

---

---

**Analyse des gaz — Analyse de pureté  
et traitement des données de pureté**

*Gas analysis — Purity analysis and the treatment of purity data*

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

ISO 19229:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019>



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

ISO 19229:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2019

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

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1 Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3 Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4 Symboles</b> .....	<b>1</b>
<b>5 Principes</b> .....	<b>2</b>
5.1 Généralités.....	2
5.2 Évaluation des impuretés critiques et des impuretés significatives.....	2
5.2.1 Impuretés critiques.....	2
5.2.2 Impuretés significatives.....	2
<b>6 Analyse des impuretés</b> .....	<b>4</b>
6.1 Généralités.....	4
6.2 Analyse de pureté avec des résultats traçables.....	4
6.3 Analyse indicative de pureté.....	6
6.4 Aucune analyse de pureté.....	7
6.5 Estimation des fractions molaires des impuretés non mesurées (mais attendues).....	7
<b>7 Utilisation des données de pureté</b> .....	<b>8</b>
7.1 Calcul de la fraction molaire du constituant le plus abondant.....	8
7.2 Calcul de la fraction massique du constituant le plus abondant.....	8
7.3 Calcul de la fraction volumique du constituant le plus abondant.....	8
7.4 Autres formes de données de pureté.....	9
<b>8 Intervalles de recouvrement</b> .....	<b>9</b>
8.1 Généralités.....	9
8.2 Fractions proches de 0 ou de 1.....	10
<b>9 Certificats</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe A (informative) Exemples</b> .....	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>20</b>

## 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](http://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](http://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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html).

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 19229:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- des méthodes d'analyse de pureté traçables ont été élaborées;
- les [Articles 8](#) et [9](#) décrivant respectivement comment calculer les intervalles de recouvrement et élaborer les certificats ont été ajoutés;
- l'[Annexe A](#) présentant des exemples pratiques a été ajoutée.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

L'utilisation des données de pureté dans le calcul de la composition des mélanges de gaz d'étalonnage est un élément essentiel pour établir la traçabilité métrologique de la composition des gaz certifiés. L'analyse de la pureté est généralement complexe, car il convient de détecter différents constituants présents à l'état de trace dans une matrice pour laquelle il existe peu ou pas d'étalons.

Dans de nombreuses situations rencontrées dans la pratique, des données de pureté sont disponibles sous une forme ou une autre. Pour la préparation des mélanges de gaz d'étalonnage, il est important que ces informations soient interprétées de manière cohérente et qu'elles soient prises en compte dans le calcul de la composition du mélange.

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

[ISO 19229:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019>

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

ISO 19229:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019>

# Analyse des gaz — Analyse de pureté et traitement des données de pureté

## 1 Domaine d'application

Le présent document établit les exigences relatives à l'analyse de la pureté des matières premières utilisées pour la préparation des mélanges de gaz d'étalonnage et l'utilisation de ces données de pureté dans le calcul de la composition du mélange ainsi obtenu.

## 2 Références normatives

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

ISO 6141, *Analyse des gaz — Contenu des certificats 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 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire* [ISO 19229:2019](#)

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*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 7504 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

Dans le présent document, les symboles suivants sont utilisés:

- $i$  indice variable des constituants d'un mélange
- $j$  indice du gaz parent
- $k$  indice d'un constituant spécifique dans un mélange
- $L_{ij}$  limite de détection du constituant  $i$  dans le gaz parent  $j$

- $u$  incertitude-type (de la grandeur entre parenthèses)
- $w_{ij}$  fraction massique du constituant  $i$  dans le gaz parent  $j$
- $x_{ij}$  fraction molaire du constituant  $i$  dans le gaz parent  $j$
- $\phi_{ij}$  fraction volumique du constituant  $i$  dans le gaz parent  $j$

## 5 Principes

### 5.1 Généralités

La détermination des impuretés contenues dans chaque produit (gaz ou liquide) utilisé pour la préparation a une incidence sur l'incertitude associée à la teneur du constituant.

Il est nécessaire d'évaluer et de répertorier toutes les impuretés pouvant être présentes dans le produit. L'identification de ces impuretés peut se faire de différentes manières, notamment:

- dans la littérature accessible,
- grâce aux informations fournies avec le produit,
- grâce à l'expérience acquise lors de l'utilisation du même produit ou de produits similaires, et
- grâce à la connaissance du processus utilisé pour fabriquer le mélange gazeux.

Pour décider de l'ampleur de l'analyse de pureté requise, il est nécessaire de déterminer les impuretés potentielles qui sont «critiques» et celles qui sont «significatives» pour la composition finale du mélange.

### 5.2 Évaluation des impuretés critiques et des impuretés significatives

ISO 19229:2019  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019>

#### 5.2.1 Impuretés critiques

Une impureté critique est une impureté qui remplit au moins l'un des critères suivants:

- une impureté dans le gaz parent d'un mélange à deux constituants ou plus, qui est également présente comme constituant minoritaire à faible teneur dans ce même mélange;

EXEMPLE 1 En cas de préparation d'un mélange d'oxygène à faible concentration dans l'azote, l'oxygène peut également être présent sous forme d'impureté dans l'azote parent.

EXEMPLE 2 Pour les mélanges de gaz naturel, l'i-pentane est souvent présent sous forme d'impureté dans le n-pentane et le néo-pentane, tout en étant lui-même un constituant minoritaire du mélange.

- une impureté qui a le potentiel d'influer sur le résultat de la vérification analytique de la composition du mélange;

EXEMPLE 3 La présence d'argon dans l'azote ou l'oxygène influera sur la vérification analytique de la teneur en oxygène si l'on utilise la chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur non sélectif.

- une impureté qui peut être réactive par rapport à un autre constituant du mélange.

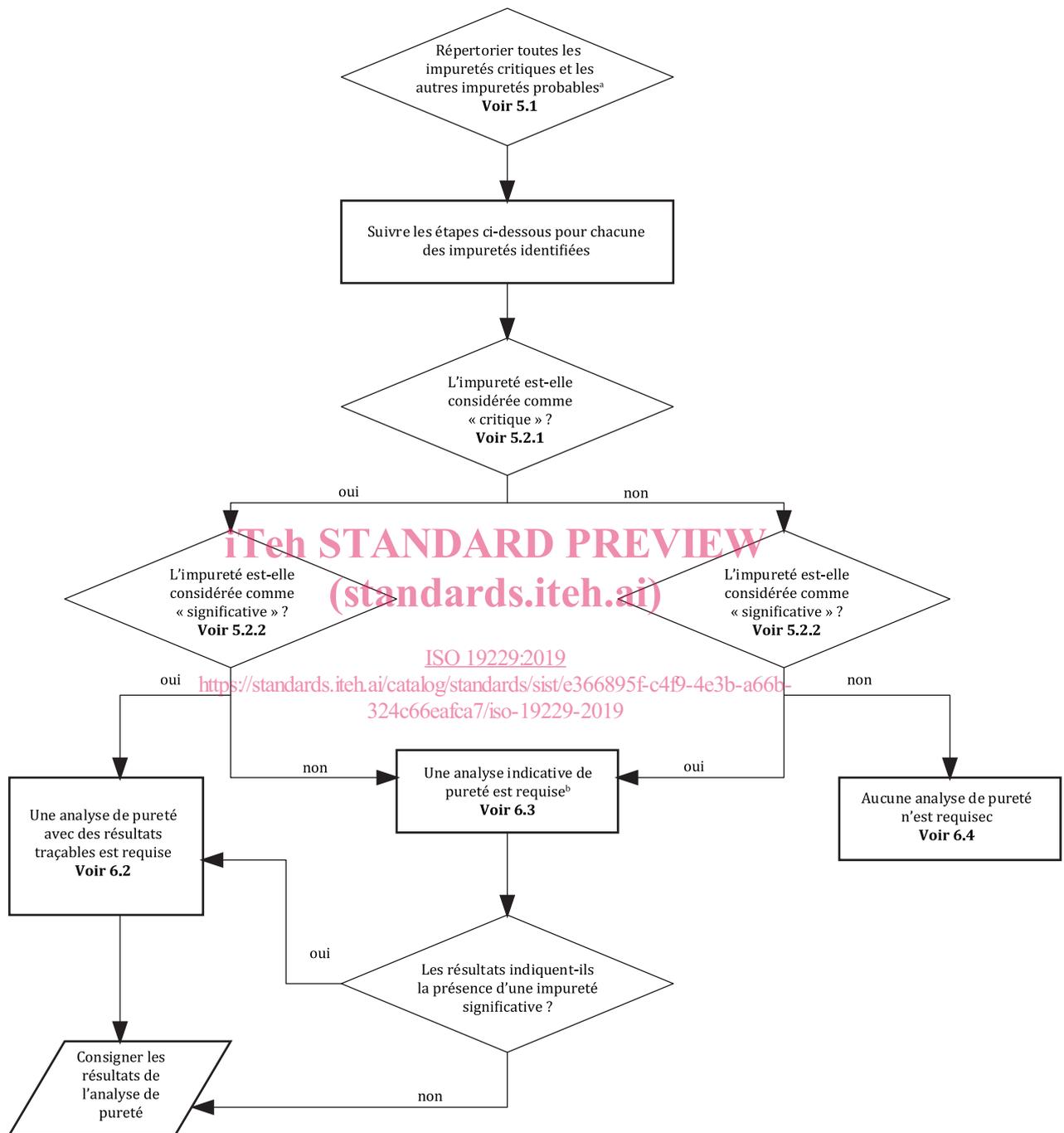
EXEMPLE 4 En cas de préparation d'un mélange de monoxyde d'azote dans l'azote, tout oxygène présent en tant qu'impureté dans l'azote peut réagir avec le monoxyde d'azote pour former du dioxyde d'azote.

#### 5.2.2 Impuretés significatives

Une impureté significative est une impureté dont il est prévu qu'elle contribuera pour plus de 10 % à l'incertitude cible de la teneur en l'un des constituants du mélange de gaz d'étalonnage. L'application de ce critère nécessite de connaître la méthode de préparation utilisée (par exemple, gravimétrique,

volumétrie, statique ou dynamique) et les incertitudes associées, avec les différentes étapes impliquées.

Les étapes décrites ci-dessus sont résumées sous forme d'organigramme à la [Figure 1](#).



- a Si une impureté imprévue ou inconnue est identifiée au cours de l'analyse de pureté, recommencer à partir du début de l'organigramme.
- b Si on le souhaite, une analyse de pureté avec des résultats traçables peut être réalisée à la place d'une analyse indicative de pureté.
- c Si on le souhaite, une analyse de pureté avec des résultats traçables ou une analyse indicative de pureté peut être réalisée.

**Figure 1 — Organigramme de l'analyse de pureté**

## 6 Analyse des impuretés

### 6.1 Généralités

L'ampleur de l'analyse de pureté requise doit être déterminée en fonction du résultat obtenu avec l'organigramme de la [Figure 1](#). Chacune de ces étapes est détaillée de [6.2](#) à [6.4](#).

Le processus illustré sur l'organigramme de la [Figure 1](#) doit être mis en œuvre pour chacune des impuretés potentielles répertoriées. L'analyse de pureté peut être réalisée en utilisant une ou plusieurs techniques analytiques appropriées. Dans certains cas, le recours à plusieurs techniques peut être nécessaire.

**EXEMPLE** Lors de la détermination de la pureté du méthane, la détermination des impuretés hydrocarbonées peut être plus précise par chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme (GC-FID), tandis que les autres impuretés peuvent être déterminées par chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à conductivité thermique (GC-TCD) ou un détecteur à ionisation de décharge (GC-DID).

Pour certains produits (tels que les liquides et les gaz corrosifs), il peut être difficile de réaliser l'analyse directement sur le produit pur. Dans ce cas, une méthode alternative peut être utilisée, comme la préparation d'un mélange gravimétrique avec une fraction molaire plus faible pour réaliser l'analyse de pureté (en utilisant une matrice gazeuse sélectionnée avec soin et connue pour sa pureté élevée). Cette méthode a toutefois un effet négatif sur les limites de détection pouvant être atteintes et il convient de veiller à prendre en compte la pureté de la matrice gazeuse lors du calcul de la pureté du constituant considéré.

En cas d'utilisation de liquides ou de gaz liquéfiés dans la préparation du mélange de gaz, cette phase doit être soumise à une analyse de pureté plutôt que la phase vapeur. Si la phase vapeur est utilisée, elle doit être analysée. Comme les compositions de la phase vapeur et de la phase liquide diffèrent, elles peuvent évoluer au cours de l'utilisation du liquide/de la vapeur. Des mesures appropriées doivent être prises pour s'assurer que les données de pureté restent valables dans les limites de leurs incertitudes déclarées.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e366895f-c4f9-4e3b-a66b-324c66eafca7/iso-19229-2019)

Lors de la réalisation d'une analyse de pureté, il convient de veiller à rechercher la présence d'impuretés imprévues (c'est-à-dire des impuretés observées qui n'ont pas été identifiées comme une impureté potentielle lors du mode opératoire d'évaluation décrit en [5.2](#)). Par exemple, si l'on utilise la chromatographie en phase gazeuse, des impuretés imprévues peuvent être observées sous la forme de pics inattendus sur le chromatogramme. Si une ou plusieurs impuretés imprévues sont observées, il convient que chacune d'elles soit évaluée pour déterminer si elle est «critique» et/ou «significative», et il convient ensuite de réaliser l'analyse d'impureté appropriée comme indiqué sur l'organigramme de la [Figure 1](#).

### 6.2 Analyse de pureté avec des résultats traçables

Pour réaliser une analyse de pureté avec des résultats traçables, étalonner le ou les analyseurs au moyen de mélanges de gaz d'étalonnage ayant des incertitudes définies et quantifier l'impureté par comparaison directe avec ces mélanges d'étalonnage en utilisant les méthodes décrites dans l'ISO 6143 et dans l'ISO 12963.

Pour l'analyse de la pureté de matrices gazeuses de grande pureté, une mesure directe des impuretés peut être obtenue avec des analyseurs ayant une limite de détection appropriée, généralement 10 fois inférieure à la fraction d'impureté ciblée<sup>[5]</sup>.

La spectroscopie laser et la chromatographie en phase gazeuse sont des méthodes qui sont habituellement utilisées avec des analyseurs ayant un zéro défini. Avec ce type d'analyseurs, le mode opératoire de mesure permettant d'attribuer des fractions molaires aux impuretés présentes à l'état de trace dans une matrice gazeuse de grande pureté doit être réalisé par comparaison directe avec des mélanges de gaz d'étalonnage. Dans le cas de la spectroscopie laser, l'utilisation de l'intensité de la raie optique de l'impureté ou de sa section efficace avec une traçabilité métrologique établie est une alternative valable. Dans le cas de la chromatographie en phase gazeuse, les facteurs de réponse relatifs (RRF) peuvent

être utilisés à condition d'avoir été validés pour les mesures spécifiques réalisées avec l'instrument en question. L'incertitude des RRF doit être évaluée conformément à l'ISO/IEC Guide 98-3 (GUM).

Dans le cas où l'analyseur n'a pas de zéro défini, la méthode des ajouts dosés doit être utilisée conjointement avec des systèmes de purification bien caractérisés. La spécification du fabricant indiquant l'efficacité d'élimination de l'épurateur doit être prise en compte lors du calcul de la fraction molaire de l'impureté et de son incertitude associée. Le mode opératoire de mesure permettant d'attribuer des fractions molaires aux impuretés présentes à l'état de trace dans une matrice gazeuse de grande pureté avec ce type d'analyseurs doit être effectué en réalisant les étapes suivantes:

- Étalonner l'analyseur à l'extrémité supérieure de la plage de mesure («gaz de point d'échelle»).
- Analyser la matrice gazeuse de l'échantillon en passant dans l'épurateur et étalonner l'analyseur à zéro.
- Analyser la matrice gazeuse de l'échantillon sans passer dans l'épurateur.
- Préparer au moins un mélange de gaz d'étalonnage contenant l'impureté à l'état de trace à quantifier dans la matrice gazeuse, par exemple par dilution dynamique en utilisant un matériau de référence certifié et des régulateurs de débit (voir l'ISO 6145).
- Analyser le(s) mélange(s) de gaz d'étalonnage en passant et sans passer dans l'épurateur.
- Vérifier que le gaz analysé après passage dans l'épurateur contient la même quantité (zéro) (ou réponse) indépendamment de la fraction molaire du gaz qui pénètre dans l'épurateur. Il peut alors être supposé que l'épurateur élimine l'impureté spécifique à l'état de trace étudiée dans la matrice gazeuse de l'échantillon.
- Calculer la fraction molaire de l'impureté présente à l'état de trace dans la matrice gazeuse de l'échantillon à partir de la réponse de l'analyseur lorsque la matrice gazeuse pénètre dans l'analyseur sans passer dans l'épurateur.

NOTE 1 Ce procédé peut également être utilisé pour d'autres grandeurs que des fractions molaires, par exemple pour des fractions massiques, des fractions volumiques ou des concentrations massiques. L'Annexe A fournit des exemples d'utilisation d'analyseurs pour l'analyse de pureté traçable avec et sans zéro défini.

Si des données de pureté métrologiquement traçables provenant d'une autre source (par exemple un certificat d'analyse) sont disponibles, elles peuvent être utilisées à cet effet. La traçabilité métrologique des données doit être évaluée si elle n'est pas explicitement mentionnée sur le certificat ou dans le rapport fourni. Une telle évaluation doit, entre autres, consister à vérifier si des matériaux de référence certifiés ou autres étalons appropriés ont été utilisés et si une évaluation rigoureuse de l'incertitude de toutes les étapes conduisant au résultat de mesure a été réalisée.

NOTE 2 Un mélange de gaz de référence est un mélange ayant une qualité métrologique appropriée, dont les données de composition sont raccordées à un étalon national ou international par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons avec les incertitudes déclarées. Un mélange de gaz certifié par un laboratoire d'étalonnage remplissant les conditions stipulées dans l'ISO/IEC 17025 et/ou dans l'ISO 17034 en est un exemple.

NOTE 3 Lorsque l'on ne dispose pas d'étalons gazeux traçables, des matériaux de référence certifiés peuvent être disponibles sous la forme d'un liquide ayant une pureté certifiée.

NOTE 4 Lorsque l'on ne dispose pas d'étalons appropriés ou de matériaux de référence certifiés, il peut être nécessaire de reconcevoir la préparation proposée de manière qu'une analyse de pureté traçable ne soit pas requise, en utilisant par exemple des produits de pureté supérieure.

NOTE 5 Lorsque l'on ne dispose pas d'étalons traçables ou de matériaux de référence certifiés, il est parfois possible d'estimer la pureté des produits de départ en utilisant une variante de la méthode des ajouts dosés. Une série d'étalons contenant le produit «pur» à des concentrations différentes est préparée et les valeurs analysées sont extrapolées jusqu'au zéro.