

---

# Norme internationale



# 5920

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Hydrocarbures chlorofluorés — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique

*Chlorofluorinated hydrocarbons — Determination of water content — Gravimetric method*

Première édition — 1983-02-01

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 5920:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3a90968-a97b-41bc-9bec-6ef245497c55/iso-5920-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3a90968-a97b-41bc-9bec-6ef245497c55/iso-5920-1983>

---

CDU 661.723 : 543.812

Réf. n° : ISO 5920-1983 (F)

Descripteurs : hydrocarbure, hydrocarbure fluorochloré, essai, dosage, eau, méthode gravimétrique, matériel d'essai.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5920 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1981.

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

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 5920:1983](#)

Afrique du Sud, Rép. d'  
Allemagne, R.F.  
Autriche  
Belgique  
Brésil  
Corée, Rép. de

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d3a90968-a97b-41bc-9bec-0cf245491c39/iso-5920-1983>  
Égypte, Rép. arabe d'  
France  
Inde  
Italie  
Pays-Bas  
Pologne

Portugal  
Roumanie  
Suisse  
Tchécoslovaquie  
Thaïlande  
URSS

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni

# Hydrocarbures chlorofluorés — Dosage de l'eau — Méthode gravimétrique

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage de l'eau dans les hydrocarbures chlorofluorés dont la température d'ébullition est inférieure à 4 °C environ.

La méthode est applicable aux produits dont la teneur en eau est comprise entre 2 et 100 mg/kg.

## 2 Références

ISO 383, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 3427, *Hydrocarbures halogénés gazeux (gaz liquéfiés) — Prélèvement d'un échantillon*.

## 3 Principe

Passage, sous forme de vapeur, d'une prise d'essai constituée par la totalité de l'échantillon pour laboratoire, à travers deux tubes d'absorption tarés, garnis d'un mélange absorbant de pentoxyde de diphosphore.

Calcul de la teneur en eau à partir de l'augmentation de masse des tubes d'absorption.

## 4 Échantillonnage

Transférer, en le prélevant de la phase liquide, dans un cylindre en acier inoxydable, un échantillon pour laboratoire dont la masse est comprise entre 600 et 1 000 g, suivant les modalités spécifiées dans l'ISO 3427. Dans un autre cylindre, prélever un échantillon similaire à utiliser pour le conditionnement des tubes d'absorption (voir 7.3.2).

## 5 Réactif et matériaux

### 5.1 Pentoxyde de diphosphore, mélange absorbant.

Mélanger 2 parties de terre de diatomées (kieselguhr) avec 1 partie de pentoxyde de diphosphore et une petite quantité de gel de silice coloré au sel de cobalt comme indicateur.

### 5.2 Laine de verre.

### 5.3 Air comprimé.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Appareil**, comportant les éléments suivants et dont un modèle type est représenté, à titre d'exemple, à la figure 1.

**6.1.1 Deux tubes d'absorption** (voir figure 2), chacun de longueur 75 mm environ et de diamètre extérieur 12 mm environ, munis de joints coniques rodés 7/11 conformes aux spécifications de l'ISO 383. Un des tubes est muni à une extrémité d'un capillaire de sortie de longueur 15 mm environ et de diamètre intérieur 1 mm (diamètre extérieur du capillaire 8 mm environ).

Les deux tubes sont assemblés en série et incorporés dans l'appareil (voir figure 1). Un bouchon rodé permet de fermer l'extrémité non capillaire de l'ensemble lorsqu'il n'est pas utilisé.

**6.1.2 Piège à liquide** (voir figure 3), de capacité 40 ml environ, muni de joints coniques rodés 7/11.

**6.1.3 Vanne à pointe** (voir figure 4), munie d'un raccord connecté à un joint en poly(tétrafluoréthylène) (PTFE) compatible avec le joint conique rodé du piège à liquide (6.1.2) (voir figure 1).

**6.1.4 Compteur à gaz**, du type à circulation d'eau, 1 litre par révolution, muni d'un raccord en poly(tétrafluoréthylène) (PTFE) pour le raccorder aux tubes d'absorption (6.1.1), dans le cas où la prise d'essai est mesurée en volume.

**6.1.5 Raccord**, en PTFE, pour raccorder les tubes d'absorption assemblés (6.1.1) au compteur à gaz (6.1.4).

**6.2 Appareil pour le balayage** des tubes d'absorption (6.1.1) (voir figures 5 et 6), comprenant les éléments suivants.

**6.2.1 Régulateurs de pression**, pour ajuster la pression de l'air comprimé (5.3) passant à travers un tube capillaire, de diamètre intérieur 1 mm et de diamètre extérieur 8 mm environ, et la cartouche dessiccative (6.2.2).

**6.2.2 Cartouche dessiccative** (voir figure 5), constituée par un tube en plastique acrylique transparent, de longueur 300 mm environ et de diamètre extérieur 20 mm environ, contenant des quantités similaires adjacentes

- de mélange absorbant de pentoxyde de diphosphore (5.1), et
- d'un tamis moléculaire type 5 A, pour éliminer les dernières traces d'eau et d'huile.

L'appareil de balayage doit être raccordé sur la gauche de l'ensemble des tubes d'absorption.

NOTE — Pendant les opérations, l'air doit traverser d'abord la couche de mélange absorbant.

**6.3 Étuve électrique**, réglable à  $105 \pm 2$  °C.

**6.4 Dessiccateur**, garni de mélange absorbant de pentoxyde de diphosphore (5.1).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Précautions d'ordre général

Il est essentiel de protéger toutes les parties de l'appareil (6.1) situées en avant du compteur à gaz (6.1.4) de toute introduction d'humidité atmosphérique. En particulier, minimiser l'exposition à l'air des tubes d'absorption (6.1.1), du piège à liquide (6.1.2) et de la cartouche dessiccative (6.2.2) lors du raccordement de tous ces éléments.

Conserver le piège à liquide dans l'étuve (6.3) réglée à  $105 \pm 2$  °C tant qu'on ne l'utilise pas; le retirer et le mettre à refroidir dans le dessiccateur (6.4) avant le montage de l'appareil.

Effectuer toutes les opérations sous une hotte bien ventilée.

### 7.2 Prise d'essai

Utiliser comme prise d'essai la totalité de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 4). Déterminer sa masse soit par pesée à 1 g près du cylindre à échantillonnage avant et après le dosage, soit par mesurage du volume de la prise d'essai vaporisée.

### 7.3 Préparation des tubes d'absorption

#### 7.3.1 Remplissage

Garnir les tubes d'absorption (6.1.1) de mélange absorbant de pentoxyde de diphosphore (5.1) placé entre deux tampons de la laine de verre (5.2).

Assembler les tubes, boucher l'ensemble et le conserver dans le dessiccateur (6.4) tant qu'on ne l'utilise pas.

### 7.3.2 Conditionnement et pesée

Raccorder l'autre cylindre à échantillonnage contenant le même produit que celui soumis à l'essai (voir chapitre 4) aux tubes d'absorption assemblés et laisser passer le produit vaporisé à travers les tubes assemblés durant 10 min environ à un débit de 200 à 300 ml/min environ. Remplacer le cylindre par l'appareil à balayage (6.2) et faire passer, dans les mêmes conditions, une quantité similaire d'air sec à travers les tubes assemblés. Débrancher les tubes assemblés, les boucher et les laisser séjourner dans une enceinte close (par exemple la cage d'une balance) durant 10 min environ. Peser les tubes assemblés bouchés à 0,000 1 g près. Répéter l'opération de balayage avec l'air sec jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,000 2 g.

### 7.4 Montage de l'appareil

Remplacer la vanne à pointeau du cylindre à échantillonnage (voir ISO 3427) par la vanne à pointeau (6.1.3). Peser le cylindre si la masse de la prise d'essai est à déterminer par différence de masse. Raccorder le cylindre à échantillonnage au piège à liquide (6.1.2). Raccorder les tubes d'absorption assemblés pesés (voir 7.3.2) à la sortie du piège à liquide et, si l'on utilise le compteur à gaz (6.1.4), à l'entrée de ce dernier au moyen d'un raccord en PTFE (voir figure 1).

NOTE — Si le produit soumis à l'essai a une température élevée d'ébullition, par exemple le dichloro-1,2 tétrafluoro-1,1,2,2 éthane (R 114), il peut être nécessaire de chauffer le piège à liquide pendant le dosage (un courant d'air chaud convient).

### 7.5 Dosage

Avant de commencer l'analyse, noter l'indication du compteur à gaz (6.1.4), s'il est utilisé, ainsi que la température et la pression ambiantes.

Ajuster la vanne à pointeau (6.1.3) de façon que le gaz traverse l'appareil à un débit de 0,6 à 1,0 l/min. Après que toute la prise d'essai (7.2) est passée à travers l'appareil, fermer la vanne à pointeau, procéder à la lecture du compteur à gaz, s'il est utilisé; dans le cas contraire, débrancher le cylindre à échantillonnage et le peser.

NOTE — Dans le cas du chlorodifluorométhane (R 22) (dont la phase liquide est beaucoup plus riche en eau que la phase gazeuse), maintenir le cylindre à échantillonnage renversé pendant le dosage, afin de minimiser toute erreur due à l'évaporation incomplète de la phase liquide riche en eau.

Débrancher les tubes d'absorption assemblés de l'appareil et les raccorder à l'appareil à balayage (6.2) (voir figure 6). Faire passer un courant de 200 à 300 ml d'air sec à travers les tubes assemblés en 1 min environ, afin d'éliminer toute trace gazeuse de la prise d'essai.

Débrancher les tubes d'absorption assemblés, les boucher, les laisser séjourner dans la cage d'une balance durant 10 min. Peser les tubes assemblés bouchés à 0,000 1 g près.

NOTE — Remplacer le mélange absorbant de pentoxyde de diphosphore dans les tubes d'absorption quand l'observation visuelle montre que la moitié environ du contenu des tubes a changé de coloration, normalement après trois à cinq dosages.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Cas où la prise d'essai est mesurée en volume

#### 8.1.1 Correction du volume

Le volume,  $V_0$ , de la prise d'essai, exprimé en litres, corrigé pour être ramené aux conditions normales (273 K et 1 013 mbar), est donné par l'équation

$$V_0 = \frac{\Delta V \times p_1 \times T_0}{p_0 \times T_1}$$

où

$V_0$  est le volume ramené aux conditions normales;

$\Delta V$  est la différence de volume, exprimée en litres, entre la lecture au compteur à gaz avant et après le dosage;

$p_0$  est la pression barométrique de référence, en millibars (1 013 mbar);

$p_1$  est la pression barométrique, en millibars, pendant le dosage;

$T_0$  est la température thermodynamique de référence, en kelvins (273 K);

$T_1$  est la température thermodynamique du gaz, en kelvins, pendant le dosage.

#### 8.1.2 Calcul de la teneur en eau

La teneur en eau, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en kilogrammes, de la prise d'essai, égale à  $V_0 \cdot \rho$

dans laquelle

$V_0$  a la même signification qu'en 8.1.1,

$\rho$  est la masse volumique, en kilogrammes par litre, du produit gazeux dans les conditions normales;

$m_1$  est la masse, en milligrammes, des deux tubes d'absorption avant le dosage;

$m_2$  est la masse, en milligrammes, des deux tubes d'absorption après le dosage.

### 8.2 Cas où la prise d'essai est mesurée en masse

La teneur en eau, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_3}$$

où

$m_1$  et  $m_2$  ont les mêmes significations qu'en 8.1.2;

$m_3$  est la masse, en kilogrammes, de la prise d'essai obtenue par différence des masses du cylindre à échantillonnage avant et après le dosage.

## 9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans l'ISO 3427 à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

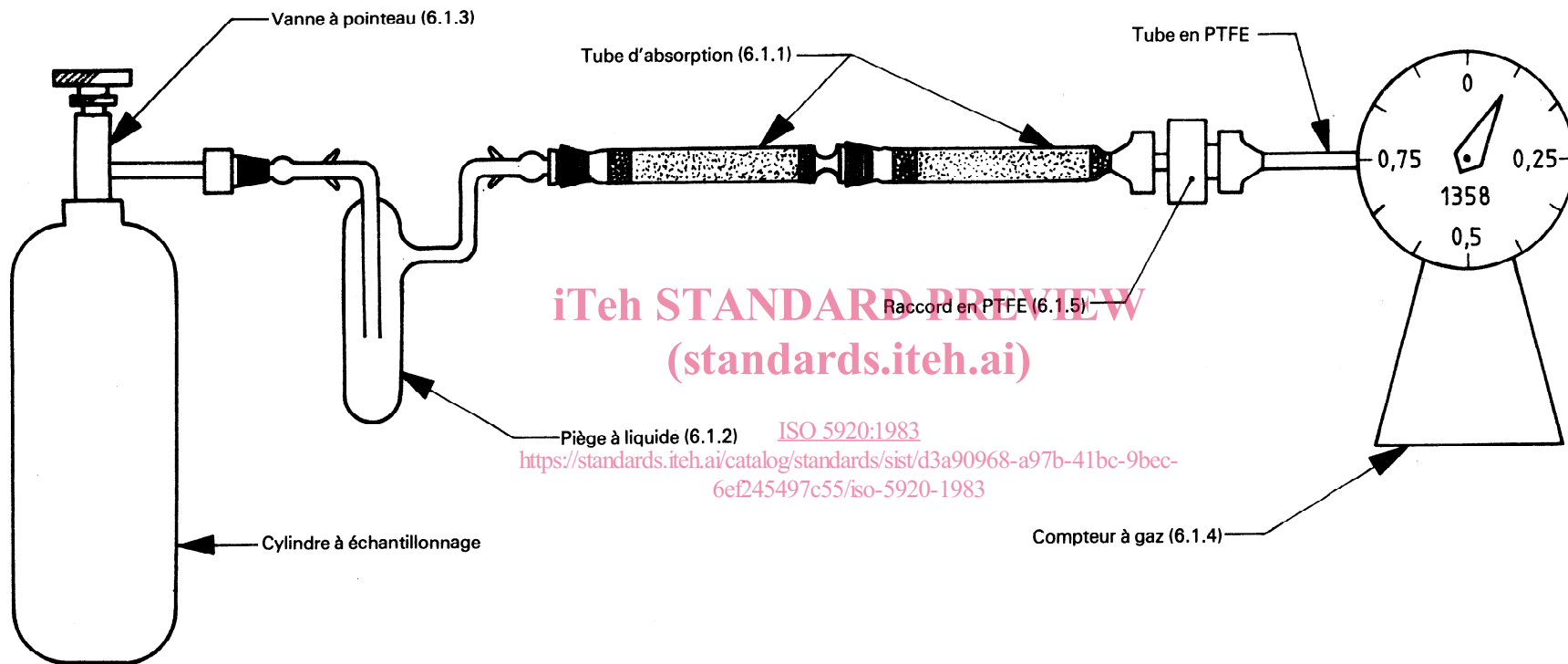


Figure 1 – Schéma type d'appareil assemblé

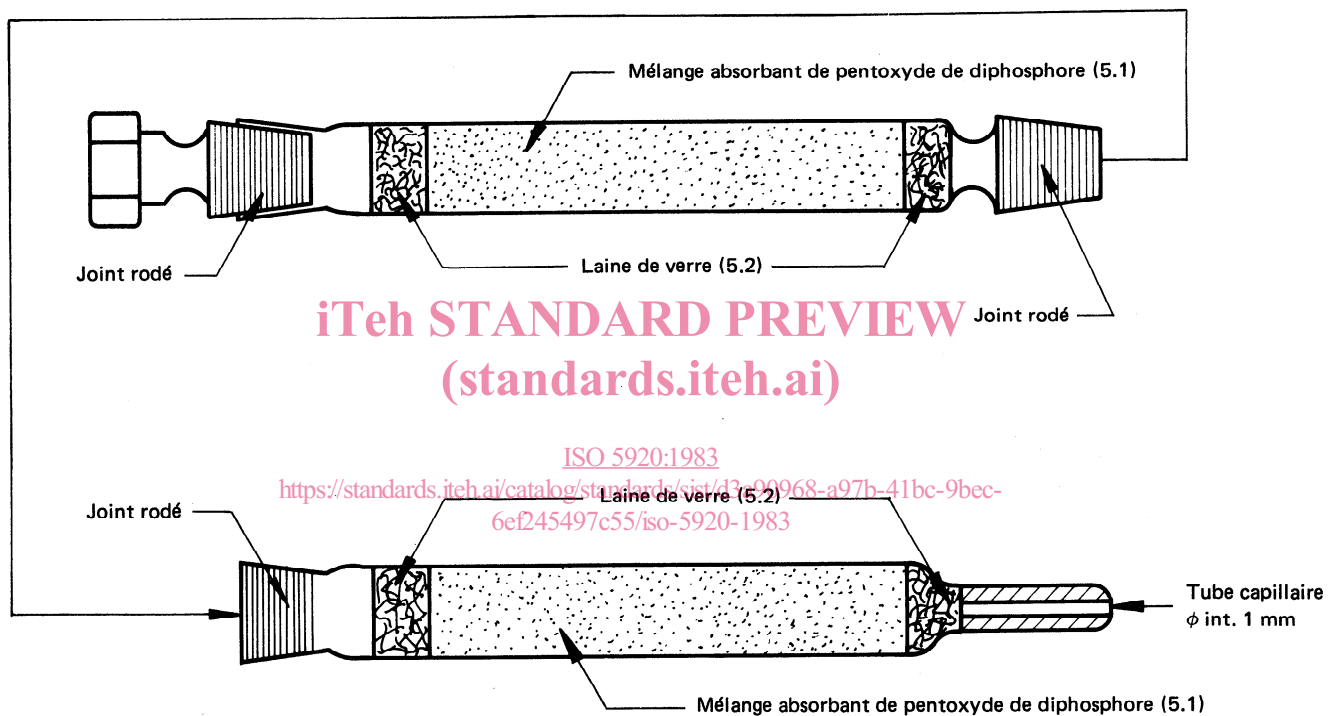


Figure 2 — Tubes d'absorption (6.1.1)

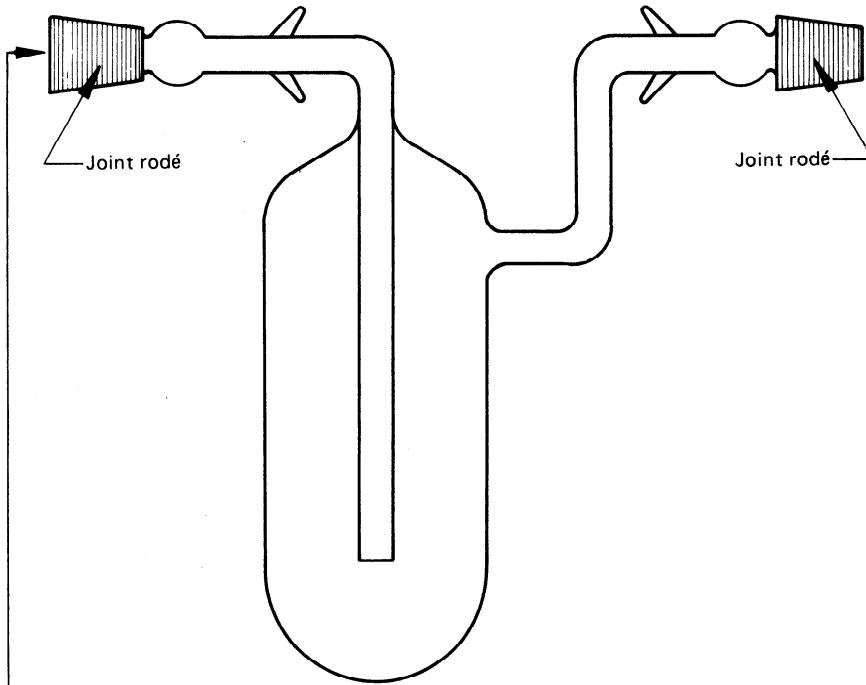


Figure 3 — Piège à liquide (6.1.2)

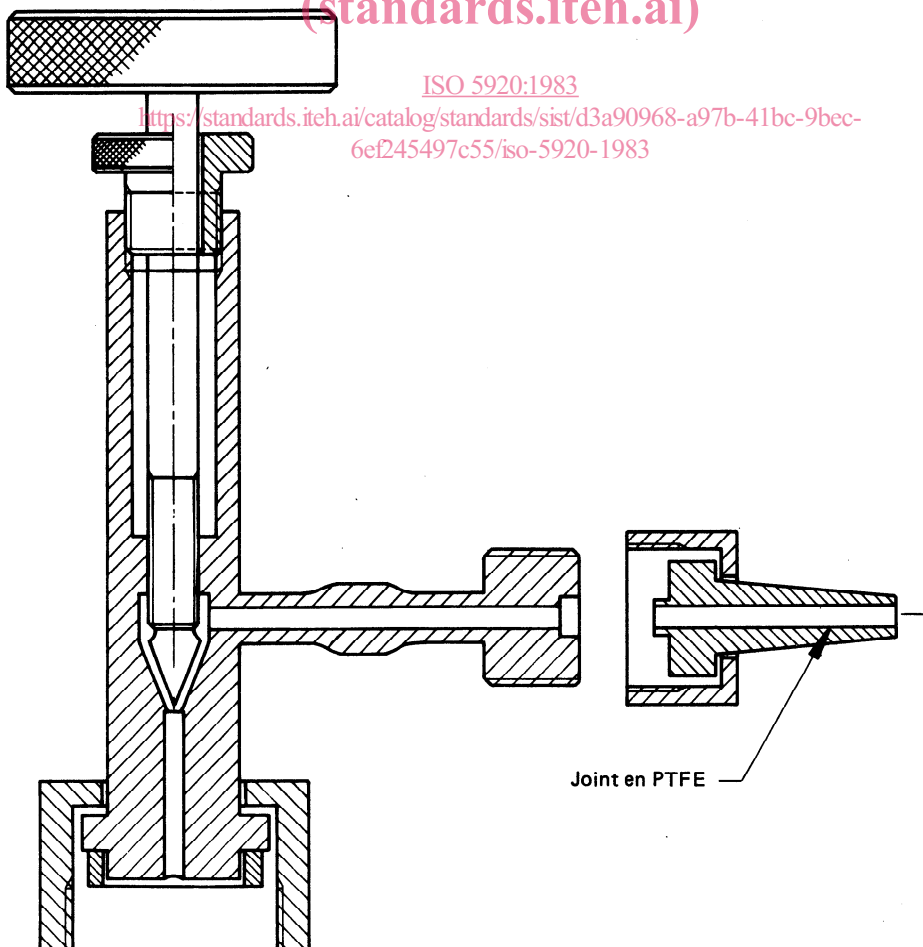


Figure 4 — Vanne à pointe (6.1.3)



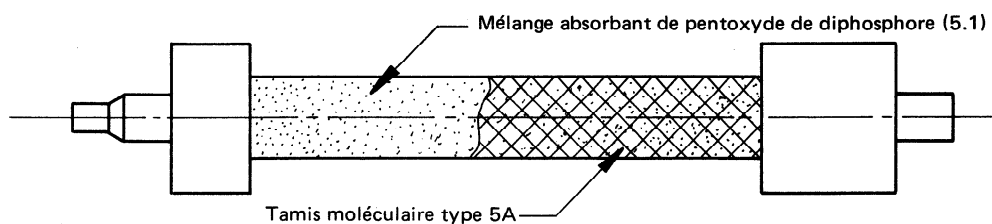


Figure 5 — Cartouche dessiccative (6.2.2)

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

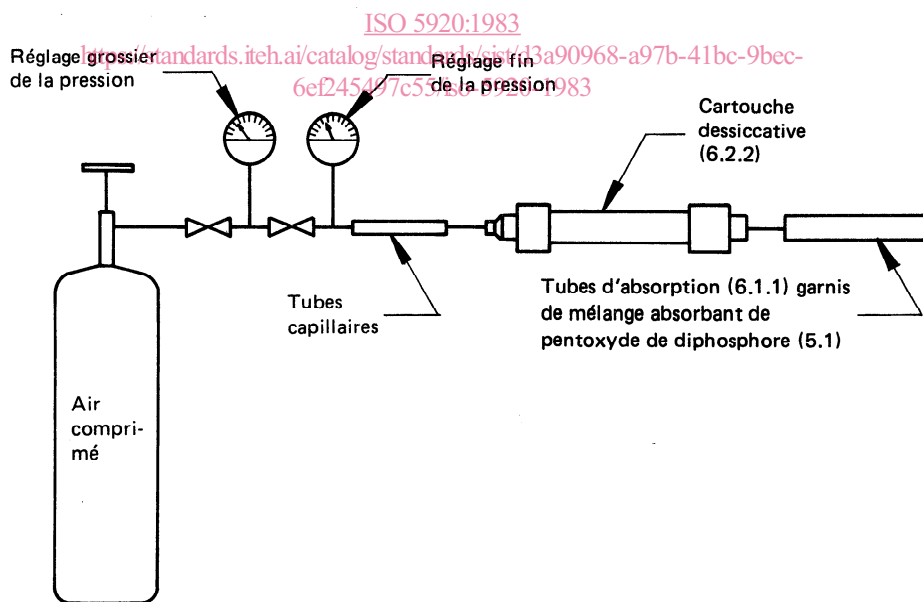


Figure 6 — Balayage des tubes d'absorption