
**Analyse des gaz — Aspects généraux
sur la qualité et traçabilité des
mélanges de gaz pour étalonnage**

*Gas analysis — General quality aspects and metrological traceability
of calibration gas mixtures*

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 14167:2018](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/9b3c20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/9b3c20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 14167:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b3c20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b3c20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles	2
5 Préparation des mélanges de gaz	3
5.1 Méthodes statiques et dynamiques.....	3
5.2 Pureté des gaz parents.....	4
5.3 Utilisation de mélanges de gaz comme gaz parents.....	4
5.4 Méthodes gravimétriques.....	4
5.5 Méthodes volumétriques.....	6
5.6 Méthodes hybrides.....	7
6 Composition des mélanges de gaz pour étalonnage par comparaison	8
6.1 Généralités.....	8
6.2 Étalonnage multipoint.....	8
6.3 Méthodes d'étalonnage simples.....	8
7 Vérification de la composition des mélanges de gaz	9
7.1 Objectifs.....	9
7.2 Essais statistiques pour la cohérence et l'incertitude due à la vérification.....	10
7.3 Maintien des étalons.....	11
7.4 Évaluation de la stabilité des mélanges de gaz.....	11
7.5 Pertes initiales, réactions chimiques et autres effets.....	12
8 Traçabilité métrologique et assurance qualité	12
8.1 Méthodes de préparation.....	12
8.2 Méthodes de comparaison.....	13
8.3 Conversion des données de composition.....	14
8.4 Transfert de traçabilité métrologique.....	14
8.5 Assurance et contrôle de la qualité.....	16
9 Évaluation de l'incertitude de mesure	16
9.1 Généralités.....	16
9.2 Sources d'incertitude.....	17
9.3 Certificats dans le cadre de l'ISO/IEC 17025 et l'ISO 17034.....	18
Annexe A (informative) Hiérarchie	19
Bibliographie	21

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 158, *Analyse des gaz*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

La présente première édition de l'ISO 14167 annule et remplace l'ISO/TS 14167:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- amélioration de la description de certains aspects de l'assurance qualité;
- description de la relation entre les normes de l'ISO/TC 158;
- élaboration de la traçabilité métrologique et de la hiérarchie métrologique des mélanges de gaz pour étalonnage.

Analyse des gaz — Aspects généraux sur la qualité et traçabilité des mélanges de gaz pour étalonnage

1 Domaine d'application

Le présent document donne des exigences et des lignes directrices sur l'assurance qualité nécessaire exigée pour produire des mélanges de gaz pour étalonnage manifestement stables et comparables. Il indique que cela est possible en démontrant que la composition du mélange de gaz pour étalonnage est métrologiquement traçable au SI.

Le présent document indique que les mélanges de gaz pour étalonnage peuvent être préparés conformément aux méthodes dont les mesurages sont complètement décrits en unités SI. Il décrit les modes opératoires pour vérifier que la composition de tels mélanges de gaz est correcte dans le respect de l'incertitude de mesure déclarée. Des recommandations sont données sur la manière de mener une évaluation de l'incertitude dans ces modes opératoires.

Le présent document indique également comment un mélange de gaz pour étalonnage de composition inconnue peut être étalonné par référence à des mélanges de gaz étalons traçables.

Le présent document couvre les points communs et les différences des programmes de management de la qualité utilisés par les producteurs de mélanges de gaz pour étalonnage, et plus particulièrement ceux décrits dans l'ISO/IEC 17025 et l'ISO 17034. Ces systèmes mènent à des mélanges de gaz possédant des caractéristiques différentes, et le présent document explique ces différences et leurs implications.

Les mélanges de gaz pour étalonnage, tels que préparés et certifiés en composition conformément au présent document, sont utilisés pour l'étalonnage d'instruments, l'évaluation de la performance de méthodes, les modes opératoires de mesurage et l'appareillage de mesure.

2 Références normatives

ISO 14167:2018

<https://standards.iso.org/iso/9b3e20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018>

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

Guide ISO 30, *Matériaux de référence — Termes et définitions choisis*

Guide ISO/IEC 98-3, *Incertitude de mesure — Partie 3: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM:1995)*

Guide ISO/IEC 98-3/Suppl 1, *Supplément 1 du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure — Propagation de distributions par la méthode de Monte Carlo*

Guide ISO/IEC 98-3/Suppl 2, *Supplément 2 du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure — Extension à un nombre quelconque de grandeurs de sortie*

Guide ISO/IEC 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

ISO 6142 (toutes les parties), *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage*

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

ISO 6144, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode volumétrique statique*

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*

ISO 6145-2, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 2: Pompes à piston*

ISO 6145-4, *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*

ISO 6145-5, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 5: Dispositifs d'étalonnage par capillaires*

ISO 6145-6, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 6: Orifices de débit critiques*

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 massique*

ISO 6145-8, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 8: Méthode par diffusion*

ISO 6145-9, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 9: Méthode par saturation*

ISO 6145-10, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 10: Méthode par perméation*

ISO 6145-11, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide de méthodes volumétriques dynamiques — Partie 11: Génération électrochimique*

ISO 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

ISO 12963, *Analyse des gaz — Méthodes de comparaison pour la détermination de la composition des mélanges de gaz basées sur un ou deux points d'étalonnage*

ISO 14912, *Analyse des gaz — Conversion des données de composition de mélanges gazeux*

ISO 16664, *Analyse des gaz — Mise en œuvre des gaz et des mélanges de gaz pour étalonnage — Lignes directrices*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 7504, l'ISO Guide 30 et l'ISO/IEC Guide 99 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 Symboles

- i, k* indices pour les composants dans un gaz ou un mélange de gaz
- j* indice pour un gaz parent
- M* masse molaire

m	masse
q_m	débit massique
n	quantité de matière
q_n	débit de quantité de matière
p	pression
q	nombre de composants dans le mélange de gaz
R	constante des gaz parfaits
r	nombre de gaz parents
T	température
V	volume
q_V	débit volumique
v	fraction massique d'un composant dans un gaz parent
w	fraction massique d'un composant dans un mélange de gaz
x	fraction de quantité de matière d'un composant dans un gaz parent
y	fraction de quantité de matière d'un composant dans un mélange de gaz
Z	facteur de compressibilité
φ	fraction volumique d'un composant dans un gaz parent
ϕ	fraction volumique d'un composant dans un mélange de gaz

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/9b3e20bc-44b9-4c6a-8fb9-11eb84795e86/iso-14167-2018>

5 Préparation des mélanges de gaz

5.1 Méthodes statiques et dynamiques

Les mélanges de gaz peuvent être préparés par des méthodes statiques ou dynamiques. Les méthodes statiques mélangent des portions de gaz, les méthodes dynamiques mélangent des débits de gaz. Ces portions sont couramment quantifiées sous forme de masses (méthodes gravimétriques) ou de volumes (méthodes volumétriques).

Les méthodes statiques entraînent la préparation d'un mélange de gaz d'étalonnage dans une bouteille, et sont généralement utilisées pour les composants qui sont stables en bouteille. Les méthodes statiques peuvent être gravimétriques [couvertes dans l'ISO 6142 (toutes les parties)] ou volumétriques (couvertes dans l'ISO 6144). Ces méthodes sont utilisées pour produire des mélanges de gaz pour étalonnage comprimés en bouteille. Les mélanges de gaz à haute pression sont généralement préparés gravimétriquement. La méthode volumétrique de l'ISO 6144 est couramment utilisée conjointement à un récipient (chambre de mélange des gaz) et exploitée aux basses pressions, mais tout de même bien supérieures à la pression ambiante. La pression de remplissage est déterminée par la demande du client et limitée par les propriétés physiques du mélange de gaz, et plus particulièrement par son comportement à la condensation. La préparation gravimétrique statique des mélanges de gaz pour étalonnage doit être effectuée conformément à l'ISO 6142 (toutes les parties). Pour la préparation volumétrique statique des mélanges de gaz pour étalonnage, l'ISO 6144 doit être utilisée.

Les méthodes dynamiques sont décrites par la série ISO 6145. Ces méthodes s'appuient sur le principe dictant que le mélangeage de gaz à débits constants permet d'obtenir un mélange de gaz de composition

définie. La ou les parties appropriées de l'ISO 6145 doivent être utilisées pour la préparation dynamique des mélanges de gaz pour étalonnage.

Les deux types de méthodes ont leurs avantages et leurs inconvénients. La méthode de préparation la plus appropriée est déterminée en fonction des composants et de la composition du mélange de gaz souhaité, et des circonstances pratiques d'utilisation, entre autres facteurs.

Certains producteurs utilisent une méthode manométrique pour préparer un mélange de gaz pour étalonnage de composition spécifiée. De tels mélanges de gaz peuvent être caractérisés pour devenir des mélanges de gaz pour étalonnage en utilisant une méthode de comparaison telle que décrite à l'[Article 6](#).

5.2 Pureté des gaz parents

La composition des gaz parents joue un rôle dans la préparation du mélange de gaz. Il n'est pas toujours nécessaire d'effectuer une analyse rigoureuse de la pureté, cependant il n'est pas toujours acceptable de calculer la composition des mélanges de gaz pour étalonnage en ignorant les effets des impuretés. Dans l'ISO 19229, des critères sont donnés pour définir dans quelle mesure il est nécessaire d'effectuer une analyse de pureté. Ils doivent être respectés dans la préparation des mélanges de gaz aussi bien statique que dynamique. Les données de pureté résultantes peuvent être exprimées de différentes manières, parmi lesquelles les fractions molaires et volumiques sont les plus couramment utilisées. Les méthodes gravimétriques dynamiques nécessitent souvent l'utilisation de données de pureté exprimées en fractions massiques. Selon le besoin, les données de pureté doivent être converties à l'aide de la méthode de conversion appropriée telle que décrite dans l'ISO 14912.

5.3 Utilisation de mélanges de gaz comme gaz parents

La plupart des normes rédigées pour la préparation des mélanges de gaz, telles que l'ISO 6142 (toutes les parties), l'ISO 6144 et la série ISO 6145, décrivent des méthodes pour travailler avec des gaz purs. Ces méthodes sont, cependant, également appliquées pour la préparation de mélanges de gaz pour étalonnage à l'aide d'autres mélanges de gaz comme gaz parents. Bien que cette utilisation ne soit pas toujours formellement couverte par le domaine d'application d'une norme rédigée applicable, elle est de pratique courante dans tout le secteur de l'analyse des gaz. La raison de cette utilisation est l'existence de limites pratiques en matière de facteurs de dilution, qui peuvent être atteintes avec la précision souhaitée pour les différentes méthodes.

Les mélanges multicomposants complexes de gaz pour étalonnage, tels que les mélanges de gaz naturel synthétique et les mélanges de gaz pour les mesures à l'émission, sont pratiquement toujours préparés en appliquant un processus de préparation à plusieurs étapes. Les expressions utilisées pour calculer la composition, comme résumé dans les paragraphes 5.4 et 5.5, sont également valides pour les mélanges de gaz pour étalonnage préparés à partir d'une combinaison de gaz purs et de mélanges de gaz.

5.4 Méthodes gravimétriques

Dans la préparation gravimétrique d'un mélange de gaz, les masses des gaz (ou liquides) parents transférés sont consignées. En cas d'utilisation de matériaux purs, la composition peut être directement calculée à partir des masses des gaz parents j , qui sont dans ce cas identiques aux masses des composants i . La fraction massique d'un composant k est calculée par:

$$w_k = \frac{m_k}{\sum_{i=1}^q m_i} \quad (1)$$

Si la composition molaire est souhaitée, la fraction molaire d'un composant k est calculée, en utilisant les masses molaires des composants i , par:

$$y_k = \frac{m_k/M_k}{\sum_{i=1}^q m_i/M_i} \quad (2)$$

Il est important de reconnaître que la quantité de matière d'un composant k est calculée par $n_k = m_k/M_k$.

La [Formule \(1\)](#) et la [Formule \(2\)](#) soulignent toutes deux le caractère primaire des méthodes gravimétriques: la composition peut être calculée à partir des premiers principes, sans nécessiter de se rapporter à des étalons de même type, c'est-à-dire, l'utilisation de mélanges de gaz d'étalonnage ou d'autres étalons caractérisés pour la composition.

En pratique, cependant, les formules sont insuffisantes pour un calcul exact de la composition du mélange de gaz préparé, car les matériaux utilisés pour produire le mélange ne sont pas purs. Pour tenir compte des impuretés, tous les gaz (et liquides) parents doivent eux-mêmes être considérés comme des mélanges. Les méthodes d'analyse de la pureté (voir l'ISO 19229) ainsi que celles de caractérisation de la composition des mélanges de gaz utilisés peuvent impliquer l'utilisation d'étalons du même type, compromettant ainsi le caractère principal de la méthode de préparation. L'appréciation de la composition des gaz (ou liquides) parents mène à des expressions beaucoup plus complexes que les [Formules \(1\)](#) et [\(2\)](#).

La fraction massique d'un composant k est maintenant obtenue en calculant la masse de composant k dans tous les gaz parents et en divisant cette masse par la masse totale du mélange:

$$w_k = \frac{\sum_{j=1}^r m_j v_{k,j}}{\sum_{j=1}^r m_j} \quad (3)$$

où $v_{k,j}$ représente la fraction massique du composant k dans le gaz parent j .

De même, la composition exprimée en fractions de quantité de matière peut être calculée tout en appréciant la composition des gaz parents. L'expression pour la fraction de quantité de matière d'un composant k dans le mélange de gaz est calculée par:

$$y_k = \frac{\sum_{j=1}^r \left(\frac{x_{k,j} m_j}{\sum_{i=1}^q x_{i,j} M_i} \right)}{\sum_{j=1}^r \left(\frac{m_j}{\sum_{i=1}^q x_{i,j} M_i} \right)} \quad (4)$$

Cette expression est bien connue de l'ISO 6142-1. Une variation de cette expression est également donnée dans le présent document. Le numérateur de la [Formule \(4\)](#) est égal à la quantité de matière du composant k , et le dénominateur est égal à la quantité totale de matières du mélange.

Les [Formules \(3\)](#) et [\(4\)](#) sont largement utilisées en métrologie des gaz. Elles s'appliquent non seulement aux mélanges de gaz préparés à partir de gaz purs, mais peuvent également être utilisées pour les mélanges de gaz préparés à partir d'autres mélanges de gaz.

Les méthodes gravimétriques dynamiques doivent être employées en utilisant les mêmes modèles que les méthodes statiques, où les masses sont remplacées par les débits massiques correspondants. La composition molaire d'un mélange de gaz préparé dynamiquement doit être calculée à partir de:

$$y_k = \frac{\sum_{j=1}^r \frac{x_{k,j} (q_m)_j}{\sum_{i=1}^q x_{i,j} M_i}}{\sum_{j=1}^r \frac{(q_m)_j}{\sum_{i=1}^q x_{i,j} M_i}} \quad (5)$$

La [Formule \(5\)](#) ne diffère de la [Formule \(4\)](#) que par le fait qu'elle utilise le débit massique plutôt que les masses pour calculer la composition. Un prérequis à la validité de l'utilisation de la [Formule \(5\)](#) est que les débits massiques soient constants dans une plage étroite, dont la largeur détermine l'incertitude de mesure.

NOTE La [Formule \(3\)](#) peut être révisée de manière similaire pour s'appliquer aux méthodes dynamiques.

5.5 Méthodes volumétriques

Dans la préparation volumétrique d'un mélange de gaz, les volumes des gaz (ou liquides) parents transférés sont consignés. En cas d'utilisation de matériaux purs, la composition peut être directement calculée à partir des volumes des gaz parents j , qui sont dans ce cas identiques aux volumes des composants i . La fraction volumique d'un composant k est calculée par:

$$\phi_k = \frac{V_k}{\sum_{i=1}^q V_i} \quad (6)$$

à condition que la température et la pression de tous les gaz parents soient les mêmes.

Comme pour le cas des méthodes gravimétriques, la quantité de matière peut être calculée à partir des volumes de gaz. La quantité de matière du composant k doit être calculée par:

$$n_k = \frac{p_k V_k}{RT_k} \quad (7)$$

en supposant que le gaz soit un gaz parfait. La fraction molaire du composant k est calculée par:

$$y_k = \frac{n_k}{\sum_{i=1}^q n_i} \quad (8)$$

où la quantité de matière est calculée à l'aide de la [Formule \(7\)](#).

Les [Formules \(6\)](#) et [\(8\)](#) soulignent le caractère primaire des méthodes volumétriques: la composition peut être calculée à partir des premiers principes, sans nécessiter de se rapporter à des étalons de même type, c'est-à-dire, l'utilisation de mélanges de gaz d'étalonnage ou d'autres étalons caractérisés pour la composition.

En pratique, cependant, les [Formules \(6\)](#) et [\(8\)](#) sont insuffisantes pour un calcul exact de la composition du mélange de gaz préparé, car les matériaux utilisés pour produire le mélange ne sont pas purs. Pour tenir compte des impuretés, tous les gaz (et liquides) parents doivent eux-mêmes être considérés comme