
**Produits pétroliers et lubrifiants —
Détermination de l'indice d'acide ou de
l'indice de base — Méthode par titrage en
présence d'un indicateur coloré**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Petroleum products and lubricants — Determination of acid or base
number — Colour-indicator titration method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa5ae2ba-64b9-432b-b1ce-4eb5ec9f4da9/iso-6618-1997>



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 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.

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

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6618:1987), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination de l'indice d'acide ou de l'indice de base — Méthode par titrage en présence d'un indicateur coloré

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme internationale implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractère dangereux. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'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 l'utilisation.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par titrage en présence d'un indicateur coloré pour la détermination des constituants acides ou basiques se trouvant dans les produits pétroliers et lubrifiants, solubles dans des mélanges de toluène et de propan-2-ol. Elle est applicable 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} .

NOTE 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 additifs comme les inhibiteurs et les détergents. De même, les constituants considérés comme ayant des propriétés basiques comprennent les bases organiques et minérales, les composés aminés, les sels d'acides faibles (savons), les sels basiques de bases polyacides, les sels de métaux lourds et les additifs comme les inhibiteurs et les détergents.

La méthode ne convient pas au mesurage des constituants basiques de nombreuses huiles lubrifiantes possédant des additifs basiques. On peut, dans ce cas, utiliser l'ISO 3771.

La présente Norme internationale indique les variations relatives 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.

NOTES

2 On ne connaît aucune relation générale entre la corrosion des paliers et les indices d'acide ou de base.

3 Les huiles, qui ne peuvent être analysées par cette méthode en raison de l'obscurité du point de virage de l'indicateur coloré, comme de nombreuses huiles de coupe, les huiles antirouille et les huiles composées analogues, ou encore les huiles extrêmement foncées, peuvent être analysées conformément à l'ISO 6619. Les indices d'acide ou de base obtenus par la présente méthode, en présence d'un indicateur coloré, 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 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 3771:1994, *Produits pétroliers — Détermination de l'indice de base total — Méthode par titrage potentiométrique à l'acide perchlorique*.

ISO 6619:1988, *Produits pétroliers et lubrifiants — Indice de neutralisation — Méthode par titrage potentiométrique*.

NOTES

- 1 L'ISO 3771 nécessite l'utilisation de chlorobenzène. Des solvants de remplacement sont recherchés.
- 2 L'ISO 6619 est en cours de révision et son domaine d'application sera restreint à l'indice acide.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 indice d'acide: Quantité de base, exprimée en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) par gramme d'échantillon, nécessaire pour titrer 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 d'hydroxyde de potassium (KOH) par gramme d'échantillon, nécessaire pour titrer les constituants acides forts présents dans 1 g d'échantillon, quand le titrage est effectué dans des conditions prescrites.

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

4 Principe

Pour déterminer l'indice d'acide de base, la prise d'essai est dissoute dans un mélange de toluène et de propane-2-ol contenant une petite quantité d'eau. La solution monophasique obtenue est titrée à la température ambiante, avec respectivement une base alcoolique étalon ou une solution acide alcoolique, et ce jusqu'au point de virage indiqué par le changement de couleur de la solution de *p*-naphtolbenzéine ajoutée (orange dans l'acide et gris-brun dans la base).

Pour déterminer l'indice d'acide fort, une autre prise d'essai est traitée par de l'eau bouillante, et la phase aqueuse est titrée avec une solution d'hydroxyde de potassium, en utilisant le méthylorange comme indicateur.

5 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

5.1 Propane-2-ol, anhydre, teneur maximale en eau de 0,9 % (V/V) (fraction volumique 0,9 %).

5.2 Toluène.

5.3 Solvant de titrage.

Ajouter 500 ml de toluène (5.2) et 5 ml d'eau à 495 ml de propane-2-ol (5.1).

5.4 Acide chlorhydrique, solution alcoolique titrée, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Préparer conformément à 5.4.1 ou utiliser une solution disponible dans le commerce. Titrer conformément à 5.4.2.

5.4.1 Préparation

Mélanger 9 ml de HCl concentré [35,4 % (m/m) (fraction massique 35,4 %)] avec 1 litre de propane-2-ol (5.1).

5.4.2 Titrage

Titre la solution assez souvent pour détecter des variations de concentration de 0,000 5 mol/l. Procéder de préférence par titrage électrométrique d'environ 8 ml (mesurés avec précision) de la solution alcoolique de KOH à 0,1 mol/l (5.5) diluée avec 125 ml d'une eau exempte de dioxyde de carbone.

5.5 Hydroxyde de potassium, solution alcoolique titrée, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Préparer conformément à 5.5.1 ou utiliser une solution disponible dans le commerce. Titrer conformément à 5.5.2.

5.5.1 Préparation

Ajouter 6 g de KOH solide à environ 1 litre de propane-2-ol (5.1) dans une fiole conique de 2 litres. Porter le mélange à ébullition douce pendant 10 min à 15 min, en agitant pour empêcher la formation d'une croûte solide au fond du ballon.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa5ae2ba-64b9-432b-b1ce-100000000000/iso-6618-1997>

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

Laisser refroidir à la température ambiante, puis laisser reposer plusieurs heures. Filtrer le liquide surnageant à travers un entonnoir de filtration 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'une graisse saponifiable pour robinets rodés. Protéger la solution à l'aide d'un tube de garde contenant de la chaux sodée ou un absorbant au silicate de sodium non fibreux¹⁾. Les flacons en verre ne sont pas recommandés pour le stockage.

5.5.2 Titrage

Titre la solution assez souvent pour détecter des variations de concentration de 0,000 5 mol/l. Procéder de préférence en utilisant 0,1 g à 0,15 g de phtalate acide de potassium pur (5.9) pesé avec une précision de 0,000 2 g et dissous dans environ 100 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone, et en utilisant la phénolphthaléine (5.8) pour détecter le point de virage.

1) Ascarite, Carbosorb et Indecarb sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

NOTES

1 Pour simplifier les calculs, on peut ajuster les solutions titrées 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 le propane-2-ol, il est recommandé de titrer les solutions alcooliques à la température la plus proche de celle employée pour le titrage de l'échantillon et proche de 20 °C.

5.6 Méthylorange, solution d'indicateur.

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

5.7 *p*-naphtolbenzéine, solution d'indicateur satisfaisant aux prescriptions données dans les annexes A et B.

Dissoudre 1,0 g de *p*-naphtolbenzéine dans 100 ml de solvant de titrage (5.3).

NOTE — D'après une étude faite en 1992, un seul indicateur disponible commercialement respectait les prescriptions données dans l'annexe A²⁾. Le respect de ces exigences est donc recommandé.

5.8 Phénolphthaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,5 g de phénolphthaléine dans 100 ml de propane-2-ol (5.1).

5.9 Phtalate acide de potassium.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

ISO 6618:1997

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ae5ae2ba-64b9-432b-b1ca-4eb5ec94da9/iso-6618-1997>

7 Préparation des échantillons d'huile usagée

7.1 Il est nécessaire d'observer strictement le procédé de prélèvement en 7.2 et 7.3. Le fait de mettre en œuvre une prise d'essai non représentative peut conduire à des erreurs importantes.

NOTE — Les sédiments peuvent être acides ou basiques ou bien peuvent avoir absorbé des constituants acides ou basiques de l'échantillon.

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 est recommandé de noter la date du prélèvement et la date de l'essai.

7.2 Chauffer l'échantillon d'huile usagée à 60 °C ± 5 °C dans son récipient d'origine et agiter jusqu'à ce que la totalité des sédiments soit mise en suspension de façon homogène 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 en verre transparent ayant une capacité d'au moins un tiers supérieure au volume de l'échantillon. Transvaser toutes les traces de sédiments du récipient d'origine dans la bouteille par agitation violente de portions de l'échantillon dans le récipient d'origine.

2) De la *p*-naphtolbenzéine solide satisfaisant à la spécification donnée dans l'annexe A est disponible chez Distillation Products Industries, Eastman Organic Chemicals Dept., Rochester 3, New York, USA. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

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

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 150 µm d'ouverture de maille pour retenir les grosses particules contaminantes.

8 Détermination de l'indice d'acide

8.1 Dans une fiole conique de 250 ml, introduire la masse appropriée de prise d'essai indiquée dans le tableau 1. Ajouter 100 ml de solvant de titrage (5.3) et 0,5 ml de la solution d'indicateur coloré (5.7), 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 orangé, procéder comme prescrit en 8.2; s'il prend une coloration verte ou vert-noir, procéder comme prescrit dans l'article 9.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

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	≤ 3	20 ± 2	0,05
	> 3 à 25	2 ± 0,2	0,01
	> 25 à 250	0,2 ± 0,02	0,001
Huiles usagées ou de couleur foncée	≤ 25	2 ± 0,2	0,01
	> 25 à 250	0,2 ± 0,02	0,001
NOTE — Dans le cas d'échantillons peu colorés à faible indice d'acide, on peut utiliser des prises d'essai 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 prescrite, dans l'intention 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 (5.5) par quantités successives et brasser suffisamment pour disperser l'hydroxyde de potassium. Agiter vigoureusement vers le point de virage, mais éviter de dissoudre de l'anhydride carbonique dans le solvant. 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 deux gouttes de solution d'acide chlorhydrique (5.4).

Dans le cas des huiles acides, la coloration orange passe à une coloration verte ou vert-brun quand on s'approche du point de virage.

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 solution de titrage, 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 de solvant de titrage et 0,5 ml de la solution d'indicateur coloré, en ajoutant la solution d'hydroxyde de potassium par additions successives de 0,05 ml ou 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 (5.3) contenant la prise d'essai dissoute prend une coloration verte ou brun verdâtre après que l'indicateur (5.7) a été ajouté (8.1), effectuer le titrage comme prescrit en 8.2, mais en utilisant de l'acide chlorhydrique (5.4) comme solution de titrage et en titrant jusqu'à ce que la coloration vert-brun passe à l'orange.

9.2 Effectuer un titrage à blanc comme prescrit en 8.3.

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

10 Détermination de l'indice d'acide fort

10.1 Dans une ampoule à décanter de 250 ml, introduire environ 25 mg d'un échantillon représentatif, pesé à 0,05 g près, et ajouter 100 ml d'eau bouillante. Agiter vigoureusement et, après séparation des phases, recueillir la phase aqueuse dans un bécher de 500 ml. Effectuer deux nouvelles extractions sur l'échantillon pour 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 la solution de méthylorange (5.6). Si la solution devient rose ou rouge, titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.5) jusqu'à ce que la solution devienne brun doré. Si la couleur n'est pas rose ou rouge, indiquer dans le rapport d'essai 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 (5.6). Si la couleur de l'indicateur est jaune orangé, titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (5.4) 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 la solution d'hydroxyde de potassium (5.5) jusqu'au même virage que celui utilisé dans le titrage de la prise d'essai.

11 Calculs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

11.1 Indice d'acide

Calculer l'indice d'acide, AN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme d'échantillon pour essai, à l'aide de l'équation

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

où

V_1 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer 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 concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium;

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

11.2 Indice d'acide fort

Calculer l'indice d'acide fort, SAN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme d'échantillon pour essai, à l'aide de l'équation (2) si le titrage à blanc est effectué avec un acide, ou à l'aide de l'équation (3) si le titrage à blanc a été effectué avec une base.

$$SAN = \frac{[(V_2 c_{KOH}) + (V_3 c_{HCl})] \times 56,1}{m} \quad \dots (2)$$

$$SAN = \frac{(V_2 - V_4) c_{KOH} \times 56,1}{m} \quad \dots (3)$$

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 la solution à blanc (10.2);
- V_4 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour titrer la solution à blanc (10.2);
- c_{KOH} est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium;
- c_{HCl} est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

11.3 Indice de base

Calculer l'indice de base fort, BN, exprimé en milligrammes de KOH par gramme d'échantillon pour essai, à l'aide de l'équation

$$\text{BN} = \frac{[(V_5 \cdot c_{\text{HCl}}) + (V_0 \cdot c_{\text{KOH}})] \times 56,1}{m} \quad \dots (4)$$

où

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

les autres symboles sont définis en 11.1 et 11.2.

ISO 6618:1997

12 Expression des résultats

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa5ae2ba-64b9-432b-b1ce-4eb5ec9f4da9/iso-6618-1997>

Noter les résultats calculés conformément à l'article 11 comme indice d'acide, indice d'acide fort ou indice de base selon le cas, à 0,1 près.

13 Fidélité

La fidélité de la méthode, obtenue à partir de l'examen statistique des résultats d'un essai interlaboratoire est la suivante.

13.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur utilisant le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, ne devrait, 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 20.

13.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit ne devrait, 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 2 qu'une fois sur 20.