

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8186

Première édition
1989-07-01

**Air ambiant — Détermination de la
concentration en masse du monoxyde de
carbone — Méthode par chromatographie en
phase gazeuse**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Ambient air — Determination of the mass concentration of carbon monoxide —
Gas chromatographic method*

ISO 8186:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989>



Numéro de référence
ISO 8186 : 1989 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8186 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989>

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe C est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

La présente Norme internationale fait suite à une demande internationale visant l'étude et le contrôle de la pollution atmosphérique.

La méthode peut en général servir au mesurage manuel ou automatique du monoxyde de carbone dans une large gamme de concentrations rencontrée dans des échantillons d'air issus d'un grand nombre de sources. La présente Norme internationale utilisant la chromatographie en phase gazeuse s'applique au mesurage de faibles concentrations en masse de monoxyde de carbone dans l'air ambiant et dans des situations qui requièrent une précision accrue, à savoir 5 % ou meilleure de l'étendue de l'échelle dans les intervalles compris entre 0 et 1 mg/m³ et entre 0 et 25 mg/m³.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8186:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8186:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989>

Air ambiant — Détermination de la concentration en masse du monoxyde de carbone — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par chromatographie en phase gazeuse permettant de déterminer la concentration de monoxyde de carbone dans l'air ambiant provenant d'une grande variété de sources. Cette méthode évite les interférences dans la mesure où les conditions chromatographiques appropriées sont choisies pour séparer le monoxyde de carbone de tous les autres constituants présents dans l'air ambiant, avant le mesurage du monoxyde de carbone. Elle est destinée au mesurage du monoxyde de carbone à des concentrations inférieures à 25 mg/m³ bien qu'on puisse également l'appliquer avec succès à des concentrations atteignant 1 000 mg/m³ respectivement ¹⁾ à 25 °C et 101,3 kPa. En procédant avec soin, on peut obtenir des mesurages du monoxyde de carbone à des concentrations inférieures à 1 mg/m³. La méthode automatique est considérée comme continue seulement dans le sens où, toutes les heures, on peut prélever plusieurs échantillons d'air distincts et les analyser.

NOTE — Bien que la présente Norme internationale se rapporte à deux intervalles, à savoir 0 à 1 mg/m³ et 0 à 25 mg/m³, on peut utiliser un intervalle intermédiaire, par exemple de 0 à 10 mg/m³, pour tirer parti du fait que toutes les concentrations sont comprises dans l'intervalle prévu et que l'on souhaite une précision accrue. Tout dépend de l'erreur de lecture du signal de sortie.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6143 : 1981, *Analyse des gaz — Détermination de la composition de mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes par comparaison.*

ISO 6144 : 1981, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthodes volumétriques statiques.*

3 Principe

Passage d'un volume d'air donné dans une colonne de chromatographie séparant efficacement le monoxyde de carbone des autres constituants gazeux. Réduction du monoxyde de carbone recueilli en méthane par le gaz vecteur hydrogène lorsqu'il passe dans un catalyseur au nickel chauffé (on peut utiliser d'autres catalyseurs et promoteurs). Passage du méthane ainsi obtenu par un détecteur à ionisation de flamme. Le signal de sortie est proportionnel à la quantité de monoxyde de carbone présent dans l'échantillon.

4 Matériaux

4.1 Gaz

Voir ISO 6143 et ISO 6144. Les gaz nécessaires au fonctionnement du chromatographe en phase gazeuse ne doivent pas contenir d'impuretés donnant un signal égal ou supérieur à la concentration minimale détectable du monoxyde de carbone.

Leur humidité maximale doit être inférieure à 10 mg/m³, l'ensemble des hydrocarbures exprimés en méthane inférieurs à 0,1 mg/m³ et le monoxyde de carbone inférieur à 0,1 mg/m³.

AVERTISSEMENT — Lorsqu'on utilise des gaz comprimés, on doit suivre les précautions de sécurité recommandées par le fournisseur. Il faut, en particulier, manipuler avec soin le méthane et l'hydrogène car ils risquent d'être à l'origine d'un incendie dans certaines conditions.

4.1.1 Hydrogène, servant de gaz vecteur dans la séparation chromatographique, à la réduction catalytique du monoxyde de carbone en méthane et au fonctionnement du détecteur à ionisation de flamme.

4.1.2 Air, nécessaire au fonctionnement du détecteur à ionisation de flamme.

4.1.3 Azote.

4.1.4 Hélium.

Pour certains brûleurs, on ajoute de l'azote ou de l'hélium ou un mélange des deux au gaz combustible afin d'obtenir une sensibilité et une stabilité optimales.

1) À la température et à la pression données, les facteurs de conversion suivants s'appliquent :

1 mg/m³ \cong 0,88 ppm (V/V)

1 ppm (V/V) \cong 1,14 mg/m³

4.2 Mélanges de gaz pour étalonnage

4.2.1 Mélange de méthane et d'air

Un mélange normalisé certifié de méthane et d'air est nécessaire au mesurage de l'efficacité du convertisseur. Sa concentration doit être connue à 1 % près et se rapprocher du mélange normalisé le plus élevé en monoxyde de carbone qui sert à l'étalonnage.

L'efficacité du convertisseur est évaluée en comparant les aires de pic obtenues à partir du mélange de méthane connu et du mélange de monoxyde de carbone connu. Les aires de pic se trouvent dans le même rapport que les concentrations de monoxyde de carbone et de méthane, si la transformation complète du monoxyde de carbone a été effectuée.

4.2.2 Mélange de monoxyde de carbone et d'air

Les mélanges de gaz normalisés certifiés de monoxyde de carbone et d'air ou d'azote (d'une précision certifiée de ± 1 % en constituant) servent de mélanges de gaz pour étalonnage. On doit utiliser au moins quatre concentrations différentes couvrant l'intervalle des mesurages effectués, par exemple des concentrations de 0, 20 %, 50 % et 80 % de l'étendue de l'échelle.

4.3 Convertisseur et matériaux chromatographiques

Le nitrate de nickel hexahydraté, entrant dans la préparation de la colonne du convertisseur, doit être de qualité pour réactif. Le remplissage du convertisseur consiste en diatomite de 0,125 mm à 0,15 mm (100 mesh ASTM à 120 mesh ASTM) (appelée aussi brique réfractaire kieselgur Chromosorb P¹⁾; terre rose à diatomées; brique réfractaire de terre à diatomées).

Le matériau de la colonne de chromatographie consiste en perles de silicate d'aluminium et en métal alcalin synthétique de 0,18 mm à 0,25 mm (60 mesh ASTM à 80 mesh ASTM) (appelé également tamis moléculaire 5A¹⁾ ou tamis Zeolox 5A¹⁾).

Si l'on utilise d'autres numéros de tamis, on doit en démontrer l'équivalence.

5 Appareillage

Un système chromatographique en phase gazeuse doté d'un détecteur à ionisation de flamme doit être utilisé. Un système automatique d'injection et d'échantillonnage donne une série d'échantillons et d'analyses distincts.

Les appareils utilisés doivent être compatibles avec les concentrations de gaz à mesurer.

5.1 Colonne

Un système comportant une colonne de chromatographie en phase gazeuse pour séparer le monoxyde de carbone des autres

constituants de l'échantillon doit être utilisé. Il importe que l'eau ne soit pas retenue en permanence par les matériaux de remplissage; la colonne doit donc être balayée entre les injections d'échantillon.

Le système recommandé dans la présente Norme internationale ne comporte pas de colonne de distillation primaire et fonctionne de façon satisfaisante dans les conditions recommandées. Le monoxyde de carbone recueilli est transféré dans le convertisseur et la colonne est balayée avant de recevoir l'échantillon suivant.

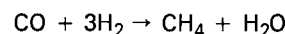
NOTES

1 Certains systèmes font appel à une colonne de distillation primaire séparant les constituants à élution rapide (méthane et monoxyde de carbone) des constituants à élution plus lente (dioxyde de carbone, eau et hydrocarbures). Après élution du méthane et du monoxyde de carbone, la colonne est balayée afin d'en ôter les constituants à élution plus lente.

2 On peut utiliser différents matériaux de remplissage et différentes dimensions de colonnes pour obtenir la séparation requise (des colonnes sont disponibles dans le commerce). Un tube en acier inoxydable de 3,2 mm de diamètre extérieur (le cuivre n'est pas recommandé) comportant un tamis moléculaire 5A de 0,18 mm à 0,25 mm (60 mesh ASTM à 80 mesh ASTM) et opérant à une température supérieure à 45 °C est recommandé. (La tolérance relative aux températures isothermes recommandées dans la présente Norme internationale est de 5 °C, sauf prescription contraire.) Il est de règle que la longueur de la colonne soit déterminée en fonction du débit du gaz vecteur applicable au chromatographe en phase gazeuse employé. Par exemple, une vitesse d'écoulement de gaz vecteur de 20 cm/min nécessitera une colonne de 2 m de longueur et une température de fonctionnement de 45 °C, pour donner une séparation correcte.

5.2 Convertisseur

Le monoxyde de carbone est converti en méthane par réaction avec l'hydrogène en présence d'un catalyseur au nickel chauffé. La réduction intervient conformément à l'équation suivante :



NOTE — L'adjonction de promoteurs tels que l'oxyde de thorium ou le ruthénium a été pratiquée^[1] pour accroître la longévité du catalyseur au nickel, notamment en présence de températures plus élevées dans le convertisseur et lors de la conversion du dioxyde de carbone en méthane. La pratique des modes opératoires recommandés dans la présente Norme internationale a montré que ni l'efficacité de la conversion du monoxyde de carbone en méthane ni la longévité du catalyseur au nickel ne posent de problème car de petites quantités de monoxyde de carbone se changent en méthane en présence d'hydrogène pur à une température relativement basse, à savoir 260 °C.

5.3 Ensemble convertisseur-four

Des appareils de chauffage de conception différentes sont disponibles, leur construction pouvant également s'effectuer en atelier. On peut réaliser un montage satisfaisant à partir d'un bloc d'aluminium (voir figure 1). La cartouche chauffante de 100 W pourvue d'une gaine en acier inoxydable et commandée

1) Chromosorb P, tamis moléculaire 5A et tamis Zeolox 5A sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

par rhéostat fournit une chaleur et une stabilité suffisantes pour le système. L'ensemble tube du convertisseur et bloc est enveloppé d'un matériau isolant adéquat. Un thermomètre est introduit dans le bloc four et la température voulue est obtenue par réglage manuel du rhéostat. Une température de 260 °C s'est avérée satisfaisante pour la conversion du monoxyde de carbone en méthane et pour éviter les problèmes liés aux résidus et aux interférences avec l'oxygène^[2,3].

5.4 Système de prélèvement

Une soupape d'injection d'échantillon pourvue d'une boucle d'échantillonnage et offrant le volume requis sert à introduire l'échantillon dans le système chromatographique. Une petite pompe permettant d'admettre environ 100 cm³ d'air par minute dans la boucle sert à recueillir l'échantillon.

NOTE 1 — La boucle d'échantillonnage de la soupape d'injection peut aisément être réalisée à partir d'un tube en acier inoxydable de 3,2 mm de diamètre extérieur offrant une capacité d'environ 4 cm³.^[4] On peut prévenir la condensation dans la boucle d'échantillonnage en maintenant la boucle à une température constante légèrement supérieure à la température de prélèvement.

Disposer les soupapes d'échantillonnage de façon pratique comme l'indique la figure 2, afin de procéder aux opérations suivantes :

a) Mode dérivation. Le flux de gaz vecteur est réparti en deux courants égaux par des vannes à pointeau : une partie du flux passe par la vanne 4 et le convertisseur puis vers le détecteur; l'autre courant de gaz vecteur traverse les van-

nes 1, 2 et 3, balaie la colonne puis traverse la vanne 4 en direction du détecteur. Durant cette phase, la pompe de prélèvement entre en action pour rincer et remplir la boucle d'échantillonnage.

b) Mode injection. Dans cette phase, le flux de gaz vecteur traversant précédemment le convertisseur est détourné par la vanne 4, pour gagner directement le détecteur. L'autre courant de gaz vecteur est dérivé vers la boucle d'échantillonnage par le biais de la vanne 1, puis traverse directement la colonne grâce à l'action des vannes 2 et 3. La vanne 4 permet alors au flux de gaz vecteur de gagner le détecteur en traversant le convertisseur. Dès que le méthane transformé a franchi le détecteur, le système revient au mode dérivation, ce qui permet de rincer la colonne et de remplir de nouveau la boucle d'échantillonnage.

Utiliser des chronomètres et des déclencheurs de vanne pour commander l'ordre des opérations et permettre l'analyse d'une série d'échantillons distincts. On peut également temporiser la commande du dispositif d'enregistrement pour n'opérer que pendant l'élution de monoxyde de carbone transformé. Le temps nécessaire à un cycle complet dépend du rinçage requis pour nettoyer la colonne avant l'injection de l'échantillon suivant. Le système décrit devrait permettre de traiter jusqu'à 10 échantillons par heure.

NOTE 2 — Une contamination de la colonne chromatographique par de la vapeur d'eau modifiera le temps de rétention du monoxyde de carbone et peut imposer un réglage de la séquence de synchronisation. Il convient que la ligne comprise entre le convertisseur et le détecteur soit aussi courte que possible et maintenue à une température supérieure à 100 °C afin d'empêcher une condensation de l'eau.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c23348b1-68c1-436d-bacf-efc27ddbcac3/iso-8186-1989>

Dimensions en millimètres

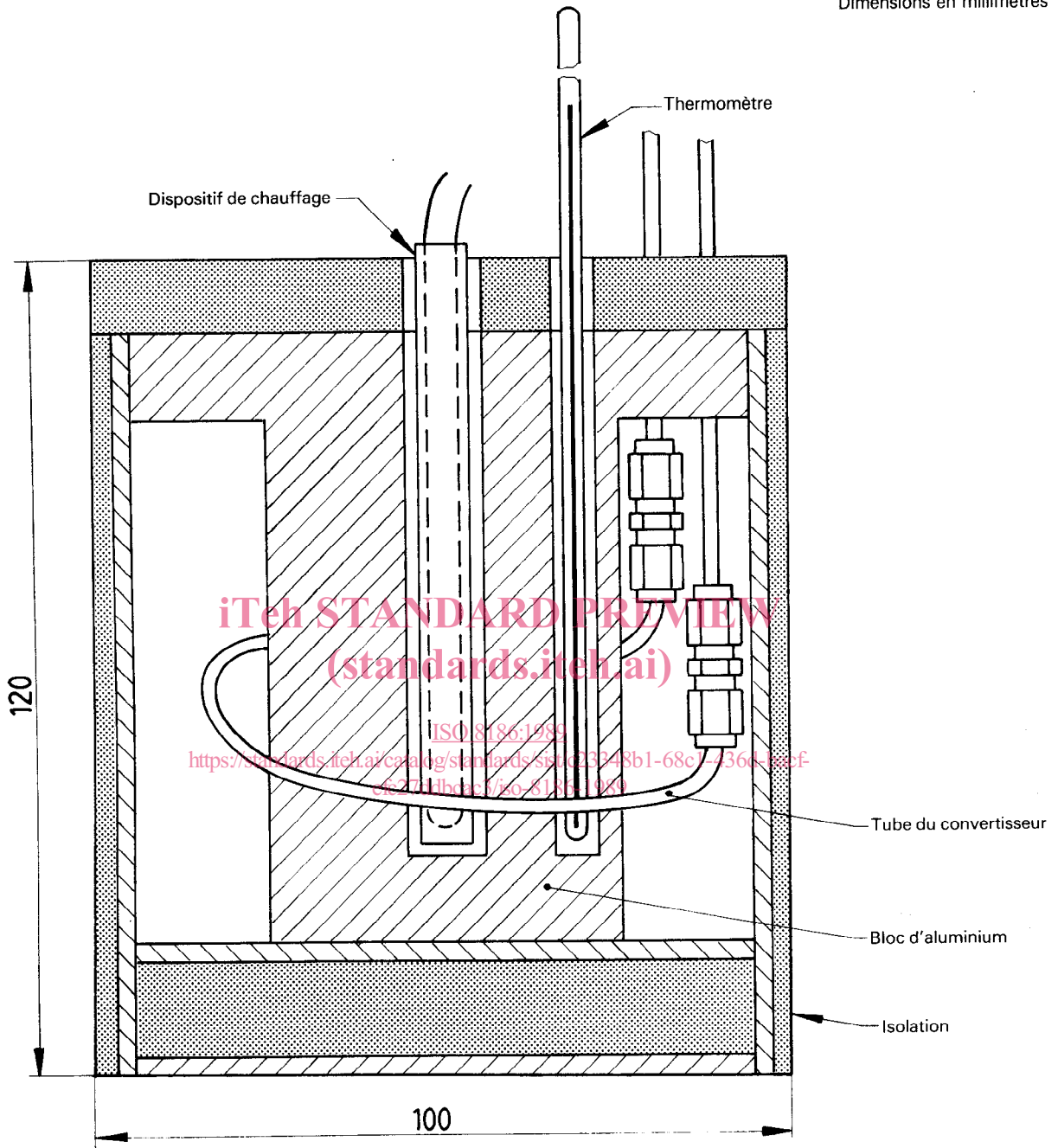


Figure 1 — Montage pour le convertisseur

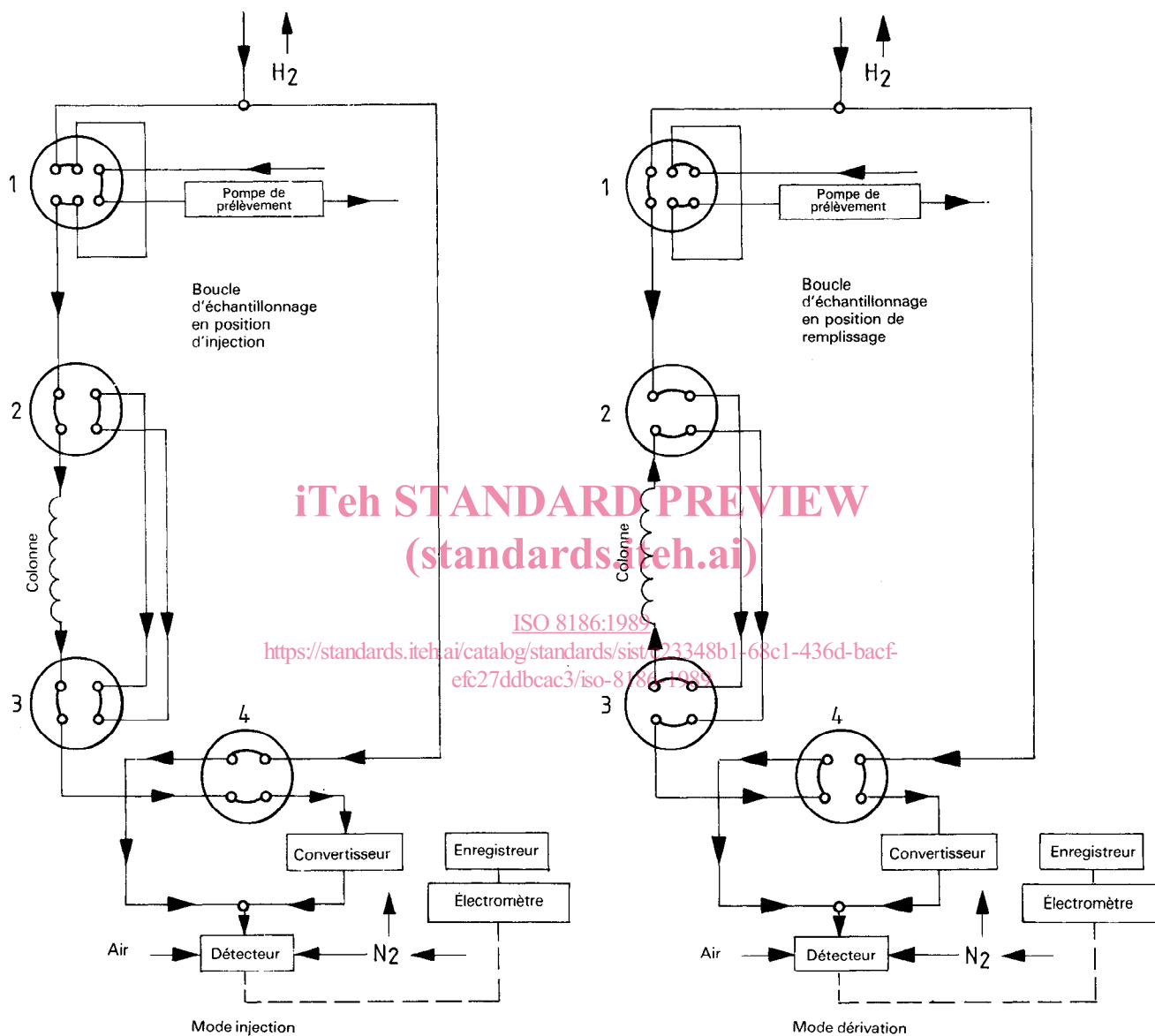


Figure 2 – Schéma d'écoulement du gaz