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

Partie 8:
Méthode par diffusion

iTeh STANDARD PREVIEW

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

Part 8: Diffusion method

ISO 6145-8:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005>



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 6145-8:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2005

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
Web www.iso.org

Version française parue en 2008

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et matériaux	2
5 Appareillage	3
5.1 Appareillage par diffusion	3
5.2 Cellules de diffusion	4
6 Mode opératoire	4
6.1 Vérifications préliminaires et conditions de fonctionnement	4
6.2 Détermination de la perte de masse	5
7 Expression des résultats	6
7.1 Calcul	6
7.2 Sources d'incertitude	7
Annexe A (informative) Exemple pratique d'un calibreur de cellule de diffusion configuré pour évaluer la vitesse de réponse d'un hygromètre	11
Annexe B (informative) Exemple de performance des cellules de diffusion pour le toluène et le trichlorométhane	14
Annexe C (informative) Exemple de calculs d'incertitude pour un système de pesage périodique	16
Bibliographie	20

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 6145-8 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

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*

Introduction

La présente partie de l'ISO 6145 fait partie d'une série de Normes internationales présentant différentes méthodes volumétriques dynamiques utilisées pour préparer des mélanges de gaz pour étalonnage. Dans la partie inférieure de la gamme des fractions molaires considérée, il est difficile de préparer et de conserver des mélanges de gaz — de certains composants organiques ou réactifs, par exemple — dans les bouteilles. Cette méthode dynamique présente l'avantage de fournir un composant pour étalonnage de manière pratiquement illimitée, pour lequel il est possible de limiter, voire d'éliminer, les effets de l'adsorption.

Si le gaz de complément est mesuré sous forme de débit massique de gaz, la préparation des mélanges de gaz pour étalonnage par diffusion est une méthode gravimétrique-dynamique qui donne les teneurs en fractions molaires. Les principes de mesurage du débit de gaz de complément sont donnés dans l'ISO 6145-1.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6145-8:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6145-8:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4ea47914-b768-453f-b009-02881985ec41/iso-6145-8-2005>

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

Partie 8: Méthode par diffusion

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6145 spécifie une méthode dynamique par diffusion pour la préparation de mélanges de gaz pour étalonnage, dont la teneur en fractions molaires est comprise entre 10^{-9} et 10^{-3} . En appliquant cette méthode, il est possible d'obtenir une incertitude relative élargie du mesurage, U , obtenue par multiplication de l'incertitude-type relative composée par un facteur d'élargissement $k = 2$, de $\pm 2\%$ au maximum.

En maintenant la distance entre la source de diffusion et le lieu d'utilisation aussi courte que possible, la méthode peut être appliquée pour générer des gaz pour étalonnage à faible concentration de composants organiques liquides à température ambiante, les points d'ébullition étant compris entre 40 °C et 160 °C environ.

La présente partie de l'ISO 6145 ne s'applique pas uniquement à la génération des mélanges de gaz pour étalonnage d'un large éventail d'hydrocarbures aux niveaux de concentration de l'air ambiant et d'intérieur, mais également à la génération de mélanges de gaz de faible concentration en eau.

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 6145-7, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 7: Régulateurs thermiques de débit-masse*

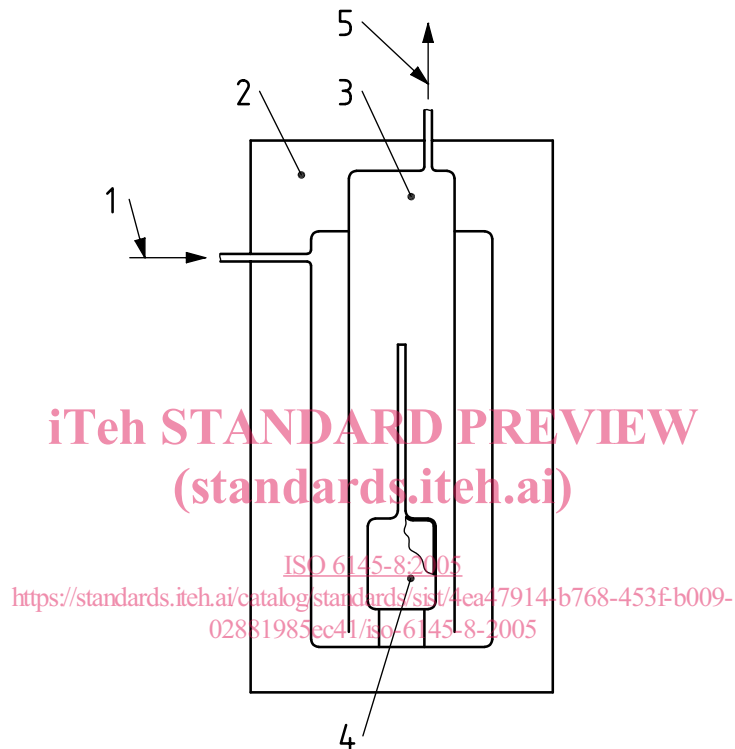
3 Principe

Le composant pour étalonnage diffuse à travers un tube de diffusion aux dimensions adaptées (longueur, diamètre) dans un flux de gaz de complément, c'est-à-dire le gaz de complément du mélange préparé. Le composant pour étalonnage liquide, de pureté élevée connue, se trouve dans un réservoir faisant office de source de vapeur de ce composant. Le réservoir est doté d'un tube de diffusion vertical. Cet assemblage (cellule de diffusion) est placé dans une enceinte à température contrôlée purgée à débit connu et constant par un gaz de complément de haute pureté (voir Figure 1). La composition du mélange est déterminée à partir du débit massique de diffusion du composant pour étalonnage et du débit de gaz de complément.

En principe, le débit massique de diffusion du composant pour étalonnage dépend:

- de son coefficient de diffusion dans le gaz de complément;
- de sa pression de vapeur à la température de l'enceinte;
- des dimensions du tube de diffusion.

Il est possible de déterminer précisément le débit massique par pesage continu, après montage du tube dans une microbalance à suspension ou par pesage périodique. La méthode de détermination a un impact sur l'incertitude du débit massique (momentané) du composant pour étalonnage (voir 7.2).



Légende

- 1 entrée du gaz de complément
- 2 enceinte
- 3 tube de diffusion
- 4 réservoir du liquide
- 5 sortie du gaz d'étalonnage

Figure 1 — Schéma d'un appareillage par diffusion

4 Réactifs et matériaux

4.1 Substances liquides à utiliser comme composant pour étalonnage, présentant la pureté la plus élevée possible afin d'éviter tous les effets sur le débit massique de diffusion.

Si possible, il convient de connaître la nature et les quantités d'impuretés et de prendre en compte leurs effets.

4.2 Gaz de complément, de pureté connue, établie par des techniques analytiques appropriées telles que spectrométrie infrarouge par transformée de Fourier ou chromatographie en phase gazeuse, par exemple.

La nature du gaz de complément doit être adaptée à la substance à utiliser comme composant pour étalonnage. Par exemple, l'air ne doit pas être utilisé comme gaz de complément pour la préparation par diffusion des mélanges de gaz pour étalonnage de substances oxydables.

5 Appareillage

5.1 Appareillage par diffusion

5.1.1 Matériaux

Les matériaux de l'appareillage par diffusion doivent être choisis de manière à éviter les effets de sorption ou désorption physique ou chimique sur la teneur du composant pour étalonnage. Plus la teneur est réduite, plus les effets du phénomène de sorption/désorption sont importants.

Il convient que les réservoirs et les tubes de diffusion, ainsi que les enceintes thermostatées et l'appareillage de mélange, soient fabriqués de préférence en verre borosilicaté. Choisir des tubes flexibles inertes du point de vue chimique pour l'alimentation en gaz de complément et le transport du mélange de gaz pour étalonnage. Accorder une attention particulière à tous les joints, ceux-ci pouvant être des sources possibles de fuite.

5.1.2 Configuration du débit de gaz de complément

Avant que le gaz de complément n'atteigne la cellule de diffusion, il est essentiel de contrôler sa température par rapport à celle de l'enceinte de la cellule de diffusion. Pour obtenir l'incertitude établie dans l'Article 1, il convient de contrôler la température de l'enceinte à $\pm 0,15$ K près.

Il convient que le débit minimal du gaz de complément soit suffisant pour éliminer la vapeur du composant sans saturation. Il convient que le débit maximal admis soit suffisamment faible pour éviter le transport convectif de la vapeur du composant pour étalonnage à l'intérieur du tube de diffusion. Le débit maximal dépend de la géométrie de l'appareil par diffusion. Il est recommandé de maintenir au-dessous de 100 le nombre de Reynolds du débit de gaz de complément dans la cellule de diffusion. À 25 °C, il convient de respecter approximativement la condition suivante:

$$v \cdot d < 1,6 \times 10^{-3}$$

où

v est la vitesse linéaire moyenne du gaz de complément, en mètres par seconde;

d est le diamètre, en mètres, du tuyau par lequel le gaz de complément s'écoule.

5.1.3 Choix de la température

Le choix de la température dépend des caractéristiques de la cellule de diffusion et du débit massique de diffusion requis. Pour contrôler la température, établir l'équilibre thermique dans la cellule de diffusion à une valeur proche ou supérieure à la température ambiante, de manière à éviter les effets des conditions ambiantes sur le contrôle de température. L'utilisation d'une température sensiblement supérieure à la température ambiante présente deux avantages:

- il est beaucoup plus facile de contrôler précisément la température dans les conditions proches de la température ambiante;
- la température du gaz de complément peut être plus facilement contrôlée.

5.2 Cellules de diffusion

Les cellules de diffusion sont composées d'un réservoir en verre borosilicaté capable de recevoir une quantité suffisamment importante de composant pour étalonnage liquide, équipées d'un tube de diffusion. Plusieurs exemples de conception sont donnés dans la Référence [1].

En principe, l'Équation (1) peut être appliquée pour prévoir les débits volumiques de diffusion^[1] et, inversement, pour calculer les dimensions et les températures approximatives des tubes de diffusion et des enceintes nécessaires à la génération d'un débit massique donné du composant pour étalonnage.

$$q_V(A) = \frac{A}{L} D \cdot \ln\left(\frac{p}{p - p_v}\right) \quad (1)$$

où

$q_V(A)$ est le débit volumique du composant A, en mètres cubes par seconde;

A est la section du tube de diffusion, en mètres carrés;

L est la longueur du tube de diffusion, en mètres;

D est le coefficient de diffusion, en mètres carrés par seconde;

p est la pression dans la cellule de diffusion, en pascals ou kilopascals;

p_v est la pression partielle du composant pour étalonnage, en pascals ou kilopascals.

Si aucune donnée n'existe pour le coefficient de diffusion, les méthodes de calcul sont données dans la documentation. La méthode de Fuller, Schettler et Giddings^[2] donne les meilleurs résultats, mais des erreurs pouvant représenter jusqu'à 25 % peuvent aisément se produire. Les données d'accroissements en volume atomique et structural applicables au composant pour étalonnage, aux gaz de complément et aux vapeurs sont données dans la Référence [4].

Pour obtenir les meilleures performances, il convient que la dimension des tubes de diffusion reste dans les plages suivantes:

- $L > 0,03$ m;
- quotient de L sur le diamètre du tube de diffusion > 3 ;
- diamètre: de 0,001 m à 0,02 m.

NOTE Des unités fonctionnant selon le principe de diffusion sont disponibles dans le commerce et offrent des mélanges de gaz pour étalonnage contenant des vapeurs hautement absorbantes. Un exemple de ce type d'unité permettant de préparer des étalons de référence de vapeur d'eau en fractions volumiques de 10^{-9} et les détails de ses performances sont donnés dans l'Annexe A.

6 Mode opératoire

6.1 Vérifications préliminaires et conditions de fonctionnement

Avant d'assembler ou de remplir une cellule de diffusion, la pureté de la substance à utiliser comme composant pour étalonnage est à évaluer par une technique analytique appropriée (spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier ou chromatographie en phase gazeuse, par exemple), de manière à quantifier les éventuels polluants principaux.

Vérifier régulièrement le débit massique de diffusion à température et débit de gaz de complément connus et fixes pour connaître la stabilité du composant pour étalonnage dans le réservoir. Si le débit massique de diffusion dérive de plus de 1 % par mois, cela peut révéler la présence d'impuretés. Dans ce cas, il convient de remplacer le contenu de la cellule de diffusion.

Lorsque la cellule de diffusion est placée pour la première fois dans son enceinte, laisser le système s'équilibrer avant de procéder au premier pesage, de manière à assurer la constance du débit massique de diffusion. Une période de 24 h est en général suffisante.

Pour modifier le contenu du mélange de gaz pour étalonnage, ajuster le débit de gaz de complément. Par ailleurs, le mélange de gaz pour étalonnage peut être dilué davantage, et son contenu ajusté, par application d'un flux secondaire de gaz de dilution. Il n'est pas recommandé de modifier la température de l'enceinte de la cellule de diffusion pour ajuster la teneur du mélange de gaz pour étalonnage.

Lors de la période d'utilisation, maintenir la cellule de diffusion à température constante afin d'éviter tout retard en raison du délai nécessaire à la restauration de l'équilibre.

6.2 Détermination de la perte de masse

6.2.1 Manipulation de la cellule de diffusion

S'assurer que tous les pesages sont effectués avec une extrême propreté et éviter tout contact direct des mains avec la cellule de diffusion. Utiliser des gants et des pinces propres. Le cas échéant, selon le type utilisé, fermer la cellule de diffusion avant le pesage.

6.2.2 Mode de pesage périodique

Il convient de contrôler la température et l'humidité relative de la salle de pesage et de les maintenir constantes lors des lectures successives. La cellule est régulièrement retirée de l'enceinte, pesée, puis immédiatement replacée. Dans un intervalle de temps donné, la cellule de diffusion diminue en masse. Le mesurage de cette modification de masse s'accompagne d'une incertitude de mesure. Ainsi, l'intervalle de temps choisi au cours duquel ont lieu les différents pesages dépend de l'incertitude requise. Choisir l'intervalle de temps tel que l'incertitude liée au pesage représente une petite fraction (< 1 %, par exemple) de la perte de masse de la cellule de diffusion au cours de cet intervalle. Déterminer le coefficient de diffusion en calculant la différence de masse entre les pesages périodiques et l'intervalle de temps qui les sépare.

Compte tenu de la dépendance du débit massique de la diffusion à la pression ambiante, la pression normalisée (en général 101,325 kPa) peut être corrigée de la façon qui suit

$$\bar{q}_m(A) = \frac{\Delta m}{\Delta t} \frac{\bar{p}}{p_0} \quad (2)$$

où

$\bar{q}_m(A)$ est le débit massique moyen du composant A de la cellule de diffusion sur la période Δt , en grammes par minute;

Δm est la différence de masse, en grammes, entre les pesages consécutifs;

Δt est l'intervalle de temps, en minutes, entre les pesages consécutifs;

\bar{p} est la pression atmosphérique moyenne, en kilopascals, sur l'intervalle entre les pesages;

p_0 est la pression normalisée de correction (en général 101,325 kPa).