

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10101-3

Première édition
1993-10-01

**Gaz naturel — Dosage de l'eau par la
méthode de Karl Fischer —**

Partie 3:
Méthode coulométrique
(standards.iteh.ai)

Natural gas — Determination of water by the Karl Fischer method —

Part 3: Coulometric procedure
<https://standards.iteh.ai/standards/iso-10101-3-1993>
<https://standards.iteh.ai/standards/iso-10101-3-1993>



Numéro de référence
ISO 10101-3:1993(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 10101-3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 193, *Gaz naturel*, sous-comité SC 1, *Analyse du gaz naturel*.

L'ISO 10101 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Gaz naturel — Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer*.

- *Partie 1: Introduction*
- *Partie 2: Méthode titrimétrique*
- *Partie 3: Méthode coulométrique*

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Gaz naturel — Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer —

Partie 3: Méthode coulométrique

AVERTISSEMENT — Lorsque l'appareillage est situé dans une zone à risques, les règles locales de sécurité doivent être prises en compte. À cause de la toxicité et de l'odeur de la pyridine, l'utilisateur doit s'assurer d'une ventilation adéquate.

iTeh STANDARD PREVIEW

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 10101 prescrit un mode coulométrique pour le dosage direct de l'eau selon le procédé de Karl Fischer. La méthode est applicable au gaz naturel et à d'autres gaz ne réagissant pas avec le réactif de Karl Fischer.

Elle est applicable à des concentrations d'eau comprises entre 5 mg/m^3 et $5\,000 \text{ mg/m}^3$. Les volumes exprimés en mètres cubes sont ramenés à une température de $273,15 \text{ K}$ ($0 \text{ }^\circ\text{C}$) et une pression de $101,325 \text{ kPa}$ (1 atm).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 10101. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 10101 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

ISO 10101-1:1993, *Gaz naturel — Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer — Partie 1: Introduction.*

3 Principe

On fait passer un volume de gaz mesuré dans une enceinte de dosage où l'eau est absorbée par une solution anodique. L'iode nécessaire au dosage de l'eau dissoute est généré par coulométrie à partir de l'iode présent dans la solution, par la réaction de Karl Fischer. La quantité d'électricité est directement proportionnelle à la masse d'iode générée et donc à la masse d'eau dosée.

Le principe de la méthode de Karl Fischer et les réactions mises en jeu sont donnés dans l'ISO 10101-1:1993, articles 3 et 4; les interférences sont également décrites dans l'article 4 de cette même partie de l'ISO 10101.

4 Réactifs

4.1 Réactifs spécialement formulés pour le dosage coulométrique.

NOTE 1 La composition type de la solution anodique est la suivante: 34 % (*m/m*) de trichlorométhane, 3 % (*m/m*) de tétrachlorométane, 22 % (*m/m*) de méthanol, le reste étant constitué de dioxyde de soufre et de pyridine.

L'utilisation d'autres réactifs pour dosage coulométrique par la méthode de Karl Fischer est admise s'il est prouvé qu'ils donnent des résultats satisfaisants.

4.2 Solution de référence, composée par exemple d'un mélange d'eau et de méthanol, de teneur en eau égale à 5,0 mg/l \pm 4 % ou 10,0 mg/l \pm 4 %. Conserver cette solution dans un flacon scellé hermétiquement par un septum.

4.3 Pentoxyde de phosphore, avec indicateur.

5 Appareillage

Les figures 1 et 2 représentent respectivement les schémas de montage de l'enceinte de dosage et de l'appareillage dans son ensemble. Les figures 3 et 4 représentent respectivement le tube d'entrée de gaz avec robinet à trois voies et le tube de dessiccateur intégré à la ligne de sortie de gaz.

Pour tous les éléments en contact avec le gaz, il faut utiliser du verre ou de l'acier inoxydable. Les flexibles de raccordement doivent être en polychloroprène ou en fluoroélastomère, et le boisseau du robinet d'admission du gaz en polytétrafluoroéthylène.

6 Échantillonnage

Voir ISO 10101-1:1993, article 5.

7 Mode opératoire

7.1 Installation

Suivre les instructions du fabricant pour l'introduction des réactifs dans les cuves, la mise sous tension de l'appareil et éventuellement la réalisation d'un dosage de l'eau d'origine.

7.2 Essai de contrôle de la réponse

Rincer deux fois une seringue de 10 μ l avec la solution de référence (4.2) et introduire dans la cuve anodique une quantité donnée de cette solution (environ 10 μ l), en plongeant la pointe de l'aiguille dans le liquide. Mettre l'agitateur en marche et procéder au dosage.

Les résultats, exprimés en microgrammes, doivent être en bonne concordance avec la masse d'eau introduite dans la solution de référence, dans les limites de répétabilité attendues. Si la concordance est insuffisante, rechercher d'éventuels défauts techniques de l'appareillage et y remédier avant utilisation.

7.3 Mesurage

Mettre l'agitateur magnétique en marche. Purger la ligne d'échantillonnage dans l'atmosphère par l'intermédiaire du robinet à trois voies. Régler ce robinet sur la position entrée du gaz dans l'enceinte de titrage et ajuster le débit à 30 l/h à 40 l/h. Mesurer le débit à la sortie de l'enceinte, à l'aide d'un compteur volumétri-

que. Le volume de gaz à utiliser dépend de la teneur en eau supposée. Lorsque ce volume de gaz a balayé l'enceinte, ramener le robinet à trois voies à sa position initiale.

NOTE 2 Le débit optimal est fonction de la géométrie de l'appareillage. Il convient de vérifier que toute l'eau est absorbée en faisant passer le même volume de gaz avec différents débits et en s'assurant que les résultats obtenus sont égaux.

Pour des teneurs en eau faibles, il est préférable d'attendre pour effectuer le dosage que tout le volume de gaz nécessaire soit passé. Cette méthode de dosage retardé n'est applicable que s'il existe une fonction programmable correspondante sur le coulomètre, qui assure alors une compensation continue pour le fond pendant le temps entré en mémoire. Si l'on a recours à cette méthode, il suffit normalement à l'opérateur de vérifier la compensation automatique de dérive du zéro. La dérive devrait rester constante pendant toute la durée du dosage.

7.4 Dosage à blanc

Pour les teneurs en eau faibles (moins de 100 mg/m³), effectuer un dosage à blanc pour corriger le résultat des pertes en iode dues à l'évaporation qui se produit lors du passage de l'échantillon de gaz. Installer à cet effet un absorbeur rempli de pentoxyde de phosphore (4.3) aussi près que possible de l'entrée de l'enceinte de titrage. Faire passer une certaine quantité de gaz dans les mêmes conditions que celles utilisées pour l'échantillon réel (débit, temps, pression et température). Répéter le dosage à blanc jusqu'à obtention d'une valeur constante.

NOTE 3 À l'équilibre avec le pentoxyde de phosphore, la concentration de vapeur d'eau s'élève à 0,2 mg/m³. Dans les conditions ambiantes, les pertes en iode par évaporation sont équivalentes à des concentrations d'eau de 1 mg/m³ à 4 mg/m³.

Il est recommandé de changer le remplissage de l'absorbeur lorsque la zone colorée occupe plus de 50 % de sa longueur.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Calculer la teneur en eau $\rho(\text{H}_2\text{O})$, exprimée en milligrammes par mètre cube à 273,15 K (0 °C) et 101,325 kPa (1 atm), du gaz à l'aide de l'équation

$$\rho(\text{H}_2\text{O}) = \frac{(m_1 - m_0)(273,15 + \theta_A) \times 101,325}{V_A(p_A - p_W) \times 273,15}$$

où

m_0 est la masse, en microgrammes, d'eau obtenue lors du dosage à blanc;

m_1 est la masse, en microgrammes, d'eau obtenue lors du dosage de l'échantillon;

- θ_A est la température, en degrés Celsius, du gaz dans le gazomètre;
- V_A est le volume, en litres, de gaz qui a traversé l'enceinte de titrage;
- p_A est la pression absolue, en kilopascals, du gaz dans le gazomètre;
- p_W est la pression de vapeur, en kilopascals, de l'eau à la température θ_A .

On peut, si nécessaire, corriger la teneur en eau ainsi obtenue pour tenir compte de l'interférence de composés du soufre, comme décrit dans l'ISO 10101-1:1993, article 4.

Exprimer la teneur en eau sous la forme $\rho(\text{H}_2\text{O})$, en milligrammes par mètre cube, avec un nombre de chiffres significatifs choisi en fonction de la valeur de la répétabilité.

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité, r

Lors de l'obtention de deux résultats différents par un même opérateur dans des conditions de répétabilité, ces résultats doivent être considérés comme acceptables et conformes à la présente partie de l'ISO 10101 si leur différence est inférieure ou égale à la valeur numérique de r , déterminée conformément à l'ISO 5725, qui est représentée graphiquement à la figure 5.

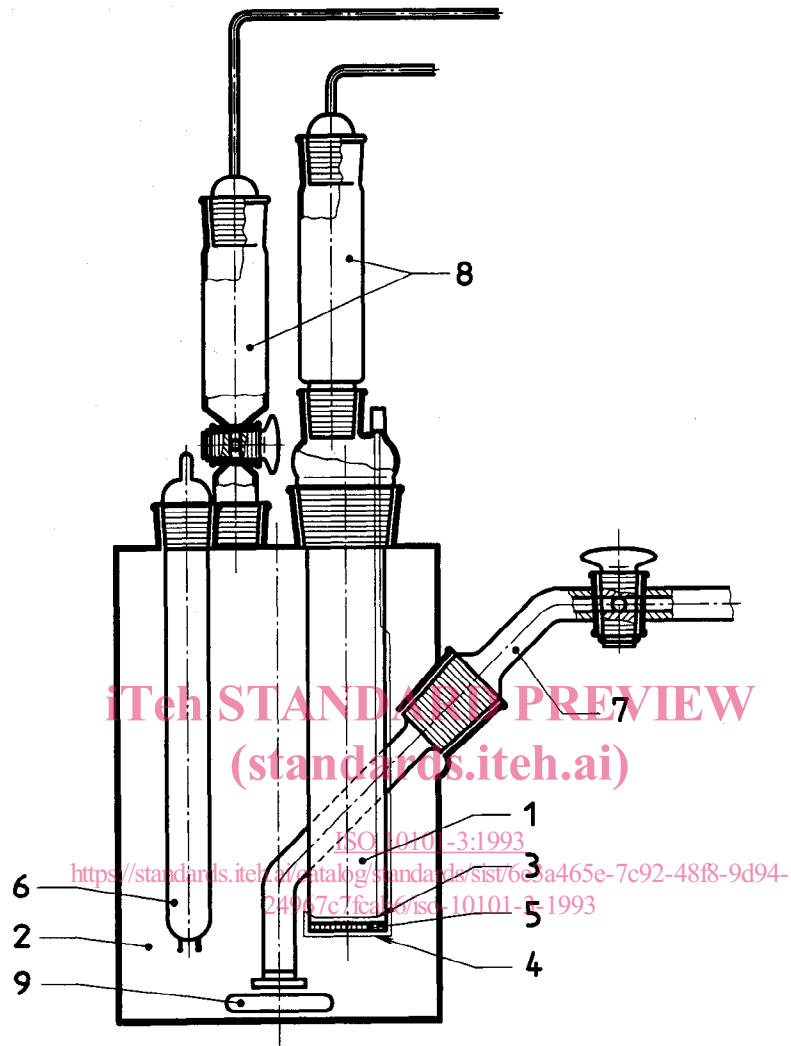
8.2.2 Reproductibilité, R

Lors de l'obtention de deux résultats par des laboratoires différents dans des conditions comparables, ces résultats doivent être considérés comme acceptables et conformes à la présente partie de l'ISO 10101 si leur différence est inférieure ou égale à la valeur numérique de R , déterminée conformément à l'ISO 5725, qui est représentée graphiquement à la figure 5.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- référence à la présente partie de l'ISO 10101;
- date et durée de l'échantillonnage ou du dosage;
- lieu de l'échantillonnage ou du dosage;
- réalisation de l'analyse sur le site d'exploitation ou après transfert de l'échantillon en laboratoire;
- température et pression du courant gazeux au moment de l'échantillonnage ou de l'analyse;
- concentration des substances interférentes éventuellement présentes dans le gaz, et correction correspondante;
- tout écart par rapport au mode opératoire prescrit.



- 1 Cuve cathodique
- 2 Cuve anodique
- 3 Cathode
- 4 Anode
- 5 Diaphragme

- 6 Électrode double en platine
- 7 Entrée de gaz
- 8 Tubes dessiccateurs
- 9 Agitateur magnétique

Figure 1 — Enceinte de dosage

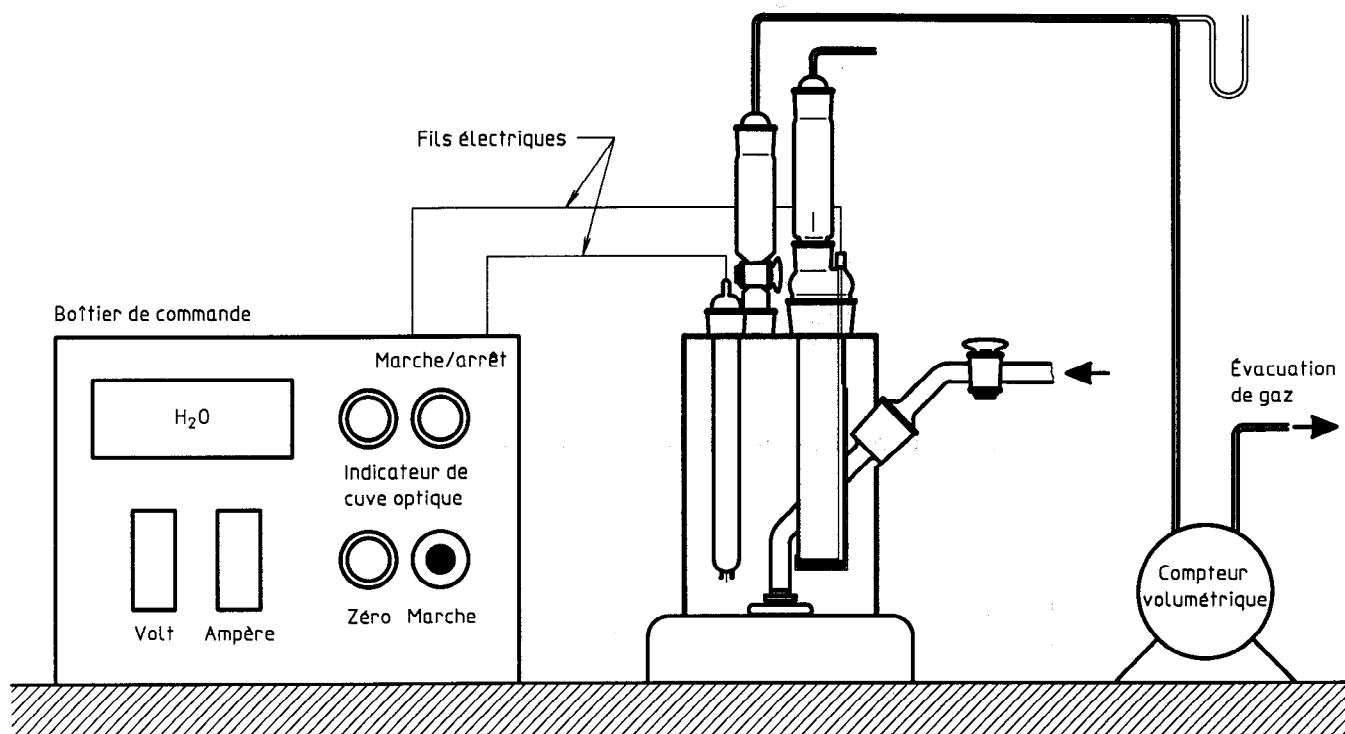


Figure 2 — Appareil de Karl Fischer pour dosage coulométrique — Montage type
(standards.itech.ai)

ISO 10101-3:1993

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/6e3a465e-7c92-48f8-9d94-24967c7fcab6/iso-10101-3-1993>

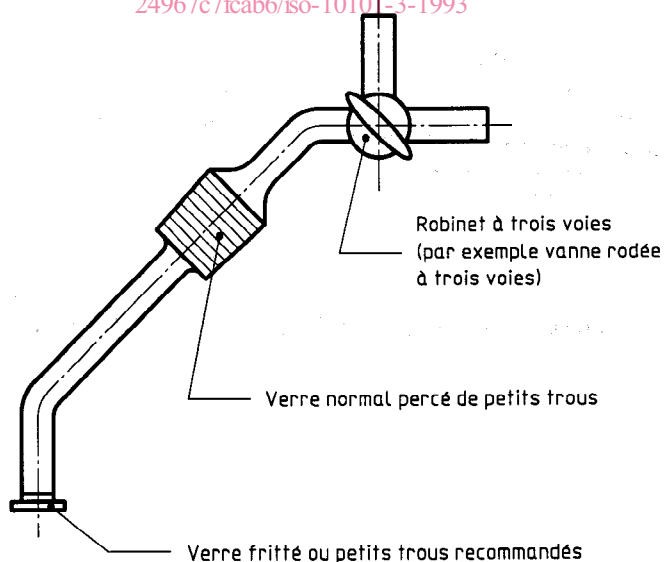


Figure 3 — Tube d'entrée de gaz avec robinet à trois voies

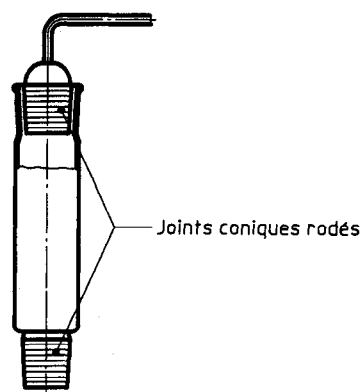


Figure 4 — Tube dessiccateur intégré à la ligne de sortie de gaz

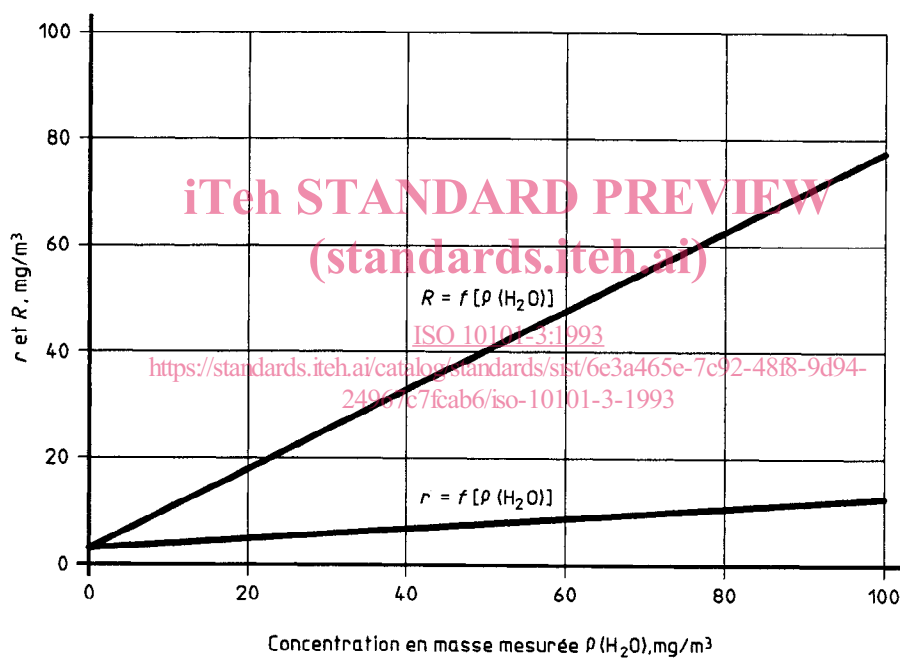


Figure 5 — Répétabilité r et reproductibilité R

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10101-3:1993

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e3a465e-7c92-48f8-9d94-24967c7fcab6/iso-10101-3-1993>