
**Diméthylether (DME) pour carburants
et combustibles — Détermination
de la teneur en eau — Méthode par
titrage Karl Fischer**

*Dimethyl ether (DME) for fuels — Determination of water content —
Karl Fischer titration method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17197:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17197:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et produits	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage et manipulation des échantillons	3
7 Préparation de l'appareillage	3
8 Étalonnage et Contrôle	4
9 Mode opératoire	5
10 Calculs	6
11 Rapport	6
12 Fidélité	6
Annexe A (informative) Rapport des essais interlaboratoires	8
Bibliographie.....	10

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17197:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>

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 appelée 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir www.iso.org/patents).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

L'ISO 17197 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, sous-comité SC 4, *Classifications et spécifications*.

Introduction

De manière générale, de grandes quantités de DME peuvent être utilisées dans le commerce international et le transport domestique. Leur transport se fait par bateau et/ou par voie terrestre. Le chargement et le transport peuvent impliquer un risque d'augmentation de la teneur en eau.

Le DME est soluble dans l'eau. Lorsqu'il est utilisé en tant que carburant ou combustible, la quantité d'eau qu'il contient a des effets néfastes très importants.

Par conséquent, les parties concernées doivent analyser avec précision la teneur en eau du DME à l'aide de procédures reconnues.

La présente Norme internationale a pour objectif de normaliser l'une des pratiques les plus courantes pour l'analyse de la teneur en eau.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17197:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17197:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>

Diméthylether (DME) pour carburants et combustibles — Détermination de la teneur en eau — Méthode par titrage Karl Fischer

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale peut impliquer l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit une méthode permettant de déterminer si la quantité d'eau contenue dans le diméthyléther (DME) est conforme à la valeur spécifiée dans l'ISO 16861.

Cette méthode d'essai est destinée à une utilisation avec des réactifs coulométriques (ou volumétriques) de Karl Fischer commercialement disponibles et à la détermination de la teneur en eau des additifs du DME, des huiles de graissage, des huiles de base, des huiles de transmission automatique, des solvants hydrocarburés et d'autres produits pétroliers. En choisissant judicieusement la taille des échantillons, cette méthode peut être utilisée pour déterminer la teneur en eau, exprimée en mg/kg (ppm) et selon le pourcentage du niveau de concentration.

NOTE La précision de cette méthode a été étudiée sur un nombre limité d'échantillons et de niveaux de contenu et par une quantité limitée de laboratoires. Elle permet l'établissement d'une spécification de qualité du DME mais ne peut pas être considérée comme une détermination de précision conforme à la méthodologie statistique habituelle de l'ISO 4259.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 29945, *Combustibles gazeux non pétroliers liquéfiés réfrigérés — Diméthyléther (DME) — Méthode d'échantillonnage manuel sur des terminaux à terre*

3 Principe

Un échantillon gazeux de DME est soumis à un barbotage dans le récipient de titrage d'un appareil coulométrique (ou volumétrique) de Karl Fischer. Le titrage est ensuite réalisé. Après titrage de la totalité de l'eau, le point final est détecté par un détecteur potentiométrique de point final; le titrage est ainsi terminé. Selon la stœchiométrie de la réaction, 1,0 mole d'iode réagit avec 1,0 mole d'eau; la quantité d'eau est donc proportionnelle à la quantité du réactif de Karl Fischer utilisé.

4 Réactifs et produits

4.1 Échantillon de solvant, de qualité réactif.

Utiliser du Méthanol (anhydre) avec une pureté minimale de 99,9 % en masse et une teneur en eau maximale de 0,1 % en masse (de préférence, moins de 0,05 % en masse).

Cette teneur en eau peut être obtenue en dissolvant 24 g de copeaux de métal de magnésium dans 200 ml de méthanol (la réaction peut s'avérer vigoureuse). Une fois la réaction terminée, ajouter 3 litres de méthanol. Chauffer à reflux pendant 5 heures. Distiller directement dans le récipient prévu pour recueillir le méthanol de 99,9 % en masse. Lors de la distillation, ventiler le système via un tube de séchage.

4.2 Réactif coulométrique de Karl Fischer.

Utiliser des réactifs Karl Fischer standard commercialement disponibles pour les titrages coulométriques.

4.2.1 Solution à l'anode.

Utiliser une solution à anode standard commercialement disponible de Karl Fischer. Il convient d'avoir recours à une solution nouvellement préparée.

4.2.2 Solution à la cathode.

Utiliser une solution à cathode standard commercialement disponible de Karl Fischer. Il convient d'avoir recours à une solution nouvellement préparée.

4.3 Réactif volumétrique de Karl Fischer.

Utiliser des réactifs de Karl Fischer standard sans pyridine commercialement disponibles pour les titrages volumétriques (un ou deux composants). Utiliser comme décrit en [4.1](#).

4.3.1 Un composant.

Utiliser un réactif volumétrique commercial de Karl Fischer. Le réactif de Karl Fischer doit être frais (alternativement, il convient d'étalonner la solution pour chaque utilisation).

4.3.2 Deux composants.

Utiliser un réactif volumétrique commercial de Karl Fischer. Mélanger les deux réactifs (Partie 1 et Partie 2) juste avant l'utilisation. Il convient d'étalonner la solution le plus tôt possible.

4.3.3 Méthanol (anhydre).

4.4 Tamis moléculaire.

Un tamis moléculaire de forme sphérique ou cylindrique doit être utilisé. Toutes les extrémités ventilées du système doivent être remplies avec ce tamis moléculaire via des tubes de séchage. Alternativement, du chlorure de calcium anhydre peut être utilisé.

4.5 Eau.

De l'eau distillée ou de pureté équivalente doit être utilisée.

5 Appareillage

5.1 Appareil Karl Fischer (coulométrique ou volumétrique), utilisant un point final potentiométrique.

Un grand nombre de systèmes automatiques de titrage coulométrique et volumétrique Karl Fischer, composés d'une cellule de titrage, d'électrodes de platine, d'un agitateur magnétique et d'une unité de commande, sont disponibles sur le marché. Les consignes d'utilisation de ces dispositifs sont fournies

par les fabricants et ne sont pas décrites dans la présente norme. L'échantillon est introduit à l'aide d'une *aiguille* en acier inoxydable pour le barbotage au gaz; la longueur peut être d'environ 200 mm et le diamètre d'environ 1 mm.

5.2 Bouteille à gaz sous pression.

Le moyen le plus simple d'ajouter les échantillons au récipient de titrage est d'utiliser des bouteilles à gaz sous pression à double soupape (la taille peut atteindre 100 ml, la pression d'essai ne doit pas être inférieure à 3,0 MPa) dont la masse peut être mesurée. Il convient de distribuer l'échantillon depuis le bas de la bouteille.

5.3 Balance électronique.

La masse des échantillons est déterminée au moyen d'une balance électronique à plateau supérieur ayant une précision d'au moins 1,0 mg et dont la capacité couvre la masse des bouteilles à gaz sous pression à double soupape remplies avec l'échantillon. La masse de l'échantillon est déterminée par la différence de masse de la bouteille avant et après l'essai (après avoir retiré la quantité de purge de l'échantillon).

6 Échantillonnage et manipulation des échantillons

6.1 Les échantillons doivent être prélevés selon la norme ISO 29945.

6.2 Échantillon d'essai: Une fois l'aliquote obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire à analyser par cette méthode d'essai, utiliser la totalité de l'échantillon d'essai pour l'analyse.

6.3 Sélectionner une taille d'échantillon d'essai comprise entre 10 et 20 g.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-1b496546c1c8/iso-17197-2014>

7 Préparation de l'appareillage

7.1 Procéder selon les consignes du fabricant pour la préparation et le fonctionnement de l'appareil de titrage.

7.2 Serrer tous les joints et raccords sur le récipient afin d'empêcher l'entrée d'humidité atmosphérique dans l'appareil.

7.3 Ajouter l'échantillon de solvant dans le récipient de titrage jusqu'au niveau indiqué par le fabricant. Préparer le réactif de Karl Fischer comme décrit en [4.2](#) ou [4.3](#).

Pour le titrage coulométrique, ajouter la solution à anode de Karl Fischer dans le compartiment (extérieur) de l'anode. Ajouter la solution jusqu'au niveau indiqué par le fabricant. Ajouter la solution à cathode de Karl Fischer dans le compartiment (intérieur) de la cathode. Le niveau de la solution doit être inférieur de 2 à 3 mm à celui de la solution contenue dans le compartiment à anode.

7.4 Mettre en route l'appareil et démarrer l'agitateur magnétique pour une agitation douce. Laisser s'opérer le titrage de l'humidité résiduelle dans le récipient de titrage jusqu'à ce que le point final soit atteint. Il ne faut pas poursuivre plus loin dans la procédure avant que le courant résiduel (ou le taux de titrage résiduel) soit constant et inférieur à la valeur maximale indiquée par le fabricant de l'appareil.

7.5 Installer l'aiguille sur la bouteille à gaz à double soupape. Coller l'aiguille de la bouteille sur le flacon à titrer, puis fixer la bouteille. Un papier mince doit être enroulé autour de l'aiguille, ou celle-ci doit être fixée au sein d'une plaque en caoutchouc de silicone, de manière à empêcher le mélange de l'eau de condensation dans le flacon à titrer.