

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
6142-2

ISO/TC 158

Secrétariat: SAC

Début de vote:
2023-07-21

Vote clos le:
2023-09-15

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage —

Partie 2: Méthode gravimétrique pour les mélanges de Classe II

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
*Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures —
Part 2: Gravimetric method for Class II mixtures*

ISO 6142-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/061af4a3-42a6-4091-8947-836590a9fa7e/iso-6142-2>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 6142-2:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6142-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/061af4a3-42a6-4091-8947-836590a9fa7e/iso-6142-2>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles	2
5 Principe	3
6 Production individuelle de bouteilles	3
6.1 Généralités	3
6.2 Estimation de l'incertitude générique des mélanges de gaz pour étalonnage	4
7 Production par lots	5
7.1 Généralités	5
7.2 Processus de remplissage par lots	5
7.3 Calcul de l'incertitude de mesure	6
8 Exigences relatives aux vérifications répétées et au contrôle des documents	7
9 Définition des gammes de constituants et des fractions molaires par catégorie de mélanges	7
10 Préparation du certificat	8
Annexe A (informative) Exemple pratique de calcul de l'incertitude générique - Remplissage individuel	9
Annexe B (informative) Exemple pratique de calcul de l'incertitude générique - Remplissage par lots	12
Annexe C (informative) Exemple de catégories de mélanges	15
Bibliographie	18

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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/iso/fr/avant-propos.html.

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

Une liste de toutes les parties de la série ISO 6142 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

Introduction

La révision de l'ISO 6142 a été décidée pour fournir de meilleures lignes directrices aux utilisateurs du présent document, en particulier en ce qui concerne les mesures d'assurance qualité et l'accréditation des laboratoires. Lors de la préparation de la révision, il a été décidé de prévoir deux types de mélanges de gaz pour étalonnage avec différents niveaux d'assurance qualité et avec différents niveaux d'incertitude de mesure. La différence entre les deux classes peut se résumer comme suit.

Les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe I sont préparés conformément à l'ISO 6142-1. Les mélanges sont vérifiés individuellement. Sous réserve que des procédures rigoureuses et complètes d'assurance qualité et de contrôle qualité soient adoptées durant la préparation et la vérification de ces mélanges, il est possible d'atteindre des incertitudes de mesure nettement plus faibles que par toute autre méthode de préparation.

Les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II peuvent être préparés individuellement ou par lots et peuvent être certifiés avec une incertitude de mesure générique associée.

Les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II préparés individuellement sont produits de la même manière que les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe I, mais ces mélanges ne sont pas vérifiés individuellement. La vérification des mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II préparés individuellement est basée sur des vérifications périodiques.

Les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II, qui sont produits par lots, étendent les principes de préparation gravimétrique décrits dans l'ISO 6142-1.

Pour des mélanges contenant des constituants identiques avec des fractions molaires de constituants théoriquement identiques, les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II auront généralement des fractions molaires de constituants associées à des incertitudes de mesure plus élevées que leurs équivalents de Classe I.

Le présent document a été élaboré pour être conforme à l'ISO 6142-1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/061af4a3-42a6-4091-8947-836590a9fa7e/iso-6142-2>

Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage —

Partie 2: Méthode gravimétrique pour les mélanges de Classe II

1 Domaine d'application

Le présent document décrit la préparation gravimétrique statique de mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II et décrit une méthode de calcul de l'incertitude de mesure associée à la fraction molaire de chaque constituant. En plus de toutes les contributions à l'incertitude de mesure mentionnées dans l'ISO 6142-1, le présent document tient également compte de l'incertitude due au processus de validation pour les mélanges de Classe II qui ne sont pas vérifiés individuellement, comme c'est le cas pour les mélanges de Classe I.

Le présent document étend l'évaluation de l'incertitude décrite dans l'ISO 6142-1 de façon à inclure les effets de la production par lots et le processus de vérification. Il fournit des recommandations sur la façon d'obtenir un bilan d'incertitude représentatif d'une catégorie de mélanges en particulier.

Les méthodes de production par lots de plus d'un mélange au cours d'un seul processus sont incluses dans le présent document.

Le présent document s'applique uniquement aux mélanges de constituants gazeux ou totalement vaporisés qui peuvent être introduits dans la bouteille à l'état gazeux ou liquide. Les mélanges de gaz binaires et à plusieurs constituants sont couverts par le présent document.

Le présent document est limité aux molécules/constituants non réactifs qui sont présents en quantité supérieure ou égale à une fraction molaire de 100 $\mu\text{mol/mol}$. Le présent document exclut les constituants qui réagissent entre eux, ou avec des contaminants courants tels que la vapeur d'eau ou l'oxygène, ou qui réagissent avec la surface interne de la bouteille et le robinet sous forme d'absorption ou d'adsorption.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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).

ISO 6142-1:2015, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Partie 1: Méthode gravimétrique pour les mélanges de Classe I*

ISO 6141, *Analyse des gaz — Contenu des certificats des mélanges de gaz pour étalonnage*

ISO 7504, *Analyse des gaz — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 7504 ainsi que les suivants 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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 incertitude générique

incertitude attribuée à la fraction molaire d'un constituant d'une *catégorie de mélanges* (3.2), représentative de tous les mélanges appartenant à cette catégorie

Note 1 à l'article: Cette incertitude est calculée d'après le processus de validation et n'est pas calculée individuellement pour chaque bouteille. L'incertitude générique est généralement exprimée sous forme d'incertitude relative élargie.

3.2 catégorie de mélanges

groupe de mélanges ayant la même méthode de remplissage et la même méthode de vérification analytique et dont les propriétés sont suffisamment similaires pour que l'incertitude de la composition de ces mélanges puisse être décrite par une seule déclaration d'*incertitude générique* (3.1)

4 Symboles

n	nombre de réplicats lors de la validation
$u(\dots)$	incertitude-type (de la grandeur entre parenthèses)
$U(\dots)$	incertitude élargie (de la grandeur entre parenthèses)
$u(v_k)$	incertitude-type pour le processus de validation pour le constituant k
y_k	fraction molaire de constituant k
$y_{k,ver}$	fraction molaire du constituant k mesurée par analyse lors de la validation du mélange
$y_{k,prep}$	fraction molaire du constituant k calculée lors de la préparation du mélange
v_k	différence de fraction molaire entre la préparation et la vérification pour le constituant k $v_k = (y_{k,prep} - y_{k,ver})$
s_{bb}	composante de variance entre les unités d'après une étude d'homogénéité, exprimée sous forme d'écart-type
MS_{among}	carré moyen entre les groupes (d'après une ANOVA)
MS_{within}	carré moyen au sein des groupes (d'après une ANOVA)
n_0	nombre d'analyses individuelles effectuées sur un constituant dans un mélange
z	nombre total de mélanges dans le lot
a	nombre de mélanges analysés à partir du lot total
y_{avg}	fraction moyenne de quantité de matières pour un constituant du lot
A	résultats analytiques exprimés sous forme de réponse instrumentale
$U_{rel}(\dots)$	incertitude relative élargie (de la grandeur entre parenthèses)

5 Principe

Les mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II sont préparés conformément aux principes de préparation détaillés dans l'ISO 6142-1 et les mélanges peuvent être préparés individuellement ou en production par lots à l'aide d'un processus gravimétrique validé; cependant, la vérification individuelle du mélange final par rapport à des mélanges de gaz de référence indépendants n'est pas requise.

Le processus relatif à la méthode gravimétrique de préparation de mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II avec une préparation individuelle est donné sous forme de logigramme à la Figure 1 de l'ISO 6142-1:2015. Les mélanges de Classe II sont généralement des mélanges préparés à intervalles réguliers et en appliquant un mode opératoire de préparation défini.

Lors du processus de validation de cette méthode de préparation, l'incertitude des mélanges de gaz pour étalonnage est évaluée comme il est décrit à l'Article 11 de l'ISO 6142-1:2015. Un contrôle statistique du processus de validation est requis. Pour un certain nombre de mélanges fréquemment produits, la moyenne des incertitudes calculées est ensuite utilisée pour obtenir une incertitude générique pour une gamme définie de fractions molaires et de compositions. Des informations complémentaires sont données à [l'Article 6](#) et à [l'Article 9](#).

Le conditionnement d'un lot de mélanges de gaz pour étalonnage est décrit à [l'Article 7](#) avec une description du processus de remplissage et du calcul de l'incertitude.

La prolongation de la validité de cette incertitude générique doit être reconfirmée périodiquement conformément aux modes opératoires décrits à [l'Article 8](#).

6 Production individuelle de bouteilles

6.1 Généralités

Le processus de préparation individuelle de mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II est représenté à la [Figure 1](#).

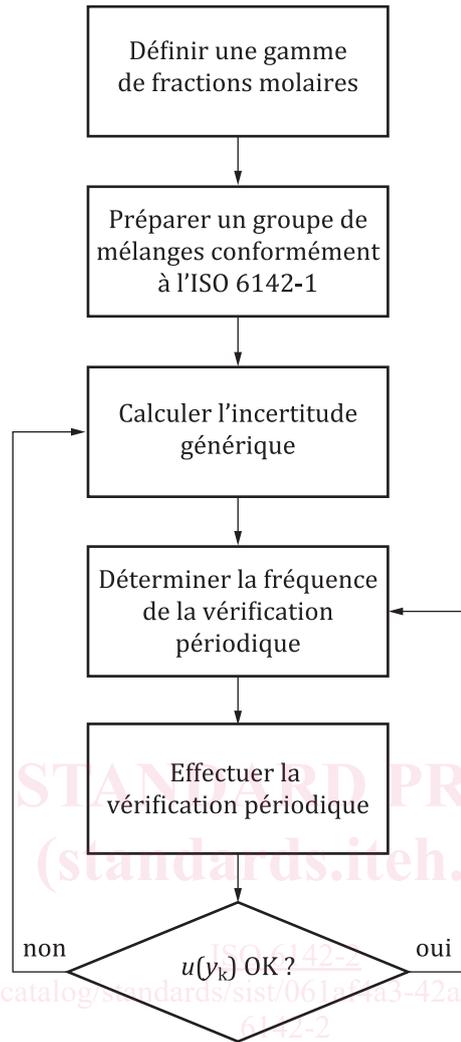


Figure 1 — Schéma relatif à la méthode gravimétrique de préparation de mélanges de gaz pour étalonnage de Classe II, préparation individuelle

6.2 Estimation de l'incertitude générique des mélanges de gaz pour étalonnage

Pour chaque gamme définie de constituants et de quantité de matière, un ensemble contenant de préférence $n = 10$, avec un minimum de 6 mélanges gravimétriques, doit être préparé et vérifié conformément à l'ISO 6142-1 dans des conditions spécifiées.

Les résultats de la vérification de chaque mélange doivent être examinés par rapport aux critères suivants:

- tous les mélanges doivent satisfaire au critère de vérification décrit dans le paragraphe 10.2 de l'ISO 6142-1:2015;
- l'écart-type de la moyenne des incertitudes élargies doit être inférieur à la moitié de l'incertitude générique élargie prévue;
- dans l'incertitude générique, une composante supplémentaire de l'incertitude, provenant du processus de validation, $u(v_k)$, est ajoutée, voir la [Formule \(1\)](#):

$$u(v_k)^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (v_{k,i} - \bar{v}_k)^2 \tag{1}$$

où v_k désigne la différence entre la fraction molaire du constituant k , calculée à partir de la préparation et celle provenant de la vérification, et n est le nombre de mélanges impliqués dans le processus de validation.

Une autre approche consiste à utiliser un modèle issu d'une méta-analyse, notamment le modèle de DerSimonian-Laird.

L'incertitude-type composée de la fraction molaire du constituant k dans le mélange final doit être calculée à l'aide de la Formule (9) de l'ISO 6142-1 modifiée comme suit:

$$u_c(y_k) = \frac{1}{2} \sqrt{u^2(y_{k, \text{prep}}) + u^2(y_{k, \text{ver}}) + (|y_{k, \text{prep}} - y_{k, \text{ver}}|)^2 + u(v_k)^2} \quad (2)$$

L'incertitude générique doit être calculée d'après la moyenne des incertitudes élargies et doit être arrondie à une valeur à deux chiffres significatifs.

Des exemples d'estimation d'une incertitude générique sont donnés à l'[Annexe A](#).

Des informations sur la fréquence de validation de l'incertitude générique sont données à l'[Article 8](#).

7 Production par lots

7.1 Généralités

Le remplissage par lots offre des avantages en matière de productivité par rapport au remplissage gravimétrique individuel étape par étape. Lors du processus de remplissage par lots, l'ANOVA à un facteur est utilisée pour déterminer la variation entre les bouteilles ($s_{bb,k}$) pour le constituant d'intérêt k . Celle-ci est ensuite utilisée pour calculer l'incertitude du lot en ajoutant la valeur s_{bb} à l'incertitude gravimétrique de la bouteille sur la balance. Des recommandations supplémentaires sur la réalisation d'une ANOVA à un facteur sont données dans le Guide ISO 35^[1].

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/061af4a3-42a6-4091-8947-836590a9fa7e/iso->

7.2 Processus de remplissage par lots

La production gravimétrique de mélanges de gaz de composition théoriquement identique peut être effectuée en préparant un lot de bouteilles identiques, en raccordant les bouteilles à une rampe de conditionnement et en plaçant une bouteille sur une balance haute capacité à haute résolution. L'ajout des constituants gazeux doit être contrôlé en mesurant et en enregistrant les masses de gaz ajoutées dans la bouteille située sur la balance.

La bouteille doit être pesée après chaque ajout de gaz pour déterminer la masse de chaque constituant gazeux ajouté dans la bouteille de contrôle située sur la balance. Spécifiquement:

- raccorder toutes les bouteilles à remplir à la rampe et placer une bouteille sur la balance;
- tirer au vide toutes les bouteilles raccordées à la rampe et consigner la masse à vide de la bouteille sur la balance;
- remplir les bouteilles successivement avec les constituants gazeux jusqu'aux masses cibles spécifiées dans les instructions de conditionnement du mélange;
- continuer jusqu'à ce qu'à la fin du processus de conditionnement du mélange;
- homogénéiser les mélanges, par exemple en faisant rouler les bouteilles.

Des effets aléatoires, de légères variations de prétraitement des bouteilles (par exemple, le tirage au vide) et la conception de la rampe peuvent entraîner des écarts au niveau des fractions molaires individuelles des mélanges de gaz préparés lors des processus par lots. Ces effets peuvent être exprimés sous la forme d'une composante d'incertitude supplémentaire (incertitude du lot) lors du processus de préparation gravimétrique.