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

**Partie 10:
Méthode par perméation**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic
volumetric methods*

Part 10: Permeation method

ISO 6145-10:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6145-10:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002>

© ISO 2002

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et produits	2
5 Appareillage	2
6 Mode opératoire	5
6.1 Contrôles préliminaires et conditions d'opérations	5
6.2 Détermination de la perte de masse	7
7 Expression des résultats	7
7.1 Calculs	7
7.2 Sources d'incertitude	8
7.3 Estimation des incertitudes	10
7.4 Exemple de calculs de l'incertitude	13
Annexe A (informative) Exemple de calcul de l'incertitude pour un système de pesage en continu à deux plateaux	14
Bibliographie	16

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149b02/iso-6145-10-2002>

Avant-propos

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

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 6145 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 6145-10 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

Elle annule et remplace l'ISO 6349:1979 qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 6145 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques*:

- *Partie 1: Méthodes d'étalonnage*
- *Partie 2: Pompes volumétriques*
- *Partie 4: Méthode d'injection continue*
- *Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires*
- *Partie 6: Orifices critiques*
- *Partie 7: Régulateurs thermiques de débit-masse*
- *Partie 9: Méthode par saturation*
- *Partie 10: Méthode par perméation*

La diffusion fera l'objet d'une future partie 8 de l'ISO 6145. La partie 3 de l'ISO 6145, intitulée *Injections périodiques dans un flux gazeux*, a été retirée par le Comité Technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

L'annexe A de la présente partie de l'ISO 6145 est donnée uniquement à titre d'information.

Introduction

La présente partie de l'ISO 6145 fait partie d'une série de normes qui présentent différentes méthodes volumétriques dynamiques utilisées pour préparer des mélanges de gaz pour étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6145-10:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-10:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149bf02/iso-6145-10-2002>

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

Partie 10: Méthode par perméation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6145 spécifie une méthode dynamique utilisant des membranes de perméation pour la préparation de mélanges de gaz pour étalonnage, dont la teneur en constituants est en général comprise entre 10^{-9} et 10^{-6} en fraction molaire. En appliquant cette méthode, on obtient une incertitude relative étendue de 2,5 % de la fraction molaire du constituant. Dans la gamme des fractions molaires considérée, il est difficile de maintenir stables certains mélanges de gaz (notamment en bouteilles). Aussi est-il nécessaire de préparer le gaz pour étalonnage immédiatement avant emploi et de le transférer par le plus court chemin sur son lieu d'utilisation. Cette technique a notamment été appliquée avec succès pour générer des mélanges de gaz à faible teneur pour étalonnage, par exemple, de dioxyde de soufre (SO_2), de dioxyde d'azote (NO_2) et de benzène (C_6H_6) dans l'air.

Si le débit de gaz vecteur est mesuré sous forme de débit massique, la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de tubes à perméation est une méthode gravimétrique dynamique qui donne les teneurs en fractions molaires.

[ISO 6145-10:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149b02/iso-6145-10-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149b02/iso-6145-10-2002>

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 l'ISO 6145. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 6145 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 6145-1, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage par des méthodes volumétriques dynamiques — Partie 1: Méthodes d'étalonnage*

3 Principe

Cette méthode repose sur le principe de la perméation du constituant pour étalonnage [par exemple, SO_2 , NO_2 , ammoniacque (NH_3), benzène, toluène, xylène] à travers une membrane appropriée dans un flux de gaz vecteur qui constitue le gaz de complément du mélange obtenu. Le constituant pour étalonnage, de pureté connue, est contenu dans un tube, lui-même contenu dans un récipient thermorégulé. Ce récipient est purgé à un débit connu et régulé avec le gaz vecteur. La composition du mélange est déterminée à partir du taux de perméation du constituant pour étalonnage et du débit du gaz vecteur. Ce gaz vecteur est de haute qualité et débarrassé en particulier de toute trace de constituant d'étalonnage. Il doit également éviter toute interaction chimique avec le matériau du tube à perméation.

Le taux de perméation du constituant pour étalonnage à travers la membrane dépend du constituant lui-même, de la nature et de la structure chimiques de la membrane, de sa surface et de son épaisseur, de la température et du gradient de pression partielle du constituant pour étalonnage sur la membrane. Ces facteurs peuvent être maintenus constants si le système est utilisé correctement.

Le taux de perméation peut être mesuré directement en montant le tube sur une microbalance et en pesant le tube en continu ou périodiquement.

4 Réactifs et produits

4.1 Substances de perméation pour étalonnage, devant être les plus pures possible afin d'éviter toute influence des impuretés sur le taux de perméation; si cela n'est pas possible, il faut connaître la nature et les quantités d'impuretés et prendre en compte leur influence.

4.2 Gaz vecteur, de pureté connue, établie selon une technique d'analyse appropriée, par exemple, la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et/ou la chromatographie en phase gazeuse (CG).

5 Appareillage

5.1 Banc à perméation. Il existe actuellement deux modes courants (5.1.1 et 5.1.2) d'application de la méthode de perméation.

Les matériaux utilisés pour le banc à perméation doivent être choisis de manière à éviter toute incidence sur la teneur du constituant pour étalonnage par sorption (chimique ou physique). Plus la teneur finale désirée est faible, plus les phénomènes d'adsorption sont importants. Si possible, utiliser du verre pour le logement du tube à perméation thermorégulé. Choisir des matériaux flexibles et chimiquement inertes et les métaux en fonction du constituant pour étalonnage, en particulier pour ce qui concerne le transfert des gaz entre le banc à perméation et l'analyseur. Accorder une attention particulière aux jonctions qui ne doivent pas présenter de fuites.

La constance de la plage de débit du gaz vecteur est assurée par un système de régulation et contrôlée par un débitmètre. La valeur du débit peut, par exemple, être régulée à l'aide d'un régulateur de débit massique et déterminée à l'aide d'un débitmètre massique.

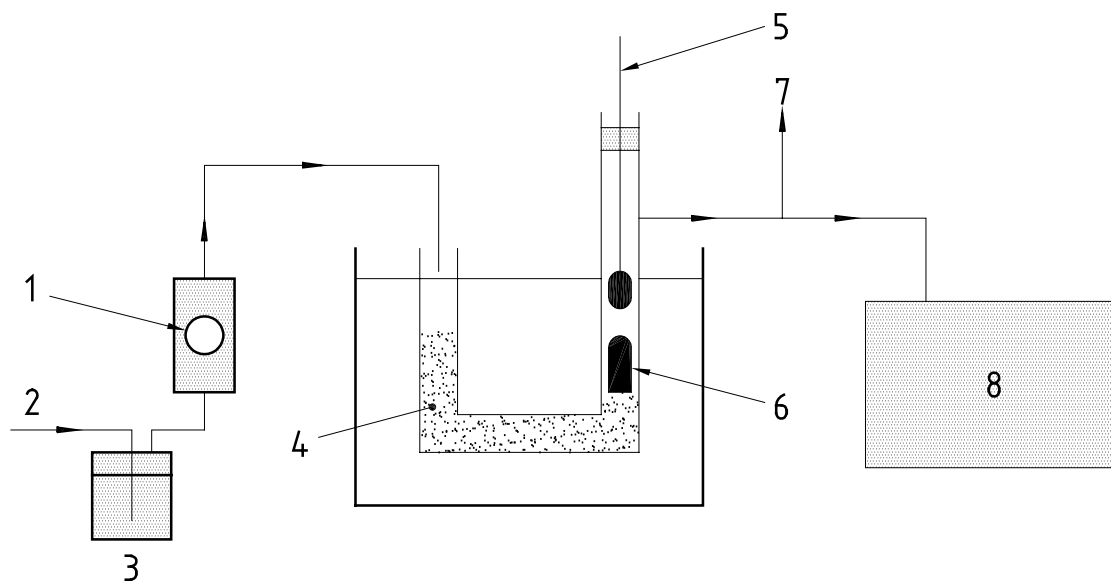
La présence d'un débit de fuite permet à l'analyseur soumis à étalonnage de prélever le débit de gaz nécessaire à son bon fonctionnement, le reste du flux de gaz étant évacué dans l'atmosphère.

5.1.1 Banc à perméation à mode de pesage périodique, constitué d'un tube à perméation placé dans une enceinte thermorégulée, permettant le balayage du tube par le gaz vecteur. Le tube de perméation est retiré périodiquement de cette enceinte pour être pesé.

Des exemples typiques sont donnés aux Figures 1 et 2.

5.1.2 Banc à perméation à mode de pesage continu, constitué d'un tube à perméation placé dans une enceinte thermorégulée, permettant le balayage du tube par le gaz vecteur. Le tube de perméation est suspendu à un dispositif de pesage et pesé en continu.

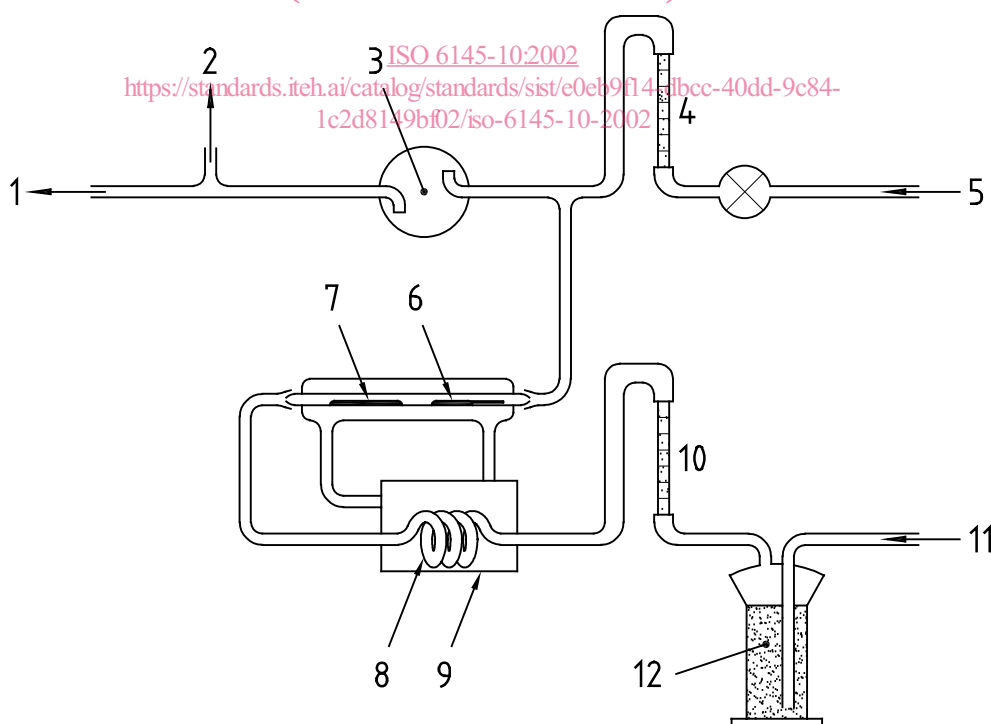
Un exemple typique est donné à la Figure 3.



Légende

- | | |
|---------------|---------------------|
| 1 Débitmètre | 5 Thermomètre |
| 2 Gaz vecteur | 6 Tube à perméation |
| 3 Dessécheur | 7 Débit de fuite |
| 4 Filtre | 8 Analyseur |

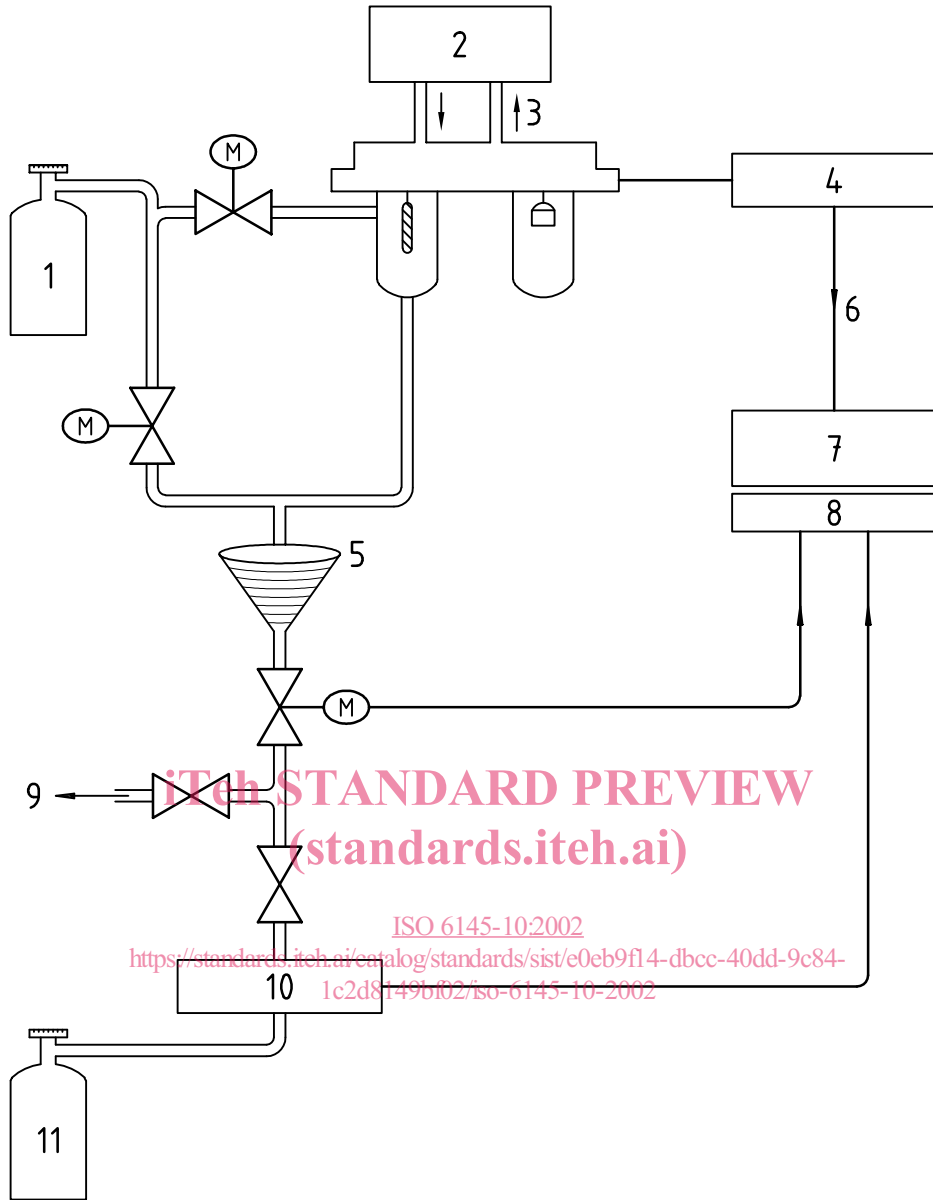
Figure 1 — Exemple 1 d'un banc à perméation pour le mode à pesage périodique
(standards.iteh.ai)




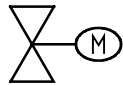

Légende

- | | | |
|-----------------------------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1 Orifice d'évacuation pour le gaz en surplus | 5 Gaz diluant | 9 Bain d'eau |
| 2 Système d'échantillonnage | 6 Thermomètre | 10 Débitmètre 1 |
| 3 Chambre de mélange | 7 Tube à perméation | 11 Gaz vecteur |
| 4 Débitmètre 2 | 8 Serpentin en cuivre | 12 Dessécheur |

Figure 2 — Exemple 2 d'un banc à perméation pour le mode à pesage périodique



STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6145-10:2002
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e0eb9f14-dbcc-40dd-9c84-1c2d8149b02/iso-6145-10-2002>

-  Tube à perméation
-  Régulateur de débit massique
-  Tare

Légende

- | | | | | | |
|---|-------------------------------------|---|---------------------------------------------|----|----------------------------------------------|
| 1 | Air de grande pureté/N ₂ | 5 | Mélangeur des gaz | 9 | Dispositif d'étalonnage du débit |
| 2 | Régulateur de température | 6 | Liaison RS 232 | 10 | Analyseur de gaz |
| 3 | Eau | 7 | PC (analyse de l'acquisition et diagnostic) | 11 | Mélange stable nécessitant une certification |
| 4 | Régulateur de la microbalance | 8 | ADC de 16 bits | | |

Figure 3 — Exemple de banc à perméation pour le mode à pesage continu

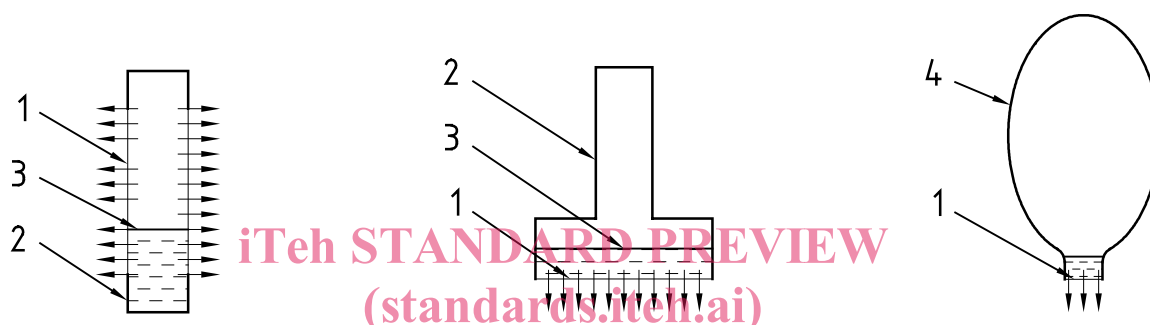
5.2 Membrane de perméation, en polymère présentant une résistance chimique et mécanique suffisante. En général, le polytétrafluoroéthylène (PTFE), le polyéthylène, le polypropylène, ou un copolymère de tétrafluoroéthylène et d'hexafluoropropylène (FEP) sont appropriés.

Tenir compte des variations des propriétés des matériaux en fonction des variations de température.

5.3 Tubes à perméation, ou ampoules, en acier inoxydable ou en verre, équipés d'une membrane à perméation (5.2) et contenant le composant pour étalonnage en phase liquide et en phase gazeuse; la membrane à travers laquelle se fait la perméation peut être en contact soit uniquement avec la phase liquide, soit uniquement avec la phase gazeuse, soit avec les deux.

Voir les exemples donnés à la Figure 4.

Avant toute utilisation, le tube doit être conservé dans une atmosphère anhydre, à l'intérieur d'un récipient étanche à l'air, dans un endroit froid (à environ 5 °C, par exemple dans un réfrigérateur) afin de maintenir le taux de diffusion aussi bas que possible, donc de réduire au minimum la perte de constituant pour étalonnage et d'éviter toute condensation sur le tube.



- a) Tube cylindrique dont la membrane est en contact avec les deux phases
 b) Tube dont la membrane est uniquement en contact avec la phase liquide
 c) Ampoule dont la membrane est uniquement en contact avec la phase gazeuse

Légende

- 1 Membrane
- 2 Acier inoxydable
- 3 Niveau de liquide
- 4 Verre

Figure 4 — Exemples de tubes à perméation

6 Mode opératoire

6.1 Contrôles préliminaires et conditions d'opérations

6.1.1 Tube à perméation

La pureté du produit du tube à perméation doit être analysée avant toute utilisation. À cet effet, prélever un échantillon du gaz après perméation pour l'analyser selon une technique d'analyse appropriée (par exemple, CG ou FTIR), afin de quantifier la concentration en volume des contaminants principaux susceptibles d'être présents. Ces informations peuvent être données par les fournisseurs du tube et, dans ce cas, un certificat d'analyse établi par un organisme accrédité doit être fourni.

Pendant la durée de vie du tube à perméation, un mesurage (par perte en masse) du taux de perméation, à une température fixe connue, donne une bonne indication quant à la pureté du gaz après perméation. Une variation du taux de perméation supérieure à 10 %, à une température fixe connue, indique généralement que le tube à perméation doit être mis au rebut.