



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 17197

ISO/TC 28/SC 4

Secrétariat: AFNOR

Début de vote
2013-04-08

Vote clos le
2013-07-08

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

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

ICS 71.080.60, 75.160.20

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.

To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

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.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/950e4b7c-7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 Full standard:
<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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

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.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standardsiteh.com)
Full standard available on
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17197-2013/7496-47a1-9a00-0a496546c1c8/iso-17197-2013>

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)

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Diméthyléther (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.

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 760:1978, *Dosage de l'eau. Méthode de Karl Fischer (méthode générale)*

ISO 29945: *Combustibles gazeux non pétroliers liquéfiés réfrigérés -- Diméthyléther (DME) -- Méthode d'échantillonnage manuel sur des terminaux à terre*

ISO 5725-2: *Application de la statistique -- Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure -- Partie 2 : méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

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

Méthanol (anhydre) — Pureté minimale de 99,9 % en masse et 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.

- a) *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.
- b) *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).

- a) *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).
- b) *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.
- c) *Méthanol (anhydre)*

Utiliser comme décrit en 4.1.

4.4 Tamis moléculaire

5Å— Un tamis moléculaire de 8 à 12 mesh, de forme sphérique ou cylindrique, peut être utilisé. Il convient de remplir toutes les extrémités ventilées du système avec ce tamis moléculaire via des tubes de séchage. Alternativement, du chlorure de calcium anhydre peut être utilisé.

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 *Éprouvette*— Une fois l'aliquote obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire analysé via cette méthode d'essai, utiliser la prise d'essai totale de l'éprouvette pour l'analyse.

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

7 Préparation de l'appareillage

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