

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1207-2**

Première édition
First edition
1994-04

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

Partie 2:

Oxygène contenu dans le gaz
(utilisant des capteurs électrochimiques
à haute température)

Expression of performance of gas analyzers –

Part 2:

Oxygen in gas
(utilizing high-temperature electrochemical sensors)



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1207-2: 1994

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications 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.

Validité de la présente publication

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 la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. 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.

Validity of this publication

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 the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

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 to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1207-2**

Première édition
First edition
1994-04

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

Partie 2:
Oxygène contenu dans le gaz
(utilisant des capteurs électrochimiques
à haute température)

Expression of performance of gas analyzers –

Part 2:
Oxygen in gas
(utilizing high-temperature electrochemical sensors)

© CEI 1994 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.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

N

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

Publication 1207-2 de la CEI
(Première édition - 1994)

Expression des qualités de
fonctionnement des analyseurs de gaz

Partie 2: Oxygène contenu dans le gaz
(utilisant des capteurs électrochimiques
haute température)

IEC Publication 1207-2
(First edition - 1994)

Expression of performance
of gas analyzers

Part 2: Oxygen in gas (utilizing high-
temperature electrochemical sensors)

C O R R I G E N D U M 1

Ne concerne que le texte anglais

Page 11

*In Note 2, under equations (1), (2) and (3),
in the explanation of E, instead of*

... from the cell in mV;

read

... from the cell in V;

May 1994

Mai 1994

May 1994

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	6
 Articles	
1 Domaine d'application	8
2 Références normatives	8
3 Définitions	10
4 Procédures pour le mode d'expression	14
4.1 Spécification des unités auxiliaires et services essentiels	16
4.2 Termes supplémentaires relatifs à la spécification des qualités de fonctionnement	16
4.3 Termes importants relatifs à la spécification des qualités de fonctionnement	18
5 Procédures pour les essais de conformité	18
5.1 Généralités	18
5.2 Procédures d'essais	20
5.3 Fluctuation du signal de sortie	20
5.4 Temps de retard, temps de montée et temps de descente	22
Figures	24

CONTENTS

	Page
FOREWORD.....	5
INTRODUCTION.....	7
Clause	
1 Scope	9
2 Normative references	9
3 Definitions	11
4 Procedures for specification	15
4.1 Specification of essential units and ancillary services	17
4.2 Additional terms related to the specification of performance	17
4.3 Important terms related to the specification of performance	19
5 Procedures for compliance testing	19
5.1 General	19
5.2 Testing procedures	21
5.3 Output fluctuation	21
5.4 Delay time, rise time and fall time	23
Figures	25

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT DES ANALYSEURS DE GAZ -

Partie 2: Oxygène contenu dans le gaz (utilisant des capteurs électrochimiques à haute température)

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 en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles 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.

La Norme internationale CEI 1207-2 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.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
65D(BC)3	65D(BC)8

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

La CEI 1207-2 constitue la partie 2 de la série 1207 de publications présentées sous le titre général: *Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs de gaz.*

Partie 1: Généralités

Partie 2: Oxygène contenu dans le gaz (utilisant des capteurs électrochimiques à haute température)

Partie 6: Analyseurs photométriques

Partie 7: Analyseurs par infrarouges pour gaz

Les parties 3, 4 et 5 sont à l'étude.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

EXPRESSION OF PERFORMANCE OF GAS ANALYZERS –

**Part 2: Oxygen in gas
(utilizing high-temperature electrochemical sensors)**

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 cooperation 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, prepared by technical committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 3) They have the form of recommendations for international use published in the form of standards, 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.

International Standard IEC 1207-2 has been prepared by sub-committee 65D: Analyzing equipment, of IEC technical committee 65: Industrial-process measurement and control.

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

DIS	Report on voting
65D(CO)3	65D(CO)8

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

IEC 1207-2 constitutes part 2 of the 1207 series of publications under the general title: *Expression of performance of gas analyzers.*

Part 1: General

Part 2: Oxygen in gas (utilising high-temperature electrochemical sensors)

Part 6: Photometric analyzers

Part 7: Infra-red analyzers

Parts 3, 4 and 5 are under consideration.

INTRODUCTION

La présente partie de la CEI 1207 comprend la terminologie, les spécifications et les essais propres aux analyseurs d'oxygène utilisant des capteurs électrochimiques à haute température.

Les analyseurs d'oxygène utilisant des capteurs électrochimiques à haute température qui fonctionnent à des températures dépassant généralement 600 °C, ont une large gamme d'applications pour la mesure de l'oxygène dans des gaz échantillons. De tels échantillons résultent généralement d'un processus de combustion.

Il existe deux principaux types d'analyseurs, l'analyseur *in situ* où le capteur est placé dans la canalisation et l'analyseur extractif où l'échantillon est tiré de la canalisation par l'intermédiaire d'un simple système d'échantillonnage et présenté au capteur.

Un analyseur comprendra typiquement une tête «capteuse», montée sur la canalisation du processus et l'unité de commande montée à distance et munie d'un câble d'interconnexion.

INTRODUCTION

This part of IEC 1207 includes the terminology, definitions, statements and tests that are specific to oxygen analyzers, which utilise high-temperature electrochemical sensors.

Oxygen analyzers employing high-temperature electrochemical sensors operating at temperatures usually in excess of 600 °C, have a wide range of applications for the measurement of oxygen in gas samples. Such samples are typically the result of a combustion process.

Two main types of analyzer exist, the *in situ* analyzer, where the sensor is positioned within the process duct work, and the "extractive" analyzer, where the sample is drawn from the duct via a simple sample system and presented to the sensor.

An analyzer will typically comprise a sensor head, mounted on the process duct, and a control unit remotely mounted, with interconnecting cable.

EXPRESSION DES QUALITÉS DE FONCTIONNEMENT DES ANALYSEURS DE GAZ -

Partie 2: Oxygène contenu dans le gaz (utilisant des capteurs électrochimiques à haute température)

1 Domaine d'application

La présente partie de la CEI 1207 s'applique à tous les aspects des analyseurs utilisant des capteurs électrochimiques à haute température pour la mesure de l'oxygène contenu dans les gaz. Il convient de la lire avec la CEI 1207-1.

Elle s'applique aux analyseurs *in situ* et extractifs ainsi qu'aux analyseurs installés à l'intérieur et à l'extérieur.

Cette partie a pour objet:

- de spécifier la terminologie et les définitions relatives aux qualités fonctionnelles des analyseurs de gaz utilisant un capteur électrochimique à haute température pour mesure en continu de la concentration d'oxygène dans un gaz échantillon;
- d'unifier les méthodes utilisées en fournissant et en vérifiant les indications relatives aux qualités fonctionnelles de tels analyseurs;
- de spécifier les essais à exécuter afin de déterminer les qualités fonctionnelles et la manière dont il convient d'effectuer ces essais;
- de stipuler les documents de base pour supporter l'usage des normes de la qualité, ISO 9001, ISO 9002 et ISO 9003.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de la CEI 1207. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de la CEI 1207 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes Internationales en vigueur.

CEI 654, *Conditions de fonctionnement pour les matériels de mesure et commande dans les processus industriels*

CEI 1207-1: 1994, *Expression des qualités de fonctionnement des analyseurs de gaz - Partie 1: Généralités*

EXPRESSION OF PERFORMANCE OF GAS ANALYZERS –

Part 2: Oxygen in gas (utilizing high-temperature electrochemical sensors)

1 Scope

This part of IEC 1207 applies to all aspects of analyzers using high-temperature electrochemical sensors for the measurement of oxygen in gas. It should be used in conjunction with IEC 1207-1.

It applies to *in-situ* and extractive analyzers and to analyzers installed indoors and outdoors.

The object of this part is:

- to specify the terminology and definitions related to the functional performance of gas analyzers, utilizing a high-temperature electrochemical sensor, for the continuous measurement of oxygen concentration in a sample of 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 normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this part of IEC 1207. At the time of publication, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this part of IEC 1207 are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 654, *Operating conditions for industrial-process measurement and control equipment*

IEC 1207-1: 1994, *Expression of performance of gas analyzers – Part 1: General*

3 Définitions

3.1 Capteur électrochimique à haute température

La construction d'un capteur électrochimique à haute température peut prendre deux formes de base:

- a) Générateur électrochimique de concentration.
- b) Cellule à pompe ionique.

3.1.1 générateur électrochimique de concentration: La plupart des analyseurs disponibles dans le commerce utilisent le générateur électrochimique de concentration qui comprend deux chambres à gaz, séparées par un électrolyte sec conducteur d'ions oxygène, munies d'une électrode poreuse de chaque côté.

NOTES

1 Les électrodes sont souvent en platine et l'électrolyte céramique est habituellement en oxyde de zirconium, totalement ou partiellement stabilisées à l'oxyde d'yttrium, à l'oxyde de calcium ou à l'oxyde de thorium qui, lorsqu'il est chauffé au-dessus de 600 °C, permet au mécanisme de transfert de charge d'obtenir principalement la conduction d'ions oxygène.

2 Lorsque le capteur est porté à une température à laquelle l'électrolyte solide conduit des ions oxygène et lorsque l'on mesure la f.e.m. entre les deux électrodes, la sortie sera rapportée au logarithme du rapport des pressions partielles d'oxygène à chacune des électrodes, selon l'équation de Nernst.

$$E = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P_1}{P_2} \quad (1)$$

$$= k \log_{10} \frac{P_1}{P_2} \quad (2)$$

$$E \text{ (mV)} = 0,0496 T \log_{10} \frac{P_1}{P_2} \quad (3)$$

où

P_1 est la pression partielle de l'oxygène dans le gaz de référence;

P_2 est la pression partielle de l'oxygène dans le gaz échantillon;

E est la sortie de la force électromotrice du générateur en V;

R est la constante du gaz (8,3144 J K⁻¹ mol⁻¹);

T est la température absolue (K);

F est la constante de Faraday (96,484 56 x 10³ C mol⁻¹);

k est le coefficient nernstien (facteur de pente).

Ainsi, si la pression partielle de l'oxygène est connue à une électrode (P_1) donnée, la différence de potentiel entre les deux électrodes permettra de déterminer la pression d'oxygène non connue au niveau de l'autre électrode (P_2).

La réponse nernstienne du capteur électrochimique céramique à haute température couvre une très large gamme de différences de pressions partielles d'oxygène et le signal de sortie du capteur augmente de manière logarithmique au fur et à mesure de la réduction linéaire de la pression partielle de l'oxygène à une température donnée. Le signal de sortie du capteur est directement proportionnel à la température donnée, pour une analyse quantitative, il convient que la température du générateur soit étroitement contrôlée ou mesurée et les corrections nécessaires soient appliquées à l'équation (1).

3 Definitions

3.1 High-temperature electrochemical sensor

The high-temperature electrochemical sensor can be constructed in two basic forms:

- a) Galvanic concentration cell.
- b) Ion pump cell.

3.1.1 galvanic concentration cell: Most commercially available analyzers employ the galvanic concentration cell consisting of two gas chambers, separated by an oxygen ion conducting solid electrolyte, and provided with a porous electrode on each side.

NOTES

1 Platinum is frequently used for the electrodes, and the ceramic electrolyte is usually zirconium oxide, fully or partially stabilized with yttrium oxide, calcium oxide or thorium oxide, which when heated above 600 °C, allows the charge transfer mechanism to be predominantly oxygen ion conduction.

2 When the sensor is brought to a temperature at which the solid electrolyte conducts oxygen ions and the e.m.f. between the two electrodes is measured, the output will be related to the logarithm of the ratio of the partial pressures of oxygen at each of the electrodes in accordance with the Nernst equation:

$$E = \frac{RT}{4F} \ln \frac{P_1}{P_2} \quad (1)$$

$$= k \log_{10} \frac{P_1}{P_2} \quad (2)$$

$$E \text{ (mV)} = 0,0496 T \log_{10} \frac{P_1}{P_2} \quad (3)$$

where

P_1 is the partial pressure of oxygen in the reference gas;

P_2 is the partial pressure of oxygen in the sample gas;

E is the electromotive force output from the cell in mV;

R is the gas constant (8,3144 J K⁻¹ mol⁻¹);

T is the absolute temperature (K);

F is the Faraday constant (96,484 56 x 10³ C mol⁻¹);

k is the Nernstian coefficient (slope factor).

Thus, provided the oxygen partial pressure is known at one electrode (P_1), then the potential difference between the two electrodes will enable the unknown oxygen pressure to be determined at the other electrode (P_2).

The Nernstian response of the high-temperature electrochemical ceramic sensor holds over a very wide range of oxygen partial pressures differences, and the sensor output increases logarithmically with linear reduction of the oxygen partial pressure at a given temperature. The sensor output is directly proportional to temperature, and hence for quantitative analysis, the temperature of the cell should be closely controlled or measured, and the necessary corrections applied in equation (1).

3 Astatisme

En théorie, la f.e.m. de sortie du capteur, lorsque des pressions partielles du gaz d'échantillon et du gaz de référence sont égales, est de zéro volt. Pour certains capteurs, l'astatisme est mesuré et est considéré en grande partie comme dû à des effets thermoélectriques et aux gradients de température sur les électrodes. Cet astatisme peut être en théorie considéré comme une constante supplémentaire (potentiel d'asymétrie).

$$E \text{ (mV)} = k \log_{10} \frac{P_1}{P_2} + U_T \quad (4)$$

$$E \text{ (mV)} = 0,0496 T \log_{10} \frac{P_1}{P_2} + U_T \quad (5)$$

où

U_T est le potentiel d'asymétrie (mV).

Une conduction d'ion oxygène non idéale peut également être compensée par l'introduction de modifications au facteur de pente k .

Dans la pratique, il est admis que les fabricants dont les capteurs présentent un certain astatisme fournissent des valeurs de U moyennes pratiques pour aider à l'étalonnage. Les équipements modernes compenseront automatiquement le potentiel d'asymétrie pendant l'étalonnage à l'air atmosphérique (c'est-à-dire lorsqu'il y a de l'air dans les deux chambres).

3.1.2 cellule à pompe ionique: Si l'on fait circuler un courant continu entre les électrodes d'une cellule, alors que l'une des chambres contient de l'air et l'autre chambre un gaz noble, le flux de courant entraînera un pompage des molécules d'oxygène d'une chambre à l'autre. Cette action obéit aux lois de Faraday et la quantité d'oxygène pompée par diffusion dans le gaz noble est donnée par la formule:

$$Q = \frac{I}{4F} \quad (6)$$

où

Q est la quantité d'oxygène pompée en mol s^{-1} ;

I est le courant (A);

F est la constante de Faraday ($96,484\ 56 \times 10^3$ C mol $^{-1}$).

Ce type de cellule est généralement utilisé en deux configurations de base.

3.1.2.1 Courant limiteur – un orifice de diffusion limite le débit d'arrivée des molécules d'oxygène au niveau de l'électrode de mesure, et une tension constante, appliquée aux électrodes, assure le pompage de l'autre côté de tout l'oxygène arrivant à l'électrode de mesure. Le courant généré est quantitativement fonction du nombre de molécules d'oxygène transférées.

3.1.2.2 Volume fixe – cette configuration comprend deux jeux d'électrodes disposés dans un petit volume fixe. Le premier jeu comprend un générateur de concentration et le second jeu de la pompe ionique. Le volume est tout d'abord purgé de molécules O_2 jusqu'à un faible niveau prédéterminé. La pompe est ensuite actionnée jusqu'à ce que la lecture de la concentration de la cellule indique que la concentration d'oxygène dans le volume et à l'extérieur, du côté échantillon, est la même. Le courant ainsi que le temps nécessaire pour atteindre ce résultat sont fonction de la concentration en oxygène du gaz échantillon.

3 Zero offset

Theoretically the output e.m.f. of the sensor, when the partial pressures of the sample gas and reference gas are equal, is zero volts. In some sensors a zero offset is measured and is considered largely due to thermo-electric effects, and thermal gradients across the electrodes. This offset can be considered theoretically as an extra constant (asymmetry potential).

$$E \text{ (mV)} = k \log_{10} \frac{P_1}{P_2} + U_T \quad (4)$$

$$E \text{ (mV)} = 0,0496 T \log_{10} \frac{P_1}{P_2} + U_T \quad (5)$$

where

U_T is the asymmetry potential (mV).

Non-ideal oxygen ion conduction can also be compensated for by introducing modifications to the slope factor k .

In practice, manufacturers whose sensors exhibit zero offset may supply practical average values of U to help in calibration. Modern equipment will automatically compensate the asymmetry potential during air point calibration (i.e. air in both chambers).

3.1.2 Ion pump cell: If a direct current is made to flow between the electrodes of a cell, with air in one chamber and an inert gas in the other chamber, the current flow will cause a pumping of oxygen molecules from one side to the other. The action obeys Faraday's laws and the quantity of oxygen pumped by diffusion into the inert gas is given by:

$$Q = \frac{I}{4F} \quad (6)$$

where

Q is the quantity of oxygen pumped in mol s⁻¹;

I is the current (A);

F is the Faraday constant (96,484 56 x 10³ C mol⁻¹).

This is used generally in two basic configurations.

3.1.2.1 Limiting current – a diffusion pinhole limits the rate of arrival of oxygen molecules at the measuring electrode, and a constant voltage across the electrodes ensures that all the oxygen arriving at the measuring electrode is pumped to the other side. The current generated is quantitatively related to the number of oxygen molecules transferred.

3.1.2.2 Fixed volume – this configuration consists of two sets of electrodes arranged across a small fixed volume. The first set comprises a concentration cell, the second set the ion pump. The volume is initially swept of oxygen molecules to a predetermined low level. Pump action is then initiated until the concentration cell reading shows that the oxygen concentration in the volume and that outside at the sample side, are the same. The current and time required to achieve this are related to the oxygen concentration of the sample gas.

3.2 gaz de référence: Tous les analyseurs utilisant un générateur électrochimique de concentration à haute température nécessitent un échantillon de référence de composition connue et constante – on utilise en général l'air.

NOTE - Le signal de sortie du capteur est fonction de la pression partielle d'oxygène dans l'échantillon, à condition que l'échantillon de référence ait une pression partielle d'oxygène constante.

3.3 analyseur *in situ*: Les capteurs électrochimiques à haute température de l'analyseur *in situ* sont placés dans l'échantillon; cependant, il n'est pas exclu que le capteur nécessite un filtre pour éliminer les particules.

L'une des versions de l'analyseur *in situ* règle la température du capteur dans une plage de 600 °C à 800 °C. Dans ce cas, la température de l'échantillon ne peut dépasser la température réglée. La seconde version utilise la température de l'échantillon pour atteindre la température de fonctionnement. Il est alors nécessaire de mesurer la température du capteur pour pouvoir calculer la concentration en oxygène.

3.4 analyseur extractif: La tête capteur de l'analyseur extractif est placée à l'extérieur du flux de gaz à mesurer et l'échantillon est aspiré par une sonde d'échantillon et présenté au capteur qui est maintenu à une température réglée permettant d'assurer la conduction ionique (typiquement dans une plage de 600 °C à 800 °C).

Il est possible que l'analyseur extractif nécessite un filtre pour éliminer les particules et une force d'entraînement (souvent un aspirateur) pour déplacer l'échantillon. Il convient de réduire la tuyauterie au minimum et de maintenir sa température au-dessus du point de rosée pour éviter toute condensation de vapeurs.

3.5 zone dangereuse: Zone où il y a un risque de dégagement de gaz, vapeurs ou poussières potentiellement inflammables.

3.6 pare-flamme: Dispositif utilisé pour éviter la propagation d'une flamme résultant de l'allumage d'un mélange de gaz inflammable.

3.7 unités auxiliaires essentielles: Les unités auxiliaires essentielles sont celles sans lesquelles l'analyseur ne pourra fonctionner (par exemple: pompes pour les aspirateurs, systèmes d'étalonnage, etc.).

4 Procédures pour le mode d'expression

Les procédures pour le mode d'expression sont décrites en détail dans la CEI 1207-1 qui couvre:

- prescriptions de fonctionnement et de stockage;
- spécification des domaines de mesure et des signaux de sortie;
- limites d'erreurs;
- valeurs de référence recommandées et domaines nominaux des grandeurs d'influence.

La présente partie de la CEI 1207 fournit les spécifications de domaines pour les équipements auxiliaires. D'autres termes relatifs à la spécification de qualité et de fonctionnement et des aspects importants de la qualité de fonctionnement correspondant aux capteurs électrochimiques à haute température sont également décrits en détail.

3.2 reference gas: All analyzers using the high-temperature electrochemical concentration cell require a reference sample of known and constant composition – usually air is employed.

NOTE - The sensor output is a function of the partial pressure of oxygen in the sample, provided the reference has a constant partial pressure of oxygen.

3.3 *in situ* analyzer: The *in situ* analyzer has the high-temperature electrochemical sensor situated in the sample; however the sensor may require a filter to remove particulates.

One version of the *in situ* analyzer controls the temperature of the sensor in the range 600 °C to 800 °C. In this case the sample temperature cannot exceed the control temperature. The second version relies on the temperature of the sample to attain the operating temperature. It is then necessary to measure the sensor temperature to enable the oxygen value to be calculated.

3.4 extractive analyzer: In the "extractive" analyzer the sensor head is installed outside the gas stream to be measured, and the sample is drawn through a sample probe and presented to the sensor which is maintained at a controlled temperature to ensure ionic conduction (typically in the range 600 °C to 800 °C).

The extractive analyzer may require a filter to remove particulates, and a driving force (often an aspirator) to move the sample. The pipework involved should be minimized and maintained above the dew-point of any condensible species to prevent formation of any condensation.

3.5 hazardous area: An area where there is a possibility of release of potential flammable gases, vapours or dusts.

3.6 flametrap: A device used to prevent a flame, resulting from the ignition of a flammable gas mixture, from propagating.

3.7 essential ancillary units: Essential ancillary units are those without which the analyzer will not operate (e.g. pumps for aspirators, calibration systems, etc.).

4 Procedures for specification

The procedures for specification are detailed in IEC 1207-1. 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.

In this part of IEC 1207, specifications of ranges for ancillary equipment are given. Additional terms for specification of performance, and important aspects of performance relevant to high-temperature electrochemical sensors are also detailed.

4.1 *Spécification des unités auxiliaires et services essentiels*

Tous les analyseurs d'oxygène utilisant des générateurs électrochimiques de concentration à haute température nécessitent une source de gaz de référence. Celle-ci est habituellement l'air, filtré pour éliminer l'humidité et l'huile. Les analyseurs nécessitent des moyens d'étalonnage après installation. Des gaz étalons en bouteille ainsi que des moyens de réglage de la pression sont généralement nécessaires .

4.1.1 *Domaine assigné de la pression du gaz de référence*

Il est admis que dans la pratique la pression du gaz de référence ait des effets mineurs sur l'erreur.

De même, la pression du gaz de référence affectera le débit du gaz de référence. Des débits élevés peuvent entraîner le refroidissement des électrodes et par conséquent des erreurs.

4.1.2 *Domaine assigné de la pression du gaz étalon*

Il est possible que la pression du gaz étalon ait des effets mineurs sur l'erreur. De même, la pression du gaz étalon affectera le débit du gaz étalon comme décrit ci-dessus en 4.1.1.

4.1.3 *Domaine assigné de la pression du gaz de l'aspirateur.*

Pour les analyseurs utilisant des aspirateurs, le domaine assigné de la pression du gaz de l'aspirateur est prescrit pour assurer un débit d'échantillon correct (et quelquefois un débit de l'air de référence).

4.2 *Termes supplémentaires relatifs à la spécification des qualités de fonctionnement*

Il est admis de prescrire les indications supplémentaires suivantes pour définir les qualités du fonctionnement de l'analyseur. Selon les détails de conception, il n'est pas exclu d'omettre certains de ces termes supplémentaires.

4.2.1 Classe de danger de la zone dans laquelle le capteur et l'unité électronique doivent être placés. Il ne convient pas d'installer des analyseurs d'usage général dans des zones dangereuses.

4.2.2 Les capteurs électrochimiques à haute température étant une source potentielle d'inflammation, il est nécessaire de spécifier, en outre, le niveau admissible de gaz inflammable dans l'échantillon.

NOTE - De nombreux analyseurs sont conçus pour prévenir l'allumage du gaz échantillon en utilisant, par exemple, des pare-flammes.

4.2.3 *Espérance de vie du capteur*

Les capteurs électrochimiques à haute température ont une espérance de vie finie et seront occasionnellement remplacés. Leur durée de vie réelle dépendra de l'échantillon.

4.1 *Specification of essential units and ancillary services*

All oxygen analyzers utilizing high-temperature electrochemical concentration cells require a reference gas supply. This is usually air, filtered to remove moisture and oil. Analyzers require facilities for calibration after installation. Bottled calibration gases and pressure regulation facilities are generally required.

4.1.1 *Rated range of reference gas pressure*

Reference gas pressure in practice may have small effects on error.

Also the reference gas pressure will affect reference gas flow. High flows can cause cooling of electrodes and subsequent errors.

4.1.2 *Rated range of calibration gas pressure*

Calibration gas pressure may have small effects on error. Also calibration gas pressure will affect calibration gas flow in a similar manner as described in 4.1.1.

4.1.3 *Rated range of aspirator gas pressure*

For analyzers employing aspirators, the rated range of aspirator gas pressure is required to ensure correct sample flow (and sometimes reference air flow).

4.2 *Additional terms related to the specification of performance*

The following additional statements may be required to define the performance of the analyzer. Dependent on the design details, some of these additional terms may be omitted.

4.2.1 Hazardous classification of the area in which the sensor head and electronic unit are to be located. General purpose analyzers will not be suitable for location in hazardous areas.

4.2.2 As the high-temperature electrochemical sensor is a potential ignition source, the additional statement on the permissible level of flammable gas in the sample is required.

NOTE - Many analyzers are designed to prevent ignition of the sample gas, for example by using flametraps.

4.2.3 *Sensor life expectancy*

The high-temperature electrochemical sensor has a finite life expectancy and will require occasional replacement. The actual cell life will be dependent on the sample.

4.3 Termes importants relatifs à la spécification des qualités de fonctionnement

Bien que déjà traités dans la CEI 1207-1, les termes suivants sont particulièrement importants.

4.3.1 Domaine assigné de la température du gaz échantillon

Pour un analyseur *in situ*, le fonctionnement ne sera satisfaisant que dans le domaine assigné de température du gaz échantillon. Pour un analyseur extractif, la sonde d'extraction ne sera appropriée que dans le domaine assigné de température du gaz échantillon.

4.3.2 Domaine assigné de la pression du gaz échantillon

Pour certaines conceptions d'analyseurs du type extractif, la pression de l'échantillon est importante si l'échantillon est évacué dans l'atmosphère. La pression du gaz échantillon doit être dans le domaine assigné pour assurer le débit d'échantillon requis.

4.3.3 Domaine assigné des composants interférents

NOTES

1 Si un capteur électrochimique à haute température est utilisé pour mesurer la teneur en oxygène d'un mélange gazeux qui contient de l'humidité et des gaz capables d'être oxydés à la température de fonctionnement du capteur, les valeurs de teneur en oxygène obtenues au moyen d'un capteur électrochimique à haute température seront toujours inférieures à celles obtenues au moyen d'un analyseur dont le fonctionnement est fondé sur la mesure d'un échantillon sec préconditionné (par exemple: un analyseur d'oxygène paramagnétique).

Ceci procède de deux faits:

- a) L'oxygène est consommé à la surface du générateur à haute température conformément à la réaction d'oxydation associée au gaz oxydable.
- b) Il y a des différences de volume d'échantillon – le générateur électrochimique utilise la base de gaz humide tandis que l'analyseur paramagnétique utilise la base de gaz sec du fait que toute vapeur d'eau présente dans le gaz source est éliminée avant la mesure.

2 Il est important de comprendre qu'implicitement la sélectivité de l'oxyde de zirconium, fondée sur les caractéristiques de mobilité des ions oxygène, rend impossible les interférences directes. Des interférences indirectes ne sont pas exclues, comme celles décrites dans la note 1 du présent paragraphe ou par des effets d'écrans ou encore par des réactions chimiques parasites. De même, des substances à base d'oxygène qui se décomposent thermiquement à la température de fonctionnement du générateur pourraient de toute évidence interférer avec la détermination de l'O₂.

3 Certaines substances peuvent contaminer le générateur électrochimique à haute température de manière permanente et réduire à zéro la sensibilité du générateur à l'oxygène. Des contaminants communément reconnus sont par exemple, les halogènes libres, certains composés sulfurés, les silicones et le plomb.

5 Procédures pour les essais de conformité

5.1 Généralités

Afin qu'un capteur électrochimique à haute température puisse être utilisé pour l'analyse quantitative de l'oxygène d'une source donnée, il doit être maintenu à température constante ou il est recommandé que l'analyseur mesure la température du capteur et apporte si nécessaire la correction correspondante à toute variation de température.

4.3 *Important terms related to the specification of performance*

Although covered in IEC 1207-1, the following terms are particularly relevant.

4.3.1 *Rated range of sample gas temperature*

In an *in situ* analyzer, operation will only be satisfactory within the rated range of sample gas temperatures. In an extractive analyzer the extraction probe will only be suitable within the rated range of sample gas temperature.

4.3.2 *Rated range of sample gas pressure*

In certain analyzer designs of the extractive type, sample pressure is important if the sample is vented to atmosphere. The sample gas pressure must be within the rated range to ensure sample flow.

4.3.3 *Rated range of interfering components*

NOTES

1 If a high-temperature electrochemical sensor is used to measure the oxygen content of a gaseous mixture which contains moisture and gases capable of being oxidized at the operating temperature of the sensor, then the oxygen content figures obtained using a high-temperature electrochemical sensor will always be lower than those obtained when using an analyzer based on measuring a preconditioned dry sample (e.g. a paramagnetic oxygen analyzer).

This is due to two facts:

- a) Oxygen is consumed at the high-temperature cell surface in accordance with the oxidation reaction associated with the oxidizable gas.
- b) There are sample volume differences – the electrochemical cell uses the wet gas basis whilst the paramagnetic analyzer uses the dry gas basis because any water vapour in the source gas is removed prior to measurement.

2 It is important to understand that inherently the selectivity of the zirconium oxide, based on the property of oxygen ion mobility, makes direct interferences not possible. Indirect interferences may occur of the type in note 1 above, or by screening effects, or by parasitic chemical reactions. Also oxygen based substances which thermally decompose at the cell operating temperature would obviously interfere with the O₂ determination.

3 Some substances can poison the high-temperature electrochemical cell in a permanent manner, thereby reducing the sensitivity of the cell to oxygen to zero. For example free halogens, certain sulphur compounds, silicones, and lead are commonly recognized poisons.

5 Procedures for compliance testing

5.1 *General*

In order for a high-temperature electrochemical sensor to be used for the quantitative analysis of oxygen in a source, the sensor unit must be maintained at a constant temperature, or the analyzer should measure the temperature of the sensor and carry out the necessary correction for any variation in the temperature.

Les essais décrits dans le présent article s'appliquent à l'analyseur complet, tel que fourni par le fabricant et couvrent tous les équipements auxiliaires nécessaires à son fonctionnement correct. Le montage sera effectué par le fabricant ou conformément à ses instructions avant l'essai.

L'étalonnage du capteur peut habituellement être effectué selon deux méthodes. La première méthode utilise une chambre d'étalonnage dans laquelle on enferme le capteur, puis y fait circuler le gaz étalon.

Cette opération constitue le prélèvement des gaz étalons comme s'ils étaient l'échantillon. La seconde méthode utilise le dispositif d'étalonnage normal, tel que conçu dans l'analyseur et qui permet d'injecter le gaz étalon sur le capteur sans le retirer de son environnement de travail. La figure 1 illustre le montage d'essai général pour l'analyseur *in situ* et la figure 2 celui de l'analyseur extractif.

Il convient d'utiliser pour un essai initial ces deux méthodes d'étalonnage. Pour tous les autres essais, à l'exception de l'essai de temps de réponse, il convient d'utiliser les dispositifs d'étalonnage normal à condition que les résultats obtenus par chaque méthode soient dans des limites acceptables.

L'air est utilisé comme gaz de référence et gaz de zéro. Trois autres gaz étalons représentant environ 10 %, 50 % et 90 % de l'étendue de mesure doivent être utilisés. Il est recommandé de pouvoir rattacher les gaz étalons à une norme acceptée ou les vérifier par des moyens indépendants. (Voir la CEI 1207-1 pour les normes significatives.)

5.2 Procédures d'essais

Les procédures d'essais applicables ci-dessous sont décrites en détail dans la CEI 1207-1:

- erreur intrinsèque;
- erreur de linéarité;
- erreur de répétabilité;
- fluctuation du signal de sortie;
- dérive;
- temps de retard, temps de montée et temps de descente;
- erreur d'interférence;
- variation (erreur d'influence);
- temps de préchauffage.

Les équipements auxiliaires, nécessaires au fonctionnement correct de l'analyseur, seront maintenus dans les conditions de référence.

Des détails d'essais supplémentaires pour des analyseurs utilisant des capteurs électrochimiques à haute température sont fournis dans les paragraphes ci-dessous.

5.3 Fluctuation du signal de sortie

La fluctuation du signal de sortie dépend du niveau de l'oxygène à mesurer. L'analyseur est mis en présence d'un gaz d'essai agréé et la procédure d'essai décrite en détail en 5.6.4 de la CEI 1207-1 est utilisée. Le changement détectable minimal est pris comme étant égal à deux fois la fluctuation du signal de sortie.

The tests given in this clause apply to the complete analyzer as supplied by the manufacturer and includes all necessary ancillary equipment to ensure its correct functioning. It will be set up by the manufacturer, or in accordance with his instructions, prior to testing.

The calibration of the sensor head can usually be carried out using two methods. The first method utilizes a calibration chamber in which the sensor is enclosed and the calibration gas is then passed into the chamber.

This represents the sampling of calibration gases as if they were the sample. The second method utilizes the normal calibration facility, as designed into the analyzer, whereby the calibration gas is injected on to the sensor without removing it from its working environment. Figure 1 shows the general test arrangements for the *in situ* analyzer and figure 2 for the extractive analyzer.

Both calibration methods should be used initially. Providing the results obtained by each method are within acceptable limits, the normal calibration facility should be used for all other tests except the response time test.

Air is used as the reference and zero gas. Three other calibration gases representing approximately 10 %, 50 %, and 90 % of the measuring range shall be used. The composition of the calibration gases should be traceable to an accepted standard or checked by independent means. (See IEC 1207-1, for relevant standards.)

5.2 Testing procedures

The following relevant testing procedures are detailed in IEC 1207-1:

- intrinsic error;
- linearity error;
- repeatability error;
- output fluctuation;
- drift;
- delay time, rise time, and fall time;
- interference error;
- variation (influence error);
- warm-up time.

The ancillary equipment, necessary for the correct functioning of the analyzer, will be maintained under reference conditions.

Additional test details for analyzers utilizing high-temperature electrochemical sensors are given below.

5.3 Output fluctuation

The output fluctuation depends on the level of oxygen to be measured. The analyzer is presented with an agreed test gas and the test procedure detailed in 5.6.4 of IEC 1207-1, is used. The minimum detectable change is taken as twice the output fluctuation.

5.4 Temps de retard, temps de montée et temps de descente

NOTES

- 1 Pour les analyseurs *in situ* et extractifs, il est possible d'introduire directement le gaz étalon sur l'ensemble capteur, par l'intermédiaire du dispositif d'étalonnage, fournissant ainsi le temps de retard et le temps de réponse à 90 % du capteur. Il est également possible de l'introduire comme échantillon, donnant ainsi le temps de retard et le temps de réponse à 90 % du système.
- 2 Il convient d'utiliser le débit recommandé par les fabricants.
- 3 Il convient de déterminer les constantes de temps pour le signal linéaire de l'oxygène.

Pour la méthode d'essai, voir 5.6.6 de la CEI 1207-1 ou les prescriptions suivantes:

Les sources d'oxygène de teneur de 10 % et 90 % de l'intervalle de mesure dans un gaz étalon dont l'autre constituant est de l'azote sont reliées à l'entrée du système par l'intermédiaire d'une vanne à trois voies et d'un tube en acier normalisé (voir figures 1 et 2). Il convient que les canalisations de gaz échantillons de la vanne à l'entrée du système soient aussi courtes que possible.

Pendant l'enregistrement du signal de sortie de l'analyseur, l'analyseur est soumis à un gaz d'essai à 10 % jusqu'à ce qu'une lecture constante soit obtenue en sortie. Le gaz étalon à 90 % est ensuite introduit à l'entrée de l'analyseur et une marque est faite sur le support de diagramme au moment où la vanne à trois voies est ouverte pour permettre l'entrée du gaz. Le débit de gaz est maintenu jusqu'à ce qu'une lecture constante soit obtenue.

Le gaz étalon à 10 % est à nouveau introduit à l'entrée de l'analyseur et une marque est faite sur le support du diagramme quand la vanne de sélection est ouverte pour permettre l'entrée du gaz. Le débit du gaz est maintenu jusqu'à ce qu'une lecture constante soit obtenue.

Les valeurs de temps de retard, de temps de montée et de temps de descente sont déterminées à partir du tracé, en tenant compte de la vitesse du support de diagramme.

La valeur du temps de réponse à 90 % est obtenue à la fois dans le sens ascendant et descendant de l'échelle, en ajoutant le temps de retard ainsi que le temps de montée ou le temps de descente.

NOTE 4 – Pour les analyseurs extractifs, les valeurs ainsi déterminées représentent le temps de retard, le temps de montée et le temps de descente pour des gaz échantillons à température ambiante. Lorsque l'échantillon est à haute température (c'est-à-dire dans une plage de 250 °C à 1 800 °C), et selon la longueur et le diamètre intérieur de la sonde d'échantillon, les valeurs seront réduites d'un facteur allant jusqu'à 2,5 du fait de la modification de densité des échantillons.

5.4 Delay time, rise time and fall time

NOTES

- 1 For *in situ* and for extractive analyzers, the calibration gas can be introduced directly on to the sensor unit, via the calibration facility, thus giving the delay time and the 90 % response time of the sensor. It can also be introduced as a sample, thus giving the lag time and 90 % response time of the system.
- 2 The manufacturers' recommended flow rate should be used.
- 3 The time constants should be determined for the linear oxygen signal.

For test method, see 5.6.6 of IEC 1207-1, or the following:

The 10 % and 90 % span oxygen in nitrogen calibration gas are connected to the inlet of the system via a three-way valve and standard steel tubing (see figures 1 and 2). The gas sample lines from the valve to the system inlet should be kept as short as possible.

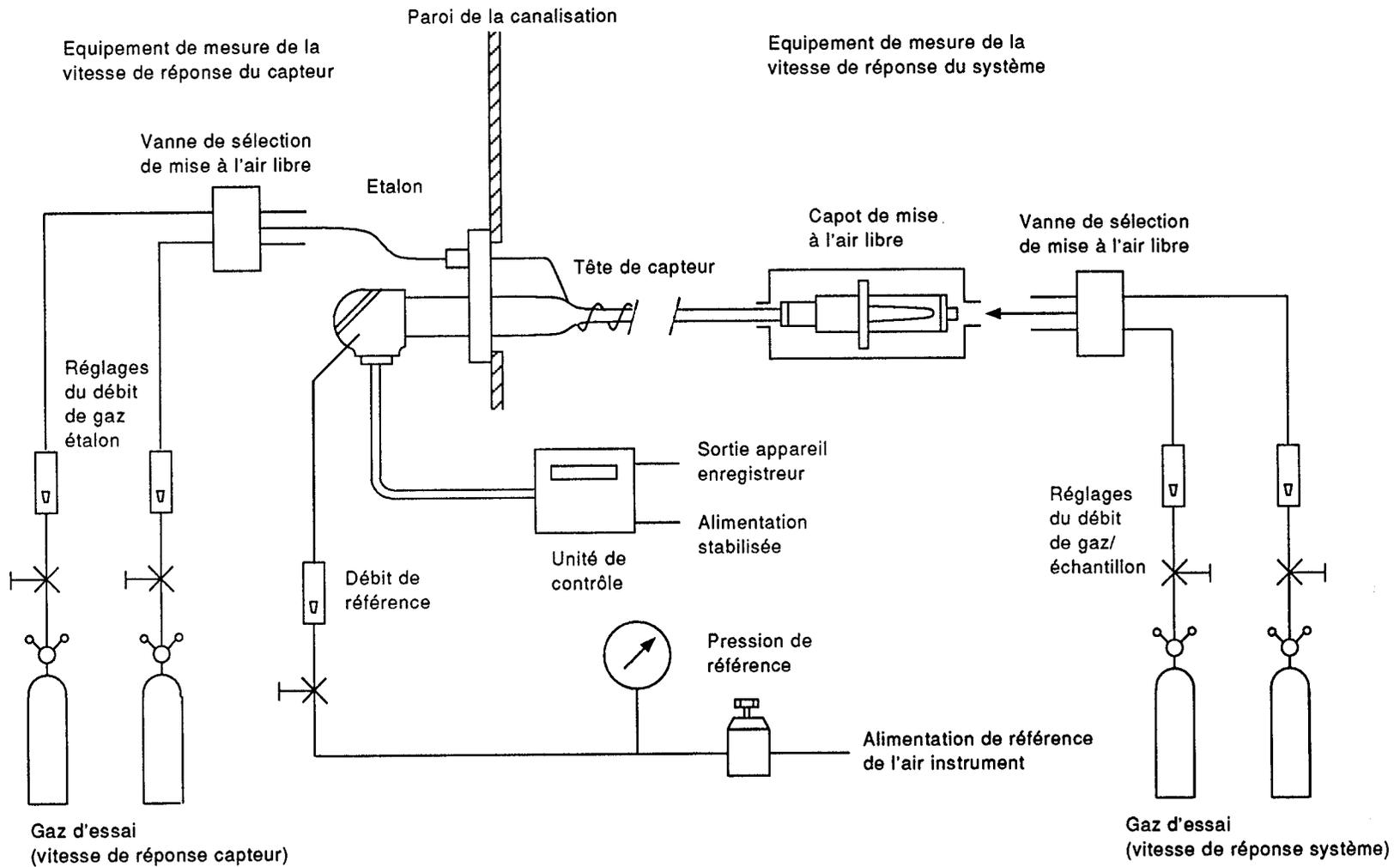
Whilst the analyzer output is recorded, the analyzer is exposed to the 10 % test gas until a constant output reading is obtained. The 90 % calibration gas is then introduced at the analyzer inlet and the recorder chart marked when the three-way valve is moved to accomplish this. Gas flow is continued until a constant reading is obtained.

The 10 % calibration gas is again introduced at the analyzer inlet and the recorder chart marked when the changeover valve is moved to accomplish this. Gas flow is continued until a constant reading is obtained.

The values for the delay time, rise time, and fall time are determined from the chart, through knowledge of the recorder chart speed.

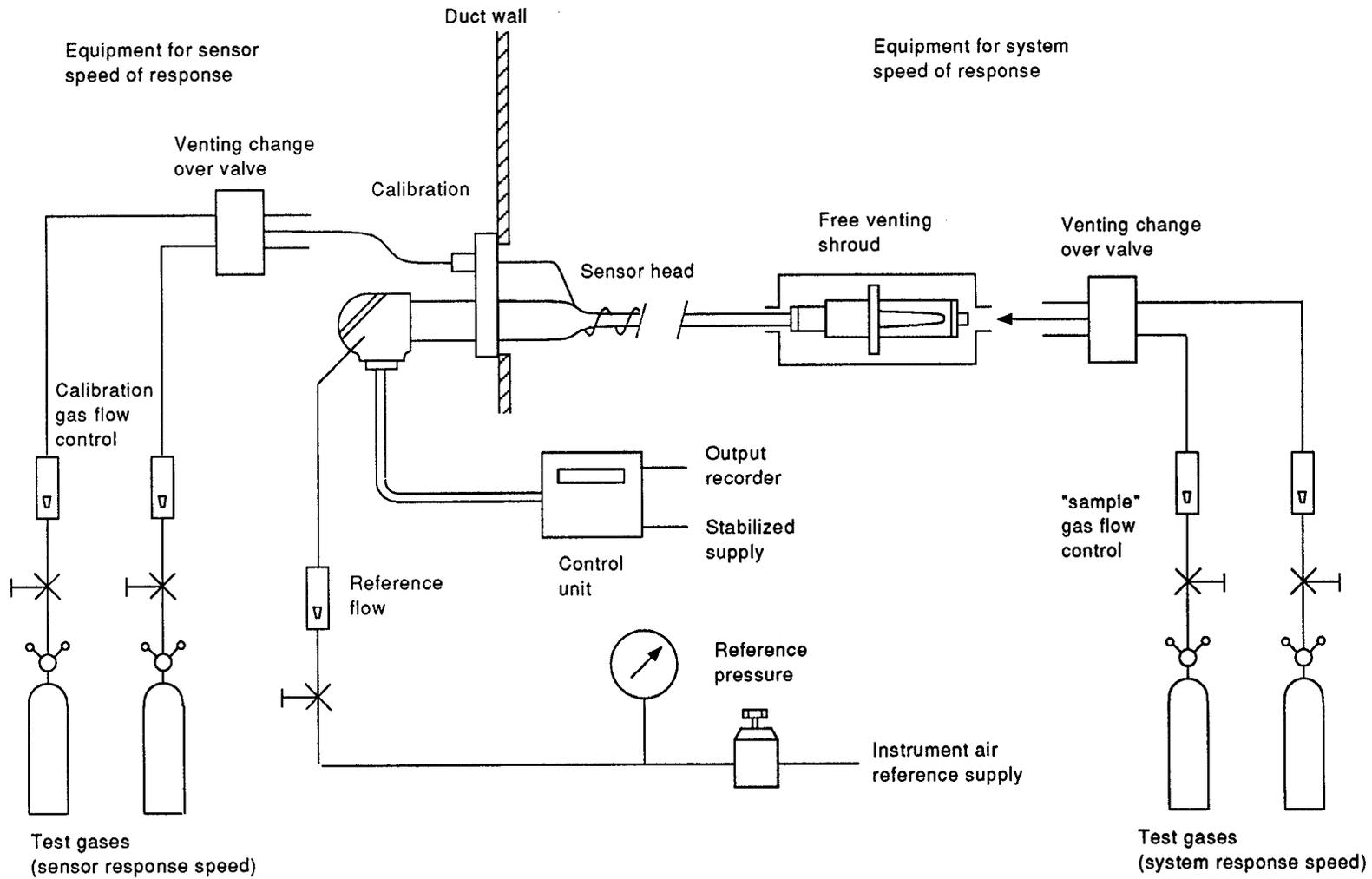
The value of the 90 % response time is obtained in both an upscale and downscale direction by the addition of the delay time, and the rise time or fall time.

NOTE 4 – For extractive analyzers the values so determined represent the delay time, rise time, and fall times for sample gases at ambient temperature. When the sample is at high temperature (i.e. in the range 250 °C to 1 800 °C), and depending on the length and internal diameter of the sample probe, the values will be reduced by up to a factor of 2,5 due to the change in density of the sample.



CEI 111793

Figure 1 - Montage d'essai général, analyseur *In situ*



IEC 111793

Figure 1 - General test arrangement, *In-situ* analyser

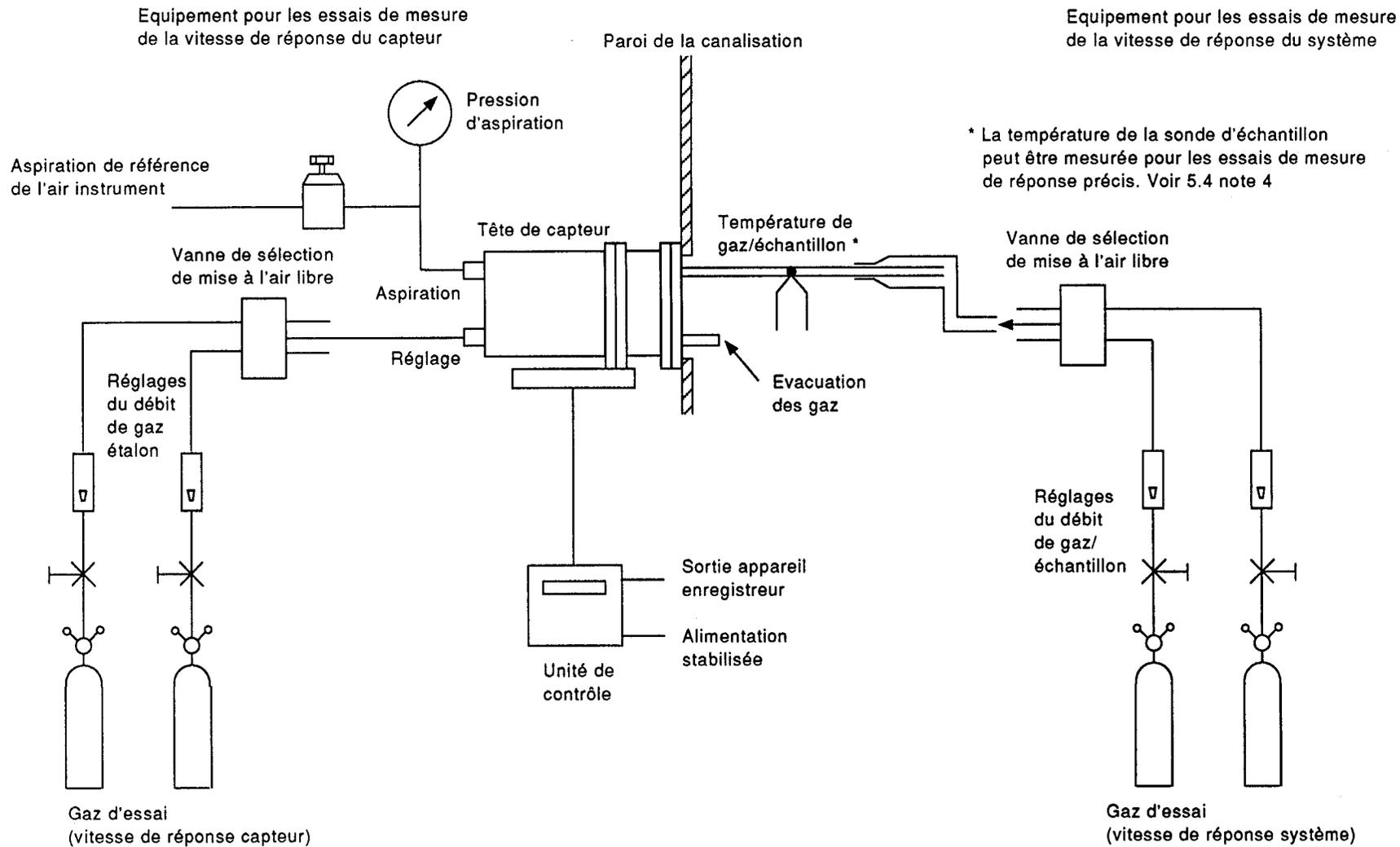
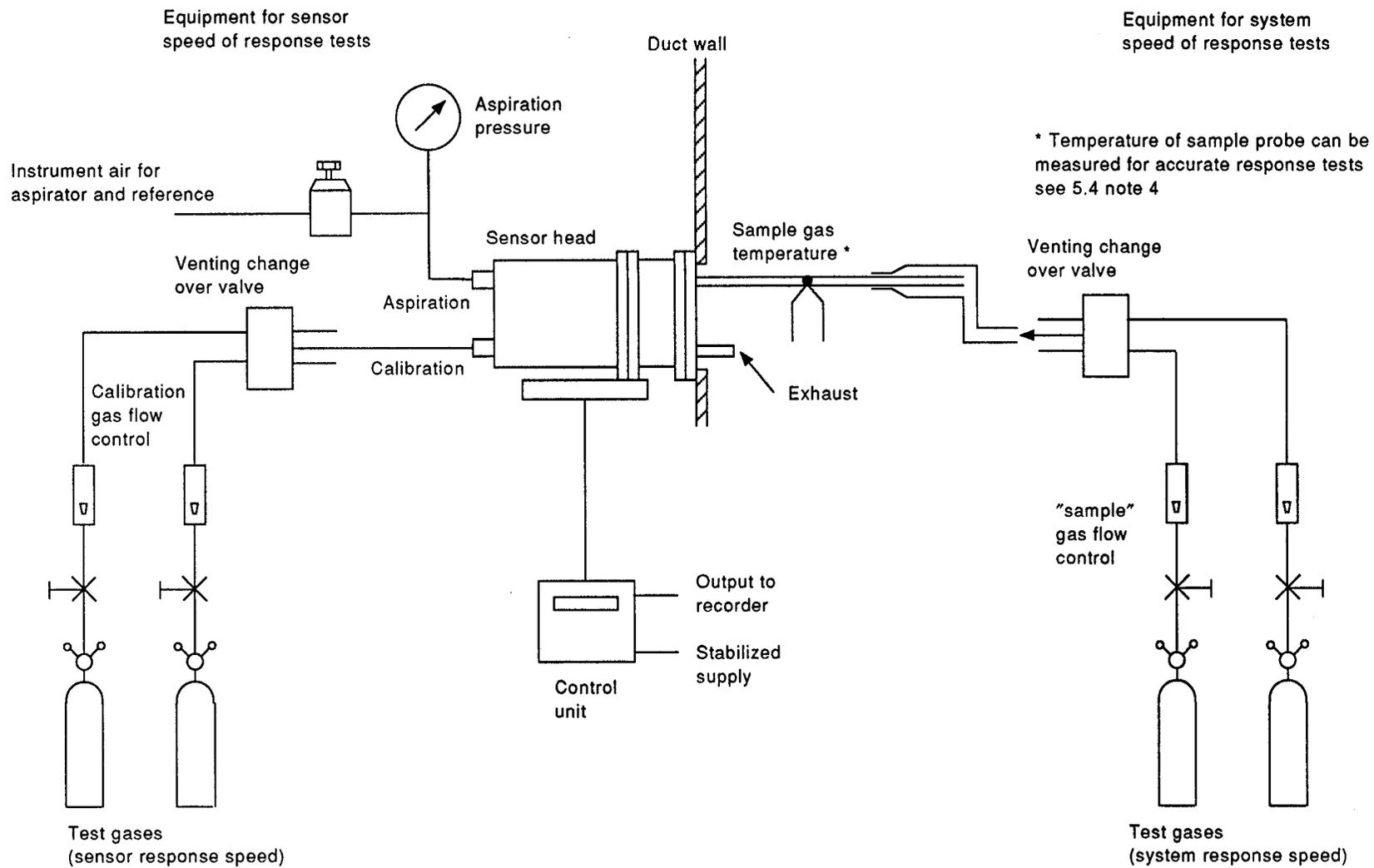


Figure 2 – Montage d'essai général, analyseur extractif



IEC 1118/93

Figure 2 - General test arrangement, extractive analyzer

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

LICENSED TO MECON Limited. - RANCHI/BANGALORE
FOR INTERNAL USE AT THIS LOCATION ONLY, SUPPLIED BY BOOK SUPPLY BUREAU.

ICS 71.040.40
