
**Produits pétroliers — Huiles lubrifiantes et
additifs — Détermination des cendres
sulfatées**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Petroleum products — Lubricating oils and additives — Determination of
sulfated ash*
(standards.iteh.ai)

[ISO 3987:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/193fa02-785f-4c94-a94c-a008e76f8d2e/iso-3987-1994>



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 3987 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3987:1980), dont elle constitue une révision technique.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 3987:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19f3fa02-785f-4c94-a94c-a008e76f8d2e/iso-3987-1994>

© ISO 1994

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 — Huiles lubrifiantes et additifs — Détermination des cendres sulfatées

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 utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination des cendres sulfatées dans les huiles lubrifiantes neuves contenant des additifs et dans les additifs eux-mêmes. Ces additifs contiennent habituellement un ou plusieurs des métaux suivants: baryum, calcium, magnésium, zinc, potassium, sodium ou étain. Les éléments soufre, phosphore ou chlore peuvent également être présents sous forme combinée.

L'application de cette méthode aux taux de cendres sulfatées inférieurs à 0,02 % (*m/m*) est limitée aux huiles contenant des additifs sans cendres. La limite inférieure d'applicabilité de la méthode est 0,005 % (*m/m*) de cendres sulfatées.

Cette méthode n'est pas recommandée pour l'analyse des huiles moteurs usées, contenant du plomb. Elle n'est pas non plus recommandée pour l'analyse des huiles lubrifiantes qui ne contiennent pas d'additifs pour laquelle l'ISO 6245:1993, *Produits pétroliers — Détermination des cendres*, est recommandée.

NOTE 1 Il est évident que le magnésium ne réagira pas de la même façon que d'autres métaux alcalins dans cette méthode. Si des additifs contenant du magnésium sont présents, les résultats doivent être interprétés avec précaution.

NOTE 2 Il est évident que les échantillons contenant du molybdène peuvent donner des mauvais résultats puisque ces composés ne sont pas complètement récupérés à la température de l'essai.

Lorsque les métaux présents dans les additifs sont connus, les cendres sulfatées peuvent être utilisées comme une indication de la concentration de ces additifs dans les huiles lubrifiantes neuves. En l'absence

de phosphore, le baryum, le calcium, le magnésium, le sodium et le potassium sont transformés en sulfates correspondants et l'étain(IV) et le zinc sont transformés en oxydes (voir note 3). Le soufre et le chlore n'interfèrent pas, mais quand le phosphore est présent, avec les métaux, il subsiste partiellement ou entièrement dans les cendres sulfatées à l'état de phosphates métalliques.

NOTE 3 Comme le sulfate de zinc se décompose lentement en oxyde à la température d'inflammation indiquée dans cette méthode, les prises d'essai contenant du zinc peuvent donner des résultats variables, à moins que le sulfate de zinc ne soit entièrement transformé en oxyde.

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 3170:1988, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171:1988, *Produits pétroliers — Échantillonnage automatique en oléoduc*

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

3 Définition

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

3.1 cendres sulfatées: Résidu restant après que l'échantillon ait été carbonisé puis traité par l'acide sulfurique et incinéré jusqu'à masse constante.

4 Principe

Une prise d'essai est inflammée et brûlée jusqu'à ce qu'il ne reste plus que des cendres et du carbone. Après refroidissement, le résidu est traité avec de l'acide sulfurique et chauffé à 775 °C jusqu'à oxydation complète du carbone. Les cendres sont alors refroidies, retraitées à l'acide sulfurique et chauffées à nouveau à 775 °C jusqu'à masse constante. Le pourcentage en masse des cendres sulfatées obtenues est ensuite calculé.

5 Réactifs

Pour la méthode d'analyse décrite dans la présente Norme internationale, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau respectant les exigences de grade 3 de l'ISO 3696.

5.1 Huile minérale à faible teneur en cendres

Huile blanche dont le taux de cendres sulfatées est inférieur à la limite pouvant être atteinte par la présente méthode.

Déterminer le taux en cendres sulfatées de cette huile en procédant selon le mode opératoire décrit à l'article 8, mais en utilisant 100 g d'huile blanche pesée à 0,5 g près dans une capsule en platine de 120 ml à 150 ml. Effectuer l'essai à blanc comme décrit en 8.11.

5.2 Acide sulfurique (H₂SO₄), concentré, de pureté 98 % minimum.

ATTENTION — L'acide sulfurique est fortement corrosif et possède un haut pouvoir d'hydratation. Des vêtements protecteurs, y compris des gants et un masque, devront être portés lors de manipulations de cet acide.

5.3 Acide sulfurique (1 + 1), préparé en ajoutant lentement 1 volume de l'acide sulfurique concentré (5.2) à 1 volume d'eau.

5.4 Propane-2-ol, de pureté 99 % minimum.

5.5 Toluène, de pureté 99 % minimum.

6 Appareillage

6.1 Capsule d'évaporation ou **creuset**, en porcelaine, en silice fondue ou en platine, de capacité 50 ml à 100 ml. Pour les échantillons donnant un taux de cendres sulfatées inférieur à 0,2 % (m/m), il est recommandé d'utiliser une capsule d'évaporation ou un creuset en platine de capacité 120 ml à 150 ml. Ne pas utiliser de récipient en platine si l'échantillon contient des éléments tels que le phosphore réagissant avec le platine.

6.2 Four à moufle électrique, capable de maintenir une température de 775 °C ± 25 °C et de préférence, muni d'ouvertures à l'avant et à l'arrière, de manière à assurer un renouvellement lent et naturel de l'air à l'intérieur de l'appareil.

6.3 Balance

Capable de peser à 0,1 mg près.

6.4 Récipient de refroidissement

Il ne doit pas contenir d'agent déshydratant.

6.5 Papier filtre, 0,01 % (m/m) maximum de cendres.

ISO 3987:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/193fa02-785f-4c94-a94c-a008e76f8d2e/iso-3987-1994>

7 Échantillons et échantillonnage

Les échantillons doivent être conformes aux instructions spécifiées dans l'ISO 3170, l'ISO 3171 ou une norme nationale équivalente. L'échantillon doit être soigneusement agité avant d'effectuer la prise d'essai.

8 Mode opératoire

8.1 Choisir une capsule ou un creuset (6.1) de dimension appropriée, d'après la quantité de l'échantillon nécessaire à l'essai (voir 8.3).

8.2 Chauffer dans le four (6.2), la capsule ou le creuset à 775 °C durant 10 min ou plus. Refroidir à température ambiante dans un récipient approprié (6.4) et peser à 0,1 mg près.

8.3 Peser dans la capsule à 0,1 mg près, une quantité m_1 de l'échantillon à essayer, suivant la formule:

$$m_1 = \frac{10}{m_0}$$

où

m_0 est le pourcentage en masse prévu de cendres sulfatées, % (m/m);

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

La prise d'essai ne doit pas excéder 80 g. Dans le cas des huiles lubrifiantes et additifs ayant un taux de cendres sulfatées de 2,00 % (m/m) ou plus, diluer environ 10 fois la prise d'essai pesée avec l'huile minérale à faible teneur en cendres (5.1).

Si la quantité de cendres sulfatées trouvée diffère de la quantité prévue, de plus d'un facteur de deux, répéter l'analyse avec une prise d'essai contenant l'échantillon tenant compte du résultat de cette première analyse.

8.4 Chauffer prudemment la capsule ou le creuset sur un brûleur à gaz jusqu'à ce que le contenu prenne feu au contact d'une flamme. Maintenir à une température telle que la prise d'essai puisse continuer à brûler à une vitesse uniforme et modérée. Quand la combustion est terminée, continuer à chauffer doucement jusqu'à cessation du dégagement des fumées.

Si l'échantillon contient suffisamment d'eau pour provoquer un moussage et une perte de matière par projection hors de la capsule, rejeter l'essai et ajouter, à une nouvelle prise d'essai, 1 ml à 2 ml de propanol-2 (5.4) avant la combustion. Si cela n'est pas satisfaisant, ajouter 10 ml d'un mélange à volumes égaux de toluène et de propane-2-ol et mélanger soigneusement. Introduire, dans le mélange, plusieurs bandes de papier filtre sans cendres (6.5) et chauffer. Lorsque le papier commence à brûler, la plus grande partie de l'eau aura été éliminée.

8.5 Laisser refroidir la capsule à la température ambiante puis mouiller entièrement le résidu en ajoutant, goutte à goutte, de l'acide sulfurique concentré (5.2). Chauffer très prudemment, la capsule, à basse température, sur une plaque ou au-dessus d'un brûleur à gaz en évitant d'éclabousser, et continuer le chauffage jusqu'à cessation du dégagement des vapeurs.

8.6 Placer la capsule dans le four réglé à une température de 775 °C (6.2) et l'y laisser à cette température jusqu'à oxydation pratiquement complète ou presque du carbone.

8.7 Laisser refroidir la capsule à température ambiante. Ajouter trois gouttes d'eau et 10 gouttes de la solution d'acide sulfurique (5.3). Déplacer la capsule de façon à mouiller entièrement le résidu. Chauffer de nouveau comme indiqué en 8.5.

8.8 Placer de nouveau la capsule dans le four réglé à une température de 775 °C et la maintenir à cette

température pendant 30 min. Laisser refroidir la capsule à la température ambiante dans un récipient approprié (6.4). Si les dialkyl ou alkaryl-dithiophosphates de zinc et leurs mélanges contenant ces additifs donnent un résidu qui est en partie noir à ce stade, répéter les opérations prévues en 8.7 et 8.8 jusqu'à ce qu'un résidu blanc soit obtenu.

8.9 À l'aide de la balance (6.3), peser la capsule et le résidu à 0,1 mg près.

8.10 Répéter les opérations prévues en 8.8 et 8.9 jusqu'à ce que deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 1,0 mg.

8.11 Pour les échantillons connus comme ayant un taux de cendres sulfatées de 0,02 % (m/m) ou moins, effectuer un essai à blanc en ajoutant 1 ml d'acide sulfurique concentré (5.2) dans une capsule ou creuset taré et chauffer jusqu'à cessation du dégagement des vapeurs, puis chauffer dans le four à 775 °C (6.2) pendant 30 min. Laisser refroidir la capsule ou le creuset à température ambiante dans un récipient approprié (6.4) et peser à 0,1 mg près. Si l'on trouve des cendres dans l'acide sulfurique, ajuster la masse totale des cendres sulfatées obtenue au cours de l'essai, en soustrayant la masse des cendres provenant de l'acide sulfurique déterminée à partir du volume total d'acide sulfurique utilisé au cours de l'essai. Déterminer la masse des cendres obtenue à partir de l'acide sulfurique en multipliant la masse de cendres trouvée pour l'essai à blanc de 1 ml de la masse totale de cendres sulfatées utilisée. Se servir de cette masse corrigée, m_2 , pour calculer le pourcentage en masse de cendres sulfatées (voir article 9).

9 Calculs

Calculer le taux de cendres sulfatées, A , exprimé en pourcentage en masse, de l'échantillon initial, à l'aide de la formule suivante:

$$A = 100 \frac{m_2}{m_1}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de cendres sulfatées.

10 Expression des résultats

Noter le résultat à 0,001 % (m/m) près pour les prises d'essai dont le taux de cendres sulfatées est inférieur à 0,02 % (m/m) et à 0,01 % (m/m) près, pour celles dont le taux est plus élevé.

11 Fidélité

La fidélité de la présente Norme internationale a été établie par un examen statistique de résultats d'essais interlaboratoires de programmes d'essais effectués en 1975 et 1981.

Le tableau 1 donne des exemples de valeurs de fidélité, calculées en accord avec les formules données en 11.1 et 11.2.

Tableau 1 — Exemples de valeurs de fidélité

Cendres sulfatées % (m/m)	Fidélité % (m/m)	
	Répétabilité <i>r</i>	Reproductibilité <i>R</i>
0,005	0,000 5	0,002 1
0,010	0,000 9	0,003 8
0,050	0,003 7	0,014 8
0,100	0,006 6	0,026 7
0,50	0,036	0,084
1,00	0,060	0,142
5,00	0,201	0,475
10,00	0,337	0,799
20,00	0,567	1,343
25,00	0,671	1,588

11.1 Répétabilité, *r*

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 doit, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20:

$$r = 0,047x^{0,85} \text{ pour } 0,005 \% (m/m) \leq A \leq 0,100 \% (m/m)$$

$$r = 0,060x^{0,75} \text{ pour } 0,11 \% (m/m) \leq A \leq 25,0 \% (m/m)$$

où *x* est la moyenne des résultats comparés, % (m/m).

11.2 Reproductibilité, *R*

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 correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes qu'une fois sur 20:

$$R = 0,189x^{0,85} \text{ pour } 0,005 \% (m/m) \leq A \leq 0,100 \% (m/m)$$

$$R = 0,142x^{0,75} \text{ pour } 0,11 \% (m/m) \leq A \leq 25,0 \% (m/m)$$

où *x* est la moyenne des résultats comparés, % (m/m).

12 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les indications suivantes:

- le type et l'identification du produit soumis à essai;
- une référence à la présente Norme internationale;
- le résultat de l'essai (voir article 10);
- toute modification, selon accord ou autrement, du mode opératoire décrit;
- la date de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3987:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19f3fa02-785f-4c94-a94c-a008e76f8d2e/iso-3987-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3987:1994](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19f3fa02-785f-4c94-a94c-a008e76f8d2e/iso-3987-1994>

ICS 75.100.00

Descripteurs: produit pétrolier, huile de graissage, additif, essai, dosage des cendres, dosage des cendres sulfatées, méthode par combustion.

Prix basé sur 4 pages
