

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 603: Physical tests – Measurement of total acid number of filling
compounds**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 603: Essais physiques – Mesure de l'indice d'acide total des matières
de remplissage**

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

**Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials –
Part 603: Physical tests – Measurement of total acid number of filling
compounds**

**Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux
non-métalliques –
Partie 603: Essais physiques – Mesure de l'indice d'acide total des matières
de remplissage**

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

K

ICS 29.035.01; 29.060.20

ISBN 978-2-88912-996-6

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 Test method	6
4.1 General.....	6
4.2 Apparatus.....	6
4.3 Reagents.....	6
4.3.1 General	6
4.3.2 Potassium hydroxide solution, standard alcoholic (0,1 N)	7
4.3.3 p-Naphtholbenzein indicator solution	7
4.3.4 Titration solvent.....	7
4.4 Test procedure	7
4.5 Calculation	7
5 Test report.....	8
Annex A (normative) Specification for p-Naphtholbenzein.....	9
Bibliography.....	10

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES –
TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –****Part 603: Physical tests –
Measurement of total acid number of filling compounds**

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60811-603 has been prepared by IEC technical committee 20: Electric cables.

This Part 603 of IEC 60811 cancels and replaces Clause 7 of IEC 60811-5-1:1990, which is withdrawn. Full details of the replacements are shown in Annex A of IEC 60811-100:2012.

There are no specific technical changes with respect to the previous edition, but see the Foreword to IEC 60811-100:2012.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
20/1312/FDIS	20/1361/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

This part of IEC 60811 shall be used in conjunction with IEC 60811-100.

A list of all the parts in the IEC 60811 series, published under the general title *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials*, can be found on the IEC website.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

INTRODUCTION

The IEC 60811 series specifies the test methods to be used for testing non-metallic materials of all types of cables. These test methods are intended to be referenced in standards for cable construction and for cable materials.

NOTE 1 Non-metallic materials are typically used for insulating, sheathing, bedding, filling or taping within cables.

NOTE 2 These test methods are accepted as basic and fundamental and have been developed and used over many years principally for the materials in all energy cables. They have also been widely accepted and used for other cables, in particular optical fibre cables, communication and control cables and cables for ships and offshore applications.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

ELECTRIC AND OPTICAL FIBRE CABLES – TEST METHODS FOR NON-METALLIC MATERIALS –

Part 603: Physical tests – Measurement of total acid number of filling compounds

1 Scope

This Part 603 of IEC 60811 gives the test methods to examine the filling compound for corrosive elements.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60811-100:2012, *Electric and optical fibre cables – Test methods for non-metallic materials – Part 100: General*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in IEC 60811-100 apply.

4 Test method

4.1 General

This part of IEC 60811 shall be used in conjunction with IEC 60811-100.

Unless otherwise specified, tests shall be carried out at room temperature.

This test is used to examine the filling compound for corrosive elements.

The total acid number is defined as the quantity of base, expressed in milligrams of potassium hydroxide (KOH), that is required to titrate all acidic constituents present in 1 g of sample.

4.2 Apparatus

The apparatus comprises a 50 ml burette graduated in 0,1 ml subdivisions or a 10 ml burette graduated in 0,05 ml subdivisions.

4.3 Reagents

4.3.1 General

The reagent shall be of an analytical reagent quality.

Distilled water shall be used throughout.

4.3.2 Potassium hydroxide solution, standard alcoholic (0,1 N)

Add 6 g of solid KOH to approximately 1 l of anhydrous isopropyl alcohol (containing less than 0,9 % water) in a 2 l Erlenmeyer flask. Boil the mixture gently for 10 min to 15 min, stirring to prevent the solids from forming a cake on the bottom. Add at least 2 g of barium hydroxide ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) and again boil gently for 5 min to 10 min. Cool to room temperature, allow to stand for several hours, and filter the supernatant liquid through a fine sintered glass or porcelain filtering funnel. Avoid unnecessary exposure to carbon dioxide (CO_2) during filtration. Store the solution in a chemically resistant dispensing bottle out of contact with cork, rubber or saponifiable stopcock lubricant and protected by a guard tube containing soda, lime or soda asbestos. Standardize frequently enough to detect changes of 0,000 5 N, preferably against pure potassium acid phthalate in about 100 ml of CO_2 -free water using phenolphthalein to detect the end point.

NOTE 1 To simplify calculations, the standard KOH solution may be adjusted so that 1,00 ml is equivalent to 5,00 mg of KOH.

NOTE 2 Sodium hydroxide (NaOH) may be substituted for KOH.

4.3.3 p-Naphtholbenzein indicator solution

Dissolve 10 g of p-naphtholbenzein per litre of titration solvent as defined in 4.3.4.

p-Naphtholbenzein shall conform with Annex A.

4.3.4 Titration solvent

Add 500 ml of toluene and 5 ml of water to 495 ml of anhydrous isopropyl alcohol.

4.4 Test procedure

Introduce approximately 25 g of the filling compound, weighed to the nearest 0,1 g, into a 250 ml Erlenmeyer flask. Add 100 ml of the titration solvent and 0,5 ml of the indicator solution and, without stoppering, swirl until the sample is entirely dissolved by the solvent. Titrate immediately at a temperature below 30 °C. Add 0,1 N KOH solution in increments and swirl to disperse the KOH as necessary. Shake vigorously near the end point, but avoid dissolving carbon dioxide (CO_2) in the solvent.

The end point is considered to have occurred when the colour change persists for 15 s or if it reverses with two drops of 0,1 N HCl.

NOTE In the case of acidic compounds, the orange colour changes to green or green-brown as the end-point is approached.

Make a blank titration on 100 ml of the titration solvent and 0,5 ml of the indicator solution and add 0,1 N KOH solution in 0,05 ml or 0,1 ml increments. Record the quantity of 0,1 N KOH solution required to reach the end point (orange to green).

4.5 Calculation

The total acid number can be calculated as follows:

$$\text{Total acid number, mg of KOH/g} = \frac{(A - B)N \times 56,1}{W}$$

where

A is the number of millilitres of KOH solution required for titration of the sample;

B is the number of millilitres of KOH solution required for titration of the blank;

N is the normality of the KOH solution;

W is the amount of grams of sample used.

5 Test report

The test report shall be in accordance with that given in IEC 60811-100.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

Annex A (normative)

Specification for p-Naphtholbenzein

A.1 Appearance

p-Naphtholbenzein shall be in the form of a red amorphous powder.

A.2 Chlorides

It shall contain less than 0,5 % chlorides.

A.3 Solubility

A quantity of 10 g shall dissolve completely in 1 l of titration solvent defined in 4.3.4.

A.4 Minimum absorbance

After having dissolved exactly 0,1 000 g of the sample in 250 ml of methanol and having converted 5 ml of this solution to 100 ml with the aid of a pH 12 buffer, the final dilution shall have a minimum absorbance of 1,20 when read at 6,50 μm peak, using a Beckmann DU or alternative type spectrophotometer, 1 cm cells and water serving as the blank.

A.5 pH range

The indicator shall turn to the first clear green at a relative pH of $11 \pm 0,5$ when tested by the method for pH range of the p-Naphtholbenzein indicator defined in 4.3.3.

Not more than 0,5 ml of 0,01 N KOH above that for the blank shall bring the indicator solution to the first clear green. Not more than 1,0 ml of 0,01 N KOH above that for the blank shall turn the indicator solution to a blue colour.

The initial pH of the indicator solution shall be at least as high as that of the blank.

Bibliography

IEC 60811-5-1:1990, *Common test methods for insulating and sheathing materials of electric cables – Part 5: Methods specific to filling compounds – Section One – Drop-point – Separation of oil – Lower temperature brittleness – Total acid number – Absence of corrosive components – Permittivity at 23 °C – DC resistivity at 23 °C and 100 °C*
(withdrawn)

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	13
INTRODUCTION.....	15
1 Domaine d'application	16
2 Références normatives	16
3 Termes et définitions	16
4 Méthode d'essai	16
4.1 Généralités.....	16
4.2 Appareillage	16
4.3 Réactifs.....	16
4.3.1 Généralités.....	16
4.3.2 Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (0,1 N)	17
4.3.3 Réactif paranaphtolbenzéine	17
4.3.4 Solvant de titrage	17
4.4 Mode opératoire	17
4.5 Calcul.....	17
5 Rapport d'essai	18
Annexe A (normative) Spécification de la paranaphtolbenzéine	19
Bibliographie.....	20

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

**CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES –
MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –****Partie 603: Essais physiques –
Mesure de l'indice d'acide total des matières de remplissage**

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60811-603 a été établie par le comité d'études 20 de la CEI: Câbles électriques.

La présente Partie 603 de la CEI 60811 annule et remplace l'Article 7 de la CEI 60811-5-1:1990, qui est supprimée. L'ensemble des informations relatives aux remplacements figure dans l'Annexe A de la CEI 60811-100:2012.

Aucune modification technique n'a été effectuée par rapport à l'édition précédente; voir cependant l'avant-propos de la CEI 60811-100:2012.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
20/1312/FDIS	20/1361/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La présente partie de la CEI 60811 doit être utilisée conjointement avec la CEI 60811-100.

Une liste de toutes les parties de la série CEI 60811, publiées sous le titre général *Cables électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques*, peut être consultée sur le site web de la CEI.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

INTRODUCTION

La série CEI 60811 précise les méthodes à employer pour les essais des matériaux non-métalliques sur tous les types de câbles. Ces méthodes d'essai seront citées en référence dans les normes relatives à la construction des câbles et aux matériaux des câbles.

NOTE 1 Les matériaux non-métalliques sont généralement utilisés pour l'isolation, le gainage, le matelassage, le remplissage ou le rubanage des câbles.

NOTE 2 Ces méthodes d'essai sont reconnues comme fondamentales; elles ont été développées et utilisées durant de nombreuses années, principalement pour les matériaux dans tous les câbles de distribution d'énergie. Elles ont aussi été largement reconnues et utilisées pour d'autres types de câbles, en particulier les câbles à fibres optiques, les câbles de communication et de commande, ainsi que les câbles utilisés à bord des navires et dans les applications offshore.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 60811-603:2012

CÂBLES ÉLECTRIQUES ET À FIBRES OPTIQUES – MÉTHODES D'ESSAI POUR LES MATÉRIAUX NON-MÉTALLIQUES –

Partie 603: Essais physiques – Mesure de l'indice d'acide total des matières de remplissage

1 Domaine d'application

La présente Partie 603 de la CEI 60811 décrit les méthodes d'essai pour détecter les constituants corrosifs de la matière de remplissage.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60811-100:2012, *Câbles électriques et à fibres optiques – Méthodes d'essai pour les matériaux non-métalliques – Partie 100: Généralités*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans la CEI 60811-100 s'appliquent.

4 Méthode d'essai

4.1 Généralités

La présente partie de la CEI 60811 doit être utilisée conjointement avec la CEI 60811-100.

Les essais doivent être réalisés à température ambiante, sauf spécification contraire.

Cet essai est utilisé pour détecter les constituants corrosifs de la matière de remplissage.

L'indice d'acide total est défini comme étant la quantité de base, exprimée en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH), nécessaire pour neutraliser tous les constituants acides présents dans 1 g d'échantillon.

4.2 Appareillage

L'appareillage comporte une burette de 50 ml graduée en 0,1 ml ou une burette de 10 ml graduée en 0,05 ml.

4.3 Réactifs

4.3.1 Généralités

Les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

Seule l'eau distillée doit être utilisée durant l'essai.

4.3.2 Solution d'hydroxyde de potassium alcoolique (0,1 N)

Ajouter 6 g de KOH solide à environ 1 l d'alcool isopropylique anhydre (contenant moins de 0,9 % d'eau) dans un Erlenmeyer de 2 l. Porter le mélange à ébullition pendant 10 min à 15 min, tout en agitant afin d'éviter que les particules solides précipitent. Ajouter au moins 2 g d'hydroxyde de baryum ($\text{Ba}(\text{OH})_2$) et à nouveau porter à ébullition pendant 5 min à 10 min. Refroidir jusqu'à température ambiante, attendre alors plusieurs heures et filtrer le liquide surnageant à travers un verre fritté ou un entonnoir filtrant en porcelaine. Pendant le filtrage, éviter le contact avec le dioxyde de carbone (CO_2). Stocker la solution dans une bouteille chimiquement résistante sans contact avec le liège, le caoutchouc ou les lubrifiants saponifiables des robinets et la protéger par un tube de garde contenant de la soude, de la chaux ou de la soude-amiante. Titrer assez fréquemment afin de détecter des changements de normalités de 0,000 5 N, de préférence avec un acide de phtalate de potassium pur dans environ 100 ml d'eau exempte de CO_2 et en utilisant la phénolphthaléine pour détecter le virage.

NOTE 1 Pour simplifier les calculs, la solution normale de KOH peut être diluée de telle sorte que 1,00 ml soit équivalent à 5,00 mg de KOH.

NOTE 2 L'hydroxyde de sodium (NaOH) peut remplacer le KOH.

4.3.3 Réactif paranaphtolbenzéine

Dissoudre 10 g de paranaphtolbenzéine par litre de solvant de titrage tel que défini au 4.3.4.

La paranaphtolbenzéine doit être conforme à l'Annexe A.

4.3.4 Solvant de titrage

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

4.4 Mode opératoire

Dans un Erlenmeyer de 250 ml, introduire approximativement 25 g de matière de remplissage pesés à 0,1 g près. Mélanger 100 ml du solvant de titrage et 0,5 ml de la solution de l'indicateur, et, sans boucher le flacon, agiter l'échantillon jusqu'à sa dissolution complète dans le solvant. Titrer immédiatement à une température inférieure à 30 °C, ajouter progressivement une solution 0,1 N de KOH en agitant suffisamment pour obtenir une bonne dispersion du réactif. Vers la fin du titrage, agiter vigoureusement mais éviter de dissoudre le dioxyde de carbone (CO_2) dans le solvant.

Le titrage est considéré comme terminé si le changement de couleur persiste pendant 15 s ou si deux gouttes d'acide chlorhydrique 0,1 N sont nécessaires pour provoquer le virage inverse.

NOTE Dans le cas d'une matière de remplissage acide, la couleur orange vire au vert ou au vert brun quand la fin du titrage est proche.

Faire l'essai de titrage à blanc sur 100 ml de solvant de titrage et 0,5 ml de solution de l'indicateur, additionner la potasse à 0,1 N par 0,05 ml ou 0,1 ml. Noter la quantité de potasse 0,1 N nécessaire pour atteindre la fin du titrage (orange à vert).

4.5 Calcul

L'indice d'acide total peut être calculé comme suit:

$$\text{Indice d'acide total, mg de KOH/g} = \frac{(A - B)N \times 56,1}{W}$$