



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 17198

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 soufre total, méthode par fluorescence ultraviolette

Dimethyl ether (DME) for fuels — Determination of total sulfur, ultraviolet fluorescence 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/42899eb8-b522-4495-91d8-2c5fc501a9d1/iso-17198-2014>



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.....	1
4	Réactifs et produits	2
5	Appareillage	3
6	Modes opératoires.....	5
7	Fidélité	11
8	Rapport.....	12
	Annexe A (informative) Rapport des essais interlaboratoires	13
	Bibliographie.....	15

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
 Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42899eb8-b522-4495-91d8-2c5fc501a9d1/iso-17198-2014>

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 17 198 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. À partir de la charge de gaz de synthèse pour la production de DME, et tout au long du chargement et du transport, il peut exister un risque d'augmentation de la teneur en soufre.

Tous les composés soufrés utilisés pour le DME contribuent aux émissions de SO_x . Ils peuvent également corroder les équipements. Par conséquent, la teneur en soufre doit être précisément soumise à essai dans les charges, dans les produits finis, et pour les déterminations de conformité imposées par les organismes de régulation. Il est d'usage d'analyser le soufre, soit par fluorescence UV soit par microcoulométrie oxydante.

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire pour la méthode par fluorescence UV.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42899eb8-b522-4495-91d8-2c5fc501a9d1/iso-17198-2014>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/42899eb8-b522-4495-91d8-2c5fc501a9d1/iso-17198-2014>

DME comme carburant ou combustible — Détermination de la teneur en soufre total — Méthode par Fluorescence Ultraviolet

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 spécifie le mode opératoire d'essai de la teneur en soufre dans le diméthylether (DME) pour les carburants par la méthode par fluorescence ultraviolet (UV). Ce mode opératoire permet de déterminer la quantité de soufre total jusqu'à la valeur indiquée dans l'ISO 16861.

Cette méthode d'essai ne mesure pas le soufre non volatil dans les conditions pratiques de l'essai, à savoir à température ambiante et sous pression atmosphérique.

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 16861: *Diméthyl éther (DME) pour carburants et combustibles -- Spécifications*

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 de diméthyléther (DME) est directement injecté dans un détecteur de fluorescence UV. L'échantillon entre dans un tube de combustion à haute température (1 000 °C à 1 100 °C), dans lequel le soufre est oxydé pour obtenir du dioxyde de soufre (SO₂) en atmosphère riche en oxygène. L'eau produite lors de la combustion de l'échantillon est extraite, et les gaz de combustion de l'échantillon sont exposés aux rayonnements ultraviolets (UV). Le SO₂ absorbe l'énergie dégagée par le rayonnement ultraviolet, puis passe à l'état de dioxyde de soufre excité (SO₂*). La fluorescence émise par le SO₂* excité lors du retour à l'état fondamental du SO₂ est détectée par un tube photomultiplicateur, le signal obtenu représentant une mesure de la teneur en soufre présent dans l'échantillon.

4 Réactifs et produits

4.1 Gaz inerte

Gaz inerte (argon ou hélium) de pureté élevée d'au moins 99,998 % en volume.

4.2 Oxygène

Oxygène, de pureté élevée d'au moins 99,75 % en volume.

4.3 Solvant

4.3.1 Généralités

Utiliser le solvant spécifié en 4.3.2 ou 4.3.3 ou un solvant analogue à celui de l'échantillon faisant l'objet de l'analyse. Une correction de la contribution de soufre à partir des solvants utilisés dans la préparation étalon et une dilution de l'échantillon sont requises. D'autre part, l'utilisation d'un solvant avec contamination au soufre indétectable par rapport à l'échantillon inconnu rend inutile la correction du blanc.

4.3.2 n-Hexane, réactif pur.

4.3.3 Toluène, réactif pur.

4.4 Composés de soufre

4.4.1 Généralités

Composés présentant une pureté minimale de 99 % en masse. Des exemples sont donnés en 4.4.2 à 4.4.5. Si la pureté de ces composés est inférieure à 99 % en masse, les concentrations et la nature de toutes les impuretés doivent être établies. Des produits de référence certifiés par des fournisseurs agréés sont des alternatives acceptables aux composés figurant en 4.4.2 à 4.4.5.

4.4.2 Sulfure de dibutyle (DBS)

4.4.3 Disulfure de dibutyle (DBDS)

4.4.4 Dibenzothiophène (DBT)

4.4.5 Thionaphthène (benzothiophène) (TNA)

4.5 Solution mère de soufre

Préparer une solution mère présentant une teneur en soufre d'environ 1 000 mg/l en pesant précisément la quantité appropriée de composé soufré (5.4) dans une fiole jaugée (6.9). S'assurer de la dissolution complète avec le solvant (5.4). Calculer la concentration en soufre exacte de la solution mère à 1 mg/l près. Cette solution mère est utilisée pour préparer les solutions d'étalonnage. Un autre mode opératoire consiste à préparer une solution mère de composé soufré d'environ 1 000 mg/kg en pesant précisément la quantité appropriée de celui-ci (5.4). Prendre les précautions nécessaires pour s'assurer que l'évaporation du solvant et/ou des composés soufrés ne génère pas d'erreurs de pesée.

4.6 Solutions d'étalonnage

Préparer les solutions d'étalonnage en diluant la solution mère (4.5) avec le solvant sélectionné (4.3). Calculer la teneur exacte en soufre de chaque solution d'étalonnage.

Les solutions d'étalonnage dont la concentration en soufre est connue, exprimée en milligrammes par litre (ou la teneur exprimée en milligrammes par kilogramme) peuvent être obtenues avec une dilution volume/volume

(ou masse/masse, respectivement) de la solution mère à 1 000 mg/l (ou milligrammes par kilogramme, respectivement). D'autres pratiques sont possibles, mais celles indiquées ci-dessus évitent toute correction de densité.

Il convient de préparer régulièrement de nouvelles solutions d'étalonnage selon la fréquence d'utilisation et l'âge. Les solutions d'étalonnage conservées à basse température (en général dans un réfrigérateur) et dont la teneur en soufre est supérieure à 30 mg/kg (ou mg/l) peuvent être utilisées pendant au moins un mois. Si la teneur en soufre est inférieure à 30 mg/kg, il convient de réduire la durée de conservation.

4.7 Échantillons de contrôle de la qualité

Il s'agit d'échantillons stables représentatifs des matériaux en cours d'analyse, dont la teneur en soufre est connue par cette méthode d'essai sur une période assez longue. D'autre part, il s'agit de matériaux normalisés dont la valeur est certifiée et qui sont disponibles dans le commerce. Avant utilisation, s'assurer que la durée de conservation du matériau n'a pas expiré.

5 Appareillage

5.1 Four

Four composé d'un dispositif électrique et en mesure de maintenir une température suffisante pour pyrolyser la totalité des échantillons et oxyder tout le dioxyde de soufre (SO_2). Définir la température conformément aux instructions du fabricant.

Il peut être en position horizontale ou verticale.

5.2 Tube de combustion

Tube de combustion en quartz conçu pour assurer l'injection directe de l'échantillon dans la zone d'oxydation chauffée du four (5.1).

Le tube de combustion doit être doté de tubes latéraux pour l'introduction de l'oxygène et du gaz porteur. La section d'oxydation doit être suffisamment large pour permettre la combustion complète de l'échantillon. Le tube de combustion peut être en position horizontale ou verticale.

5.3 Régulateurs de débit

Régulateurs de débit capables de maintenir une alimentation constante en oxygène et en gaz porteur.

5.4 Séchoir à vapeur

Séchoir à vapeur capable d'extraire la vapeur d'eau formée lors de la combustion avant le mesurage par le détecteur (5.5).

5.5 Détecteur de fluorescence UV

Détecteur sélectif et quantitatif capable de mesurer le rayonnement émis de la fluorescence du dioxyde de soufre par le rayonnement ultraviolet.

5.6 Microseringue

Microseringue capable de délivrer des quantités comprises entre 5 μl et 50 μl . Déterminer la longueur d'aiguille requise conformément aux instructions du fabricant. Pour l'injection verticale, les seringues à piston en polytétrafluoroéthylène (PTFE) sont recommandées.

5.7 Chambre d'injection de l'échantillon

Chambre d'injection de l'échantillon placée à la verticale ou à l'horizontale. Elle doit être composée d'une chambre à injection directe capable de délivrer la quantité de matériau à analyser dans un flux porteur d'entrée qui achemine l'échantillon dans la zone d'oxydation, à une vitesse contrôlée et répétable. Un mécanisme d'entraînement de seringue permettant d'évacuer l'échantillon de la microseringue à une vitesse constante d'environ 1 µl/s au maximum est requis.

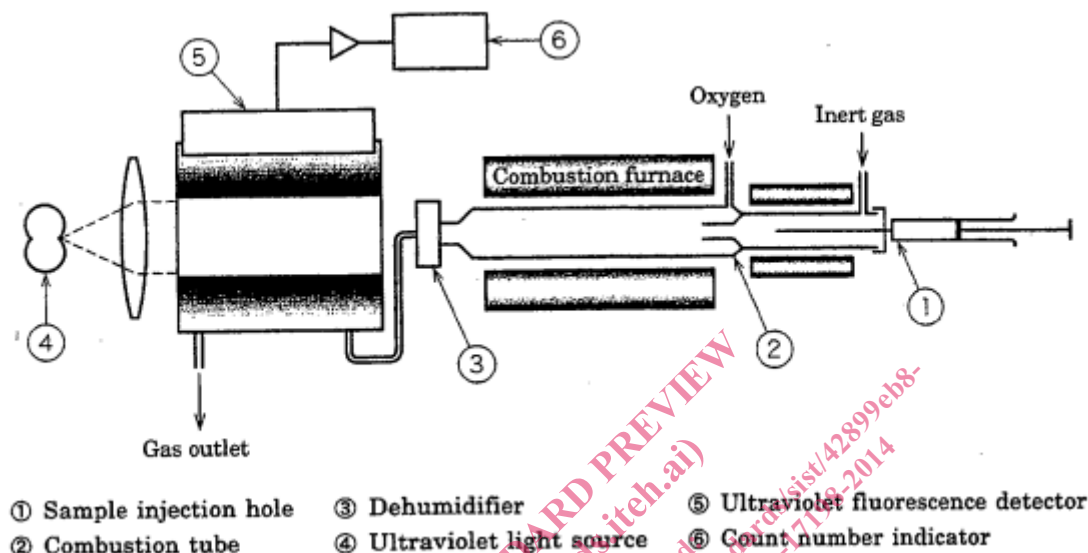


Figure 1 Appareillage d'essai pour la méthode par fluorescence UV (exemple)

Anglais	Français
Oxygen	Oxygène
Inert gas	Gaz inerte
Combustion furnace	Four à combustion
Gas outlet	Sortie de gaz
Sample injection hole	Trou d'injection d'échantillon
Combustion tube	Tube de combustion
Dehumidifier	Déshumidificateur
Ultraviolet light source	Source lumineuse ultraviolette
Ultraviolet fluorescence detector	Détecteur de fluorescence ultraviolette
Count number indicator	Indicateur de nombre de titrages

5.8 Balance

Balance permettant de procéder à des pesées à 0,1 mg près au minimum.

5.9 Fioles jaugées

Fioles jaugées à un trait de classe A conformes à l'ISO 1042, de capacité appropriée, y compris 100 ml, permettant de préparer la solution mère de soufre (4.5) et les solutions d'étalonnage (4.6).