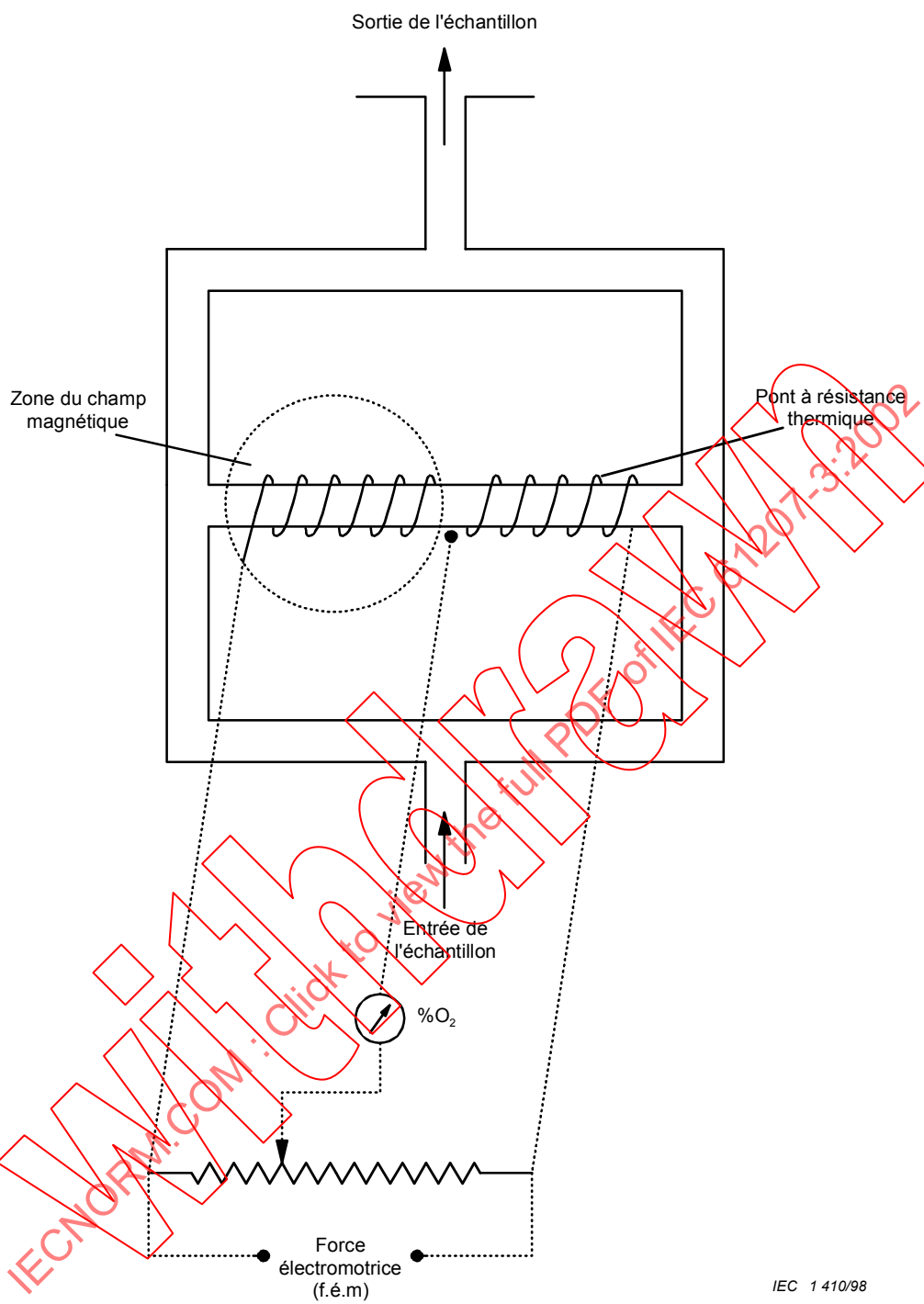
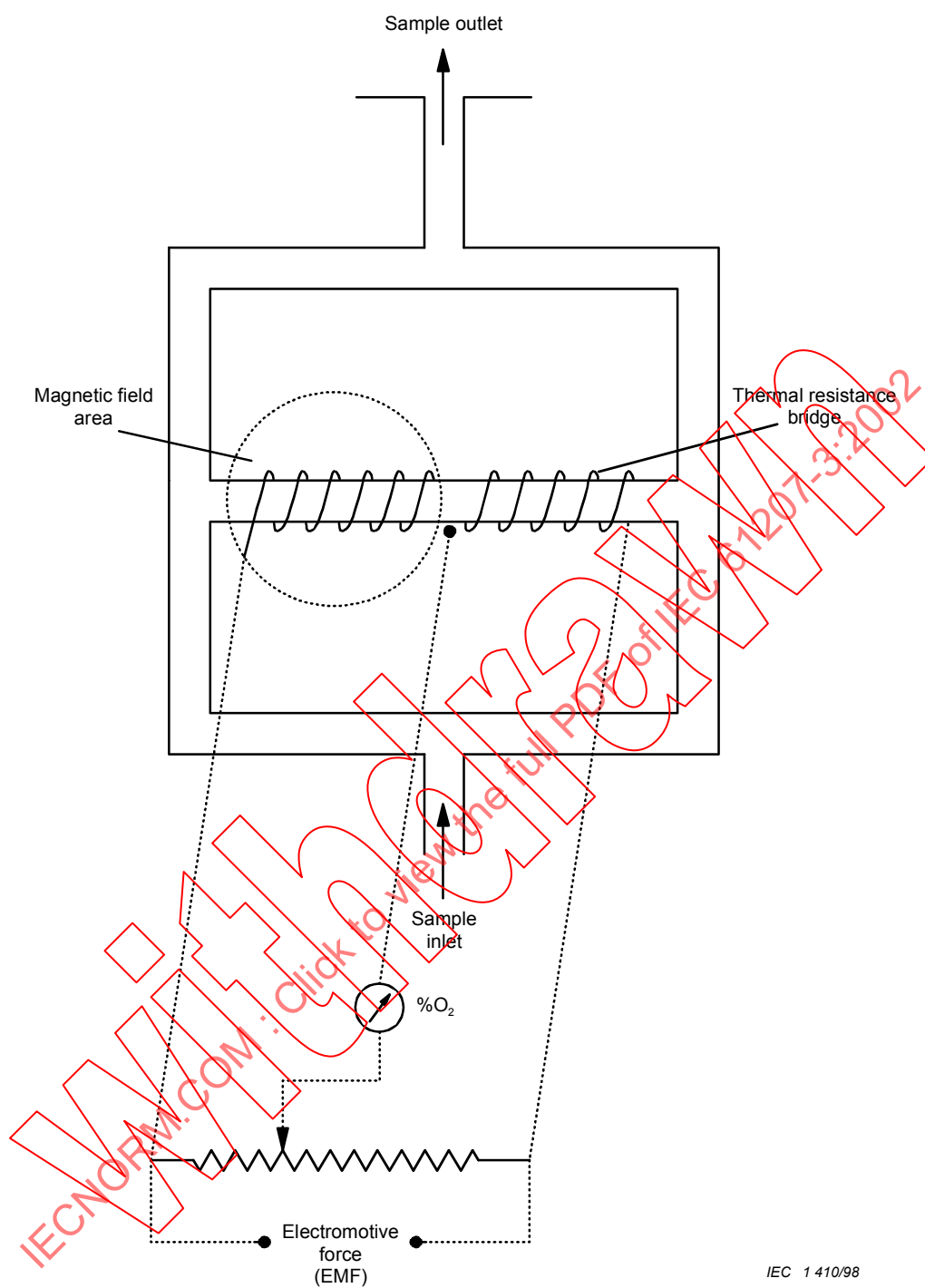


Figure 1 – Magnetic auto-balance system with current feedback



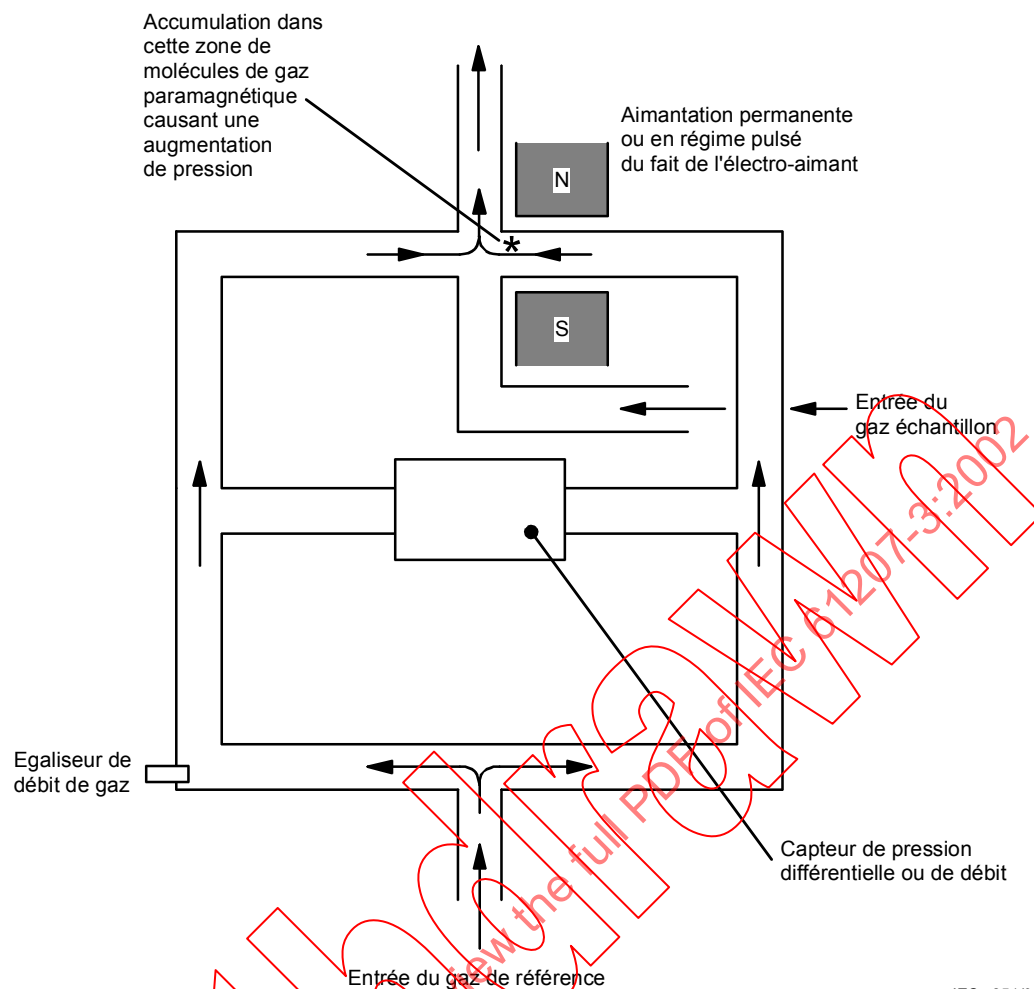
IEC 1410/98

Figure 2 – Capteur d'oxygène thermomagnétique



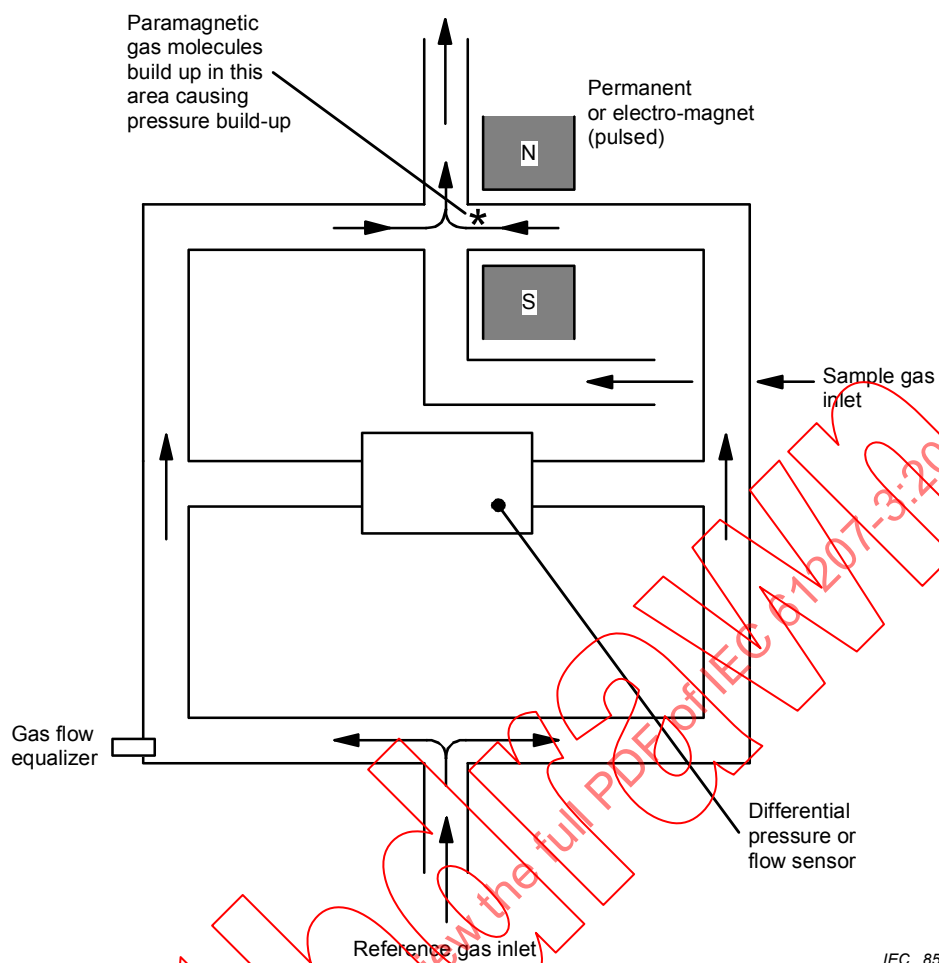
IEC 1410/98

Figure 2 – Thermomagnetic oxygen sensor



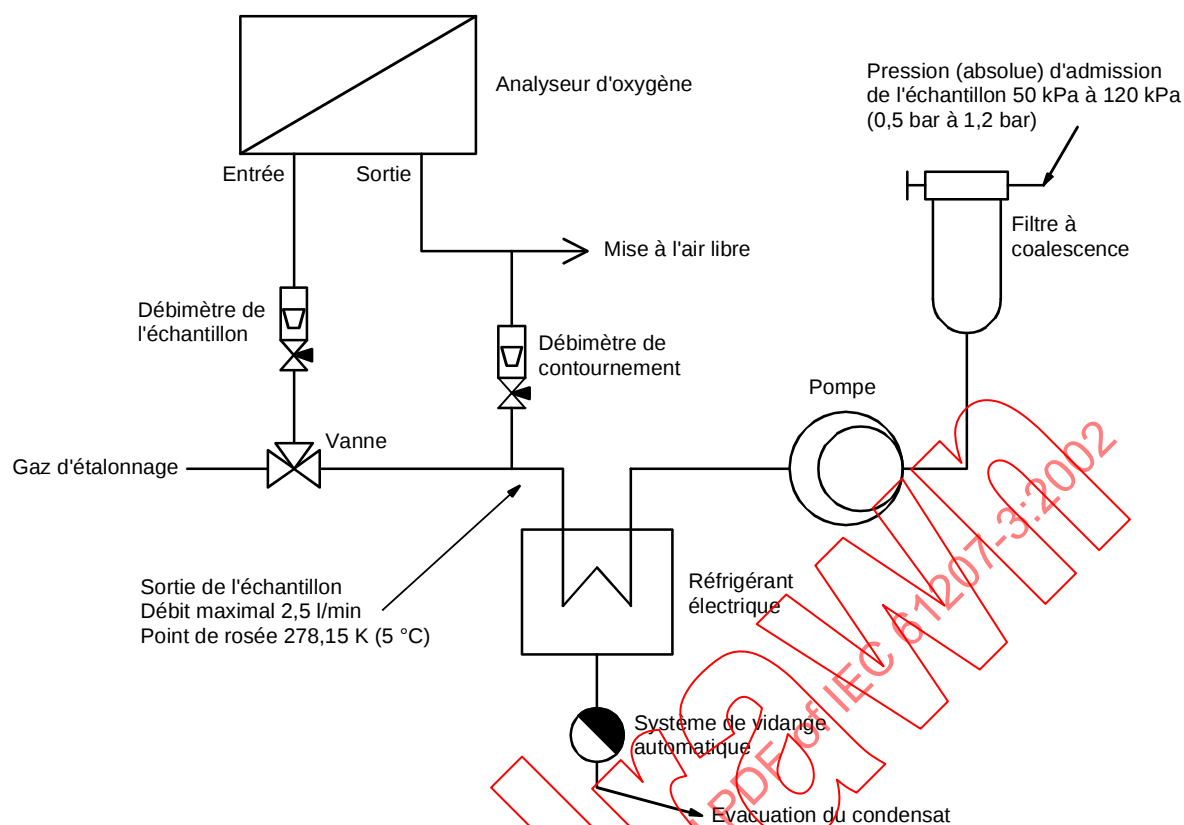
IEC 851/02

Figure 3 – Capteur d'oxygène à pression différentielle



IEC 851/02

Figure 3 – Differential pressure oxygen sensor



IEC 314/03

Figure 4 – Système d'échantillonnage type – Système avec filtre séchage et pompe pour échantillons humides

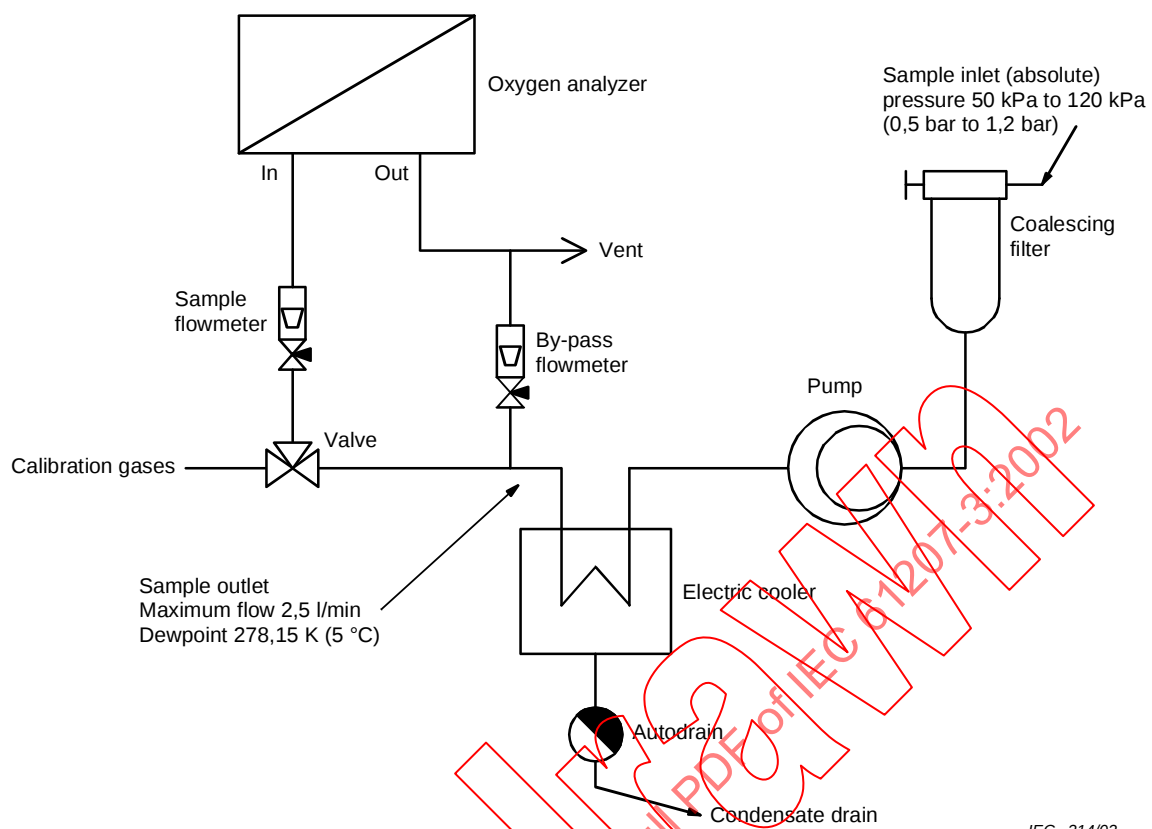
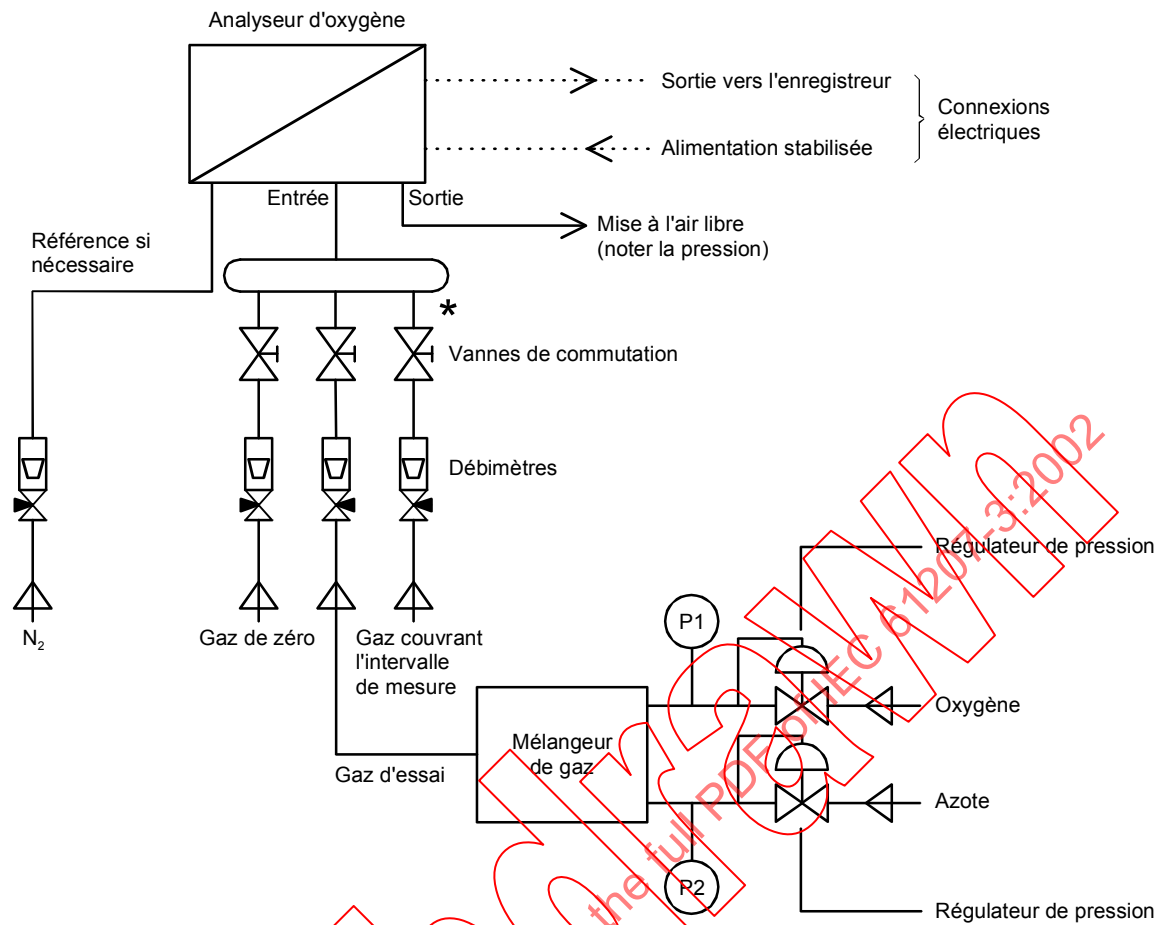


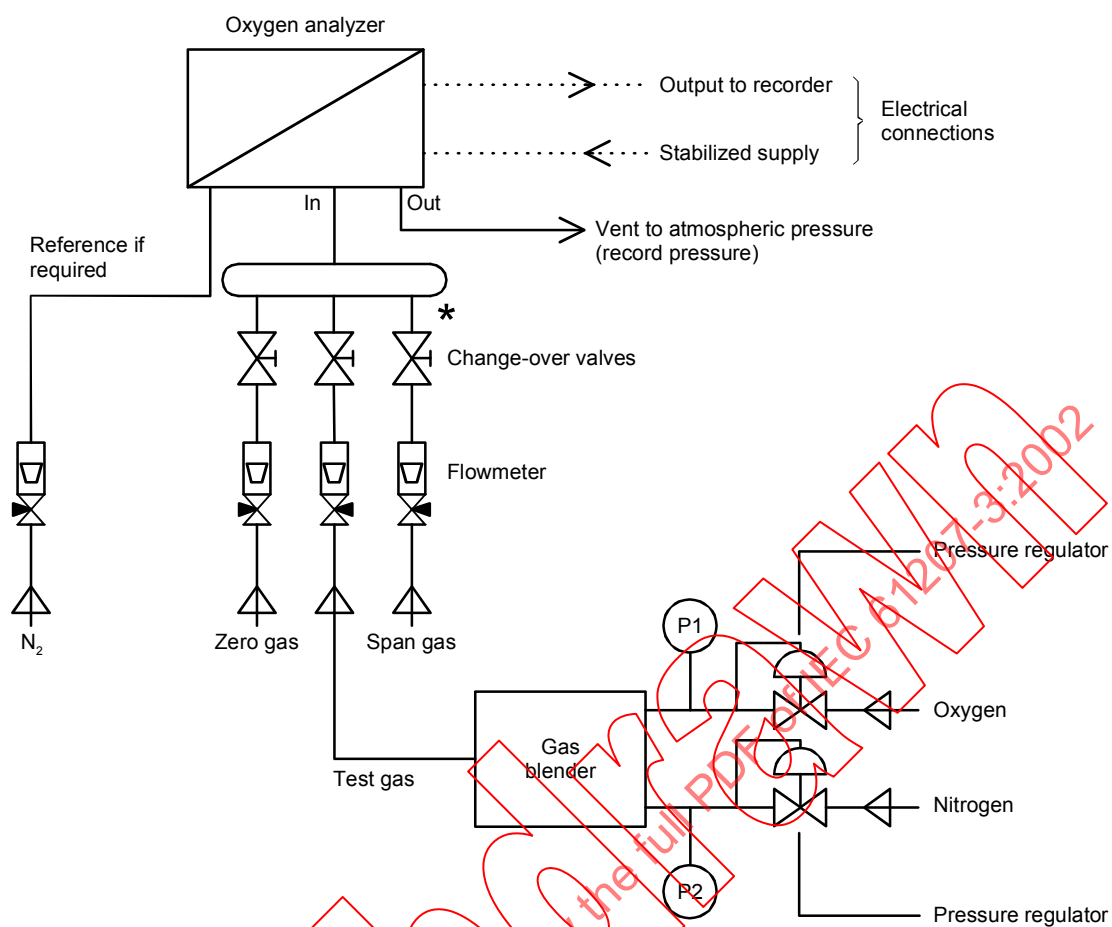
Figure 4 – Typical sampling systems – Filtered and dried system with pump for wet samples



IEC 853/02

* Réduire au minimum la longueur des canalisations d'extrémité afin d'éviter des erreurs dans le mesurage du temps de réponse.

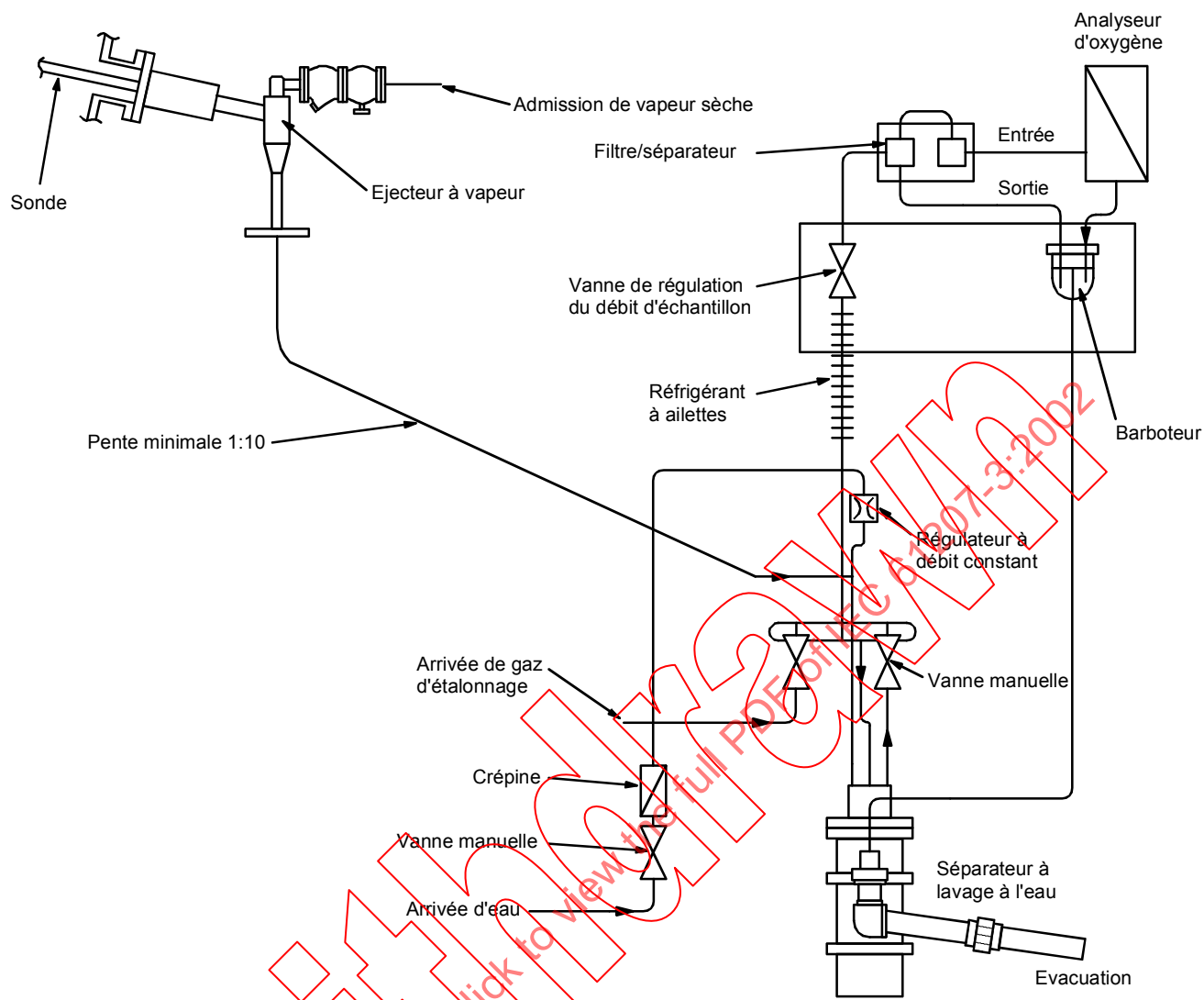
Figure 5 – Dispositif général d'essai pour gaz secs



IEC 853/02

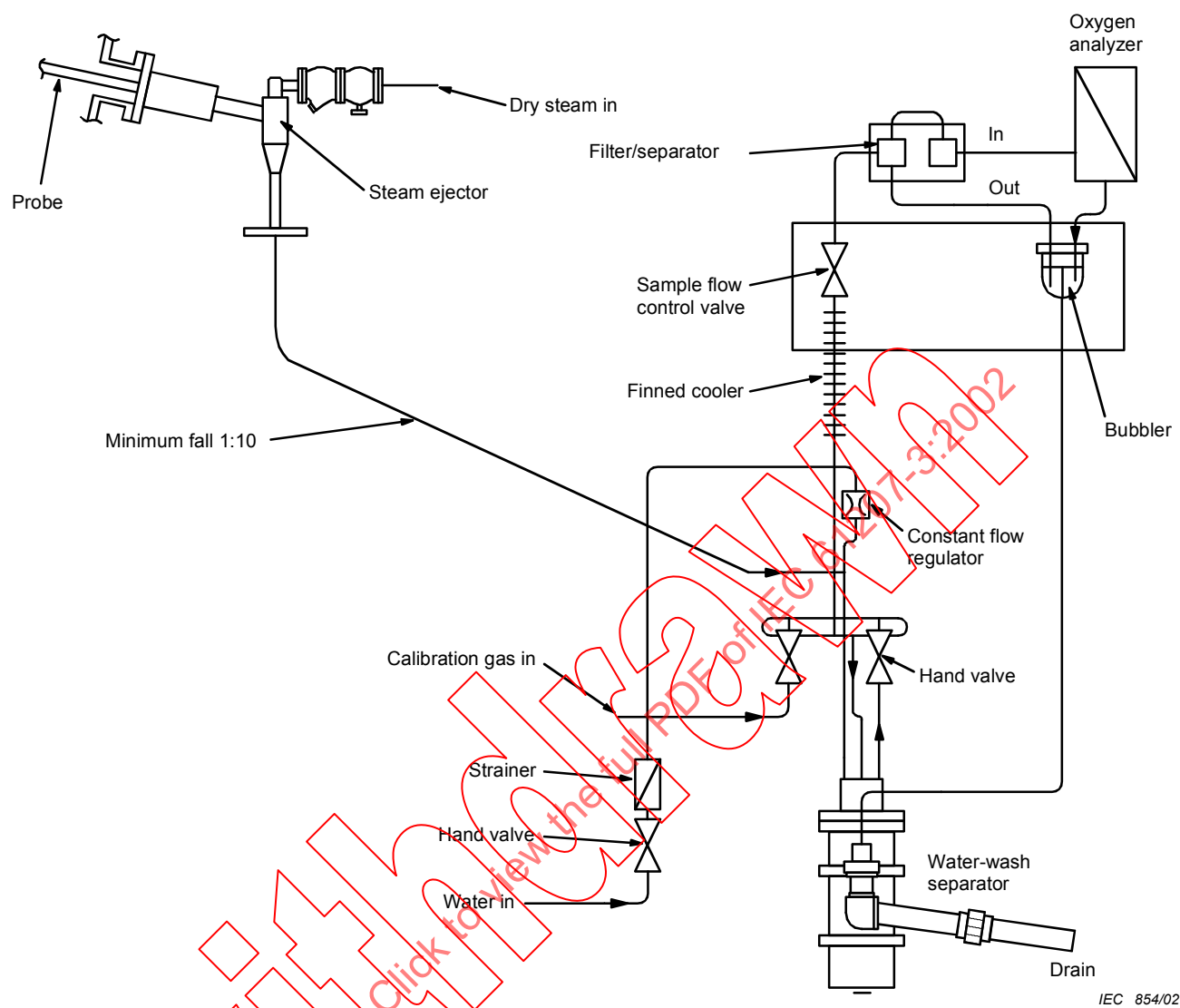
* Deadlegs to be minimized in length to avoid errors in response time measurement.

Figure 5 – General test arrangement – Dry gases



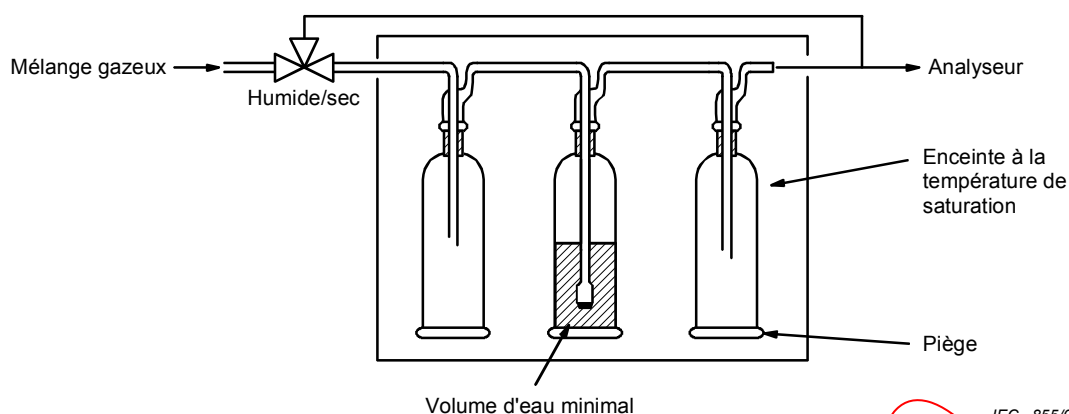
IEC 854/02

Figure 6 – Système d'échantillonnage type – Système à aspiration de vapeur avec lavage à l'eau pour échantillons humides



IEC 854/02

Figure 6 – Typical sampling system – Steam-aspirated system with water wash for wet samples

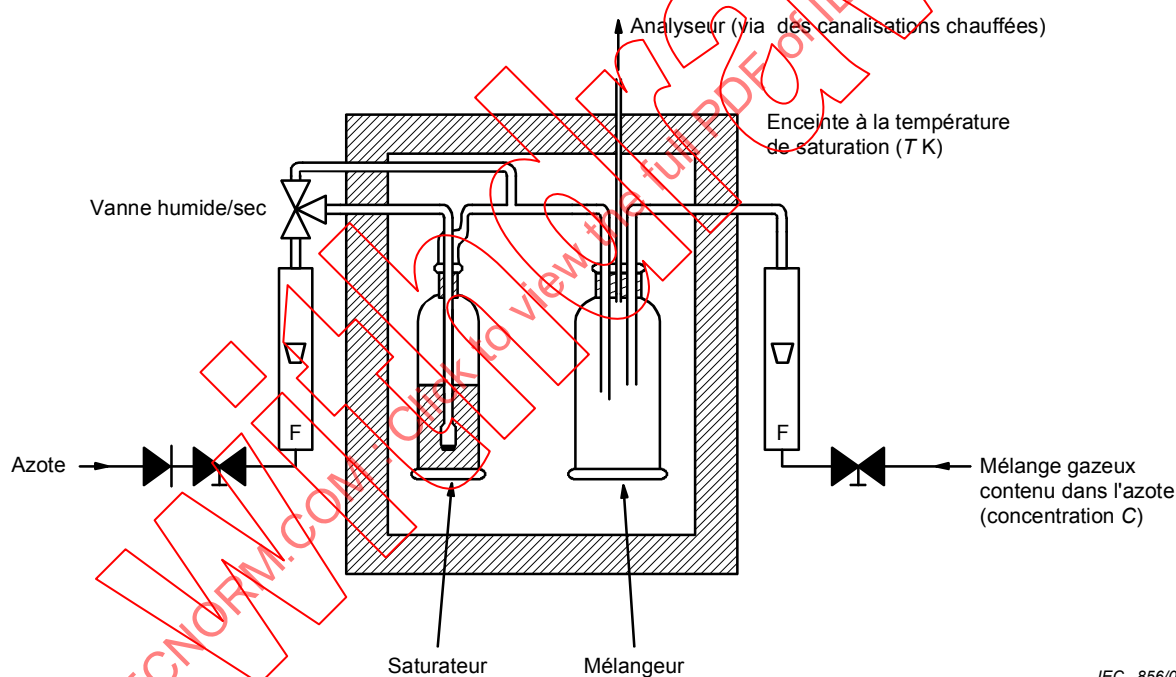


IEC 855/02

NOTE 1 Ne placer le piège dans une enceinte que pour les températures inférieures à 273 K.

NOTE 2 L'équilibrage est nécessairement long.

Figure 7a – Barboteur simple permettant d'injecter de la vapeur d'eau dans les systèmes d'échantillonnage

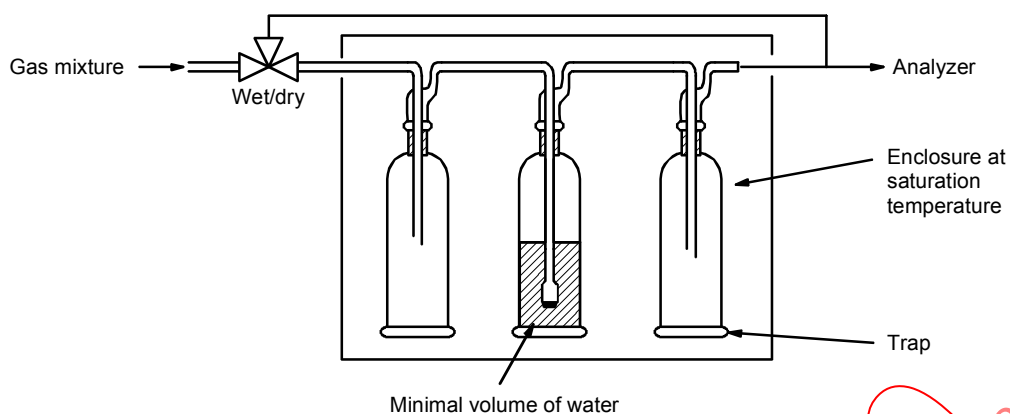


IEC 856/02

NOTE Les canalisations et composants doivent être en acier inoxydable, verre, PTFE.

Figure 7b – Dispositif permettant d'injecter de la vapeur d'eau à de fortes concentrations ou d'éviter des temps d'équilibrage prolongés

Figure 7 – Equipement général d'essai permettant d'alimenter en gaz et en vapeur d'eau des systèmes d'analyse

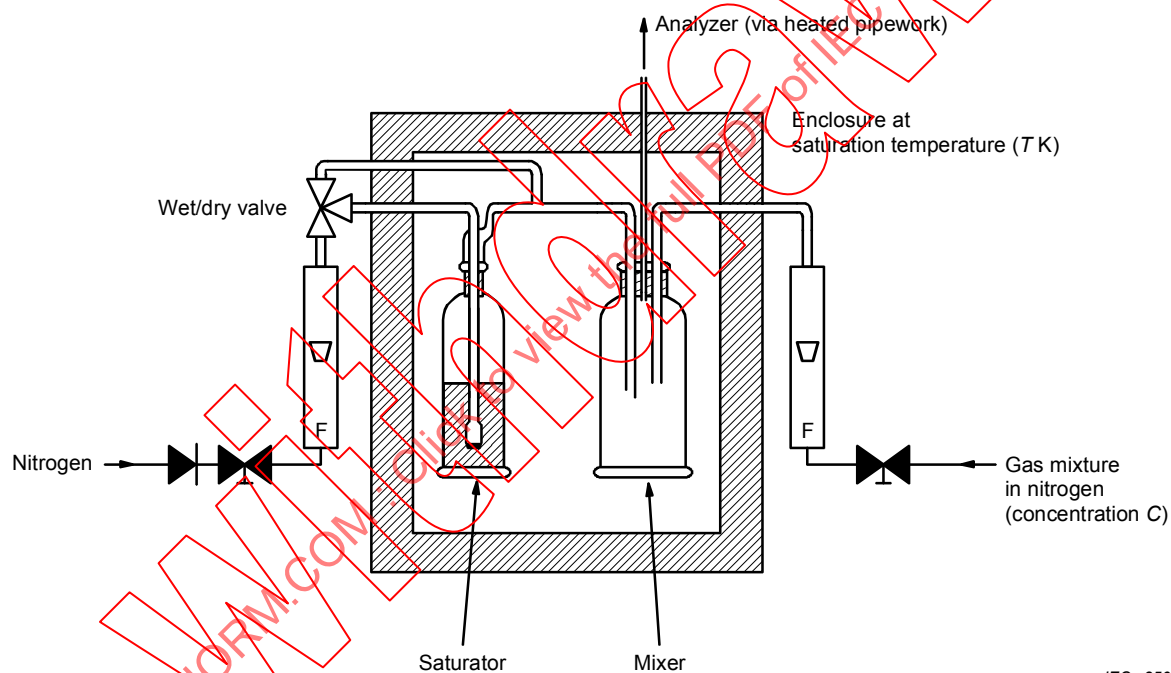


IEC 855/02

NOTE 1 Enclose trap only for temperatures below 273 K.

NOTE 2 Long equilibration times will be required.

Figure 7a – Simple bubbler to apply water vapour to sampling systems



IEC 856/02

NOTE Pipework/components to be in stainless steel, glass, PTFE.

Figure 7b – Apparatus to apply water vapour at high concentrations or to avoid long equilibration times

Figure 7 – Test apparatus to apply gases and water vapour to analysis systems

Annexe A (informative)

Gaz interférents

L'oxygène est un gaz paramagnétique, c'est-à-dire qu'il est attiré par un champ magnétique. Tous les autres gaz sont virtuellement diamagnétiques, c'est-à-dire qu'ils sont repoussés par un champ magnétique. Les analyseurs d'oxygène paramagnétique sont habituellement étalonnés sur une échelle normalisée, à 0 pour l'azote, à 100 pour l'oxygène. Pour les mesures de grande précision, il peut s'avérer nécessaire de déplacer la valeur de zéro dans l'étalonnage, afin de compenser la présence de gaz résiduel. Le tableau suivant donne les facteurs de correction pour de nombreux gaz courants. Certaines de ces valeurs sont calculées, d'autres mesurées. Il convient par conséquent de les considérer comme des valeurs indicatives plutôt qu'absolues.

Exemple 1: Un analyseur étalonné avec de l'azote comme gaz de zéro et de l'oxygène comme gaz correspondant au maximum de la plage de mesure présente, lorsqu'on le fait traverser par 100 % de gaz carbonique, un résultat de $-0,30$ % d'oxygène. Si le but de la mesure est de trouver la quantité d'oxygène dans le gaz carbonique, la mesure est fautive. Il existe alors deux façons de compenser cette erreur.

- Le gaz carbonique est utilisé comme gaz de zéro.
- L'azote est utilisé comme gaz de zéro, mais on fait subir un décalage du zéro tel qu'il compense la valeur apportée par le gaz résiduel (c'est-à-dire que l'on décale le zéro (azote pur) à $+0,30$ % d'oxygène).

Exemple 2: Si le gaz résiduel est un mélange, on utilise la somme proportionnelle des erreurs de zéro afin de calculer le décalage du zéro. En admettant que N_2 est utilisé comme gaz de zéro, et que le gaz résiduel est composé de 12 % de CO_2 , 5 % de CO, 5 % de n-Octane, 78 % de N_2 , le décalage du zéro sera:

12 % de CO_2	= 12 % de $-0,30$	= $-0,04$
5 % de CO	= 5 % de $+0,07$	= $+0,00$
5 % de n-Octane	= 5 % de $-2,78$	= $-0,14$
78 % de N_2	= 78 % de $0,00$	= $+0,00$
Total:		= $-0,18$

Dans ce cas, la correction de décalage du zéro serait de $+0,18$.

Une autre solution consiste à utiliser, comme dans l'exemple 1, le gaz résiduel comme gaz de zéro.

NOTE 1 Le dioxyde d'azote existe en équilibre avec le tetroxyde de diazote. Les proportions relatives connaissent cependant une grande variation en fonction de la température, entre 253,15 K (-20 °C) et 403,15 K (130 °C). Etant donné que le dioxyde d'azote est paramagnétique et que le tetroxyde de diazote est diamagnétique, la susceptibilité molaire relative du gaz d'équilibre varie également. La valeur de la susceptibilité du dioxyde d'azote est donnée dans la table à 408,15 K (135 °C). L'erreur de zéro à 333,15 K (60 °C) du tableau est une estimation et varie considérablement en fonction de l'équilibre de la réaction entre dioxyde d'azote et tetroxyde de diazote à 333,15 K (60 °C).

NOTE 2 Dans le tableau ci-dessous l'erreur de zéro est considérée pour 100 % en volume du gaz interférent à la température de 333,15 K (60 °C). Les sensibilités relatives pour des températures différentes et également pour d'autres gaz non référencés ici peuvent être obtenues auprès des fabricants d'instruments de mesure.

La susceptibilité magnétique molaire dépend peu de la température pour les substances diamagnétiques et elle est négative. Seuls trois gaz du tableau sont paramagnétiques et dotés d'une susceptibilité molaire positive. Il s'agit de l'oxygène, du dioxyde d'azote et de l'oxyde nitrique. Dans ces trois cas la susceptibilité magnétique dépend de la température (voir par exemple l'équation (4) pour l'oxygène); les valeurs données sont relatives à des caractéristiques à 293,15 K (20 °C) sauf pour le dioxyde d'azote (voir note 1 ci-dessus: (408,15 K (135 °C))).