
**Produits pétroliers — Détermination
des cendres sulfatées dans les huiles
lubrifiantes et additifs**

*Petroleum products — Determination of sulfated ash in lubricating
oils and additives*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3987:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3987:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010, Publié en Suisse

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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillons et échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
9 Calculs	5
10 Expression des résultats	5
11 Fidélité	5
11.1 Répétabilité, <i>r</i>	5
11.2 Reproductibilité, <i>R</i>	6
12 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3987:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1 Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

L'ISO 3987 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes d'origine synthétique ou biologique*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième (ISO 3987:1994), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Produits pétroliers — Détermination des cendres sulfatées dans les huiles lubrifiantes et additifs

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 spécifie 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.

NOTE 1 Pour les besoins de la présente Norme internationale, les expressions «% (m/m)» et «% (V/V)» représentent respectivement les fractions massiques et volumiques.

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^[1] est recommandée.

NOTE 2 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, il est conseillé d'interpréter les résultats avec précaution.

NOTE 3 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.

NOTE 4 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.

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 5 Les essais suivant cette méthode sur les esters méthyliques d'acides gras (EMAG) conformes à l'EN 14214^[2] ont prouvé que les valeurs de fidélité de cette Norme internationale étaient respectées avec ces produits.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. 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).

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

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

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, 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 enflammée 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.

[ISO 3987:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010>

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 3696:1987.

5.1 Huile minérale à faible teneur en cendre, huile blanche dont le taux de cendres sulfatées (déterminé par la suite) est inférieur à la limite pouvant être atteinte par la présente méthode.

Déterminer le taux en cendres sulfatées de l'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, est un oxydant puissant et a une chaleur d'hydratation élevée. 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 un volume d'acide sulfurique concentré (5.2) à un volume d'eau.

ATTENTION — Ajouter en mélangeant l'acide sulfurique à de l'eau provoque un dégagement de chaleur considérable. Si cela s'avère nécessaire, refroidir la solution avant d'ajouter plus d'acide. Ne pas laisser la solution se mettre à bouillir. Ne jamais ajouter de l'eau à l'acide.

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

ATTENTION — Inflammable, peut être explosif s'il est évaporé à sec.

5.5 Toluène, de pureté 99 % minimum.

ATTENTION — Le toluène est inflammable et toxique.

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, en mesure 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, en mesure de peser à 0,1 mg près.

6.4 Récipient de refroidissement, ne devant pas contenir d'agent déshydratant.

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

7 Échantillons et échantillonnage

Les échantillons doivent être prélevés conformément 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.

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)
ISO 3987:2010
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/658bda37-07fe-4450-ac6a-c2f69a3a0721/iso-3987-2010>

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 l'Équation (1):

$$m_1 = \frac{10}{m_0} \quad (1)$$

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 dix 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, refaire l'analyse avec une masse de prise d'essai en tenant compte du résultat de la 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 à 2 ml de propan-2-ol (5.4) avant la combustion. Si cela n'est pas satisfaisant, ajouter 10 ml d'un mélange à volumes égaux de toluène (5.5) et de propan-2-ol (5.4) 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 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). Remuer la capsule de façon à mouiller entièrement le résidu. Chauffer de nouveau comme spécifié 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 de refroidissement (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 décrites 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 le récipient de refroidissement (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 par le volume total d'acide sulfurique utilisé. 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 fraction massique, de l'échantillon initial selon l'Équation (2):

$$A = 100 \cdot \frac{m_2}{m_1} \quad (2)$$

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 qui ont été 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	Reproductibilité
	r	R
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'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 vingt les valeurs suivantes:

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