
**Produits pétroliers — Détermination de la
teneur en cendres**

Petroleum products — Determination of ash

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 6245:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6245:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001>

© ISO 2001

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 6245 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

iTeh STANDARD PREVIEW

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 6245:1993), qui a fait l'objet d'une révision technique.

[ISO 6245:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6245:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001>

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en cendres

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'est pas censée 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 spécifie une méthode pour la détermination de la teneur en cendres dans les produits pétroliers tels que les distillats et les huiles combustibles résiduelles, les pétroles bruts, les huiles lubrifiantes, les paraffines et autres produits pétroliers dans lesquels toute matière donnant des cendres est considérée comme une impureté ou une contamination. Les cendres peuvent provenir de composés métalliques solubles dans l'huile ou dans l'eau, ou de solides étrangers tels que la poussière ou la rouille.

La méthode est applicable aux produits ayant une teneur en cendres comprise dans l'intervalle 0,001 % (*m/m*) à 0,180 % (*m/m*), mais ne s'applique pas aux produits contenant des additifs formant des cendres, dont certains composés phosphorés. Pour l'analyse d'huiles lubrifiantes neuves ou usées contenant des additifs, d'huiles moteurs usées, d'huiles lubrifiantes contenant du plomb, ou de certains gazoles non hydrocarbonés, il convient de suivre l'ISO 3987¹⁾, qui comprend une étape de production de cendres sulfatées de point de fusion plus élevé.

NOTE 1 Pour les besoins de la présente Norme internationale, l'expression «% (*m/m*)» est utilisée pour représenter la fraction massique.

NOTE 2 Pour certains types d'échantillons, tous les composés métalliques susceptibles de former des cendres peuvent ne pas être comptés quantitativement dans le résultat de l'essai. Certaines huiles lubrifiantes neuves ou certains distillats contiennent des additifs métalliques inorganiques de faible masse moléculaire (par exemple du sodium ou du potassium), pour lesquels l'oxyde de métal peut se sublimer à des températures inférieures à celles mentionnées dans la présente Norme internationale.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

ISO 4259:1992, *Produits pétroliers — Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai*

1) ISO 3987:1994, *Produits pétroliers — Huiles lubrifiantes et additifs — Détermination des cendres sulfatées.*

3 Principe

Une prise d'essai contenue dans un récipient approprié est enflammée et brûlée jusqu'à ce qu'il ne reste plus que des cendres et du carbone. Le résidu charbonneux est réduit à l'état de cendres par chauffage dans un four à moufle à 775 °C, refroidi et pesé.

4 Réactifs et produits

4.1 Propan-2-ol

Pureté minimale de 99 %.

4.2 Méthylbenzène (toluène)

Conforme aux exigences de l'ISO 5272, grade B.

4.3 Papier filtre

Sans cendres.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5 Appareillage

5.1 Récipient d'évaporation

[ISO 6245:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-3c15011c667e/iso-6245-2001)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-3c15011c667e/iso-6245-2001)

Récipient ou creuset, d'une capacité de 50 ml à 150 ml, en platine, silice ou porcelaine.

NOTE Les récipients en aluminium peuvent être utilisés lorsque c'est approprié. L'utilisation de récipients qui ne sont pas à base de platine peut conduire à la contamination des cendres.

5.2 Four à moufle

Four électrique, capable de maintenir une température de 775 °C ± 25 °C. L'utilisation d'un four avec un contrôle de température manuel et des ouvertures convenables à l'avant et à l'arrière, de manière à assurer un renouvellement lent et naturel de l'air, ou d'un four programmable contrôlant la température et le flux d'air est appropriée.

5.3 Récipient de refroidissement

Un récipient de capacité adéquate, non garni d'agent déshydratant.

5.4 Balance

Capable de peser à 0,1 mg près.

5.5 Agitateur

Non aérant, de type turbine à haute vitesse.

5.6 Brûleur

Bec Bunsen ou brûleur Meeker, ou brûleur équivalent.

6 Échantillonnage

Sauf avis contraire dans les spécifications du produit, l'échantillonnage doit être fait conformément à l'ISO 3170 ou à l'ISO 3171.

7 Préparation de l'échantillon

7.1 Généralités

Avant de transférer une partie aliquote d'échantillon dans le récipient d'évaporation (5.1), vérifier que l'échantillon dans son récipient soit bien homogène, en utilisant un des modes opératoires décrits en 7.2 ou en 7.3.

7.2 Échantillons fluides

Mélanger les échantillons fluides pour répartir les particules, telles que des billes catalytiques, des particules de rouilles ou des particules accidentelles, de manière uniforme dans l'échantillon. L'intensité de mélange est augmentée jusqu'à ce que l'homogénéité de l'échantillon soit visible. La procédure minimale de mélange consiste à mélanger manuellement ou mécaniquement pendant 10 min, puis à répéter cette opération plusieurs fois en utilisant des temps de mélange plus longs. Lorsqu'il apparaît évident que la répétition ou l'allongement de la durée de mélange ne permet pas d'homogénéiser l'échantillon, utiliser l'agitateur (5.5) pendant le temps minimum nécessaire pour rendre l'échantillon homogène. Si l'échantillon ne peut pas être homogénéisé convenablement, le jeter et prélever un autre échantillon.

[ISO 6245:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001)

7.3 Échantillons visqueux ou solides

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7fb3cb61-c76d-4087-b602-1c9a4311ce6f/iso-6245-2001>

Chauffer les échantillons visqueux, semi-solides ou solides à la température ambiante jusqu'à ce qu'ils soient suffisamment fluides pour être mélangés suivant le mode opératoire décrit en 7.2 (voir la note ci-dessous). Lorsqu'une température supérieure à 90 °C est nécessaire, faire très attention à ce que l'eau contenue dans l'échantillon ne provoque pas d'éclaboussures ou de mousse. Porter des lunettes de protection et des gants appropriés. Utiliser une étuve ou un bain d'eau chaude pour chauffer le récipient contenant l'échantillon. Pour commencer à mélanger, agiter avec une tige qui atteint le fond du récipient. Ce mode opératoire est l'étape de mélange de plus faible intensité.

NOTE En général, une température d'environ 5 °C au dessus du point d'écoulement de l'échantillon est nécessaire pour obtenir une fluidité suffisante pour le mélange.

8 Mode opératoire

8.1 Choisir un récipient d'évaporation (5.1) de capacité suffisante, conformément à la quantité d'échantillon nécessaire par rapport à la teneur en cendres attendue (voir 8.3).

8.2 Chauffer le récipient d'évaporation (5.1) dans le four à moufle (5.2) à une température de 700 °C à 800 °C pendant 10 min au moins. Laisser refroidir à la température ambiante dans le récipient de refroidissement (5.3), et peser à 0,1 mg près. Répéter les opérations de chauffage et de pesée jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg.

Toutes les pesées du récipient d'évaporation doivent être effectuées aussitôt qu'il est refroidi à la température ambiante dans le récipient de refroidissement, ou à un intervalle de temps constant après sortie du four.

8.3 Choisir la quantité de prise d'essai à prélever, 100 g au maximum, à partir du Tableau 1, de manière à atteindre 20 mg de cendres. Peser la prise d'essai dans le récipient d'évaporation. Lorsqu'on a affaire à des quantités de prise d'essai pour lesquelles il est nécessaire d'effectuer plus d'un remplissage du récipient, la quantité à prélever est déterminée par la différence entre la masse initiale et la masse finale, à 0,1 mg près, d'un récipient adapté contenant l'échantillon homogénéisé.

8.4 Chauffer le récipient d'évaporation et la prise d'essai jusqu'à ce que le contenu s'enflamme à l'aide d'une flamme appliquée près de la surface du liquide. Si un récipient en platine est utilisé, éviter de le mettre en contact avec la partie réductrice de la flamme du bec Bunsen, pour éviter une perte de masse. Maintenir à une température telle que la prise d'essai continue à brûler à une allure uniforme et modérée, ne laissant que des cendres et du carbone lorsque la combustion est terminée.

8.5 Ne pas laisser les échantillons brûler sans surveillance. Si la prise d'essai contient suffisamment d'humidité pour provoquer la formation de mousse et une perte de produit, la rejeter. Ajouter, à une seconde prise d'essai, 1 ml à 2 ml de propan-2-ol (4.1) avant de chauffer. Si cela n'est pas suffisant, ajouter à une troisième prise d'essai, 10 ml d'un mélange en volumes égaux de toluène (4.2) et de propan-2-ol (4.1), et mélanger soigneusement. Disposer plusieurs bandes de papier filtre (4.3) dans le mélange et chauffer. Lorsque le papier commence à brûler, la plus grande partie de l'eau aura dû disparaître. Il est également possible d'ajouter le mélange toluène/propan-2-ol par portions de 2 ml à 3 ml entre deux périodes de chauffage, ceci jusqu'à ce que l'eau soit totalement évaporée.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Quantité de cendres attendue % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Masse de cendres mg
0,18	10	20
0,10	20	20
0,05	40	20
0,04	50	20
0,02	100	20
0,01	100	10
0,001	100	1

8.6 Certains échantillons nécessitent un chauffage supplémentaire après la fin de la combustion, pour réduire le résidu seulement en carbone et en cendres. C'est le cas lorsque des échantillons lourds, tels que des fuels résiduels, forment une croûte au-dessus de l'échantillon qui n'est pas complètement brûlé. Casser la croûte avec une tige, et remettre dans le récipient d'évaporation ce qui a adhéré à la tige, en la nettoyant avec une bande de papier filtre (4.3). Ajouter le papier filtre au creuset. Poursuivre la combustion de la prise d'essai jusqu'à ce qu'il ne reste que du carbone et des cendres.

8.7 Si le produit le plus lourd dans le récipient d'évaporation a tendance à former de la mousse, l'opérateur doit manipuler avec beaucoup de précautions. Ni la prise d'essai, ni le récipient d'évaporation ne doivent être chauffés au rouge; la flamme ne doit pas non plus dépasser la hauteur du bord du récipient. Ceci conduirait à un surchauffage du résidu de la prise d'essai et à une perte significative de cendres.

8.8 Chauffer le résidu dans le four à moufle (5.2) à $775\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ jusqu'à ce que le résidu charbonneux ait disparu. Refroidir le creuset à la température ambiante dans un récipient de refroidissement (5.3), et peser à 0,1 mg près.

8.9 Chauffer à nouveau le récipient d'évaporation à $775\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ pendant 20 min à 30 min, refroidir dans un récipient de refroidissement à la température ambiante, et peser à 0,1 mg près. Répéter les opérations de chauffage et de pesée jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,5 mg.

9 Calculs

Calculer le taux de cendres, A , en pourcentage en masse de la prise d'essai, en utilisant l'équation suivante:

$$A = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \%$$

où

m_1 est la masse de cendres, en grammes;

m_0 est la masse de la prise d'essai, en grammes.

10 Expression des résultats

Noter le résultat à 0,001 % (m/m) près.

11 Fidélité

11.1 Généralités

La fidélité de la méthode, obtenue à la suite d'une étude statistique de résultats d'essais interlaboratoires, conformément à l'ISO 4259, est donnée en 11.2 et 11.3.

11.2 Répétabilité

ISO 6245:2001

La différence entre deux résultats d'essai obtenus par le même opérateur avec le même appareillage, dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme dépasser plus d'une fois sur 20 les valeurs données dans le Tableau 2.

11.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur des produits réputés identiques, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme dépasser plus d'une fois sur 20 les valeurs données dans le Tableau 2.

Tableau 2 — Valeurs de fidélité

Teneur en cendres % (m/m)	Répétabilité % (m/m)	Reproductibilité % (m/m)
0,001 à 0,079	0,003	0,005
0,080 à 0,180	0,007	0,024