

**ISO/TC 61/SC 5**

Date: 2019-~~04~~

Deleted: 02-05

**ISO 15512:2019(F)**

Deleted: /FDIS

ISO/TC 61/SC 5/GT 11

Secrétariat: DIN

**Plastiques — Dosage de l'eau**

*Plastics — Determination of water content*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2b64c74-bd0f-4d46-a8dd-4a2aac858312/iso-15512-2019>

Deleted: Type du document: Norme internationale  
Sous-type du document:   
Stade du document: (50)  
Approbation  
Langue du document: F  
Y:\04. NORMES ISO\ISO 15000-15999\ISO 15512\_5e edition\00. TRAD\FDIS\ISO\_FDIS\_15512\_2018\_(F)\_YA.docx STD Version 2.8f

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

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

Ch. de Blandonnet 8 • CP 401

CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax + 41 22 749 09 47

copyright@iso.org

[www.iso.org](http://www.iso.org)

Formatted

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2b64c74-bd0f-4d46-a8dd-4a2aac858312/iso-15512-2019>

Deleted: iv

Sommaire

Page

**Avant-propos** ..... v

**Introduction** ..... vi

**1 Domaine d'application** ..... 1

**2 Références normatives** ..... 2

**3 Termes et définitions** ..... 2

**4 Méthode A – Extraction de l'eau au méthanol anhydre** ..... 2

4.1 Principe ..... 2

4.2 Réactifs ..... 2

4.3 Appareillage ..... 3

4.4 Préparation de l'échantillon pour essai ..... 3

4.4.1 Granulés ou poudre ..... 3

4.4.2 Articles finis ..... 3

4.5 Mode opératoire ..... 3

4.5.1 Précautions ..... 3

4.5.2 Préparation des prises d'essai ..... 4

4.5.3 Dosage ..... 4

4.6 Expression des résultats ..... 4

4.7 Fidélité ..... 5

**5 Méthode B1 – Vaporisation de l'eau dans un four tubulaire** ..... 5

5.1 Principe ..... 5

5.2 Réactifs ..... 5

5.3 Appareillage ..... 6

5.4 Préparation de l'échantillon pour essai ..... 8

5.5 Mode opératoire ..... 8

5.5.1 Précautions ..... 8

5.5.2 Préparation de l'appareillage ..... 8

5.5.3 Vérification de l'équipement ..... 9

5.5.4 Dosage ..... 9

5.6 Expression des résultats ..... 10

5.7 Fidélité ..... 10

**6 Méthode B2 – Vaporisation de l'eau en utilisant une fiole à échantillon chauffée** ..... 10

6.1 Principe ..... 10

6.2 Réactifs ..... 11

6.3 Appareillage ..... 11

6.4 Préparation de l'échantillon pour essai ..... 13

6.5 Mode opératoire ..... 14

6.5.1 Préparation de l'appareillage ..... 14

6.5.2 Vérification de l'équipement ..... 14

6.5.3 Dosage ..... 15

6.6 Expression des résultats ..... 16

6.7 Fidélité ..... 17

**7 Méthode C – Méthode manométrique** ..... 17

7.1 Principe ..... 17

Deleted: Avant-propos . vi¶

Introduction . vii¶

1 . Domaine d'application . 1¶

2 . Références normatives . 2¶

3 . Termes et définitions . 2¶

4 . Méthode A – Extraction de l'eau au méthanol anhydre . 2¶

4.1 . Principe . 2¶

4.2 . Réactifs . 2¶

4.3 . Appareillage . 3¶

4.4 . Préparation de l'échantillon pour essai . 3¶

4.4.1 . Granulés ou poudre . 3¶

4.4.2 . Articles finis . 3¶

4.5 . Mode opératoire . 3¶

4.5.1 . Précautions . 3¶

4.5.2 . Préparation des prises d'essai . 4¶

4.5.3 . Dosage . 4¶

4.6 . Expression des résultats . 4¶

4.7 . Fidélité . 5¶

5 . Méthode B1 – Vaporisation de l'eau dans un four tubulaire . 5¶

5.1 . Principe . 5¶

5.2 . Réactifs . 5¶

5.3 . Appareillage . 6¶

5.4 . Préparation de l'échantillon pour essai . 7¶

5.5 . Mode opératoire . 7¶

5.5.1 . Précautions . 7¶

5.5.2 . Préparation de l'appareillage . 7¶

5.5.3 . Vérification de l'équipement . 8¶

5.5.4 . Dosage . 8¶

5.6 . Expression des résultats . 9¶

5.7 . Fidélité . 9¶

6 . Méthode B2 – Vaporisation de l'eau en utilisant une fiole à échantillon chauffée . 10¶

6.1 . Principe . 10¶

6.2 . Réactifs . 10¶

6.3 . Appareillage . 11¶

6.4 . Préparation de l'échantillon pour essai . 12¶

6.5 . Mode opératoire . 12¶

6.5.1 . Préparation de l'appareillage . 12¶

6.5.2 . Vérification de l'équipement . 13¶

6.5.3 . Dosage . 13¶

6.6 . Expression des résultats . 15¶

6.7 . Fidélité . 16¶

7 . Méthode C – Méthode manométrique . 16¶

7.1 . Principe . 16¶

7.2 . Réactifs . 16¶

7.3 . Appareillage . 16¶

... [1]

Deleted: iii

<b>7.2</b>	<b>Réactifs</b>	<b>18</b>
<b>7.3</b>	<b>Appareillage</b>	<b>18</b>
<b>7.4</b>	<b>Préparation de l'échantillon pour essai</b>	<b>19</b>
<b>7.5</b>	<b>Mode opératoire</b>	<b>19</b>
<b>7.5.1</b>	<b>Équipement</b>	<b>19</b>
<b>7.5.2</b>	<b>Purge</b>	<b>20</b>
<b>7.5.3</b>	<b>Étalonnage</b>	<b>21</b>
<b>7.5.4</b>	<b>Dosage</b>	<b>22</b>
<b>7.6</b>	<b>Expression des résultats</b>	<b>23</b>
<b>7.7</b>	<b>Fidélité</b>	<b>24</b>
<b>8</b>	<b>Méthode D – Dosage de l'eau à l'aide d'une cellule au pentoxyde de phosphore</b>	<b>24</b>
<b>8.1</b>	<b>Principe</b>	<b>24</b>
<b>8.2</b>	<b>Réactifs</b>	<b>24</b>
<b>8.3</b>	<b>Appareillage</b>	<b>25</b>
<b>8.4</b>	<b>Préparation de l'échantillon pour essai</b>	<b>26</b>
<b>8.5</b>	<b>Mode opératoire</b>	<b>27</b>
<b>8.5.1</b>	<b>Préparation de l'appareillage</b>	<b>27</b>
<b>8.5.2</b>	<b>Rinçage du système</b>	<b>27</b>
<b>8.5.3</b>	<b>Mesure de tare</b>	<b>27</b>
<b>8.5.4</b>	<b>Facteur de cellule</b>	<b>27</b>
<b>8.5.5</b>	<b>Vérification de l'équipement</b>	<b>28</b>
<b>8.5.6</b>	<b>Dosage</b>	<b>28</b>
<b>8.6</b>	<b>Expression des résultats</b>	<b>29</b>
<b>8.7</b>	<b>Fidélité</b>	<b>29</b>
<b>9</b>	<b>Méthode E – Dosage de l'eau par la méthode à l'hydrure de calcium</b>	<b>30</b>
<b>9.1</b>	<b>Principe</b>	<b>30</b>
<b>9.2</b>	<b>Réactifs</b>	<b>30</b>
<b>9.3</b>	<b>Appareillage</b>	<b>30</b>
<b>9.4</b>	<b>Préparation de l'échantillon pour essai</b>	<b>31</b>
<b>9.5</b>	<b>Mode opératoire</b>	<b>32</b>
<b>9.5.1</b>	<b>Vérification de l'équipement</b>	<b>32</b>
<b>9.5.2</b>	<b>Étalonnage</b>	<b>32</b>
<b>9.5.3</b>	<b>Dosage</b>	<b>32</b>
<b>9.5.4</b>	<b>Expression des résultats</b>	<b>33</b>
<b>9.6</b>	<b>Fidélité</b>	<b>33</b>
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai</b>	<b>33</b>
	<b>Annexe A (informative) Autres méthodes de préparation des échantillons et de titrage</b>	<b>35</b>
	<b>Annexe B (informative) Sélection de la température de chauffage optimale et de la durée de chauffage pour le dosage de l'eau</b>	<b>37</b>
	<b>Annexe C (normative) Dosage de l'eau contenue dans un étalon d'eau</b>	<b>39</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>40</b>

Deleted: iv

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/foreword.html](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 5, *Propriétés physicochimiques*.

Cette cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 15512:2016), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- l'ajout de deux méthodes alternatives pour le dosage de l'eau (Méthodes D et E).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

La comparabilité interlaboratoires concernant des résultats de dosage de l'eau dans les plastiques est souvent médiocre. Les principales causes à cela sont l'emballage et la manipulation des échantillons ainsi que les différences entre les équipements et les réglages. Il convient par exemple, d'emballer les échantillons dans des récipients en verre spéciaux ou des sachets étanches à l'eau. Il convient que la manipulation des échantillons soit réalisée dans un environnement sec sous azote ou sous air. Afin d'améliorer la répétabilité et la reproductibilité, il convient de suivre strictement le mode opératoire spécifié dans le présent document.

Deleted: faut

Deleted: emballer

Les réglages de température prévus pour la méthode de vaporisation ne sont pas spécifiés dans le présent document. Concernant la méthode manométrique, une température de 200 °C est souvent utilisée. Cependant, pour certains condensats, il est possible que cette température soit trop élevée et qu'elle provoque, par exemple, la génération d'eau en raison d'une réaction de condensation.

Il faut optimiser la température de chauffage en fonction du matériau devant être soumis à essai, de l'équipement utilisé et des circonstances réelles. Si la température est trop basse, la quantité totale d'eau dans le matériau devant être soumis à essai ne s'évaporerait pas complètement, alors que des températures trop élevées provoquent la génération d'eau en raison d'effets comme des réactions de dégradation et de condensation.

Dans le présent document, un mode opératoire est inclus pour une optimisation de la température de chauffage, de manière à choisir la température appropriée pour le dosage de l'eau et à améliorer la comparabilité interlaboratoires.

(standards.iteh.ai)

ISO 15512:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d2b64c74-bd0f-4d46-a8dd-4a2aac858312/iso-15512-2019>

Deleted: iv

## Plastiques — Dosage de l'eau

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes pour le dosage de l'eau dans les plastiques sous forme de poudre, de granulés et d'articles finis. Ces méthodes ne contrôlent pas l'absorption d'eau (cinétique et équilibre) des plastiques, cet aspect étant traité dans l'ISO 62.

La Méthode A est applicable au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,1 % avec une précision de 0,1 %. La Méthode B et la Méthode C sont applicables au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,01 % avec une précision de 0,01 %. La Méthode D est applicable au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,01 % avec une précision de 0,01 %. La Méthode E est applicable au dosage de l'eau à des niveaux aussi faibles que 0,001 % avec une précision de 0,001 %. Les précisions indiquées sont les limites de détection qui dépendent également du poids maximal possible de l'échantillon. La teneur en eau est exprimée en pourcentage (fraction massique) d'eau.

La Méthode D convient pour le polyamide (PA), le polycarbonate (PC), le polypropylène (PP), le polyéthylène (PE), la résine époxyde, le poly(téréphtalate d'éthylène) (PET), le polyester, le polytétrafluoroéthylène (PTFE), le poly(chlorure de vinyle) (PVC), l'acide polylactique (PLA), le polyamide-imide (PAI). Elle est en particulier déconseillée pour les échantillons pouvant libérer du NH<sub>3</sub>. Les méthodes A, B, C et E conviennent généralement pour tout type de plastique et tout degré d'humidité.

La teneur en eau est un paramètre important de la mise en œuvre des matériaux et elle doit rester en dessous du niveau spécifié dans la norme de produit appropriée.

#### 1.1 Six méthodes possibles sont spécifiées dans le présent document.

- La **Méthode A** consiste en une extraction de l'eau à l'aide de méthanol anhydre suivie d'un titrage de l'eau extraite par la méthode de Karl Fischer. Elle peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm. Cette méthode peut également être utilisée, par exemple, pour les poudres de prépolymères insolubles dans le méthanol.
- La **Méthode B1** procède par vaporisation dans un four tubulaire. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'air sec ou d'azote dans la cuve de titrage; l'eau recueillie est ensuite titrée par la méthode de Karl Fischer ou un dosage coulométrique au moyen d'un capteur d'humidité. Cette méthode peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm.
- La **Méthode B2** procède par vaporisation dans une fiole à échantillon chauffée. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'air sec ou d'azote dans la cuve de titrage; l'eau recueillie est ensuite titrée par la méthode de Karl Fischer. Cette méthode peut être utilisée pour tous les plastiques et est applicable aux granulés de moins de 4 mm × 4 mm × 3 mm.
- La **Méthode C** est une méthode manométrique. Le dosage de l'eau se fonde sur l'augmentation de pression après évaporation de l'eau sous vide. Cette méthode n'est pas applicable aux échantillons de plastiques contenant des composés volatils, autres que l'eau, en quantité suffisante pour avoir un effet significatif sur la pression de vapeur à température ambiante. Il faut effectuer

périodiquement des vérifications de la présence de grandes quantités de composés volatils, par exemple par chromatographie en phase gazeuse. Ces vérifications sont particulièrement nécessaires pour les nouveaux types ou les nouvelles qualités de matériaux.

- La **Méthode D** est une méthode thermocoulométrique utilisant une cellule au pentoxyde de phosphore ( $P_2O_5$ ) pour la détection de l'eau vaporisée. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'air sec ou d'azote dans la cellule détectrice; l'eau recueillie est ensuite soumise à un dosage coulométrique. Cette méthode n'est pas applicable aux échantillons de plastiques contenant des composés volatils, autres que l'eau, en quantité suffisante pour avoir un effet significatif sur la pression de vapeur à température ambiante. En effet, les composés volatils, comme par exemple l'ammoniac ou tout type d'amine, peuvent réagir avec le revêtement acide du capteur au pentoxyde de phosphore. Il faut effectuer périodiquement des vérifications de la présence de grandes quantités de composés volatils. Ces vérifications sont particulièrement nécessaires pour les nouveaux types ou les nouvelles qualités de matériaux.
- La **Méthode E** est une méthode reposant sur l'utilisation d'hydrure de calcium. La teneur en eau d'un échantillon s'évapore sous l'effet du vide et du chauffage combinés. L'eau évaporée réagit avec l'hydrure de calcium pour donner de l'hydrogène moléculaire et de l'hydroxyde de calcium. L'hydrogène entraîne une augmentation de la pression dans le vide, qui est proportionnelle à l'eau évaporée. Les composés volatils qui ne réagissent pas avec l'hydrure de calcium se condensent dans un piège froid et n'ont pas d'effet sur le mesurage.

## 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*

## 3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

## 4 Méthode A – Extraction de l'eau au méthanol anhydre

### 4.1 Principe

Une prise d'essai est extraite par du méthanol anhydre et l'eau extraite est dosée par titrage en utilisant la méthode de Karl Fischer.

### 4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.



**4.2.1 Milieu de titrage**, méthanol anhydre dont la teneur en eau est inférieure à 0,1 % en fraction massique. D'autres solvants peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils possèdent des propriétés comparables.

**4.2.2 Réactif de Karl Fischer**, ayant un équivalent en eau d'environ 3 mg/ml à 5 mg/ml. Une fois le réactif préparé, vérifier son équivalent en eau comme spécifié dans l'ISO 760.

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

**4.3.1 Flacons en verre**, de 250 ml de capacité environ, fournis avec un bouchon adéquat pour éviter l'absorption ou la perte d'humidité.

**4.3.2 Fioles coniques de titrage**, de 150 ml de capacité environ, à col normal rodé et bouchon en verre rodé.

**4.3.3 Réfrigérants à reflux**, à col rodé, pouvant être adaptés sur les fioles (4.3.2) et sur les tubes (4.3.4).

**4.3.4 Tubes déshydratants à joints rodés**, contenant du chlorure de calcium ou tout autre agent déshydratant approprié.

**4.3.5 Système de chauffage**, adapté aux fioles coniques de titrage (4.3.2).

**4.3.6 Dessiccateur**, contenant un agent déshydratant approprié.

**4.3.7 Balance analytique**, avec une résolution de 0,2 mg.

**4.3.8 Appareil de Karl Fischer**, pour le dosage de l'eau conformément à l'ISO 760.

### 4.4 Préparation de l'échantillon pour essai

#### 4.4.1 Granulés ou poudre

Prendre un échantillon représentatif d'environ 100 g. Placer l'échantillon dans un flacon en verre (4.3.1) préalablement séché et fermer le flacon immédiatement au moyen d'un bouchon.

Il est souhaitable d'étuver le récipient au préalable, puis de le laisser refroidir au-dessus d'un agent déshydratant approprié.

#### 4.4.2 Articles finis

Découper l'échantillon au couteau ou à la scie en morceaux d'une taille convenable, c'est-à-dire de dimensions maximales 4 mm × 4 mm × 3 mm. Procéder rapidement pour réduire au minimum l'absorption d'humidité.

### 4.5 Mode opératoire

#### 4.5.1 Précautions

Étant donnée la faible quantité d'eau dosée, un soin particulier de tous les instants doit être apporté pour éviter la contamination de l'échantillon par l'eau du récipient d'échantillonnage, de l'atmosphère

ou des appareils de transfert. Les échantillons de résine hygroscopique doivent être protégés de l'atmosphère.

#### 4.5.2 Préparation des prises d'essai

Utiliser des prises d'essai contenant 10 mg à 20 mg d'eau en fonction de la teneur présumée en eau de l'échantillon.

En utilisant des appareils de titrage coulométrique Karl Fischer modernes, des prises d'essai contenant moins de 10 mg peuvent être utilisées si le niveau de précision des résultats peut être atteint.

#### 4.5.3 Dosage

Sécher avec soin l'appareillage.

Peser chaque prise d'essai à 1 mg près dans une fiole conique de titrage (4.3.2) avec un bouchon en verre rodé. À l'aide d'une pipette, ajouter 50 ml de méthanol anhydre (4.2.1) dans la fiole conique contenant la prise d'essai. Ajouter simultanément à l'aide d'une pipette 50 ml de méthanol anhydre dans une autre fiole conique pour un essai à blanc. Boucher les fioles. Conserver les fioles bouchées dans le dessiccateur (4.3.6) en attendant de continuer l'essai.

Déboucher les fioles et les raccorder rapidement aux réfrigérants à reflux (4.3.3) munis de tubes contenant du chlorure de calcium (4.3.4). Faire bouillir le contenu des fioles coniques avec reflux pendant 3 h, puis les laisser refroidir pendant 45 min jusqu'à la température ambiante. Déconnecter les fioles des réfrigérants, les reboucher rapidement et les replacer dans le dessiccateur.

Utiliser l'appareil de Karl Fischer (4.3.8) pour titrer le contenu de chaque fiole à l'aide du réactif de Karl Fischer (4.2.2).

NOTE D'autres méthodes de préparation des échantillons et de titrage sont décrites dans l'Annexe A.

#### 4.6 Expression des résultats

La teneur en eau,  $w$ , exprimée en pourcentage (fraction massique), pour chacun des deux dosages est donnée par la Formule (1):

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour le dosage;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de réactif de Karl Fischer utilisé pour l'essai à blanc;

$T$  est l'équivalent en eau du réactif de Karl Fischer, exprimé en grammes d'eau par millilitre de réactif;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

NOTE Sur certains équipements,  $V_2$  peut ne pas être donné individuellement, mais uniquement utilisé pour le calcul interne de  $V_1 - V_2$ . Dans ce cas, le numérateur de la Formule (1) se simplifie et devient  $V \times T$ .

Formatted: Font: 10 pt, Not Italic, French (France)

#### 4.7 Fidélité

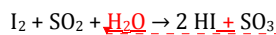
La fidélité de cette méthode d'essai n'est pas connue car aucune donnée interlaboratoires n'est disponible. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

Afin de pouvoir comparer les données entre deux laboratoires, il est essentiel d'accorder une attention particulière à l'emballage et à la manipulation des échantillons.

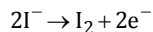
### 5 Méthode B1 – Vaporisation de l'eau dans un four tubulaire

#### 5.1 Principe

Une prise d'essai est pesée puis placée dans un four. L'eau contenue dans la prise d'essai est transformée en vapeur, qui est transférée à l'aide d'un gaz vecteur d'azote sec dans la cuve de titrage. L'eau est alors dosée au moyen de la méthode coulométrique de Karl Fischer. Cette méthode est fondée sur la réduction de l'iode par le dioxyde de soufre en présence d'eau pour former du trioxyde de soufre et de l'acide iodhydrique comme suit:

Deleted: H<sub>2</sub>O

À la différence de la méthode de Karl Fischer classique où les réactifs contiennent de l'iode, la technique coulométrique génère l'iode de façon électrolytique à partir de l'ion iodure:



avec un flux électrique de 10,71 C correspondant à 1 mg d'eau selon la loi de Faraday.

#### 5.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**5.2.1 Solution anodique**, contenant des ions iodure pour former de l'iode dans le mélange réactif, préparée selon les instructions du fabricant de l'équipement.

**5.2.2 Solution cathodique**, contenant un sel approprié dans du méthanol (ou un autre solvant organique approprié), préparée selon les instructions du fabricant de l'équipement.

**5.2.3 Réactif simple anode universel**, contenant des ions iodure pour former de l'iode dans le mélange réactif, préparé selon les instructions du fabricant de l'équipement, à utiliser lorsqu'une cuve de titrage sans membrane est utilisée.

**NOTE** Un réactif coulométrique simple anode universel est utilisé dans les cuves de titrage sans membrane. Les cuves de titrage comportant une membrane nécessitent d'utiliser des solutions anodique et cathodique distinctes.

**5.2.4 Solution de neutralisation**, constituée environ de 4 mg/ml d'eau dans du carbonate de propylène, de l'éther monométhyle glycol 2-méthoxy-éthanol ou du méthylcellosolve.

**5.2.5 Azote gazeux (N<sub>2</sub>)**, contenant moins de 5 µg/g d'eau.

### 5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

**5.3.1 Appareil coulométrique de Karl Fischer**, se composant d'une unité de commande et d'un ensemble de titrage constitué d'une cuve génératrice avec ou sans membrane, d'une électrode double en platine et d'un agitateur magnétique (voir Figure 1).

Cet appareil est conçu pour générer par voie coulométrique l'iode qui va réagir stœchiométriquement avec l'eau présente dans la cuve. Les coulombs de flux électrique nécessaires pour générer le réactif sont convertis en microgrammes d'eau, la lecture se faisant directement sur un cadran numérique.

NOTE Une cuve sans membrane est suffisamment précise pour de nombreuses applications. Cependant, vérifier auprès du fournisseur de l'équipement si l'application considérée nécessite une membrane. Une cuve équipée d'une membrane est recommandée si la meilleure précision possible est requise.

**5.3.2 Évaporateur d'eau**, se composant d'un four capable de chauffer l'échantillon à au moins 300 °C, d'un tube chauffé (voir Figure 2), d'un thermostat, d'un débitmètre pour mesurer le débit de gaz vecteur et de tubes déshydratants pour le gaz vecteur contenant l'agent déshydratant.

**5.3.3 Microseringue**, ayant une capacité de 10 µl, étalonnée.

**5.3.4 Nacelle.**

Une feuille d'aluminium peut être utilisée pour façonner une nacelle jetable, de taille suffisamment grande pour contenir l'échantillon et suffisamment petite pour être logée dans le tube chauffé.

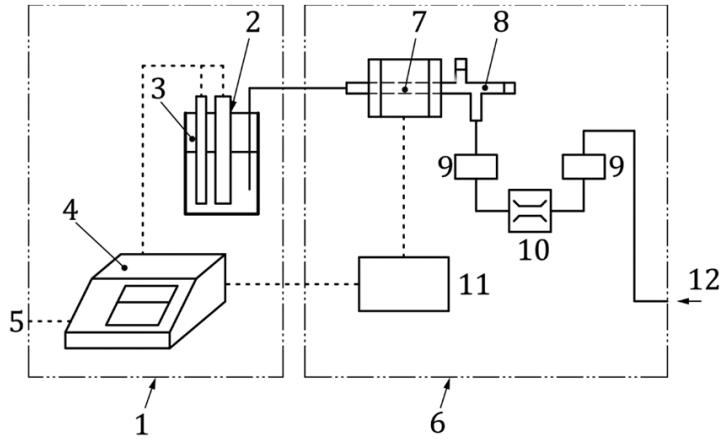
**5.3.5 Agent déshydratant approprié**, destiné aux tubes déshydratants pour le gaz vecteur (5.3.2).

**5.3.6 Tamis moléculaire**, ayant un diamètre de pores de 0,3 nm, agent déshydratant pour le gaz vecteur.

**5.3.7 Manchons en PTFE**, à utiliser pour préserver l'étanchéité à l'air des joints en verre rodé du système.

Il est également possible d'utiliser de la graisse contenant peu d'eau, voire pas du tout, et faiblement absorbante vis-à-vis de l'eau.

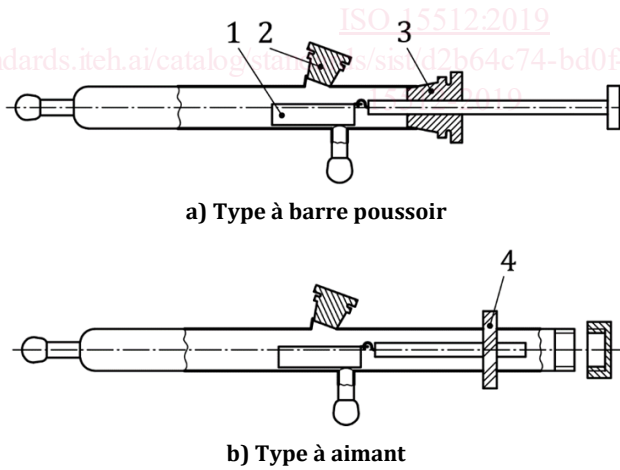
-



**Légende**

- |   |  |    |   |
|---|--|----|---|
| 1 | appareil coulométrique de Karl Fischer | 7  | four  |
| 2 | sortie de gaz                          | 8  | tube chauffé  |
| 3 | cuve de titrage                        | 9  | tubes déshydratants (remplis d'agent déshydratant, par exemple de P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) |
| 4 | unité de commande du titrage           | 10 | débitmètre  |
| 5 | alimentation électrique                | 11 | thermostat  |
| 6 | évaporateur d'eau                      | 12 | gaz N <sub>2</sub>  |

**Figure 1 — Schéma de montage du système utilisé pour le dosage de l'eau par la méthode B1**



**Légende**

- |   |                         |   |                      |
|---|-------------------------|---|----------------------|
| 1 | nacelle                 | 3 | entrée de la nacelle |
| 2 | entrée de l'échantillon | 4 | aimant               |

**Figure 2 — Tubes chauffés**

Formatted: Adjust space between Latin and Asian text, Adjust space between Asian text and numbers