

NORME INTERNATIONALE

ISO
6618

Première édition
1987-12-15



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

Produits pétroliers et lubrifiants — Indice de neutralisation — Méthode par titrage en présence d'indicateurs colorés

*Petroleum products and lubricants — Neutralization number — Colour-indicator titration
method*

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 normalement 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 6618 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

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 et lubrifiants — Indice de neutralisation — Méthode par titrage en présence d'indicateurs colorés

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale définit une méthode permettant de déterminer les constituants acides ou basiques se trouvant dans les produits pétroliers et lubrifiants, solubles dans des mélanges de toluène et d'alcool isopropylique. Elle s'applique à la détermination des acides ou des bases dont les constantes de dissociation dans l'eau sont supérieures à 10^{-9} , les acides ou bases très faibles, dont les constantes de dissociation sont inférieures à 10^{-9} , ne faussent pas la méthode. Les sels réagissent si leur constante d'hydrolyse est supérieure à 10^{-9} .

NOTES

1 Dans les huiles neuves et les huiles usagées, les constituants considérés comme ayant des caractéristiques acides comprennent les acides organiques et minéraux, les esters, les composés phénoliques, les lactones, les résines, les sels de métaux lourds et les agents d'addition, comme les inhibiteurs et les détergents. De même, les constituants considérés comme ayant des propriétés basiques comprennent des bases organiques et minérales, des composés aminés, des sels d'acides faibles (savons), des sels basiques de bases polyacides, des sels de métaux lourds et des agents d'addition, comme des inhibiteurs et des détergents.

2 Cette méthode ne convient pas à la mesure des constituants basiques de nombreuses huiles lubrifiantes possédant des additifs basiques. On peut dans ce but utiliser l'ISO 6619.

1.2 Cette méthode peut être utilisée pour indiquer les changements relatifs qui se produisent dans une huile en cours d'utilisation dans des conditions oxydantes. Bien que le titrage soit effectué dans des conditions d'équilibre bien définies, la méthode ne mesure pas une propriété acide ou basique absolue pouvant être utilisée pour prédire les performances d'une huile dans les conditions de service. On ne connaît aucune relation générale entre la corrosion des paliers et les indices d'acide ou de base.

NOTE — Les huiles, comme de nombreuses huiles de coupe, les huiles anti-rouille et les huiles composées analogues, ou encore les huiles extrêmement foncées et qui ne peuvent être analysées par cette méthode en raison de l'obscurité du point de virage de l'indicateur coloré, peuvent être analysées selon l'ISO 6619. Les indices d'acide ou de base obtenus par cette méthode aux indicateurs colorés peuvent être numériquement identiques à ceux obtenus par l'ISO 6619, comme ils peuvent être différents; mais ils ont cependant le même ordre de grandeur.

2 Référence

ISO 6619, *Produits pétroliers et lubrifiants — Indice de neutralisation — Méthode par titrage potentiométrique.*¹⁾

3 Définitions

3.1 indice d'acide : Quantité de base, exprimée en milligrammes de KOH par gramme, nécessaire pour titrer tous les constituants acides se trouvant dans 1 g d'échantillon quand le titrage est effectué dans des conditions prescrites.

3.2 indice d'acide fort : Quantité de base, exprimée en milligrammes de KOH par gramme, nécessaire pour titrer les constituants acides forts présents dans 1 g d'échantillon, quand le titrage a été effectué dans des conditions prescrites.

3.3 indice de base : Quantité d'acide, exprimée en milligrammes de KOH par gramme, nécessaire pour titrer les constituants à caractère basique fort, présents dans 1 g d'échantillon quand le titrage est effectué dans des conditions prescrites.

4 Principe

Pour déterminer l'indice d'acide ou l'indice de base, la prise d'essai est dissoute dans un mélange de toluène et d'alcool isopropylique contenant une petite quantité d'eau, et la solution monophasique obtenue est titrée à la température ambiante, avec respectivement une base alcoolique étalon ou une solution d'acide alcoolique, et ce jusqu'au point de virage indiqué par le changement de couleur de la solution de *p*-naphtolobenzéine ajoutée (orange dans l'acide et gris-brun dans la base). Pour déterminer l'indice d'acide fort, la prise d'essai est traitée par de l'eau chaude, et la phase aqueuse est titrée avec une solution d'hydroxyde de potassium, l'indicateur étant le méthylorange.

5 Réactifs

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

1) Actuellement au stade de projet.

5.1 Acide chlorhydrique, solution alcoolique titrée à 0,1 mol/l.

5.1.1 Préparation

Mélanger 9 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml) dans 1 000 ml d'alcool isopropylique anhydre (contenant moins de 0,9 % d'eau).

5.1.2 Étalonnage

Étalonner fréquemment la solution pour détecter des variations de normalité de 0,000 5 mol/l, de préférence par titrage électrométrique d'environ 8 ml (mesurés avec précision) de la solution alcoolique de KOH à 0,1 mol/l (5.4) diluée avec 125 ml d'une eau exempte de dioxyde de carbone.

5.2 Méthylorange, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,1 g de méthylorange dans 100 ml d'eau.

5.3 p-Naphtolbenzéine, solution d'indicateur satisfaisant aux spécifications données dans les annexes A et B.

5.4 Hydroxyde de potassium, solution alcoolique titrée à 0,1 mol/l.

5.4.1 Préparation

Ajouter 6 g de KOH solide à environ 1 000 ml d'alcool isopropylique anhydre (contenant moins de 0,9 % d'eau) dans une fiole conique de 2 litres. Porter doucement le mélange à ébullition pendant 10 à 15 min, en agitant pour empêcher la formation d'une croûte solide au fond du ballon.

Ajouter au moins 2 g d'hydroxyde de baryum $[Ba(OH)_2]$ et faire de nouveau bouillir doucement pendant 5 à 10 min.

Refroidir à la température ambiante, laisser reposer plusieurs heures et filtrer le liquide surnageant à travers un entonnoir de filtrage en porcelaine ou en verre fritté fin; éviter toute exposition inutile au dioxyde de carbone pendant la filtration.

Conserver la solution dans un flacon distributeur résistant aux produits chimiques, en évitant le contact du liège, du caoutchouc ou d'un lubrifiant saponifiable pour robinets rodés. Protéger la solution à l'aide d'un tube de garde contenant de la chaux sodée ou un absorbant silicate de chaux non fibreux (tel que Ascarite, Carbosorb ou Indecarb).

5.4.2 Étalonnage

Étalonner fréquemment la solution pour déceler des variations de 0,000 5 mol/l, de préférence en utilisant 0,10 à 0,15 g de phtalate acide de potassium pur pesé avec une précision de 0,000 2 g dans environ 100 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone, et en utilisant la phtaléine du phénol pour détecter le point de virage.

NOTES

1 Pour simplifier les calculs, on peut ajuster les solutions étalons d'hydroxyde de potassium et d'acide chlorhydrique, de façon que 1 ml soit équivalent à 5 mg de KOH.

2 Du fait du coefficient de dilatation relativement important des liquides organiques tels que l'alcool isopropylique, il est recommandé d'établir les solutions alcooliques à la température la plus proche de celle employée pour le titrage des échantillons.

5.5 Solvant de titrage.

Ajouter 500 ml de toluène et 5 ml d'eau à 495 ml d'alcool isopropylique anhydre.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Burette, de 50 ml de capacité, graduée en 0,1 ml, ou de 10 ml de capacité graduée en 0,05 ml.

7 Préparation des échantillons d'huile usagée

7.1 Il est nécessaire d'observer strictement le procédé de prélèvement, car les sédiments peuvent être acides ou basiques, ou bien peuvent avoir absorbé des constituants acides ou basiques de l'échantillon. Le fait de ne pas mettre en œuvre une prise d'essai représentative peut conduire à des erreurs graves.

NOTE — Comme l'huile usagée peut subir des modifications importantes au stockage, les échantillons doivent être analysés le plus tôt possible après avoir été enlevés du circuit de lubrification. Il faut enregistrer la date du prélèvement et la date de l'essai.

7.2 Chauffer l'échantillon d'huile usagée à 60 ± 5 °C dans son récipient d'origine et agiter jusqu'à ce que la totalité des sédiments soit répartie de manière homogène, en suspension dans l'huile. Si le récipient d'origine est un bidon, ou bien s'il est en verre, et plus qu'aux trois quarts plein, transvaser la totalité de l'échantillon dans une bouteille de verre transparent ayant une capacité d'au moins un tiers supérieure au volume de l'échantillon. Transvaser la totalité des sédiments du récipient d'origine dans la bouteille grâce à une agitation violente d'ali-quotes de l'échantillon dans le récipient d'origine.

NOTE — Quand les échantillons de laboratoire sont visiblement exempts de sédiments, les opérations de chauffage décrites ci-dessus peuvent être supprimées.

7.3 Lorsque tous les sédiments sont parfaitement en suspension, faire passer l'échantillon ou une partie aliquote convenable de celui-ci au travers d'un tamis de 100 mesh (ouverture de maille 0,149 mm) pour retenir les grosses particules contaminantes.

8 Détermination de l'indice d'acide

8.1 Introduire dans une fiole conique de 250 ml la masse de prise d'essai indiquée dans le tableau 1. Ajouter 100 ml de solvant de titrage (5.5) et 0,5 ml de la solution d'indicateur coloré (5.3), puis, sans mettre de bouchon, brasser jusqu'à ce que la prise d'essai soit entièrement dissoute dans le solvant. Si le mélange prend une coloration jaune-orangée, procéder comme il est indiqué en 8.2. S'il prend une coloration verte ou vert-noir, procéder comme il est décrit au chapitre 9.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai¹⁾

Type d'huile	Indice d'acide ou indice de base	Masse de la prise d'essai g	Précision de la pesée g
Huiles neuves ou légèrement colorées	0 à 3	20 ± 2	0,05
	Supérieur à 3 à 25	2 ± 0,2	0,01
	Supérieur à 25 à 250	0,2 ± 0,02	0,001
Huiles usagées ou de couleur foncée	0 à 25	2 ± 0,2	0,01
	Supérieur à 25 à 250	0,2 ± 0,02	0,001

1) Dans le cas d'échantillons peu colorés à faible indice d'acide, on peut utiliser des prises de 20 g pour obtenir des résultats plus précis. L'importance de la prise d'essai dans le cas des huiles fortement colorées est limitée à la quantité spécifiée, dans le but de minimiser les possibilités d'erreur dues à la couleur.

8.2 Titrer immédiatement à une température inférieure à 30 °C. Ajouter la solution d'hydroxyde de potassium (5.4) par quantités successives, et brasser suffisamment pour disperser l'hydroxyde de potassium. Agiter vigoureusement vers le virage, mais éviter de dissoudre l'anhydride carbonique (CO₂) dans le solvant. (Dans le cas des huiles acides, la coloration orange passe à une coloration verte ou vert-brun quand on s'approche du virage.) Considérer que le virage est effectif quand le changement de couleur se maintient pendant 15 s, ou bien si la couleur s'inverse par addition de 2 gouttes de solution d'acide chlorhydrique (5.1).

NOTE — Pour observer le virage dans le cas des huiles de couleur foncée, agiter vigoureusement la fiole pour produire une mousse légère et momentanée lorsque le changement de couleur apparaît au moment de l'addition des dernières gouttes de réactif, puis observer le titrage sous une lampe à fluorescence blanche placée au niveau de la table de travail.

8.3 Effectuer un titrage à blanc avec 100 ml du solvant de titrage et 0,5 ml de la solution d'indicateur coloré, en ajoutant une solution d'hydroxyde de potassium par additions successives de 0,05 ml ou de 0,1 ml. Noter la quantité de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour atteindre le virage (d'orange à vert).

9 Détermination de l'indice de base

9.1 Si le solvant de titrage (5.5) contenant la prise d'essai dissoute prend une coloration verte ou verdâtre-brun après l'addition de l'indicateur (8.1), effectuer le titrage comme indiqué en 8.2, mais en utilisant de l'acide chlorhydrique (5.1) et en titrant jusqu'à ce que la coloration vert-brun passe à l'orange.

9.2 Effectuer un titrage à blanc comme indiqué en 8.3.

NOTE — Le solvant de titrage contient habituellement des impuretés acides faibles qui réagissent avec les constituants à caractère de base forte de la prise d'essai. Pour corriger l'indice de base pour la prise d'essai, il est donc nécessaire de déterminer un *indice d'acide* à blanc à l'aide du solvant.

10 Détermination de l'indice d'acide fort

10.1 Introduire environ 25 g d'un échantillon représentatif, pesé à 0,05 g près, dans un entonnoir à décantation de 250 ml, ajouter 100 ml d'eau bouillante. Agiter vigoureusement et après

séparation des liquides, faire couler la phase aqueuse dans un bécher de 500 ml. Effectuer deux nouvelles extractions sur la prise d'essai, avec, chaque fois, 50 ml d'eau bouillante et ajouter les extraits obtenus dans le même bécher.

Ajouter au mélange d'extraits, 0,1 ml de solution de méthylorange (5.2). Si la solution devient rose ou rouge, titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.4) jusqu'à ce que la solution devienne brun-doré. Si la couleur initiale n'est pas rose ou rouge, indiquer que l'indice d'acide fort est égal à zéro.

10.2 Dans une fiole conique de 250 ml, introduire 200 ml de la même eau bouillante que celle utilisée pour le titrage de la prise d'essai. Ajouter 0,1 ml de la solution de méthylorange (5.2). Si la couleur de l'indicateur est jaune-orangé, titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (5.1) jusqu'à obtention de la même nuance et de la même intensité de couleur que celle obtenue en titrant la prise d'essai.

Si la couleur de l'indicateur est rose ou rouge, titrer avec une solution d'hydroxyde de potassium (5.4), jusqu'au même virage que celui utilisé dans le titrage de la prise d'essai.

11 Expression des résultats

Exprimer les résultats en tant qu'indice d'acide, indice d'acide fort ou indice de base, selon le cas.

11.1 Méthode de calcul

11.1.1 L'indice d'acide, AN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme, est donné par la formule

$$AN = \frac{(V_1 - V_0) c_{KOH} \times 56,1}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium, nécessaire pour le titrage de la prise d'essai;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer la solution à blanc;

c_{KOH} est la normalité, en moles par litre, de la solution étalon d'hydroxyde de potassium;

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

11.1.2 L'indice d'acide fort, SAN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme, est donné par la formule en 11.1.2.1 ou 11.1.2.2, selon le cas.

11.1.2.1 Cas où le titrage témoin est effectué avec un acide :

$$\text{SAN} = \frac{(V_2 \times c_{\text{KOH}}) + (V_3 \times c_{\text{HCl}}) \times 56,1}{m}$$

où

V_2 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'extrait aqueux (10.1);

V_3 est le volume, en millilitres, de solution d'acide chlorhydrique nécessaire pour titrer l'essai à blanc (10.2);

c_{KOH} est la normalité, en moles par litre, de la solution étalon d'hydroxyde de potassium;

c_{HCl} est la normalité, en moles par litre, de la solution étalon d'acide chlorhydrique;

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

11.1.2.2 Cas où le titrage à blanc a été fait avec une base :

$$\text{SAN} = \frac{(V_2 - V_4) \times c_{\text{KOH}} \times 56,1}{m}$$

où

V_4 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer l'essai à blanc (10.2);

les autres symboles sont les mêmes que ceux indiqués en 11.1.2.1.

11.1.3 L'indice de base fort, SBN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme, est donné par la formule

$$\text{SBN} = \frac{(V_5 \times c_{\text{HCl}}) + (V_0 \times c_{\text{KOH}}) \times 56,1}{m}$$

où

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution étalon d'acide chlorhydrique nécessaire pour titrer la prise d'essai (chapitre 9);

les autres symboles sont les mêmes qu'en 11.1.1 et 11.1.2.1.

11.2 Fidélité

La fidélité de la méthode, chiffrée à partir de l'examen statistique des résultats d'essai interlaboratoires est la suivante.

11.2.1 Répétabilité

La différence entre des résultats d'essai successifs, obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des condi-

tions 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 les valeurs de répétabilité indiquées dans le tableau 2 qu'une fois sur vingt.

Tableau 2 — Répétabilité

Indice de neutralisation	Répétabilité
0 à 0,1	0,03
Supérieur à 0,1 à 0,5	0,05
Supérieur à 0,5 à 1	0,08
Supérieur à 1 à 2	0,12

11.2.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenue 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 les valeurs de reproductibilité indiquées dans le tableau 3 qu'une fois sur vingt.

Tableau 3 — Reproductibilité

Indice de neutralisation	Reproductibilité
0 à 0,1	0,04
Supérieur à 0,1 à 0,5	0,08
Supérieur à 0,5 à 2,0	15 % de la valeur obtenue

NOTES

1 Ces valeurs ne s'appliquent qu'à des huiles minérales neuves, peu colorées et de distillation directe, ainsi qu'aux huiles turbines neuves et usagées inhibées. On dispose d'un nombre insuffisant de résultats sur les autres huiles entrant dans le cadre de la présente Norme internationale, de sorte qu'aucune valeur de fidélité n'est indiquée pour ces huiles.

2 Les valeurs ci-dessus ne s'appliquent pas aux huiles tellement colorées qu'elles ne permettent pas de distinguer le virage.

12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

- type et identification du produit soumis à l'essai;
- référence à la présente Norme internationale;
- résultat de l'essai (voir 11.1);
- toute modification au mode opératoire spécifié, résultant d'un accord ou d'autres circonstances;
- date de l'essai.

Annexe A

Spécifications de la *p*-naphtholbenzéine

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Aspect

Poudre amorphe rouge.

A.2 Chlorures

Moins de 0,5 % (*m/m*).

A.3 Solubilité

10 g du produit doivent se dissoudre complètement dans 1 l de solvant de titrage (5.5).

A.4 Absorbance minimale

Dissoudre exactement 0,1 g de prise d'essai dans 250 ml de méthanol. Compléter 5 ml de cette solution à 100 ml avec un tampon à pH 12 (voir A.5.5). Cette dilution finale doit présenter une absorbance minimale de 1,2 quand on la lit sur le pic 650 nm d'un Beckman DU ou d'un spectrophotomètre d'un autre type (cellules 1 cm, le témoin étant de l'eau).

A.5 Gamme de pH

A.5.1 L'indicateur doit virer au vert clair à un pH relatif de $11 \pm 0,5$, quand l'essai est effectué avec la méthode permettant de déterminer la gamme de pHr de la *p*-naphtholbenzéine, décrite dans l'annexe B.

A.5.2 Il ne faut pas plus de 0,5 ml de solution d'hydroxyde de potassium à 0,01 mol/l de plus que la quantité nécessaire au témoin pour porter la solution d'indicateur coloré à la première coloration vert clair (voir chapitre B.8).

A.5.3 Il ne faut pas plus de 1,0 ml de solution d'hydroxyde de potassium à 0,01 mol/l en plus de la quantité nécessaire au témoin pour porter la solution d'indicateur à une coloration bleue.

A.5.4 Le pHr initial de la solution d'indicateur coloré est au moins aussi élevé que celui du témoin.

A.5.5 La solution tampon est obtenue en mélangeant 50 ml d'une solution de phosphate de sodium disodique à 0,05 mol/l avec 26,9 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l.

Annexe B

Méthode permettant de déterminer la gamme de pHr de l'indicateur *p*-naphtholbenzéine

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

B.1 Objet et domaine d'application

Cette méthode a pour but de déterminer la possibilité pour l'indicateur *p*-naphtholbenzéine d'être utilisé dans la présente Norme internationale pour ce qui est du changement de couleur sur une gamme de pHr.

B.2 Définition

pHr : Terme arbitraire, qui exprime l'activité relative des ions hydrogène dans un milieu formé de toluène et d'alcool isopropylique, tout comme l'expression pH exprime l'activité effective des ions hydrogène dans les solutions aqueuses. Pour ce qui est de la présente Norme internationale, l'échelle d'acidité pHr est définie par deux solutions tampon étalon ayant reçu les valeurs de pHr 4 et 11. La relation exacte existant entre le pHr et le pH vrai d'une solution de toluène et d'alcool isopropylique n'est pas connue et ne peut être facilement déterminée.

B.3 Principe

Effectuer un titrage électrométrique d'une quantité prescrite d'indicateur sur les différents virages avec de l'hydroxyde de potassium alcoolique, et construire une courbe donnant la relation entre les résultats et les valeurs lues sur l'appareil, converties en unités pHr.

B.4 Réactifs

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

B.4.1 Hydroxyde de potassium, solution alcoolique titrée à 0,01 mol/l.

B.4.2 Solvant de titrage.

Ajouter 500 ml de toluène et 5 ml d'eau à 495 ml d'alcool isopropylique anhydre.

Préparer le solvant de titrage en grandes quantités.

B.4.3 Solution tampon acide (pH = 4,0).

Préparer une solution mère selon l'ISO 6619. Ajouter 10 ml de la solution mère tampon à 100 ml de solvant de titrage (B.4.2). Utiliser la solution diluée dans l'heure qui suit.

B.4.4 Solution tampon alcaline (pHr = 11,0).

Préparer une solution mère selon l'ISO 6619. Ajouter 10 ml de la solution mère tampon à 100 ml du solvant de titrage (B.4.2). Utiliser la solution diluée dans l'heure qui suit.

B.4.5 Électrolyte au chlorure de potassium.

Préparer une solution saturée de chlorure de potassium (KCl) dans l'eau.

B.5 Appareillage

Compteur, électrode de verre, électrode au calomel, agitateur, bécher, support, comme indiqué dans l'ISO 6619.

B.6 Préparation des électrodes

Préparer le système des électrodes selon l'ISO 6619.

B.7 Étalonnage de l'appareil

B.7.1 Avant chaque essai ou chaque série d'essais, régler l'appareil sur l'échelle des pH, introduire les électrodes dans un bécher contenant la solution tampon acide non aqueuse (B.4.3) à une température de 25 ± 2 °C et agiter vigoureusement la solution. Quand le pH-mètre donne une valeur constante, régler le cadran du potentiel d'asymétrie de l'instrument de façon à lire la valeur 4,0.

B.7.2 Enlever le tampon acide, nettoyer les électrodes et les plonger dans l'eau pendant plusieurs minutes. Sécher les électrodes et les introduire dans un bécher contenant une solution tampon alcaline non-aqueuse (B.4.4) à 25 ± 2 °C. Quand le pH-mètre donne une valeur stable, noter cette valeur exacte.

Si la valeur lue diffère de 11,0 de moins de 0,2 unité pH, on peut lire directement sur le cadran de l'appareil l'acidité initiale, pHr, des solutions inconnues.

Si la valeur diffère de 11,0 de plus de 0,2 unité pH, préparer un graphique de correction comme présenté sur la figure. Utiliser ce graphique pour convertir les valeurs lues sur le pH-mètre en acidité initiale pHr.

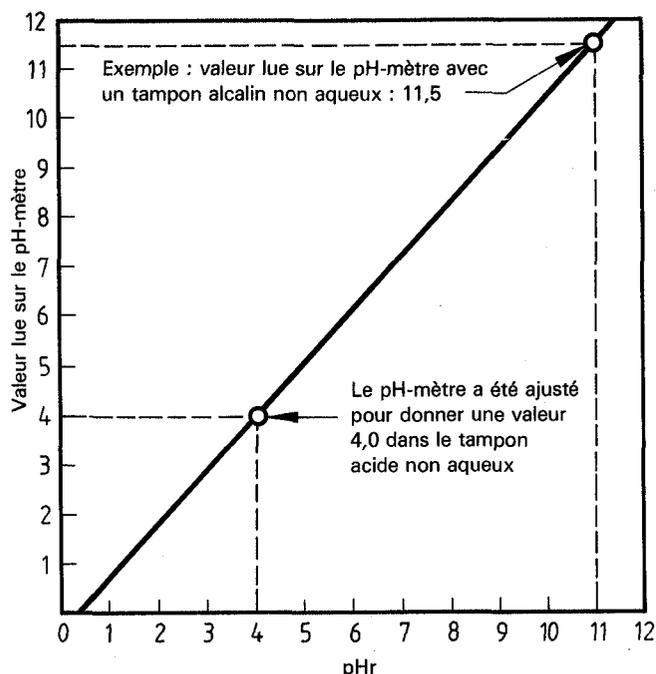


Figure — Exemple de courbe d'étalonnage pour la conversion des valeurs lues sur le pH-mètre en pHr

B.8 Mode opératoire

B.8.1 Titrer 100 ml du solvant de titrage (B.4.2) avec la solution d'hydroxyde de potassium (B.4.1) jusqu'à ce que l'appareil indique un pHr compris entre 13 et 14.

B.8.2 Ajouter 0,5 ml de la solution d'indicateur à la *p*-naph-tolbenzéine en examen à une partie fraîche de solvant de titrage et, après avoir nettoyé les électrodes, titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (B.4.1) jusqu'à ce que l'appareil indique un pHr compris entre 13 et 14.

B.8.3 Pendant le titrage, porter sur une courbe le volume de solvant de titrage par rapport au pHr ou à la valeur lue sur l'appareil, et noter sur la courbe les différents virages aux pHr correspondants.

NOTE — Les virages ci-après, dans cet ordre, sont donnés à titre indicatif :

- ambre à vert olive;
- olive vert à vert clair;
- vert clair à vert bleuâtre;
- vert bleuâtre à bleu.

B.8.4 Tracer sur la même courbe que celle utilisée pour l'indicateur les résultats du titrage à blanc.

B.9 Expression des résultats

Soustraire le volume de solution de titrage utilisé pour le titrage à blanc du volume de solution de titrage utilisé pour le titrage de la solution d'indicateur, au même pHr, correspondant aux virages entre pHr 10 et 12.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6618:1987

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5aa9f01e-7b95-4b2e-a121-f4b482785c3/iso-6618-1987>