

---

Norme internationale



4263

---

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

---

**Produits pétroliers — Huiles minérales inhibées —  
Détermination des caractéristiques d'oxydation**

*Petroleum products — Inhibited mineral oils — Determination of oxidation characteristics*

Première édition — 1986-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4263:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a3e57a1-deb6-4706-bdb3-9163a2ce219e/iso-4263-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a3e57a1-deb6-4706-bdb3-9163a2ce219e/iso-4263-1986>



---

CDU 665.765 : 621.165 : 543.872

Réf. n° : ISO 4263-1986 (F)

**Descripteurs :** produit pétrolier, huile, essai, détermination, oxydation, matériel d'essai.

## 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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4263 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

[ISO 4263:1986](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Produits pétroliers — Huiles minérales inhibées — Détermination des caractéristiques d'oxydation

## 1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale spécifie une méthode d'évaluation de la stabilité à l'oxydation des huiles inhibées pour turbines à vapeur, en présence d'oxygène, d'eau, de cuivre métallique et de fer à une température élevée. La méthode est également utilisée pour l'essai d'autres huiles, telles que les huiles hydrauliques et les huiles pour circulation, ayant une densité relative inférieure à celle de l'eau et contenant de la rouille et des inhibiteurs d'oxydation.

1.2 La présente méthode est largement utilisée pour la détermination et le contrôle des spécifications et est reconnue comme méthode d'évaluation de la stabilité à l'oxydation des lubrifiants, en particulier de ceux qui sont sujets à la contamination par l'eau. Il est à noter, cependant, que la corrélation entre les résultats de cette méthode et la stabilité à l'oxydation d'un lubrifiant en service peut varier considérablement en fonction des conditions en service auxquelles est soumis le lubrifiant et d'un lubrifiant à un autre.

1.3 Au cours de l'essai d'un lubrifiant, effectué selon la présente méthode, d'autres signes de détérioration, tels que la formation de boue ou la corrosion du serpentin du catalyseur, peuvent se produire alors qu'ils n'apparaissent pas dans les résultats de l'essai. L'utilisation d'autres critères pour l'évaluation des lubrifiants selon la présente méthode d'essai est à l'étude.

## 2 Références

ISO 1553, *Cuivres non alliés à teneur en cuivre supérieure ou égale à 99,90 % — Dosage du cuivre — Méthode électrolytique.*

ISO 3170, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Échantillonnage manuel.*

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

## 3 Principe

Une prise d'essai est soumise à une oxydation accélérée par un courant d'oxygène à 95 °C en présence d'eau et de catalyseurs: fer et cuivre. L'essai se poursuit jusqu'à ce que l'indice d'acide total de l'huile soit égal ou supérieur à 2,0 mgKOH/g. Le temps nécessaire pour que l'huile atteigne les 2,0 mgKOH/g constitue la « période d'oxydation ».

## 4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 **Acétone**, de qualité 99,5 %, conforme aux spécifications données dans l'annexe A.

4.2 **Fils des catalyseurs.**

4.2.1 **Fil d'acier**, à basse teneur en métalloïdes, de 1,59 mm de diamètre, légèrement recuit et exempt de rouille dont la composition est donnée dans l'annexe B. D'autres fils de qualité équivalente peuvent être utilisés pourvu que les résultats d'essais comparatifs obtenus en utilisant la présente méthode soient satisfaisants.

4.2.2 **Fil de cuivre électrolytique**, de pureté 99,9 % (déterminée suivant l'ISO 1553) et de 1,63 mm de diamètre. On peut également utiliser un fil de cuivre doux de qualité équivalente.

4.3 **Détergent**, soluble dans l'eau.

4.4 *n*-**Heptane**, pour essai de la valeur indétonante, conforme aux spécifications données dans l'annexe C.

4.5 **Acide chlorhydrique**, dilué 1 + 3

Ajouter avec soin 1 volume d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20} = 1,19$  g/ml) à 3 volumes d'eau.

4.6 **Propanol-2 (Alcool isopropylique)**, conforme aux spécifications données dans l'annexe D.

4.7 **Oxygène**, de pureté minimale 99,5 %, avec un dispositif de régulation de pression assurant un débit constant de gaz à travers l'appareillage. L'emploi d'un régulateur à deux étages installé sur une bouteille d'oxygène comprimé est recommandé.

4.8 **Trichloro-1,1,1 éthane.**

4.9 **Acide chromique**, ou autre solution de nettoyage appropriée.

## 5 Appareillage

**5.1 Cellule d'oxydation**, composée d'un tube à essais, d'un réfrigérant et d'un tube d'arrivée d'oxygène, le tout en verre borosilicaté comme indiqué sur la figure 1. Le tube à essais doit comporter un trait repère indiquant un volume de  $300 \pm 1$  ml à  $20$  °C, lorsque le tube d'arrivée d'oxygène n'est pas installé.

**5.2 Bain chauffant**, capable de maintenir la prise d'essai dans la cellule d'oxydation à une température de  $95 \pm 0,2$  °C, équipé d'un dispositif d'agitation approprié pour assurer une température uniforme dans le bain, et suffisamment grand pour contenir le nombre voulu de cellules d'oxydation immergées dans le bain thermostatique à une profondeur de  $390 \pm 10$  mm et dans le liquide lui-même à une profondeur de  $355 \pm 10$  mm.

**5.3 Débitmètre**, permettant de mesurer un débit d'au moins 3 l/h et avec une précision de  $\pm 0,1$  l/h.

**5.4 Thermomètre pour le bain chauffant**, conforme aux principales spécifications données dans l'annexe E.

**5.5 Thermomètre pour la cellule d'oxydation**, intervalle de  $80$  à  $100$  °C, gradué tous les  $0,1$  °C, de  $250$  mm de longueur totale, de  $6,0$  à  $7,0$  mm de diamètre de tige et étalonné pour une immersion de  $76$  mm.

NOTE — Un thermomètre STL/0,1/80/105 ISO 653 convient.

**5.6 Support de thermomètre**, en acier inoxydable, pour maintenir le thermomètre de la cellule d'oxydation, ayant les dimensions indiquées sur la figure 2. Le thermomètre est maintenu dans le support à l'aide de deux anneaux en élastomère fluoré d'environ  $5$  mm de diamètre intérieur. En alternative, on peut utiliser un fil fin en acier inoxydable.

**5.7 Mandrin de bobinage des fils**, comme représenté à la figure 3.

NOTE — Tout autre moyen permettant d'obtenir un bobinage tel que décrit en 6.2 convient.

**5.8 Toile abrasive**, carborundum, sur support de toile, taille des particules 100. La taille 100 correspond à des grains passant au tamis de  $180 \mu\text{m}$  d'ouverture de maille et retenus sur tamis de  $150 \mu\text{m}$  d'ouverture de maille.

**5.9 Seringues**, en verre, munies éventuellement de raccords à verrouillage type Luer-Lok, de capacités 10 et 50 ml pour, respectivement, l'échantillonnage et les ajouts d'eau.

**5.10 Tube seringue d'échantillonnage**, en acier inoxydable, de  $2,11$  mm de diamètre extérieur, de  $1,60$  mm de diamètre intérieur et de  $610 \pm 2$  mm de longueur, dont l'une des extrémités est recourbée en formant un angle de  $90^\circ$  et l'autre fixée au raccord femelle facultatif du type Luer-Lok. Le raccord facultatif est de préférence en élastomère tel que du poly(fluorochlorure de vinyle), de manière à assurer un joint parfaitement étanche avec la seringue.

**5.11 Bouchon**<sup>1)</sup>, en poly(tétrafluoréthylène) ou poly(fluorochlorure de vinyle), utilisé pour fixer le raccord facultatif au tube seringue.

**5.12 Support de tube d'échantillonnage**, en résine méthacrylate de méthyle, dont les dimensions sont indiquées sur la figure 4.

**5.13 Entretoise**, pour maintenir l'extrémité du tube d'échantillonnage au-dessus de son support, constitué d'un morceau de tube en plastique: poly(chlorure de vinyle), polyéthylène, polypropylène ou poly(tétrafluoréthylène), d'environ  $3$  mm de diamètre intérieur et de  $51 \pm 1$  mm de longueur.

**5.14 Tube flexible**, en poly(chlorure de vinyle), d'environ  $6,4$  mm de diamètre intérieur et de  $2,4$  mm d'épaisseur de paroi, pour l'arrivée d'oxygène dans la cellule d'oxydation.

## 6 Préparation de l'appareillage

### 6.1 Nettoyage du catalyseur

Juste avant d'effectuer le bobinage d'un fil catalyseur, nettoyer  $3,00 \pm 0,01$  m de fil d'acier (4.2.1) et une longueur égale de fil de cuivre (4.2.2) à l'aide de tampons d'ouate imprégnés de *n*-heptane (4.4), puis frotter avec un papier abrasif (5.8) jusqu'à découvrir une surface fraîche de métal. Essuyer alors avec un tampon d'ouate sec jusqu'à ce que toutes les particules de métal arrachées et d'abrasif soient enlevées. Dans les opérations qui suivent, manipuler les fils avec des tampons d'ouate secs, des gants de caoutchouc ou de plastique afin d'éviter tout contact avec la peau.

### 6.2 Préparation des fils

Après qu'ils aient été nettoyés, tordre ensemble les fils d'acier et de cuivre par une de leurs extrémités en faisant trois tours et les enrouler simultanément et côte à côte sur le mandrin fileté (5.7) ou autre dispositif équivalent. Si on utilise le mandrin décrit, enrouler le fil d'acier (4.2.1) sur le filetage le plus profond de  $15$  mm de diamètre, et le fil de cuivre sur le filetage de  $16$  mm de diamètre. Un diamètre plus petit est réservé au fil d'acier pour permettre, après le phénomène de « retrait » d'obtenir un bobinage d'un diamètre uniforme de  $16$  mm. L'utilisation de fil d'acier recuit très doux peut permettre de procéder à l'enroulement sur un filetage de même diamètre. Après avoir retiré le bobinage du mandrin, tordre les extrémités libres des fils d'acier et de cuivre ensemble en faisant trois tours et plier les extrémités tordues afin de leur donner la forme d'une spirale.

Les dimensions du bobinage une fois terminé doivent être

- longueur totale:  $225 \pm 5$  mm
- diamètre intérieur:  $162 \pm 0,3$  mm
- espace entre chaque spire:  $4,1 \pm 0,1$  mm

1) On peut se procurer des bouchons de ce type auprès des fournisseurs de cellules pour spectromètre à infrarouge.

Les espaces entre chaque spire doivent être égaux. Si nécessaire, le bobinage peut être étiré afin de lui donner la longueur voulue.

Avant le stockage, rincer le bobinage avec un solvant volatil (*n*-heptane) et le sécher à l'air.

### 6.3 Stockage du catalyseur

Le bobinage peut être stocké, avant utilisation, dans une atmosphère inerte et sèche. Un mode de stockage des fils fait l'objet de l'annexe F. Avant de procéder au stockage, il faudra s'assurer de l'absence de tout produit corrosif ou pouvant contaminer. Pour un stockage d'une nuit (moins de 24 h), le bobinage peut être conservé en atmosphère de *n*-heptane.

NOTE — Le *n*-heptane utilisé pour le stockage des fils doit être exempt de toute trace d'eau et de matières corrosives. Du *n*-heptane, redistillé selon 5.4 et stocké dans une bouteille hermétiquement étanche, satisfait aux exigences.

### 6.4 Nettoyage de la verrerie neuve

Nettoyer les tubes d'arrivée d'oxygène, les réfrigérants et les tubes à essais avec une solution détergente chaude, puis rincer soigneusement avec de l'eau du robinet. Nettoyer l'intérieur des tubes à essais, l'extérieur des réfrigérants et les deux parois internes et externes des tubes d'arrivée d'oxygène avec la solution de nettoyage (4.9). Rincer soigneusement à l'eau du robinet jusqu'à ce que toute trace de solution de nettoyage ait disparu. Rincer tout à l'eau du robinet et laisser sécher à la température ambiante ou dans une étuve. Le dernier rinçage à l'eau peut être suivi d'un rinçage à l'alcool isopropylique (4.6) ou d'un rinçage à l'acétone (4.1) pour accélérer le séchage à la température ambiante.

### 6.5 Nettoyage de la verrerie ayant déjà servi

Immédiatement après la fin d'un essai, retirer l'huile du tube à essais. Rincer l'ensemble de la verrerie avec un solvant hydrocarboné jusqu'à ce que toute trace d'huile ait disparu, laver au goupillon avec une solution détergente chaude et rincer soigneusement à l'eau du robinet. Si des dépôts adhèrent toujours à la verrerie, une bonne méthode de nettoyage consiste à remplir les tubes à essais avec une solution détergente, les raccorder aux tubes d'arrivée d'oxygène et aux réfrigérants, et les mettre dans le bain (5.2) à la température d'essai. Un trempage de plusieurs heures dans ces conditions permet d'éliminer tous les dépôts à l'exception de ceux d'oxyde de fer. Un rinçage suivant avec la solution d'acide chlorhydrique (4.5) chaude permettra alors d'éliminer l'oxyde de fer. Après que tous les dépôts auront été éliminés, rincer la verrerie avec la solution de nettoyage (4.9). Rincer soigneusement à l'eau du robinet jusqu'à ce que toute trace de solution de nettoyage ait disparu. Rincer tout à l'eau du robinet et laisser sécher à la température ambiante ou dans une étuve. Le dernier rinçage à l'eau peut être suivi d'un rinçage à l'alcool isopropylique (4.6) ou d'un rinçage à l'acétone (4.1) pour accélérer le séchage à la température ambiante. Déposer la verrerie en atmosphère sèche et exempte de poussière jusqu'à ce qu'elle soit utilisée.

### 6.6 Nettoyage du tube seringue d'échantillonnage ayant servi

Immédiatement après la fin de l'essai, retirer l'huile du tube seringue d'échantillonnage. Le rincer avec un solvant hydrocarboné afin d'enlever toute trace d'huile. Rincer ensuite avec la solution de trichloro-1,1,1 éthane (4.8) afin d'enlever tout résidu de type organique. Rincer avec le solvant hydrocarboné, c'est-à-dire du *n*-heptane et sécher en courant d'air ou d'azote.

## 7 Échantillonnage

Les échantillons pourront être prélevés à partir de grands réservoirs de stockage, de bidons, de petits réservoirs ou même à partir des appareils servant à la manipulation. Utiliser les appareillages et les techniques appropriées décrits dans l'ISO 3170.

## 8 Mode opératoire

**8.1** Régler le bain chauffant (5.2) à une température suffisamment élevée pour maintenir l'huile dans la cellule d'oxydation (5.1) à la température requise de  $95 \pm 0,2$  °C.

**8.2** Verser une quantité suffisante d'échantillon pour laboratoire (chapitre 7) dans la cellule d'oxydation pour atteindre le trait repère. Glisser les enroulements de catalyseur (4.2) sur le tube d'arrivée d'oxygène. Si les fils sont enroulés irrégulièrement à l'une des extrémités du bobinage, le placer de manière à ce que cette extrémité se trouve vers le bas. Placer le tube d'arrivée d'oxygène et l'enroulement dans le tube à essais. Placer le réfrigérant sur le tube d'arrivée d'oxygène et le tube à essais. Placer le support de tube d'échantillonnage (5.12) au-dessus du tube d'arrivée d'oxygène. Glisser le tube seringue d'échantillonnage (5.10) à l'intérieur de l'entretoise (5.13) et dans son support, comme indiqué sur la figure 5. Placer le fond du tube seringue d'échantillonnage à l'intérieur du bobinage. Fermer par le bouchon (5.11) l'extrémité du tube seringue d'échantillonnage à raccorder. Immerger le tube à essais dans le bain chauffant. Régler le niveau de liquide du bain chauffant de façon que le tube soit immergé sur une profondeur de  $355 \pm 10$  mm. Raccorder le réfrigérant au circuit d'eau de refroidissement. La température de sortie de l'eau ne doit pas dépasser 32 °C pendant toute la durée de l'essai.

NOTE — À la place du dispositif prévu ci-dessus, on peut maintenir en place le tube seringue d'échantillonnage en le fixant au tube d'arrivée d'oxygène à l'aide d'un ruban adhésif approprié. Le tube seringue d'échantillonnage est fixé au tube d'arrivée d'oxygène à environ 25 mm au-dessus du sommet du réfrigérant. La partie inférieure du tube seringue d'échantillonnage est située à  $150 \pm 5$  mm de l'extrémité inférieure recourbée du tube d'arrivée d'oxygène.

**8.3** Relier le tube d'arrivée d'oxygène à la source d'oxygène (4.7) (voir l'avertissement) en passant par le débitmètre à l'aide d'un tube flexible neuf en poly(chlorure de vinyle) (5.14) d'une longueur maximale de 600 mm. Avant utilisation, rincer l'intérieur de ce tube neuf avec un solvant volatil (*n*-heptane) et sécher dans un courant d'air. Régler le débit à  $3 \pm 0,1$  l/h et laisser circuler pendant 30 min; ajouter ensuite 60 ml d'eau dans

la cellule d'oxydation. Ajouter l'eau en relevant le réfrigérant. Maintenir le débit d'oxygène à  $3 \pm 0,1$  l/h en procédant à des contrôles périodiques.

**AVERTISSEMENT** — Puisque l'oxygène accélère vivement la combustion, il est essentiel de faire très attention lors des manipulations.

**8.4** Afin de maintenir la température du mélange huile/eau (température de la prise d'essai) à  $95 \pm 0,2$  °C pendant le temps d'alimentation en oxygène, il est nécessaire de maintenir la température du bain chauffant à un degré légèrement plus élevé afin de décaler l'effet de refroidissement dû au débit du gaz. La température désirée est fonction du produit du bain chauffant, de sa capacité, de la vitesse de circulation du produit du bain et du nombre de cellules présentes dans le bain.

Pour déterminer la température requise, constituer le bain avec le nombre de cellules que l'on prévoit d'utiliser et, éventuellement, une cellule témoin réservée au mesurage de la température de la prise d'essai. Mesurer la température de la prise d'essai, de préférence dans la cellule témoin, pendant le passage de l'oxygène. Mesurer cette température à l'aide du thermomètre (5.5) maintenu dans la cellule par son support (5.6). Si la température a été relevée sur une prise d'essai et non sur une prise témoin, retirer le thermomètre aussitôt après que la température s'est stabilisée à  $95 \pm 0,2$  °C. Dans le cas d'un bain pouvant recevoir plusieurs cellules, vérifier ainsi la température en plusieurs endroits. Maintenir la température du bain à un degré tel qu'une température de  $95 \pm 0,2$  °C soit maintenue pendant toute la durée de l'essai.

NOTE — Compte tenu des dispositions indiquées sur la figure 6, le point d'immersion 76 mm du thermomètre correspond à la surface de l'huile, soustraire 0,10 °C de la température relevée sur le thermomètre pour connaître la température vraie de l'essai.

**8.5** Ajouter, si nécessaire, de l'eau distillée dans la cellule d'oxydation au moins toutes les 2 semaines pendant l'essai pour maintenir le niveau d'eau au niveau de l'épaulement du tube d'arrivée d'oxygène. Ajouter l'eau à l'aide du tube seringue d'échantillonnage et de la seringue de 50 ml de capacité.

NOTE — Dans certains cas, il se peut que le niveau d'eau ne puisse être observé en raison des dépôts ou de la formation d'émulsions. Repérer par un moyen approprié le niveau supérieur de l'huile dans le tube à essais rempli et maintenir ce niveau par des ajouts périodiques d'eau afin de conserver dans la cellule la quantité d'eau voulue. Le niveau à respecter pour les ajouts d'eau peut, si on le souhaite, être indiqué par un ruban métallique mobile (figure 7) fixé à l'extérieur de la cellule à l'aide par exemple d'un collier et d'un dévidoir. Pour utiliser cet indicateur, fixer la partie inférieure du ruban à l'endroit du niveau supérieur de l'huile au moment où démarre l'essai. Au fur et à mesure que se déroule l'essai et que l'eau s'évapore, provoquant une baisse du niveau de l'huile, ajouter suffisamment d'eau, en particulier juste avant le prélèvement des prises d'essai, afin de ramener le niveau d'huile au niveau indiqué par la bande repère. Après chaque prélèvement de prise d'essai, placer le repère à l'endroit du nouveau niveau de l'huile avant de poursuivre l'essai.

**8.6** Après 500 h d'essai et par la suite toutes les 168 h (chaque semaine), soutirer 3 ml d'huile de la cellule d'oxydation. Cela peut être effectué de la manière suivante : sans interrompre l'arrivée d'oxygène et sans changer la position du tube seringue d'échantillonnage, retirer le bouchon obturant le tube. Lui adapter une seringue de 10 ml, retirer environ 3 ml de produit soumis à l'essai par deux fois pour déplacer le fluide dans le tube. Ensuite, prélever 6 ml d'huile soumise à l'essai, dans la seringue, suspendre le réservoir de la seringue verticalement pendant 15 à 20 s pour laisser l'eau se déposer au fond du réservoir, et ajuster la quantité d'échantillon à 3 ml, tandis que la seringue est toujours en position verticale. Cette méthode permet une élimination maximale de l'eau et de reverser l'excédent d'huile dans la cellule. Reboucher le tube seringue d'échantillonnage. Transvaser les 3 ml d'échantillon dans une fiole pour détermination de l'indice d'acide. Agiter soigneusement l'échantillon pour essai avant de prélever une prise d'essai de la fiole de titrage.<sup>1)</sup>

NOTE — Par cette méthode, les résultats d'essai varient de façon importante en fonction du mode d'échantillonnage. Il est important de se conformer strictement au mode opératoire et au processus d'échantillonnage en vue de la détermination de l'indice d'acide total. Une exception est à noter dans le cas des huiles ayant une durée de vie inférieure à 500 h, l'échantillonnage peut alors être effectué au gré de l'opérateur.

**8.7** Arrêter l'essai quand on atteint un indice d'acide total de 2,0 mgKOH/g ou plus.

NOTE — La valeur 2,0 mgKOH/g est prise comme valeur limite dans le cas d'essai par cette méthode sur des huiles inhibées pour turbines à vapeur. Si une oxydation rapide se développe pour ces huiles, on trouvera fréquemment des valeurs bien supérieures à 2,0. Dans ce cas, l'oxydation sévère de l'huile, indiquée par un indice d'acide total élevé, est généralement confirmée par d'autres signes de dégradation, tels qu'une odeur désagréable, une formation de dépôts, une corrosion du bobinage, un noircissement important de l'huile et une émulsification du mélange huile/eau. Si ces signes surviennent avant le moment prévu pour effectuer le prélèvement et déterminer l'indice d'acide total, on peut prélever une prise d'essai et arrêter l'essai si l'indice d'acide total est au moins égal à 2,0 mgKOH/g.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Calcul

Calculer le temps  $t$ , en heures, nécessaire pour atteindre un indice d'acide total de 2,0 mgKOH/g (durée d'oxydation), à l'aide de l'équation

$$t = t_1 + \left[ \frac{2,0 - IA_1}{IA_2 - IA_1} \times (t_2 - t_1) \right]$$

où

$t_1$  est le nombre d'heures d'essai noté la dernière fois où l'indice d'acide total mesuré était inférieur à 2,0;

1) La fidélité de la présente Norme internationale a été déterminée en utilisant la méthode ANSI/ASTM D 3339 (*Indice d'acide total des produits pétroliers par la méthode de titrage par couleur semi-micro*), choisie préférentiellement. D'autres méthodes, par exemple ANSI/ASTM D 974 — IP 139, ANSI/ASTM D 664 — IP 177 ou autres normes nationales semblables peuvent être utilisées, mais la fidélité de la présente Norme internationale n'est pas connue si on a utilisé l'une de ces autres méthodes de détermination de l'indice d'acide.

$t_2$  est le nombre d'heures d'essai au moment où l'indice d'acide total mesuré a dépassé 2,0;

$IA_1$  est l'indice d'acide total au bout de  $t_1$  h;

$IA_2$  est l'indice d'acide total au bout de  $t_2$  h.

## 9.2 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue à partir de l'examen statistique des résultats d'essais interlaboratoires dans un intervalle compris entre 700 et 3 900 h, est la suivante :

### 9.2.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur, avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt :

$$0,192 \bar{x},$$

où  $\bar{x}$  est la valeur moyenne.

### 9.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne doit, au cours d'une

longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt :

$$0,332 \bar{x},$$

où  $\bar{x}$  est la valeur moyenne.

NOTE — Reproductibilité obtenue à partir d'essais effectués en double. Si deux essais consécutifs sont effectués par chaque opérateur d'après 9.2.2, la différence entre deux moyennes de deux séries de résultats d'essais ne doit pas dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt :

$$0,302 \bar{\bar{x}},$$

où  $\bar{\bar{x}}$  est la valeur moyenne de la moyenne des résultats obtenus par les deux laboratoires.

## 10 Procès-verbal d'essai

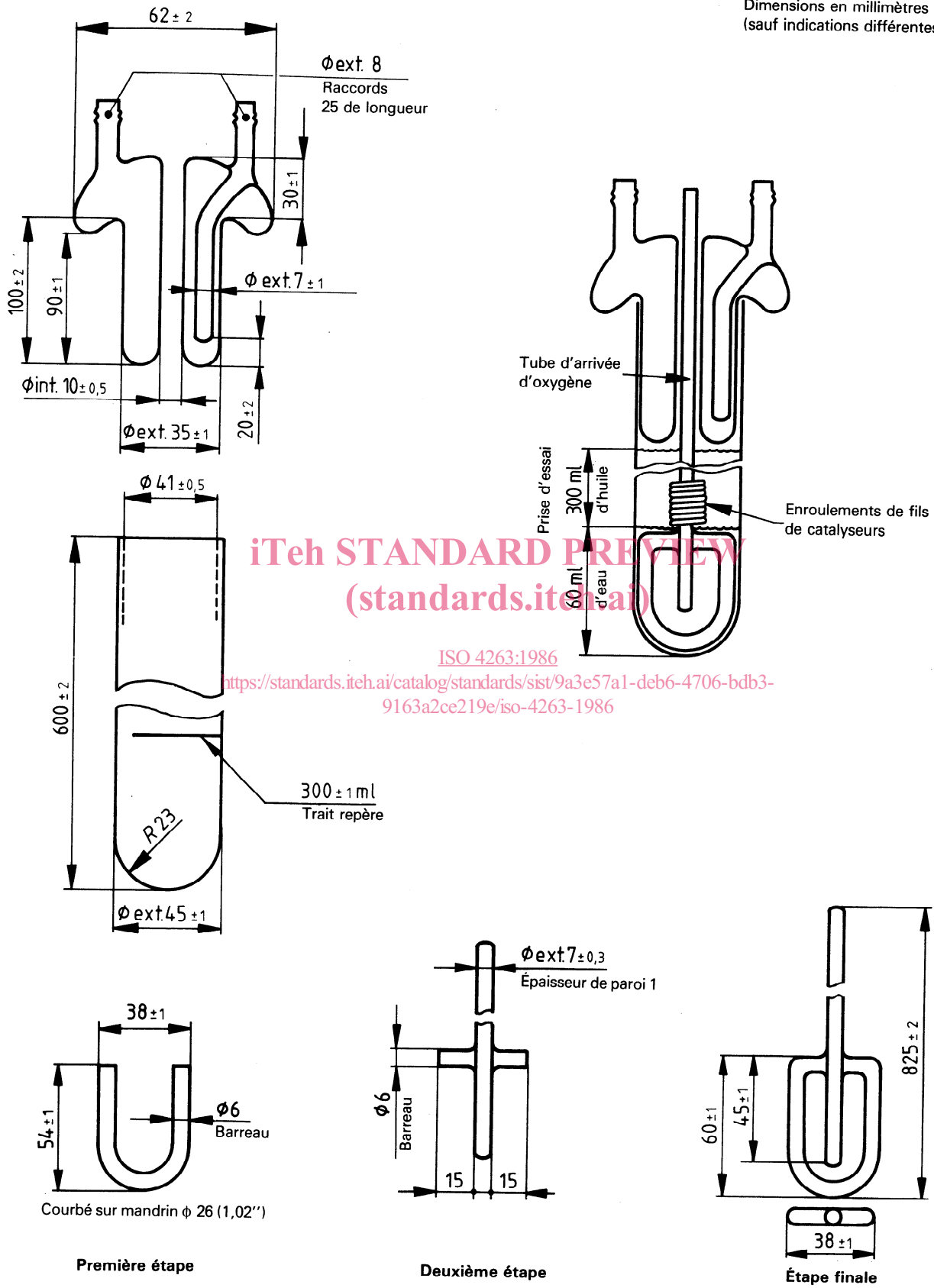
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) type et identification du produit essayé;
- b) référence à la présente Norme internationale ou à une norme nationale correspondante;
- c) résultat de l'essai (voir 9.1);
- d) toute modification, après accord ou autre disposition, du mode opératoire spécifié;
- e) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 4263:1986  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9a3e57a1-deb6-4706-bdb3-9163a2ce219e/iso-4263-1986>

Dimensions en millimètres  
(sauf indications différentes)



Toutes les extrémités de tubes ouvertes doivent être en verre rodé et polies au feu.

Figure 1 — Cellule d'oxydation



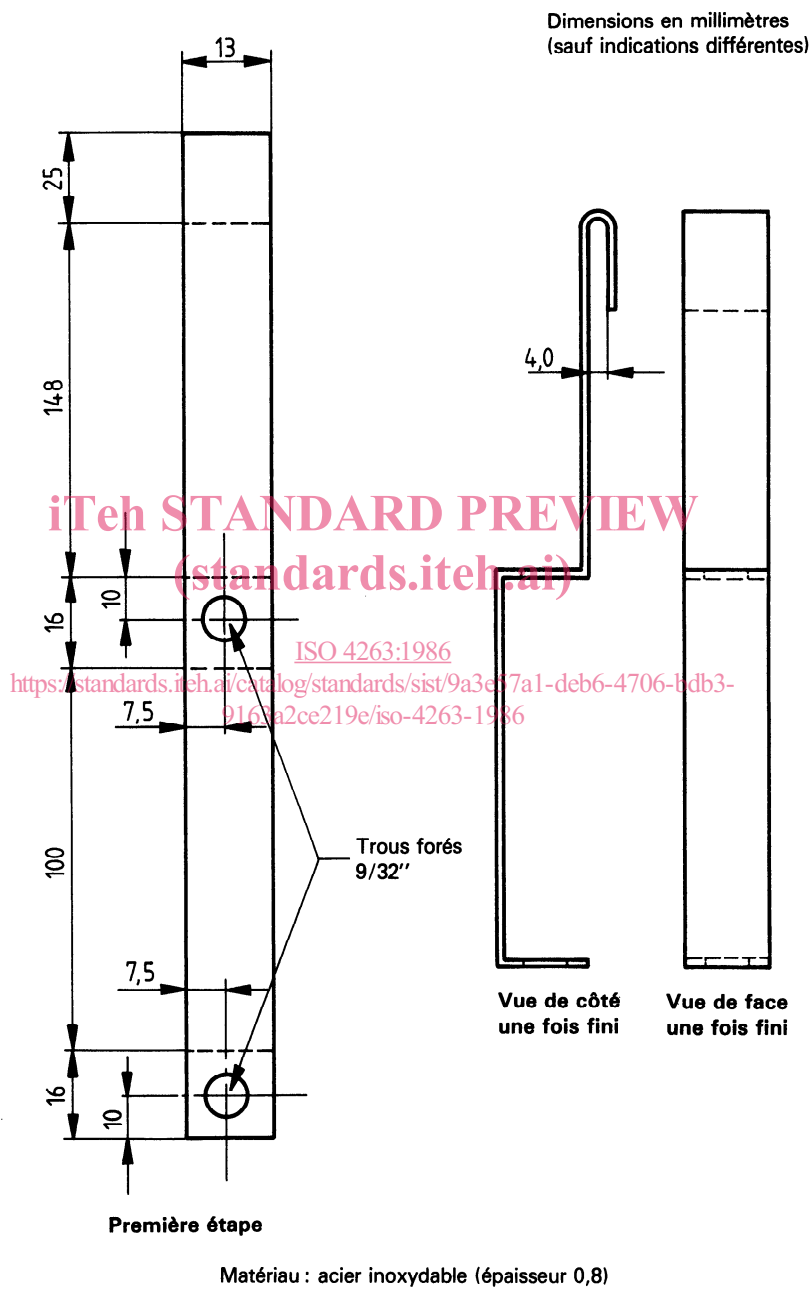


Figure 2 — Support de thermomètre

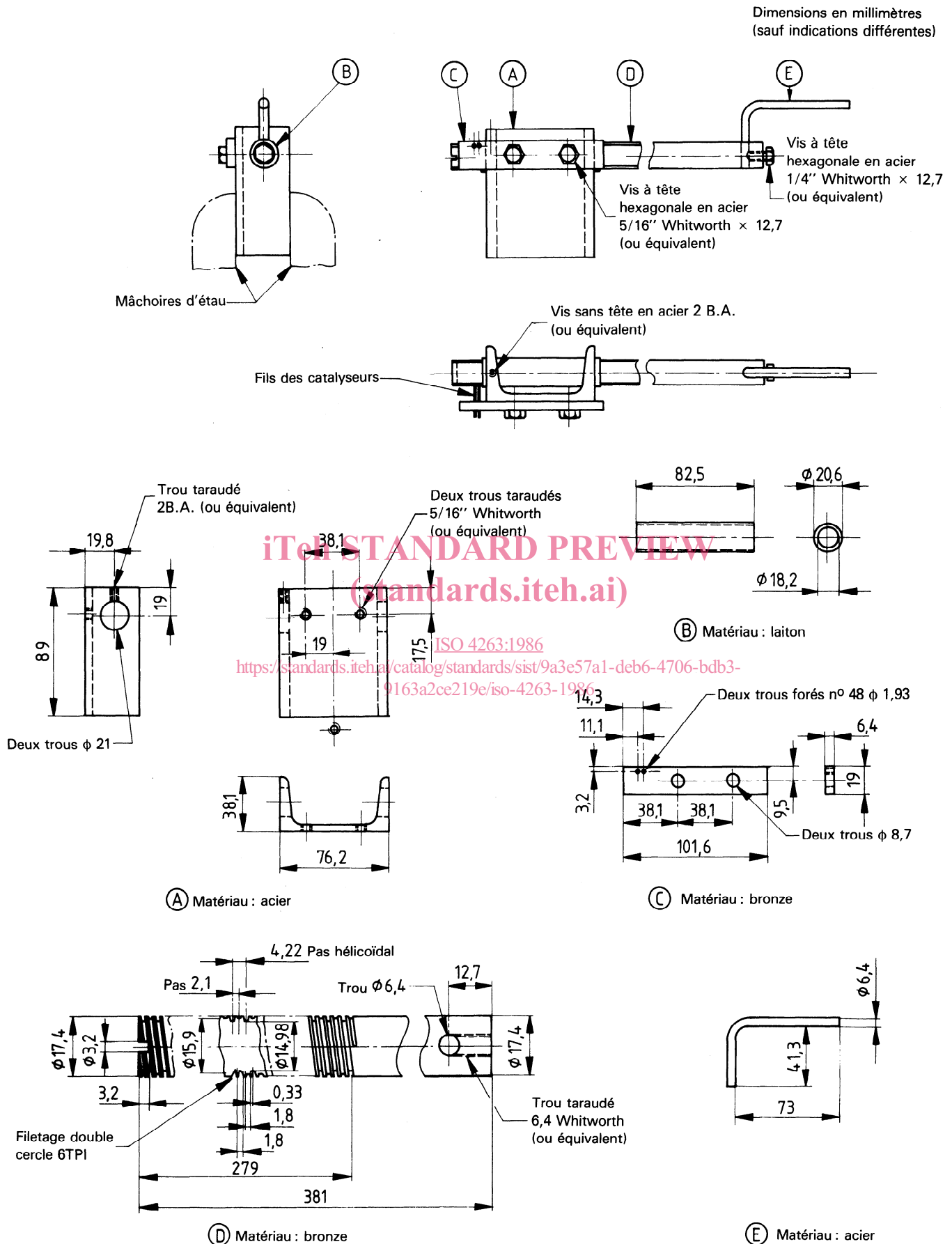
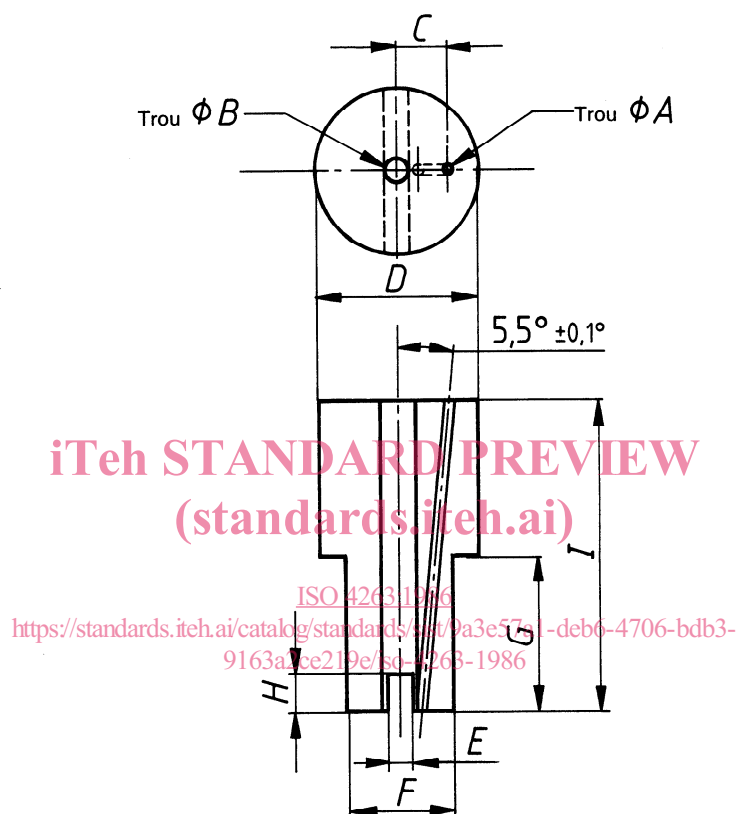


Figure 3 — Mandrin de bobinage des fils des catalyseurs



	Dimension mm	Tolérance mm
<i>A</i>	2,4	0,1
<i>B</i>	7,5	0,1
<i>C</i>	12,7	0,25
<i>D</i>	38,0	0,50
<i>E</i>	6,0	0,50
<i>F</i>	25,4	0,25
<i>G</i>	38,0	0,50
<i>H</i>	9,5	0,50
<i>I</i>	76,0	0,50

Figure 4 — Support de tube d'échantillonnage