
**Produits pétroliers — Détermination
de l'indice d'acide — Méthode de titrage
semi-micro par indicateur coloré**

*Petroleum products — Determination of acid number — Semi-micro
colour-indicator titration method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7537:1997](#)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926-
d2a441958dde/iso-7537-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926-d2a441958dde/iso-7537-1997)



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 7537 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 7537:1989), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7537:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926-d2a441958dde/iso-7537-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926-d2a441958dde/iso-7537-1997>

© 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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination de l'indice d'acide — Méthode de titrage semi-micro par 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.

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit une méthode de titrage semi-micro par indicateur coloré pour la détermination des constituants acides des produits pétroliers et des lubrifiants, neufs ou usés, solubles dans des mélanges de toluène et de propan-2-ol, ou pouvant se présenter en suspension dans de tels mélanges, lorsque les matériaux en suspension sont assez dissociés pour permettre de déterminer les composants acides.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926->

La méthode est destinée tout particulièrement à être appliquée lorsque la quantité d'échantillon disponible à analyser est trop petite pour permettre une analyse précise selon l'ISO 6619 ou l'ISO 6618. Elle est applicable à la détermination des acides ayant des constantes de dissociation dans l'eau supérieure à 10^{-9} . Les acides extrêmement faibles, présentant une constante de dissociation inférieure à 10^{-9} , ne perturbent pas les résultats. Les sels sont titrés si leur constante d'hydrolyse est supérieure à 10^{-9} .

NOTE 1 Cette méthode peut être utilisée pour indiquer les modifications relatives de l'indice d'acide total 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 parfaitement définies, la méthode ne mesure pas une propriété d'acide absolue susceptible d'être utilisée pour prévoir les performances d'une huile dans les conditions de service. On ne connaît aucune relation générale entre la corrosion des paliers et l'indice d'acide.

NOTE 2 Comme cette méthode d'essai exige un échantillon de volume nettement plus faible que dans l'ISO 6618 ou l'ISO 6619, elle fournit un moyen avantageux de surveiller un essai d'oxydation par l'étude des variations de l'indice d'acide total:

- a) en minimisant l'épuisement de l'échantillon d'essai utilisé pour l'analyse de l'indice d'acide total, et donc en minimisant les perturbations apportées à l'essai;
- b) en permettant d'effectuer un plus grand nombre d'analyses de l'indice d'acide, ce qui permet d'obtenir un plus grand nombre de résultats.

NOTE 3 Certaines huiles, comme de nombreuses huiles de coupe, les huiles antirouille et les huiles composées analogues, ou bien les huiles extrêmement foncées, risquent d'être plus difficiles à analyser par cette méthode, en raison de la coloration foncée au point de virage de l'indicateur coloré. Ces huiles peuvent être analysées par l'ISO 6619, du moment que l'on dispose d'une quantité suffisante d'échantillon. Cependant, cette situation risque de se produire beaucoup plus rarement avec la présente Norme internationale qu'avec l'ISO 6618, car la présente Norme internationale utilise un échantillon beaucoup plus dilué pendant le titrage et, en outre, le point de virage présente une stabilité plus grande. Les indices d'acide obtenus par cette méthode peuvent être numériquement identiques à ceux obtenus par l'ISO 6619 comme ils peuvent être différents, mais ils devraient avoir le même ordre de grandeur.

NOTE 4 On a constaté que les résultats obtenus par cette méthode étaient numériquement les mêmes que ceux obtenus par l'utilisation de l'ISO 6618, dans les limites de fidélité des deux méthodes, pour les lubrifiants neufs ou oxydés du type fondamentalement destiné aux fluides hydrauliques ou aux huiles turbines. Les lubrifiants oxydés ont été obtenus par l'utilisation de l'ISO 4263.

Cette corrélation est démontrée par le coefficient de corrélation $r = 0,989$, avec une pente $s = 1,017$ et une ordonnée à l'origine $y = 0,029$, calculée avec les indices d'acide total obtenus par les deux méthodes de titrage, pour les échantillons utilisés à propos du contrôle de fidélité (voir article 11).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

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 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série*.

ISO 6618:1997, *Produits pétroliers et lubrifiants — Détermination de l'indice de neutralisation — Méthode de titrage par indicateur coloré*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique:

3.1 indice d'acide: Quantité d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligrammes, nécessaire pour titrer tous les acides ou tous les sels se trouvant dans 1 g d'échantillon à un point de virage spécifié, et dont la constante de dissociation ou d'hydrolyse est supérieure à 10^{-9} .

4 Principe

Un échantillon est dissous dans un solvant comprenant du toluène, du propan-2-ol et une faible quantité d'eau. La solution monophasique obtenue est titrée à la température ambiante sous atmosphère d'azote avec une solution étalon d'hydroxyde de potassium. Le point final correspond à une coloration verte stable de l'indicateur *p*-naphtholbenzéine ajouté.

5 Produits et réactifs

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

Toute référence à l'eau doit être comprise comme se rapportant à de l'eau fraîchement distillée, exempte de dioxyde de carbone, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

NOTE 5 Pour les besoins de la présente norme internationale le terme «% (V/V)» est utilisé pour représenter la fraction volumique du produit.

5.1 *p*-Naphtholbenzéine, solution d'indicateur conforme aux prescriptions données dans les annexes A et B de l'ISO 6618:1997. Préparer une solution contenant 10 g de *p*-naphtholbenzéine par litre de solvant de titrage.

NOTE 6 Au cours d'une étude menée en 1992, il s'est avéré qu'une seule origine commerciale de cet indicateur correspondait aux spécifications données à l'heure actuelle dans les annexes A et B de l'ISO 6618:1997. Il faut néanmoins veiller strictement à s'en tenir à cette spécification.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d122441f-26ce-4a47-a926-d2a441958dde/iso-7537-1997>

5.2 Azote, de pureté minimale 99,5 %, sec et exempt de dioxyde de carbone.

NOTE 7 Pour obtenir des résultats répétables et un virage stable, il est particulièrement important que l'azote utilisé comme gaz de purge soit exempt de dioxyde de carbone. On a constaté que de l'azote qualité pré-purifiée donnait de bons résultats.

5.3 Phénolphtaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,10 g de phénolphtaléine solide pure dans 50 ml d'eau et 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

5.4 Propan-2-ol, anhydre, dont la teneur maximale en eau est de 0,90 % (V/V).

5.5 Toluène, conforme aux prescriptions de l'ISO 6353-2.

5.6 Solvant de titrage.

Ajouter 500 ml ± 2 ml de toluène (5.5) et 5 ml ± 0,1 ml d'eau à 495 ml ± 2 ml de propan-2-ol (5.4).

5.7 Hydroxyde de potassium, solution alcoolique titrée, $c(\text{KOH}) = 0,01 \text{ mol/l}$. Utiliser une solution disponible dans le commerce, ou conformément à 5.7.1 et étalonnée conformément à 5.7.2.

5.7.1 Préparation

Ajouter 3 g d'hydroxyde de potassium solide à environ 1 litre de propan-2-ol (5.4) dans une fiole conique de 2 litres. Porter doucement le mélange à ébullition sur un bain de vapeur pendant 15 min tout en agitant pour éviter la prise en motte des solides sur le fond de la fiole.

Ajouter environ 1 g d'hydroxyde de baryum et, de nouveau, porter doucement à ébullition pendant 10 min.

Refroidir à température ambiante, mettre un bouchon pour éviter tout contact avec l'atmosphère ambiante et laisser reposer jusqu'au lendemain (16 h).

Filtrer le liquide surnageant à travers un filtre à membrane au polytétrafluoréthylène (PTFE) de 10 μm , en évitant toute exposition inutile à l'atmosphère, puis diluer la solution (environ 0,05 mol/l) avec du propan-2-ol (5.4) à un volume d'environ 5 litres pour obtenir une concentration finale de $0,010 \text{ mol/l} \pm 0,002 \text{ mol/l}$.

NOTE 8 Des volumes inférieurs à 5 litres peuvent être nécessaires pour les laboratoires effectuant cet essai moins fréquemment. Les quantités, et les dimensions de la verrerie, peuvent être diminuées proportionnellement.

Stocker le produit de titrage dans un flacon distributeur résistant aux produits chimiques, hors de contact avec le liège, le caoutchouc ou un lubrifiant saponifiable pour robinet, ce flacon étant en outre protégé par un tube de garde contenant de la chaux sodée. Réduire au maximum l'exposition du produit de titrage à la lumière en le stockant à l'obscurité ou dans un flacon coloré, ou bien en enveloppant le flacon avec une feuille d'aluminium.

NOTE 9 En raison du coefficient de dilatation volumique relativement élevé des liquides organiques, du type propan-2-ol, il convient d'étalonner les solutions alcooliques à des températures proches de celles employées pour le titrage des échantillons.

5.7.2 Étalonnage

Étalonner la solution préparée en 5.7.1 avec $0,05 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$ de phtalate de potassium, séché à $110 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant au moins 1 h, en utilisant la méthode décrite en 8.1 pour l'analyse de l'indice d'acide, sauf que l'on utilise $40 \text{ ml} \pm 1 \text{ ml}$ d'eau en tant que solvant, l'indicateur consistant en 6 gouttes d'une solution de phénolphaléine. Titrer jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistant pendant $5 \text{ s} \pm 1 \text{ s}$.

Effectuer un titrage à blanc de la même manière, sauf que l'on n'utilise pas de phtalate acide de potassium, en prenant soin de titrer jusqu'à une coloration similaire. Étalonner le produit de titrage à des périodicités suffisamment rapprochées pour déceler des variations de plus de $0,0003 \text{ mol/l}$.

Calculer la concentration de l'hydroxyde de potassium, c_{KOH} , en moles par litre, à l'aide de l'équation suivante:

$$c_{\text{KOH}} = \frac{1000 m_1}{204,2 (V_1 - V_2)}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du phtalate acide de potassium titré;

V_1 est le volume, en millilitres, utilisé pour le titrage du phtalate acide de potassium;

V_2 est le volume, en millilitres, utilisé pour le titrage à blanc.

Utiliser la concentration moyenne, déterminée par au moins deux analyses, comme concentration de la solution de titrage pour les calculs de l'indice d'acide.

6 Appareillage

6.1 Burette de titrage, type microburette, automatique, graduation tous les 0,01 ml, capacité totale d'au moins 2 ml.

6.2 Réservoir à solution de titrage, de préférence réservoir solidaire de la burette comme représenté à la figure 1. Si l'on utilise un réservoir à solution de titrage distinct de la burette automatique, la conduite reliant le réservoir à la burette doit être entièrement en verre.

Il faut réduire au maximum l'exposition du produit de titrage à la lumière, en utilisant un verre coloré pour le réservoir ou en enveloppant ce dernier avec un matériau opaque (par exemple une feuille d'aluminium) ou d'autres moyens convenables opaques.

Le tube se trouvant dans le réservoir et destiné à l'extraction du produit de titrage doit être ajusté de telle façon que l'extrémité du tube se trouve à environ 20 mm du fond du réservoir, et les mouvements du réservoir doivent être réduits au maximum.

Que l'on utilise l'un ou l'autre des types de réservoir, il faut relier tous les orifices d'entrée et de sortie de la burette et du réservoir à des tubes d'absorption, pour éviter l'introduction du dioxyde de carbone et de l'eau atmosphériques, par exemple, en utilisant des tubes contenant un déshydratant et de la chaux sodée. Il faut prendre des précautions pour éviter que la chaux sodée ne pénètre dans le réservoir à solution de titrage ou dans la burette.

NOTE 10 Le sulfate de calcium anhydre, de granulométrie comprise entre 0,71 mm et 1,7 mm, est un bon déshydratant.

6.3 Bécher de titrage, bécher de Berzelius, de forme haute, capacité 100 ml, sans bec verseur. Dimensions approximatives: diamètre intérieur 51 mm, hauteur 71 mm.

6.4 Bouchon de purge du bécher de titrage, fait d'un matériau élastomère, par exemple en néoprène, qui ne soit pas affecté par le solvant de titrage. Dimensions approximatives du bouchon: diamètre supérieur 53 mm, diamètre inférieur 45 mm, hauteur 25 mm.

Le bouchon doit être muni d'un tube d'entrée du gaz de purge, en verre, se prolongeant de 15 mm \pm 2 mm au-delà du fond du bouchon, et percé d'un trou de 7 mm \pm 1 mm de diamètre pour la sortie du gaz de purge. Le tube d'entrée et le trou de sortie doivent être placés sur les bords opposés du bouchon, la distance centre à centre étant de 30 mm \pm 1 mm.

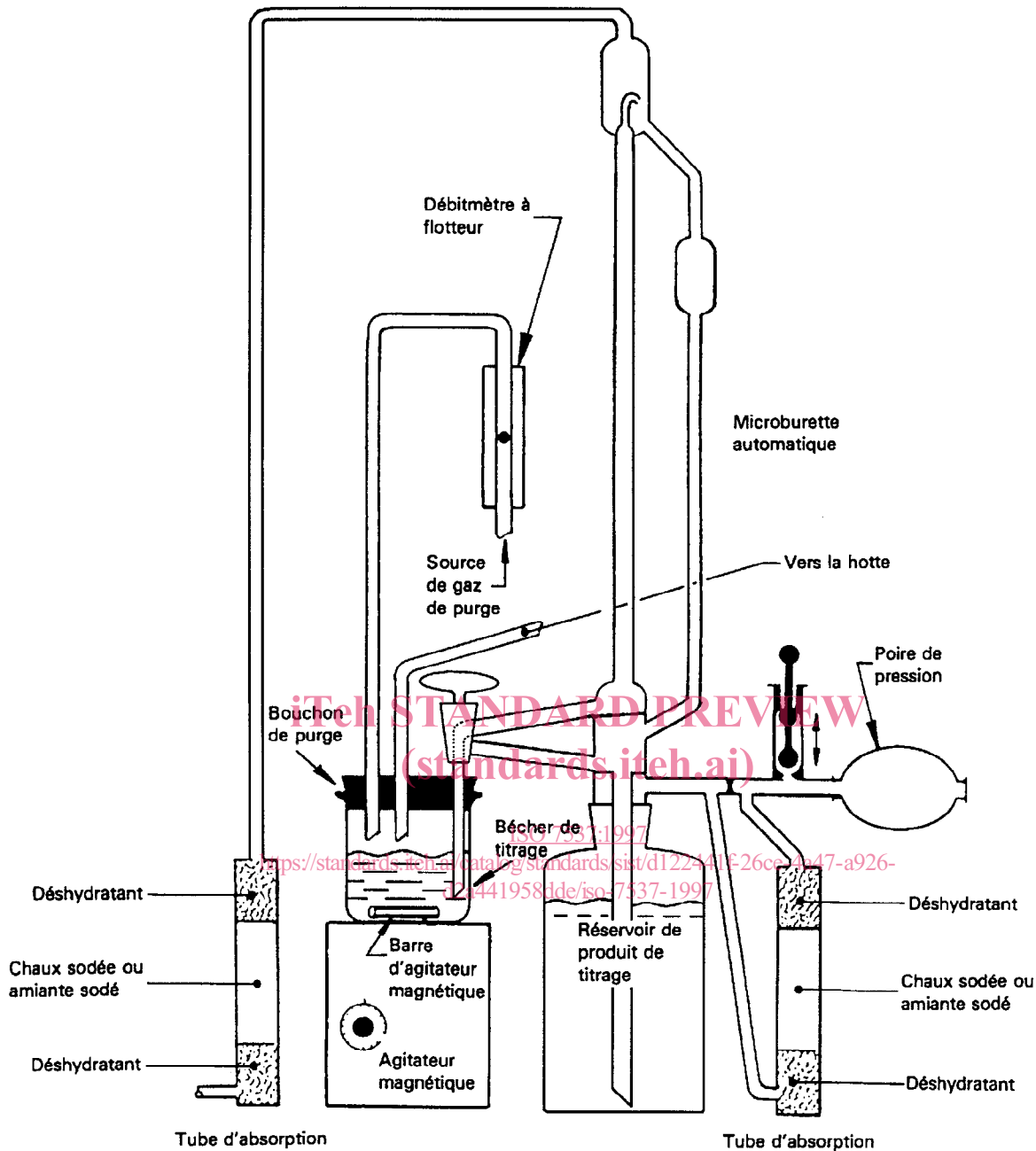


Figure 1 — Schéma de l'appareil utilisé

6.5 **Débitmètre à flotteur pour le gaz de purge**, à section variable, d'une capacité d'au moins 40 l/h, pouvant indiquer un débit de $10 \text{ l/h} \pm 1 \text{ l/h}$.

6.6 **Moteur d'agitateur**, à vitesse variable, à accouplement magnétique.

6.7 **Tige d'agitateur**, cylindrique entourée de polytétrafluoréthylène (PTFE), de longueur 25 mm et de diamètre 8 mm approximativement.

6.8 Pipette, pouvant délivrer $0,100 \text{ ml} \pm 0,002 \text{ ml}$ de solution d'indicateur de titrage.

6.9 Burette pour le solvant de titrage, de capacité 500 ml ou plus, avec une graduation tous les 5 ml. Le haut de la burette pour le solvant de titrage est garni d'un bouchon et relié à un tube d'absorption comme en 6.2 pour éliminer l'anhydride carbonique et l'eau atmosphériques.

NOTE 11 On peut utiliser un autre moyen pour introduire le solvant de titrage, du moment que l'on a une répétabilité de cette introduction meilleure que $\pm 1 \text{ ml}$ par rapport à 40 ml, et que le solvant dans le distributeur est isolé de l'anhydride carbonique et de l'eau atmosphériques.

7 Préparation des échantillons d'huile usée

7.1 Il est nécessaire d'observer rigoureusement la méthode décrite en 7.3 pour être sûr que les sédiments sont uniformément répartis car les sédiments eux-mêmes sont acides ou basiques, ou peuvent avoir absorbé des substances acides ou basiques de l'échantillon et ne seraient pas uniformément répartis. Le fait de ne pas obtenir d'échantillon représentatif peut conduire à des résultats erronés.

7.2 Comme les huiles usées peuvent se modifier d'une manière considérable au stockage, les échantillons doivent être étudiés le plus rapidement possible après leur extraction du circuit de lubrification ou du circuit d'essai et il faut noter la date de l'échantillonnage et la date de l'essai.

Chauffer l'échantillon d'huile usée à $60 \text{ °C} \pm 5 \text{ °C}$ dans le récipient d'origine et agiter jusqu'à ce que tous les sédiments (voir note 12) soient en suspension homogène dans l'huile. Si le récipient d'origine est un matériau opaque, ou bien s'il est plus qu'aux trois quarts plein, transvaser la totalité de l'échantillon dans un flacon en verre transparent ayant une capacité d'au moins un tiers supérieure au volume de l'échantillon. Transvaser dans le flacon toutes les traces de sédiments provenant du récipient d'origine, en agitant violemment les parties de l'échantillon se trouvant dans le récipient d'origine.

Après la mise en suspension complète de tous les sédiments, filtrer l'échantillon ou une quantité aliquote convenable de l'échantillon à travers un tamis de $150 \text{ }\mu\text{m}$, pour éliminer les contaminants de grandes dimensions.

NOTE 12 Quand les échantillons sont, à l'œil nu, exempts de sédiments, on peut omettre le chauffage et la filtration.

8 Mode opératoire

8.1 Titrage de l'échantillon

8.1.1 Peser, à 0,1 mg près, la quantité requise de prise d'essai et l'introduire dans un bécher de titrage (6.3) propre et taré. Le tableau 1 donne des instructions permettant de déterminer la quantité d'échantillon requise.