

---

---

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

Partie 4:

**Méthode continue par seringue d'injection**

iTeh STANDARD PREVIEW

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

*Part 4: Continuous syringe injection method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>



**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 6145-4:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2004

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.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2008

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>1</b>	<b>Domaine d'application .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b>	<b>Principe .....</b>	<b>1</b>
<b>4</b>	<b>Application à la préparation des mélanges de gaz .....</b>	<b>2</b>
<b>4.1</b>	<b>Description du mode opératoire expérimental .....</b>	<b>2</b>
<b>4.2</b>	<b>Domaine de validité .....</b>	<b>4</b>
<b>4.3</b>	<b>Conditions de fonctionnement .....</b>	<b>4</b>
<b>5</b>	<b>Expression des résultats .....</b>	<b>4</b>
<b>5.1</b>	<b>Fraction volumique .....</b>	<b>4</b>
<b>5.2</b>	<b>Sources d'incertitude .....</b>	<b>4</b>
<b>5.3</b>	<b>Incertitude de la fraction volumique .....</b>	<b>5</b>
	<b>Annexe A (informative) Prémélanges gazeux utilisés pour la préparation de mélanges fortement dilués .....</b>	<b>6</b>
	<b>Annexe B (informative) Exemple d'appareillage pour la préparation de mélanges de gaz pour étalonnage .....</b>	<b>7</b>
	<b>Annexe C (informative) Conseils pratiques .....</b>	<b>9</b>
	<b>Annexe D (informative) Exemple de détermination de l'incertitude de la concentration d'un mélange de gaz pour étalonnage préparé par la méthode d'injection continue .....</b>	<b>12</b>
	<b>Bibliographie .....</b>	<b>15</b>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>  
 ISO 6145-4:2004

## 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 6145-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6145-4:1986), dont elle constitue une révision technique.

[ISO 6145-4:2004](#)

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 continue par seringue d'injection*
- *Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires*
- *Partie 6: Orifices critiques*
- *Partie 7: Régulateurs thermiques de débit-masse*
- *Partie 8: Méthode par diffusion*
- *Partie 9: Méthode par saturation*
- *Partie 10: Méthode par perméation*
- *Partie 11: Génération électrochimique*

L'ISO 6145-3, intitulée *Injections périodiques dans un flux gazeux*, a été retirée.

## Introduction

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

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6145-4:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 6145-4:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>

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

## Partie 4:

### Méthode continue par seringue d'injection

#### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6145 spécifie une méthode de production continue de mélanges de gaz pour étalonnage, contenant au moins deux constituants, à partir de gaz purs ou d'autres mélanges de gaz, par injection continue des constituants étalons dans un gaz de complément à l'aide d'une seringue.

Si des prémélanges de gaz sont utilisés à la place de gaz purs (voir l'Annexe A), des fractions volumiques plus petites peuvent être obtenues. Les débits volumiques, à partir desquels les fractions volumiques sont déterminées, peuvent être calculés à partir des débits individuels et mesurés de manière indépendante selon une méthode appropriée donnée dans l'ISO 6145-1.

La méthode a pour mérite de permettre la préparation d'une quantité significative de mélange de gaz en continu, et la préparation de mélanges à constituants multiples presque aussi aisément que les mélanges à base de deux constituants si un nombre approprié de seringues est utilisé ou si la seringue contient déjà un mélange à constituants multiples de composition connue. Cette méthode présente également un moyen pratique d'augmenter, étapes par étapes, la fraction volumique du constituant étalon dans le mélange. Il s'agit donc d'une méthode utile d'évaluation des autres caractéristiques des analyseurs de gaz, telles que la limite de détection minimale et la zone morte, ainsi que l'exactitude. L'incertitude relative élargie dans la fraction volumique qu'il est possible d'obtenir pour un mélange à base de deux constituants (selon un facteur d'élargissement de 2) est de 5 % et la plage d'applicabilité de  $10^{-5}$  à  $10^{-2}$ .

#### 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).

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

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

#### 3 Principe

Le constituant étalon, en phase gazeuse ou en phase liquide, est transféré depuis une seringue, dont le piston est actionné en continu par un moteur à vitesse variable adapté, vers un gaz de complément par l'intermédiaire d'un capillaire, qui peut être l'aiguille de la seringue, par exemple.

La fraction volumique,  $\varphi_A$ , du constituant étalon, A, dans un mélange avec le gaz de complément, B, est donné par l'Équation (1):

$$\varphi_A = q_A / (q_A + q_B) \quad (1)$$

où

$q_A$  est le débit volumique du constituant étalon, A;

$q_B$  est le débit volumique du gaz de complément, B.

Si le constituant étalon est injecté en phase liquide, le débit dans la phase gazeuse après évaporation est donné par l'Équation (2):

$$q_A = (q_{A,l} \times \rho_{A,l}) / \rho_{A,g} \quad (2)$$

où

$q_{A,l}$  est le débit volumique du liquide injecté, exprimé dans les mêmes unités que  $q_A$ ;

$\rho_{A,l}$  est la masse volumique du constituant liquide à la température de préparation du mélange;

$\rho_{A,g}$  est la masse volumique du constituant en phase gazeuse, exprimée dans les mêmes unités et à la même température que  $\rho_{A,l}$ .

La substitution de l'Équation (2) dans l'Équation (1) donne alors la valeur de  $\varphi_A$  en termes de paramètres répertoriés ci-dessus.

## 4 Application à la préparation des mélanges de gaz

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

### 4.1 Description du mode opératoire expérimental

ISO 6145-4:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01ced869-3747-446b-969a-8092cf67c4c9/iso-6145-4-2004>

#### 4.1.1 Appareillage

Des schémas illustrant des exemples d'appareillage pour la préparation de mélanges à base de deux constituants sont présentés dans l'Annexe B. Les Figures B.1 et B.2 présentent respectivement l'appareillage permettant de remplir une seringue avec un constituant étalon gazeux et le système de mélange pour préparer le mélange de gaz pour étalonnage.

#### 4.1.2 Sélection et étalonnage d'une seringue destinée au constituant étalon

Le débit du constituant étalon est déterminé à la fois par la section transversale du corps de la seringue et par la vitesse linéaire du piston. Parfois, pour préparer un mélange de fraction volumique donnée de constituant étalon, il peut être préférable d'utiliser une seringue de section transversale plus importante (capacité plus grande) pour une vitesse de piston moins élevée. Dans d'autres cas, il peut être plus avantageux de combiner une section transversale plus petite à une vitesse de piston plus élevée (voir l'Annexe C pour des conseils pratiques).

Combiner de manière pertinente la vitesse linéaire du mécanisme de commande de la seringue et une seringue de mesurage de volume adapté en fonction de la fraction volumique, ainsi que de l'incertitude de cette fraction volumique, du gaz pour étalonnage à préparer.

Afin de valider l'uniformité du corps de la seringue, et étant donné qu'il s'agit d'une méthode dynamique, déterminer le volume de gaz ou de liquide passant par la seringue au niveau de plusieurs marques de graduation, et à la température de préparation du mélange de gaz. Par conséquent, lorsque la seringue a été chauffée, par contact avec les mains par exemple, il est nécessaire de lui laisser le temps de revenir à température ambiante avant de procéder à des mesurages. Cet étalonnage volumique doit dériver de mesurages traçables de la masse d'un liquide approprié de masse volumique connue dans la seringue. Étant donné que l'étalonnage doit être réalisé en plusieurs points, c'est-à-dire avec la seringue partiellement remplie,



des précautions doivent être prises pour s'assurer que le ménisque du liquide est horizontal lorsque sa position est observée.

Un exemple de la méthodologie est présenté dans l'Annexe C.

#### 4.1.3 Étalonnage du guide-seringue

Étalonner le guide-seringue à la température de préparation du mélange de gaz et avec un appareillage de référence qui peut faire l'objet d'un suivi en fonction d'étalons internationaux de longueur et de temps. Une méthode recommandée pour l'étalonnage par rapport à un micromètre et un chronomètre numériques est également présentée dans l'Annexe C.

#### 4.1.4 Préparation du mélange de gaz pour étalonnage

Si le constituant étalon est en phase gazeuse, un appareillage analogue à celui de l'exemple illustré à la Figure B.1 et permettant de remplir, de faire le vide et de purger le réservoir ainsi que de remplir la seringue doit être utilisé. Le mode opératoire est alors le suivant.

- a) Fermer la vanne d'arrêt de la bouteille contenant le constituant étalon.
- b) Faire le vide dans l'ensemble de l'appareillage tant que la pression n'a pas atteint une valeur suffisamment basse, de sorte que le gaz résiduel présent dans le réservoir ne représente plus une part significative de la fraction volumique et n'ait aucun impact sur la stabilité du mélange final de gaz pour étalonnage.

Une pression résiduelle d'environ 100 Pa ( $1 \times 10^{-3}$  bar) semble être adaptée. Toutefois, dans la pratique, le vide nécessaire dépend de la nature et de la composition du mélange de gaz final. Par conséquent, il convient de tenir compte de la pression partielle du gaz résiduel lors de l'évaluation de l'incertitude de la fraction volumique du mélange de gaz pour étalonnage.

- c) Fermer la vanne d'arrêt entre la pompe à vide et le réservoir, puis remplir le réservoir avec le constituant étalon, à une pression d'environ 110 kPa (1,1 bar). Faire de nouveau le vide, puis remplir le réservoir de la même manière. Lors du remplissage final, ajuster la pression du constituant étalon dans le réservoir de sorte que la surpression soit suffisante pour remplir la seringue.

Prendre les dispositions appropriées pour aspirer en toute sécurité les composants gazeux dangereux de la zone de travail.

- d) Avec le piston poussé à fond, insérer l'aiguille de la seringue de mesure vide à travers le septum (voir Figure B.1) dans le réservoir. Tirer et pousser le piston plusieurs fois pour vérifier que la seringue est parfaitement nettoyée avec le constituant étalon, sans pollution significative.
- e) Remplir la seringue en tirant complètement sur le piston, puis retirer la seringue du septum du réservoir. L'aiguille étant fixée sur la seringue, placer le piston au niveau de la première marque de graduation, puis connecter la seringue au système de mélange (Figure B.2).

NOTE Un moyen pratique de connecter la seringue consiste de nouveau à utiliser un septum.

Dans certains cas, il peut être pratique d'introduire le constituant étalon dans la seringue en phase liquide, puis de le laisser s'évaporer après sa sortie de l'aiguille. Le mode opératoire de remplissage est alors simple, mais des précautions sont toujours nécessaires pour s'assurer que la seringue contenant le liquide n'est pas polluée par de l'air ou d'autres polluants.

- f) Transférer le gaz de complément à l'aide d'un régulateur de pression et d'une vanne d'arrêt vers une unité de conditionnement, qui peut être composée d'un épurateur et/ou d'un humidificateur et/ou d'un échangeur de chaleur plongé dans un bain thermostaté, le cas échéant (il est possible qu'aucun de ces composants ne soit requis).
- g) Transférer le flux de gaz conditionné par un débitmètre étalonné dans une chambre de mélange de gaz, qui peut être de n'importe quelle configuration adaptée, et à l'entrée de laquelle le gaz rencontre le constituant étalon. Injecter le constituant étalon au moyen de la seringue, remplie comme indiqué en e), et équipée d'un piston mécanique à moteur de vitesse variable, à vitesse constante préalablement déterminée.

## 4.2 Domaine de validité

La méthode s'applique à la préparation de mélanges de gaz non réactifs, c'est-à-dire ceux qui ne réagissent avec aucun des matériaux de construction du circuit de gaz de complément ou avec ceux des constituants étalons injectés.

Un soin particulier doit être appliqué lorsque cette méthode est utilisée comme moyen de préparation des mélanges de gaz renfermant des constituants susceptibles de former des mélanges explosifs avec l'air. Des mesures doivent être prises pour s'assurer que le fonctionnement de l'appareil est sans danger, en ajoutant aux éléments mentionnés en 4.1 et répertoriés à la Figure B.2, des dispositifs anti-retour de flamme montés en ligne, par exemple.

Comme c'est le cas pour les autres méthodes dynamiques de mélange présentées dans l'ISO 6145, l'efficacité du système de mélange à fournir un mélange de gaz homogène doit être vérifiée; se fier seulement au rapport des débits comme critère de base pour l'expression de la composition des gaz n'est pas satisfaisant, sauf si la méthode a été validée pour le mélange de gaz exigé.

## 4.3 Conditions de fonctionnement

Les conditions générales communes à toutes les techniques dynamiques de préparation doivent être observées. Être particulièrement vigilant quant aux matériaux utilisés dans la fabrication du circuit de gaz. Utiliser uniquement des matériaux de faible porosité et non adsorbants. La tuyauterie doit être propre et tous les raccords bien fixés.

Toutes les méthodes de régulation du débit peuvent être utilisées pour le gaz de complément, à condition que la gamme soit appropriée et que les matériaux de construction soient compatibles avec le mélange à préparer. Dans tous les cas, le gaz de complément doit être exempt de toute particule. Cela est particulièrement important si le débit est mesuré au moyen d'un débitmètre à flotteur, auquel cas il n'existe aucune restriction entre le flotteur et l'intérieur de la paroi du tube.

ISO 6145-4:2004

La longueur et la section transversale du capillaire ou de l'aiguille de la seringue par lequel passe le constituant étalon doivent être telles qu'aucune contre-pression mesurable ne soit observée à l'intérieur de la seringue, à la vitesse d'écoulement la plus rapide pour laquelle elle doit être utilisée. Cette exigence en matière de dimensions s'applique également aux autres parties des circuits, afin d'éviter tout gradient de pression.

Toutes les parties de l'appareillage doivent être maintenues à une température uniforme.

Des conseils pratiques pour l'application de la méthode sont présentés dans l'Annexe C.

## 5 Expression des résultats

### 5.1 Fraction volumique

La fraction volumique du constituant étalon A dans le gaz de complément B est donnée par l'Équation (1), ou par les Équations (1) et (2) si le constituant étalon est à l'état liquide.

La fraction volumique est déterminée en se référant aux méthodes d'étalonnage décrites dans l'ISO 6145-1. Une attention toute particulière doit être portée à l'incertitude associée à la méthode choisie.

### 5.2 Sources d'incertitude

Les principales sources d'incertitudes concernent le débit du gaz de complément, la détermination du volume de la seringue et la vitesse de déplacement du piston dans la seringue. Les précautions présentées en 4.3 doivent être observées. Des erreurs sont introduites en cas de contre-pression dans une partie du circuit de gaz ou si les flux de gaz ne sont pas maintenus à température ambiante. En particulier, lors du remplissage, il est possible que la température de la seringue ait été différente de celle du reste de l'appareillage. Selon toute probabilité, elle aura été réchauffée au contact des mains. Pour respecter les précautions données en 4.1.2, il

est nécessaire de s'assurer que la température de la seringue est équivalente à celle du reste de l'appareillage avant de préparer le mélange de gaz.

Si la seringue est actionnée par un moteur pas à pas à fréquence variable, le débit de gaz peut être pulsé plutôt que régulier et uniforme. L'attention est attirée sur ce fait étant donné qu'une mesure d'avertissement et des moyens permettant d'éviter ces effets sont donnés dans l'Annexe C.

Une autre source possible d'incertitude est l'inefficacité du mélange du constituant étalon et du gaz de complément. L'efficacité du mélange est contrôlée par vérification de la fraction volumique au moyen de la méthode de comparaison (voir l'ISO 6143). Cela permet également de contrôler l'efficacité de la vaporisation en cas d'injection de liquide. Voir également 5.3.

### 5.3 Incertitude de la fraction volumique

L'incertitude de la fraction volumique du constituant étalon dans le mélange d'étalonnage, à température et pression constantes, est estimée à partir des incertitudes distinctes des débits du constituant étalon et du gaz de complément. Il est nécessaire de tenir compte des sources d'incertitude données en 5.2 par rapport aux débits individuels.

La fraction volumique du constituant A est donnée par l'Équation (1).

L'incertitude relative élargie dans  $\varphi_A$  est alors donnée par l'Équation (3):

$$\frac{U(\varphi_A)}{\varphi_A} = \left[ \frac{2q_B}{q_A + q_B} \right] \left\{ \left[ \frac{u(q_A)}{q_A} \right]^2 + \left[ \frac{u(q_B)}{q_B} \right]^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

NOTE La dérivation de la présente formule est présentée dans l'Annexe C de l'ISO 6145-7:2001<sup>[2]</sup>.

La racine carrée de la somme quadratique moyenne des contributions de chaque incertitude-type est multipliée par le facteur d'élargissement  $k = 2$  pour donner une incertitude relative élargie reposant sur un niveau de confiance d'environ 95 %.

L'incertitude-type  $u(q_B)$  du débit de gaz de complément doit être obtenue en référence à l'ISO 6145-1 pour la méthode choisie d'étalonnage du débit.

Cette estimation de l'incertitude relative de la composition repose entièrement sur les incertitudes des mesurages des débits. L'autre facteur à prendre en compte est l'efficacité de l'opération de mélange. Pour vérifier l'efficacité d'un système de mélange à fournir un mélange de gaz pour étalonnage homogène, les mélanges doivent être préparés selon la méthode décrite et les compositions doivent être vérifiées par la méthode par comparaison donnée dans l'ISO 6143. Ce mode opératoire permet également d'identifier les biais provenant d'autres sources et d'établir la traçabilité par rapport aux mélanges étalons de référence.