

---

# Norme internationale



# 3987

---

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

---

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

*Petroleum products — Lubricating oils and additives — Determination of sulphated ash*

Première édition — 1980-03-15

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

ISO 3987:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31bc6326-47a1-466a-ba08-6535dd0b0621/iso-3987-1980>

---

CDU 665.765.038 : 543.822

Réf. n° : ISO 3987-1980 (F)

Descripteurs : produit pétrolier, huile de graissage, additif, analyse chimique, dosage, cendre, méthode par sulfatation.

Prix basé sur 3 pages

## 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 confiée aux comités techniques de l'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 3987 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Brésil	Japon	URSS
Bulgarie	Mexique	USA
Canada	Pays-Bas	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pologne	
Egypte, Rép. arabe d'	Roumanie	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

France

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

## 1 Objet et domaine d'application

1.1 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 (voir note 1). Ces additifs contiennent habituellement un ou plusieurs des métaux suivants : baryum, calcium, magnésium (voir note 2), 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 cendre. La limite inférieure d'applicabilité de la méthode est 0,005 % (*m/m*) de cendres sulfatées.

1.2 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 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.

## NOTES

1 Cette méthode n'est recommandée ni pour l'analyse des huiles moteur usées, ni pour celle des huiles contenant du plomb. Elle n'est pas non plus recommandée pour l'analyse des huiles lubrifiantes qui ne contiennent pas d'additifs.

2 Il est évident que le magnésium ne réagira pas de la même façon que d'autres métaux alcalins dans cet essai. Si des additifs contenant du magnésium sont présents, les résultats devront être interprétés avec précaution.

3 Du fait que 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 Référence

ISO 3170, *Produits pétroliers — Hydrocarbures liquides — Échantillonnage manuel*.

## 3 Définition

**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

Inflammation d'une prise d'essai et combustion jusqu'à ce qu'il ne reste plus que des cendres et des traces de carbone. Après refroidissement, traitement du résidu par l'acide sulfurique concentré et chauffage à 775 °C jusqu'à oxydation complète du carbone. Refroidissement des cendres, traitement par l'acide sulfurique dilué et chauffage à 775 °C jusqu'à masse constante.

## 5 Réactifs et matériaux

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

5.1 **Huile minérale blanche à faible teneur en cendres**, dont le taux de cendres sulfatées est inférieur à la limite pouvant être atteinte par la présente méthode.

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

5.2 **Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)**, ρ 1,84 g/ml, concentré.

**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)**, solution préparée en ajoutant lentement 1 volume de l'acide sulfurique concentré (5.2) à 1 volume d'eau.

## 6 Appareillage

6.1 **Capsule d'évaporation ou creuset**, en porcelaine, en silice fondue ou en platine, de capacité 50 à 100 ml. Il est recommandé d'utiliser une capsule ou un creuset en platine de capacité 120 à 150 ml pour les échantillons donnant un taux de cendres sulfatées inférieur à 0,02 % (*m/m*), sauf pour les échantillons qui contiennent des éléments réagissant avec le platine.

NOTE — On ne doit pas utiliser un récipient en platine si l'on est certain que l'échantillon contient des éléments, tels que le phosphore, qui attaquent le platine dans les conditions de l'essai.

**6.2 Four à moufle électrique**, capable de maintenir une température de  $775 \pm 25$  °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.

## 7 Échantillonnage

Les échantillons pour la détermination du taux de cendres sulfatées devront être conformes aux instructions spécifiées dans l'ISO 3170.

## 8 Mode opératoire

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

**8.2** Chauffer la capsule ou le creuset dans le four (6.2) réglé à une température de  $775 \pm 25$  °C durant 10 min ou plus. Amener à la température ambiante dans un récipient approprié et peser à 0,1 mg près.

NOTE — Le récipient dans lequel la capsule est refroidie ne doit pas contenir d'agent déshydratant.

**8.3** Peser dans la capsule une prise d'essai à 0,1 mg près, fonction du pourcentage en masse prévu de cendres sulfatées, calculé suivant la formule

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

où

$m_0$  est le pourcentage en masse prévu de cendres sulfatées;

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

Il ne faut toutefois pas prendre plus de 80 g de prise d'essai. Dans le cas des huiles lubrifiantes et additifs ayant un taux de cendres sulfatées supérieur à 2 % (m/m), diluer la prise d'essai pesée dans la capsule ou le creuset avec environ 10 fois sa masse d'huile minérale à bas taux de cendres (5.1).

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

**8.4** Chauffer très prudemment, en évitant toute projection, la capsule ou le creuset et la prise d'essai, à basse température, sur une plaque ou au-dessus d'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.

NOTE — Si la prise d'essai contient suffisamment d'eau pour provoquer un moussage et une perte de matière par dessus les bords de la capsule, rejeter la prise d'essai et ajouter, à une nouvelle prise d'essai, 1

à 2 ml de propanol-2 à 99 % (V/V) avant la combustion. Si cela n'est pas satisfaisant, ajouter 10 ml d'un mélange à volumes égaux de toluène et de propanol-2 et mélanger soigneusement. Introduire, dans le mélange, plusieurs bandes de papier filtre sans cendre 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, en évitant toute projection, la capsule ou le creuset, à basse température, sur une plaque ou au-dessus d'un brûleur à gaz, et continuer le chauffage jusqu'à cessation du dégagement des vapeurs.

**8.6** Placer la capsule dans le four réglé à une température de  $775 \pm 25$  °C et l'y laisser à cette température jusqu'à oxydation pratiquement complète ou presque du carbone.

**8.7** Laisser refroidir la capsule à la température ambiante. Ajouter 3 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  $775 \pm 25$  °C et maintenir à cette température pendant 30 min. Laisser refroidir la capsule à la température ambiante dans un récipient approprié (voir note en 8.2).

NOTE — Les dialkyl ou alkylaryl dithiophosphates de zinc et leurs mélanges contenant ces additifs peuvent donner un résidu qui est en partie noir à ce stade. Dans ce cas, répéter les opérations prévues en 8.7 et 8.8 jusqu'à ce qu'un résidu blanc soit obtenu.

**8.9** Peser la capsule ainsi que 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.

NOTE — Normalement, une seule opération suffit, à moins que le zinc ne soit présent en grande proportion, auquel cas, trois ou quatre périodes de chauffage peuvent être nécessaires.

**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 opérant de la façon suivante. Placer 1 ml de l'acide sulfurique concentré (5.2) dans une capsule ou un creuset taré et chauffer jusqu'à cessation du dégagement des vapeurs, puis chauffer dans le four à  $775 \pm 25$  °C durant 30 min. Laisser refroidir la capsule ou le creuset à température ambiante dans un récipient approprié (voir en 8.2) 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, et la masse de cendres trouvée pour l'essai à blanc de 1 ml de la masse totale de cendres sulfatées de la prise d'essai. Se servir de cette masse corrigée,  $m_2$ , pour calculer le pourcentage en masse de cendres sulfatées.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Méthode de calcul

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

$$\frac{m_2}{m_1} \times 100$$

où

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

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

Exprimer 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.

### 9.2 Fidélité

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

#### 9.2.1 Répétabilité

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 la valeur suivante qu'une fois sur vingt :

$$0,047 X^{0,85}$$

où  $X$  est la moyenne des deux résultats d'essais exprimés en pourcentage en masse de cendres sulfatées.

#### 9.2.2 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 lon-

gue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, dépasser la valeur suivante qu'une fois sur vingt :

$$0,189 X^{0,85}$$

où  $X$  est la moyenne des deux résultats d'essais exprimés en pourcentage en masse de cendres sulfatées.

#### 9.2.3 Exemples de valeurs

Des exemples de valeurs, calculées en accord avec 9.2.1 et 9.2.2, sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau — Fidélité

Cendres sulfatées % ( $m/m$ )	Répétabilité	Reproductibilité
0,005	0,000 5	0,002
0,01	0,000 9	0,004
0,05	0,003 7	0,015
0,1	0,006	0,027
0,5	0,026	0,105
1,0	0,047	0,189
10,0	0,33	1,34
20,0	0,60	2,4
30,0	0,85	3,4
40,0	1,1	4,3

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- type et identification du produit essayé;
- référence de la présente Norme internationale;
- résultats de l'essai (voir 9.1);
- compte rendu de toute modification, selon accord ou autrement, du mode opératoire décrit;
- date de l'essai.

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

ISO 3987:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31bc6326-47a1-466a-ba08-6535dd0b0621/iso-3987-1980>

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

ISO 3987:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31bc6326-47a1-466a-ba08-6535dd0b0621/iso-3987-1980>

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

ISO 3987:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/31bc6326-47a1-466a-ba08-6535dd0b0621/iso-3987-1980>