

# NORME INTERNATIONALE 3771

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

## Produits pétroliers — Détermination de l'indice de base total — Méthode par titrage potentiométrique à l'acide perchlorique

*Petroleum products — Total base number — Perchloric acid potentiometric titration method*

Première édition — 1977-01-15 **STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 3771:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/286c0994-e541-48b7-aeef-7c68b8f75d89/iso-3771-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/286c0994-e541-48b7-aeef-7c68b8f75d89/iso-3771-1977>

CDU 665.6/.7 : 543.257.1

Réf. no : ISO 3771-1977 (F)

**Descripteurs** : produit pétrolier, analyse chimique, détermination, indice de base, détermination du titre, méthode potentiométrique, acide perchlorique.

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. 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.

La Norme Internationale ISO 3771 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et a été soumise aux Comités Membres en juin 1975.

(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

ISO 3771:1977

Afrique du Sud, Rép. d'	Ghana	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Bésil	Italie	Turquie
Bulgarie	Japon	U.R.S.S.
Canada	Mexique	U.S.A.
Espagne	Pays-Bas	
France	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Produits pétroliers – Détermination de l'indice de base total – Méthode par titrage potentiométrique à l'acide perchlorique

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination des constituants basiques dans les produits pétroliers, par titrage potentiométrique à l'acide perchlorique dans l'acide acétique cristallisable.<sup>1)</sup>

1.2 Les constituants qui peuvent être considérés comme ayant des propriétés basiques, comprennent les bases organiques et inorganiques, les composés aminés, les sels d'acides faibles, par exemple les savons, les sels basiques ou les bases polyacides et les sels de métaux lourds.

## 2 DÉFINITION

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, la définition suivante est applicable :

**indice de base total** : Quantité d'acide perchlorique, exprimée par le nombre équivalent de milligrammes d'hydroxyde de potassium (ou, en variante, en milli-équivalents d'hydroxyde par gramme), nécessaire pour neutraliser tous les constituants basiques, présents dans 1 g d'échantillon, dans des conditions déterminées.

## 3 PRINCIPE

3.1 La prise d'essai est dissoute dans un mélange anhydre de chlorobenzène et d'acide acétique cristallisable, puis est titrée avec une solution titrée d'acide perchlorique dans l'acide acétique cristallisable à l'aide d'un titrimètre potentiométrique. Une électrode indicatrice en verre et une électrode de référence au calomel sont utilisées, cette dernière étant reliée à la solution de la prise d'essai au moyen d'un pont de sel. Les lectures faites sur l'instrument de mesure sont reportées sur un graphique en fonction des volumes correspondants de la solution de titrage; le point final correspond au dernier point d'inflexion de la courbe résultante.

3.2 Quelquefois, lorsque la méthode résumée en 3.1 est appliquée à certaines huiles usagées, la courbe ne présente pas de point d'inflexion; auquel cas, un titrage en retour avec une solution acétique titrée d'acétate de sodium est effectué. (Voir chapitre 10.)

## 4 RÉACTIFS

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

4.1 **Acide acétique**, cristallisable. (ATTENTION, voir ci-après.)

ATTENTION – L'acide acétique, l'anhydride acétique et le chlorobenzène sont toxiques et irritants. Conduire toutes les opérations nécessitant l'emploi de ces produits dans un local bien aéré, de préférence sous une hotte (hotte à fumées).

4.2 **Anhydride acétique**. (ATTENTION, voir 4.1.)

4.3 **Chlorobenzène**. (ATTENTION, voir 4.1.)

4.4 **Hydrogénophthalate de potassium** ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ ).

4.5 **Carbonate de sodium**, anhydre ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).

4.6 **Perchlorate de sodium**, solution utilisée comme électrolyte.

Préparer une solution saturée de perchlorate de sodium ( $\text{NaClO}_4$ ) (ATTENTION, voir ci-après) dans l'acide acétique cristallisable (4.1). Un excès de perchlorate de sodium non dissous doit toujours être présent au fond de la solution.

ATTENTION – Le perchlorate de sodium est toxique et irritant. C'est également un agent oxydant puissant lorsqu'il est chauffé. Il faut éviter à tout prix le contact avec les matières organiques dans les opérations qui comportent un séchage ou un chauffage ultérieur. Tout ce qui est renversé doit être lavé immédiatement et soigneusement à l'eau.

4.7 **Solvant de titrage**.

Ajouter 1 volume de l'acide acétique cristallisable (4.1) à 2 volumes du chlorobenzène (4.3) (ATTENTION, voir 4.1).

1) Pour de nombreux produits, la présente méthode donne des résultats semblables à ceux qui sont obtenus pour l'indice de base total en utilisant la norme ASTM D 664, *Indice de neutralisation par titrage potentiométrique*, mais, avec des produits contenant certains composés tels que certaines huiles additives très basiques et certains composés axotés polymérisés, des résultats supérieurs à ceux qui sont obtenus en appliquant la méthode spécifiée dans la norme ASTM D 664 peuvent être obtenus.

#### 4.8 Acide perchlorique, solution acétique titrée 0,1 N.

##### 4.8.1 Préparation

Mélanger 8,5 ml d'acide perchlorique à 70 à 72 % (m/m) [ $\text{HClO}_4$  à 70 à 72 % (m/m)] [ou 10,2 ml d'acide perchlorique à 60 à 62 % (m/m), ou 11,8 ml d'acide perchlorique à 57 % (m/m)] avec 500 ml de l'acide acétique cristallisable (4.1) et 30 ml [ou 35 ml si l'acide perchlorique utilisé est à 60 à 62 % (m/m), ou 40 ml si l'acide perchlorique utilisé est à 57 % (m/m)] de l'anhydride acétique (4.2) (voir note). Diluer à 1 l avec de l'acide acétique cristallisable (ATTENTION, voir ci-après). Laisser reposer la solution durant 24 h avant l'étalonnage.

**ATTENTION** — Cette solution d'acide perchlorique n'est pas dangereuse dans les conditions de cet essai. Cependant, l'acide perchlorique concentré est un agent oxydant puissant lorsqu'il est chauffé, et donne naissance à des mélanges explosifs lorsqu'il est chauffé en présence de matières organiques. Il faut éviter à tout prix le contact avec les matières organiques dans les opérations qui comportent un séchage ou un chauffage ultérieur. Tout ce qui est renversé doit être lavé immédiatement et soigneusement à l'eau.

NOTE — Un excès d'anhydride acétique doit être évité de manière à ne pas provoquer d'acétylation des amines primaires ou secondaires qui peuvent être présentes dans l'échantillon en essai.

##### 4.8.2 Étalonnage

Sécher une certaine quantité de l'hydrogénophthalate de potassium (4.4) dans une étuve maintenue à 120 °C durant 2 h et laisser refroidir. Peser, à 0,1 mg près, 0,1 à 0,2 g d'hydrogénophthalate de potassium sec et les dissoudre avec soin dans 40 ml de l'acide acétique cristallisable (4.1) tiède. Ajouter 80 ml du chlorobenzène (4.3), refroidir, et titrer avec de l'acide perchlorique (4.8.1) en utilisant le système d'électrodes et les méthodes spécifiées de 7.1 à 7.4 et de 8.3 à 8.5. Déterminer le point final de la même manière que pour la détermination de l'indice de base (voir 9.2). Effectuer un essai à blanc sur 40 ml de l'acide acétique cristallisable et 80 ml du chlorobenzène (voir 8.6).

##### 4.8.3 Calcul

Calculer la normalité,  $T_0$ , de la solution d'acide perchlorique à l'aide de l'équation

$$T_0 = \frac{1\,000\,m}{204,23 \times (V_1 - V_0)} \quad \dots (1)$$

où

$m$  est la masse, en grammes, d'hydrogénophthalate de potassium;

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique, utilisé pour l'essai à blanc;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique, utilisé pour l'étalonnage.

#### NOTES

1 À cause du coefficient de dilatation volumique relativement important des liquides organiques, la solution acétique d'acide perchlorique doit être utilisée à une température ne différant pas de

plus de 5 °C de la température à laquelle elle a été étalonnée. Si elle est utilisée à une température qui est supérieure de plus de 5 °C à la température d'étalonnage, multiplier le volume utilisé par le facteur  $[1 - (t \times 0,001)]$ . Si elle est utilisée à une température inférieure de plus de 5 °C à la température d'étalonnage, multiplier par le facteur  $[1 + (t \times 0,001)]$ . ( $t$  est la différence, en degrés Celsius, entre les températures d'étalonnage et d'utilisation, et est toujours positive.)

2 La solution d'acide perchlorique devra être étalonnée de nouveau au moins une fois par semaine, voire plus souvent, si l'on a des raisons de croire que la normalité a varié.

#### 4.9 Acétate de sodium, solution acétique titrée 0,1 N (pour les titrages en retour, voir chapitre 10).

##### 4.9.1 Préparation

Dissoudre 5,3 g du carbonate de sodium anhydre (4.5) dans 300 ml d'acide acétique. Diluer à 1 l avec de l'acide acétique, après dissolution complète.

##### 4.9.2 Étalonnage

Utiliser 120 ml du solvant de titrage (4.7) et 8,00 ml de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8). Titrer avec la solution d'acétate de sodium (4.9.1) en utilisant le système d'électrodes et les méthodes spécifiées de 7.1 à 7.4 et de 8.3 à 8.5. Déterminer le point final de la même manière que pour la détermination de l'indice de base (voir 9.2).

##### 4.9.3 Calcul

Calculer la normalité,  $T_1$ , de la solution d'acétate de sodium à l'aide de l'équation

$$T_1 = \frac{(8,00 - V_0) T_0}{V_2} \quad \dots (2)$$

où

$T_0$  et  $V_0$  ont la même signification que dans l'équation (1);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acétate de sodium, utilisé pour l'étalonnage.

NOTE — La solution d'acétate de sodium devra être étalonnée de nouveau au moins une fois par semaine, voire plus souvent, si l'on a des raisons de croire que la normalité a varié.

## 5 APPAREILLAGE

5.1 Titrimètre potentiométrique, enregistreur ou manuel.

5.2 Électrode en verre, pH 0 à 11, de type à usage général.

5.3 Électrode de référence, au calomel saturé, de type à jonction par manchon, utilisée avec un pont non aqueux comme décrit au chapitre 7.

NOTE — Des électrodes de référence à diaphragme en fibre ou fritté et des électrodes combinées, telles que électrode cylindrique en verre associée à une électrode argent/chlorure d'argent en une seule tige, sont disponibles dans le commerce. Au cours de l'étude de cette méthode, l'emploi de ces types d'électrodes a provoqué des

problèmes dans certains laboratoires, mais pas dans d'autres. En conséquence, l'emploi de ces électrodes est permis dans les essais effectués selon cette méthode à condition qu'un pont au perchlorate de sodium soit utilisé; cependant, si leur emploi est la cause de problèmes de stabilité ou autres, les électrodes de type à jonction par manchon devront être utilisées.

**5.4 Agitateur**, soit mécanique, soit électrique, à vitesse variable et avec barreau ou pale en matériau chimiquement inerte. Si l'on emploie un agitateur électrique, celui-ci doit être relié à la terre, de sorte que le fait de déconnecter ou de connecter le moteur au circuit électrique ne provoque pas de déformation permanente de lecture sur l'appareil de mesure au cours d'un titrage. Un agitateur magnétique peut être utilisé à condition qu'il respecte les conditions ci-dessus.

**5.5 Burette**, de capacité 10 ou 20 ml, graduée en 0,05 ml et étalonnée avec une précision de  $\pm 0,02$  ml, ou **burette automatique**, de précision équivalente.

**5.6 Bêcher de titrage**, de capacité 250 ml, en verre borosilicaté. Un bêcher de forme haute est particulièrement recommandé.

**5.7 Support de titrage**, convenable pour supporter le bêcher, les électrodes, l'agitateur et la burette. Un dispositif qui permette de retirer le bêcher sans pour cela toucher aux électrodes, à la burette et à l'agitateur, est souhaitable.

NOTE — Certains appareils peuvent être sensibles aux interférences, provoquées par l'électricité statique, que l'on constate par les mouvements désordonnés du dispositif enregistreur ou indicateur de l'appareil de mesure, lorsque l'ensemble de titrage (bêcher et électrodes) est approché par l'opérateur. Dans ce cas, entourer le bêcher d'un cylindre en toile de cuivre relié à la terre.

## 6 PRÉPARATION DE LA PRISE D'ESSAI

Il est essentiel de s'assurer que la prise d'essai soit représentative car des sédiments peuvent être acides ou basiques, ou avoir absorbé des produits acides ou basiques. Si nécessaire, les échantillons pour laboratoire peuvent être chauffés pour faciliter le mélange. Les huiles usagées doivent être agitées vigoureusement pour assurer l'homogénéisation avant de préparer la prise d'essai.

## 7 PRÉPARATION DU SYSTÈME D'ÉLECTRODES

### 7.1 Préparation des électrodes

Si le pont aqueux de l'électrode au calomel (5.3) doit être remplacé par un pont non aqueux, retirer la solution aqueuse, éliminer par lavage à l'eau tous les cristaux de chlorure de potassium et rincer la jaquette extérieure plusieurs fois avec la solution de perchlorate de sodium (4.6). Enfin, remplir la jaquette extérieure avec la solution de perchlorate de sodium jusqu'au trou de remplissage. Lorsqu'on utilise une électrode du type à jonction par manchon, retirer soigneusement le manchon en verre rodé et essuyer parfaitement les deux faces rodées. Amorcer la mise en place du manchon, et laisser quelques gouttes d'électrolyte s'écouler pour rincer le joint en verre rodé et pour humidifier soigneusement les faces rodées avec l'électrolyte. Mettre fermement le manchon en place,

remplir de nouveau la jaquette extérieure avec la solution de perchlorate de sodium et rincer l'électrode avec du chlorobenzène (4.3). Au cours de l'essai, le niveau de l'électrolyte dans l'électrode au calomel doit rester au-dessus du liquide dans le bêcher de titrage (5.6) pour éviter l'entrée de produits contaminants dans le pont. Lorsqu'elle n'est pas utilisée, remplir l'électrode au calomel avec la solution de perchlorate de sodium, obturer l'orifice de remplissage et immerger les deux électrodes dans de l'eau, en conservant le niveau de l'électrolyte au-dessus de celui de l'eau.

### 7.2 Essai des électrodes

Essayer l'ensemble constitué par le titrimètre et les électrodes lors de la première utilisation ou lorsqu'on utilise de nouvelles électrodes; par la suite, réessayer l'ensemble de temps en temps, en opérant de la manière suivante. Plonger les électrodes dans un mélange maintenu sous agitation vigoureuse, constitué par 100 ml de l'acide acétique cristallisable (4.1) et par 0,2 g de l'hydrogénophthalate de potassium (4.4), et relever l'indication donnée par le titrimètre. Rincer l'électrode avec du chlorobenzène (4.3) et l'immerger dans 100 ml de l'acide acétique cristallisable mélangé à 1,5 ml de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8). La différence entre les indications de l'instrument devra être d'au moins 0,30 V.

NOTE — Les électrodes devront être essayées au moins une fois par semaine, voire plus souvent, si l'on a des raisons de croire qu'elles ont changé.

### 7.3 Nettoyage des électrodes

Après chaque titrage, laver d'abord les électrodes avec le solvant de titrage (4.7) pour éliminer tous les produits huileux adhérents provenant d'un titrage antérieur, puis à l'eau pour dissoudre tous les cristaux de perchlorate de sodium qui pourraient s'être formés autour du manchon de l'électrode au calomel et pour rétablir la couche de gel aqueux de l'électrode en verre. Rincer de nouveau avec le solvant de titrage. Avant d'effectuer une série de titrages, mettre en œuvre ce procédé de nettoyage, puis faire un ou deux titrages à blanc sur le solvant de façon à conditionner les électrodes. Multiplier si nécessaire ces titrages à blanc.

### 7.4 Entretien des électrodes

Si l'on a des raisons de croire que l'électrode en verre (5.2) a été contaminée, celle-ci peut être nettoyée par immersion dans une solution d'acide chromique froid durant 5 min suivie d'un abondant lavage à l'eau. Après ce traitement de nettoyage, essayer l'électrode comme indiqué en 7.2. L'électrode au calomel peut être nettoyée par vidange puis remplissage avec de la solution de perchlorate de sodium (4.6) fraîche. Maintenir, à tout moment, le niveau de l'électrolyte dans l'électrode au calomel au-dessus du niveau du liquide dans le bêcher de titrage. Ne pas laisser les électrodes immergées dans le solvant de titrage (4.7) plus longtemps que nécessaire, entre les titrages.

Bien que les électrodes ne soient pas très fragiles, les manipuler avec soin à tout moment et, en particulier, éviter de rayer l'électrode en verre.

## 8 MODE OPÉRATOIRE

### 8.1 Prise d'essai

Calculer la quantité de prise d'essai nécessaire, à partir de l'indice de base total (TBN) présumé, à l'aide de l'équation

$$\text{Masse approximative, en grammes, de la prise d'essai} = \frac{28}{\text{TBN présumé}} \dots (3)$$

#### NOTES

- 1 Exception possible, voir note en 10.2.
- 2 Si le TBN présumé est inconnu, il peut être approximativement déterminé selon un mode opératoire simple. Peser 0,2 à 0,3 g de la prise d'essai et titrer jusqu'à un point final de 570 mV. Calculer cette valeur comme étant un point d'inflexion et diviser le résultat par 28 pour obtenir la masse correcte de la prise d'essai.

Peser la prise d'essai dans le bécher de titrage, avec la précision indiquée ci-après :

Masse de la prise d'essai	Précision de pesée
g	g
au-dessus de 10 à 20	0,05
au-dessus de 5 à 10	0,02
au-dessus de 1 à 5	0,005
au-dessus de 0,25 à 1,0	0,001
0,1 à 0,25	0,0005

Un maximum de 20 g devra être pris pour l'analyse.

### 8.2 Préparation de la solution d'essai

Ajouter 120 ml du solvant de titrage (4.7), placer le bécher (5.6) sur le support de titrage (5.7) et agiter (voir 5.4) le contenu jusqu'à ce que la prise d'essai soit dissoute.

NOTE — Si la dissolution de la prise d'essai se fait difficilement, la dissoudre dans 80 ml du chlorobenzène (4.3) dans le bécher de titrage, puis ajouter 40 ml de l'acide acétique cristallisable (4.1). Beaucoup d'huiles usées contiennent des produits solides qui ne se dissolvent pas. La présence de ces produits insolubles constitue une condition normale.

### 8.3 Préparation de l'appareillage

Préparer les électrodes comme indiqué en 7.1, 7.2 et 7.3. Placer les électrodes dans la solution, de manière qu'elles soient immergées le plus possible. Continuer l'agitation tout au long de la détermination à une allure suffisante pour produire une agitation vigoureuse sans éclaboussures et sans introduire d'air dans la solution. Ajouter le titrimètre pour que la lecture soit faite à la partie supérieure de l'échelle des millivolts (par exemple 700 mV). Pour les titrimètres simples, qui ne peuvent être ajustés ainsi, il peut être nécessaire d'incorporer une source de potentiel en série avec l'électrode. Une pile sèche de 1,5 V et un diviseur de potentiel conviennent à cet effet.

Remplir la burette (5.5) avec la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8) et la mettre en position en prenant soin que l'extrémité soit immergée au-dessous du niveau de la surface du liquide dans le bécher (5.6). Noter les lectures initiales sur la burette et sur le titrimètre.

## 8.4 Titrages

### 8.4.1 Titration manuel

Titre avec la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8) ajoutée par fractions convenables. Après l'addition de chaque fraction, attendre que le potentiel se soit stabilisé, c'est-à-dire que la vitesse de variation de potentiel soit inférieure à 0,005 V/min, et noter les lectures sur la burette et sur le titrimètre. Au début du titrage et aux alentours du point de neutralisation, lorsque l'addition d'un volume total de 0,1 ml de titrant provoque une variation totale de potentiel supérieure à 0,03 V (correspondant à 0,5 unité de pH), ajouter la solution acétique titrée d'acide perchlorique par fractions de 0,05 ml.

Dans les parties intermédiaires où l'addition d'un volume de 0,1 ml provoque une variation de potentiel inférieure à 0,03 V (correspondant à 0,5 unité de pH), ajouter la solution acétique titrée d'acide perchlorique par fractions telles que chacune d'entre elles provoque une variation totale de potentiel approximativement égale, mais pas supérieure à 0,03 V.

Arrêter le titrage lorsque l'addition de 0,1 ml de la solution acétique titrée d'acide perchlorique provoque une variation de potentiel inférieure à 0,005 V.

### 8.4.2 Titration automatique

Ajuster l'appareil de manière à respecter les instructions du fabricant, et conduire le titrage à une vitesse maximale de 1,0 ml/min.

## 8.5 Nettoyage de l'appareillage

Une fois le titrage terminé, retirer le bécher, et rincer les électrodes et l'extrémité de la burette avec le solvant de titrage (4.7), puis à l'eau, puis de nouveau avec le solvant de titrage (voir 7.3). Conserver les électrodes immergées dans de l'eau en dehors des essais (voir 7.1).

## 8.6 Essai à blanc

### 8.6.1 Titration manuel

Pour chaque série d'échantillons, faire un essai à blanc en utilisant 120 ml du solvant de titrage (4.7). Ajouter la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8) par fractions de 0,05 ml, en attendant après chaque addition que le potentiel se soit stabilisé (voir 8.4.1). Noter les lectures sur le titrimètre et sur la burette après chaque addition.

### 8.6.2 Titration automatique

Pour chaque série d'échantillons, faire un essai à blanc en utilisant 120 ml du solvant de titrage (4.7). Suivre le mode opératoire spécifié en 8.4.2.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Dans le cas d'un titrage manuel, tracer un graphique donnant les volumes d'acide ajoutés en fonction des lectures correspondantes sur le titrimètre.

**9.2** Relever le point final sur la courbe obtenue par titrage manuel ou automatique. Le point final est le point d'inflexion, c'est-à-dire le point où la courbe change de concavité. Un repère utile (mais non obligatoire) est que le point final doit être précédé et suivi par une variation d'au moins 50 mV/0,1 ml de titrant ajouté.

**9.3** S'il n'y a pas de point d'inflexion ou seulement un point d'inflexion douteux, suivre le mode opératoire spécifié dans le chapitre 10. L'inflexion obtenue par titrage en retour doit, de préférence, respecter les indications données en 9.2.

**9.4** Calculer l'indice de base total (TBN) à l'aide de la formule

$$\frac{(V_4 - V_3) T_0 \times 56,1}{m} \quad \dots (4)$$

où

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8), utilisé au cours de l'essai à blanc (8.6) pour atteindre le point d'inflexion sur la courbe de titrage;

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8), utilisé au cours du titrage de la prise d'essai pour atteindre le point d'inflexion sur la courbe de titrage;

$T_0$  est la normalité de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8) [telle qu'elle est définie dans l'équation (1)];

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

**9.5** La basicité peut également être calculée en milli-équivalents d'hydroxyde par gramme, à l'aide de la formule

$$\frac{(V_4 - V_3) T_0}{m} \quad \dots (5)$$

où  $T_0$ ,  $V_3$ ,  $V_4$  et  $m$  ont la même signification que dans la formule (4).

## 10 TITRAGE EN RETOUR

**10.1** Certaines huiles usagées ne donnent pas de point d'inflexion ou seulement un point d'inflexion douteux, avec la méthode spécifiée précédemment. Lorsqu'on rencontre cette situation, la méthode modifiée suivante peut être utilisée. Dans cette méthode modifiée, un excès de la solution acétique titrée d'acide perchlorique (4.8) est ajouté à la prise d'essai et l'excès est titré en retour avec la solution acétique titrée d'acétate de sodium (4.9).

**10.2** Peser, avec précision, la quantité de prise d'essai indiquée en 8.1 (voir note) dans le bécher de titrage (5.6).

NOTE — La masse de la prise d'essai ne doit pas, dans ce cas, dépasser 5 g. Si, avec 5 g de prise d'essai, le point d'inflexion n'est

pas trouvé, réduire la masse de la prise d'essai à 3 g et répéter l'analyse. Le fait de réduire la masse de la prise d'essai améliore généralement la clarté du point d'inflexion. Cependant, il faut noter qu'au cours des essais interlaboratoires qui ont conduit aux valeurs de fidélité fixées en 11.1 et 11.2, des prises d'essai de masse maximale 5 g ont été utilisées.

**10.3** Dissoudre la prise d'essai dans 80 ml du chlorobenzène (4.3) (voir note en 8.2) et ajouter 40 ml de l'acide acétique cristallisable (4.1).

**10.4** Utiliser une burette ou une pipette pour ajouter 8,00 ml de la solution acétique titrée d'acide perchlorique dans le bécher. [Cette solution doit être en excès. Si nécessaire, ajouter plus de 8,00 ml et corriger en conséquence (voir 10.7).]

**10.5** Agiter le contenu du bécher durant 2 min.

**10.6** Titrer l'acide perchlorique non neutralisé avec la solution acétique titrée d'acétate de sodium. Conduire le titrage selon la manière décrite dans le chapitre 8. Pour le titrage en retour, le point de départ sera compris entre 0 et 100 mV.

**10.7** Au lieu de peser une nouvelle prise d'essai et de la traiter comme indiqué de 10.3 à 10.6, le titrage en retour peut être effectué sur la prise d'essai qui a été titrée comme indiqué de 8.1 à 8.4.2, à condition que la masse de la prise d'essai n'ait pas dépassé 5 g (voir note en 10.2). Lorsqu'il est visible, à partir de ce titrage, qu'une inflexion satisfaisante ne sera pas obtenue, noter le volume de solution acétique titrée d'acide perchlorique utilisé, puis procéder comme indiqué en 10.6. L'étalonnage (4.9.1) devra être modifié afin de tenir compte du volume de solution acétique titrée d'acide perchlorique utilisé.

**10.8** Calculer l'indice de base total (TBN) à l'aide de la formule

$$\frac{(V_2 - V_5) T_1 \times 56,1}{m} \quad \dots (6)$$

où

$T_1$  et  $V_2$  ont la même signification que dans l'équation (2);

$V_5$  est le volume, en millilitres, de la solution acétique titrée d'acétate de sodium (4.9), utilisé pour le titrage;

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

**10.9** La basicité peut également être calculée en milli-équivalents d'hydroxyde par gramme, à l'aide de la formule

$$\frac{(V_2 - V_5) T_1}{m} \quad \dots (7)$$

où  $T_1$ ,  $V_2$ ,  $V_5$  et  $m$  ont la même signification que dans la formule (6).

**11 FIDÉLITÉ**

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

**11.1 Répétabilité**

La différence entre des résultats d'essais successifs, obtenus par le même opérateur utilisant 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 normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser les pourcentages suivants par rapport à l'indice de base total moyen qu'une fois sur vingt :

	%
Huiles neuves et additifs concentrés	
Indice de base total inférieur ou égal à 59,9	5
Indice de base total supérieur à 59,9	3
Huiles usagées (titrage direct)	5
Huiles usagées (titrage en retour)	24

**11.2 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 normalement et correctement la méthode d'essai, dépasser

les pourcentages suivants par rapport à l'indice de base total moyen qu'une fois sur vingt :

	%
Huiles neuves et additifs concentrés	
Indice de base total inférieur ou égal à 59,9	6
Indice de base total supérieur à 59,9	4
Huiles usagées (titrage direct)	15
Huiles usagées (titrage en retour)	32

NOTE — Au cours de la mise au point de cette méthode, des essais interlaboratoires ont été conduits sur des échantillons de nombreux types d'huiles, ou d'additifs concentrés qui sont utilisés pour préparer ces huiles, et sur des huiles usagées, après des usages variés. Il n'a cependant pas été possible de couvrir la totalité des indices de base totaux possibles. Il est vraisemblable que des interpolations ou des extrapolations à partir des gammes réellement expérimentées n'introduiront pas d'erreurs conséquentes à propos de la fidélité. Ces données relatives à la fidélité ont été établies pour des valeurs de l'indice de base total comprises dans les gammes

- Huiles neuves — Indices de base totaux de 5,5 à 13,5
- Additifs concentrés — Indices de base totaux de 60 à 99
- Huiles usagées (titrage direct) — Indices de base totaux de 3,8 à 11,0
- Huiles usagées (titrage en retour) — Indices de base totaux de 2,9 à 4,4

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

**12 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI**

Noter le résultat comme étant l'indice de base total, ou l'indice de base total par titrage en retour, et faire référence à la présente Norme Internationale.

7c68b8f75d89/iso-3771-1977