
**Produits pétroliers et connexes
d'origine naturelle ou synthétique —
Détermination du point de trouble**

*Petroleum and related products from natural or synthetic sources —
Determination of cloud point*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3015:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-b5977b0f752d/iso-3015-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-
b5977b0f752d/iso-3015-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-b5977b0f752d/iso-3015-2019)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3015:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-b5977b0f752d/iso-3015-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage	2
7 Mode opératoire	3
8 Expression des résultats	5
9 Fidélité	5
9.1 Généralités.....	5
9.2 Répétabilité.....	5
9.3 Reproductibilité.....	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Spécifications concernant les systèmes de mesure de la température	7
Annexe B (informative) Mélanges réfrigérants communément utilisés	9
Bibliographie	11

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3015:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-b5977b0f752d/iso-3015-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/abff711a-13b8-433a-ac89-b5977b0f752d/iso-3015-2019>

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 attirée 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.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3015:1992), qui fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications apportées par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- une extension du domaine d'application aux carburants diesel dont la teneur en EMAG peut s'élever jusqu'à 30 % (V/V) et aux carburants diesel paraffiniques;
- la possibilité d'utiliser des thermomètres numériques par contact;
- une actualisation des références normatives;
- une harmonisation des intervalles de températures du bain et de l'échantillon avec l'ASTM D2500,^[1] les changements de température du bain et les températures auxquelles les récipients de test sont déplacés dans le bain avec la prochaine température plus basse n'ont pas conduit au fil des années (de 1992 à nos jours) à l'observation d'un biais par rapport aux résultats de test obtenus avec l'édition précédente;
- une suppression des valeurs de fidélité pour 'les autres produits' du fait que les données à l'appui n'ont pas pu être obtenues à des fins de comparaison;
- l'ajout d'une Bibliographie.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Produits pétroliers et connexes d'origine naturelle ou synthétique — Détermination du point de trouble

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document implique l'intervention de produits, d'opérations et d'équipements à caractères dangereux. Le présent document 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 ce document de prendre les mesures appropriées pour assurer la sécurité et préserver la santé du personnel avant l'application du document et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction à cette fin.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'essai qui permet de déterminer le point de trouble de produits pétroliers qui sont limpides sous une épaisseur de 40 mm et dont le point de trouble est inférieur à 49 °C, parmi lesquels des carburants diesel dont la teneur en esters méthyliques d'acides gras (EMAG)^[2] peut s'élever jusqu'à 30 % (V/V), des carburants diesel paraffiniques dont la teneur en EMAG peut s'élever jusqu'à 7 % (V/V),^[3] des EMAG purs^[5] ainsi que des lubrifiants.

NOTE Pour les besoins du présent document, l'expression "% (V/V)" est utilisée pour désigner les fractions volumiques, φ .

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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*

ASTM D7962, *Standard Practice for Determination of minimum Immersion Depth and Assessment of Temperature Sensor Measurement Drift*

ASTM E644-11, *Standard Test Methods for Testing Industrial Resistance Thermometers*

ASTM E2877, *Standard Guide for Digital Contact Thermometers*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

point de trouble

température à laquelle un produit liquide limpide devient trouble par l'apparition de cristaux de paraffine lorsque le produit est refroidi dans les conditions prescrites

4 Principe

Un échantillon est refroidi à une vitesse déterminée et examiné périodiquement. La température à partir de laquelle est observée la première apparition d'un trouble au fond du tube à essai est notée, elle correspond au point de trouble.

5 Appareillage

5.1 Tube à essai, cylindrique, à fond plat, en verre transparent, d'un diamètre extérieur de 33,2 mm à 34,8 mm et d'une hauteur de 115 mm à 125 mm. Le diamètre intérieur du tube peut aller de 30,0 mm à 32,4 mm à condition que l'épaisseur de la paroi du tube ne dépasse pas 1,6 mm.

Voir la [Figure 1](#) pour plus de précisions. Le tube doit être marqué d'un trait de jauge situé à $54 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ au-dessus du fond intérieur.

5.2 Système de mesure de la température, l'un des suivants.

5.2.1 Thermomètres à liquide sous verre, tel que décrit en [A.2](#).

5.2.2 Thermomètre numérique par contact (DCT), répondant aux exigences spécifiées en [A.1](#).

5.3 Bouchon, s'adaptant au tube à essai et percé d'un trou central qui permet de laisser passer le thermomètre.

5.4 Jaquette, cylindrique, bien étanche, en métal, à fond plat, d'une hauteur de 115 mm environ, avec un diamètre intérieur de 44,2 mm à 45,8 mm. Elle doit être maintenue en position verticale dans le bain réfrigérant ([5.7](#)) de sorte que le bord supérieur de la jaquette ne soit pas à plus de 25 mm de la surface du liquide réfrigérant et qu'elle puisse être nettoyée.

5.5 Disque, en liège ou en feutre, de 6 mm d'épaisseur, s'adaptant parfaitement au diamètre intérieur de la jaquette.

5.6 Joint annulaire, d'une épaisseur de 5 mm environ, pour s'adapter parfaitement à l'extérieur du tube à essai et approximativement à l'intérieur de la jaquette. Ce joint peut être en caoutchouc, en cuir ou d'un autre matériau approprié, suffisamment élastique pour faire corps au tube à essai et suffisamment ferme pour conserver sa forme.

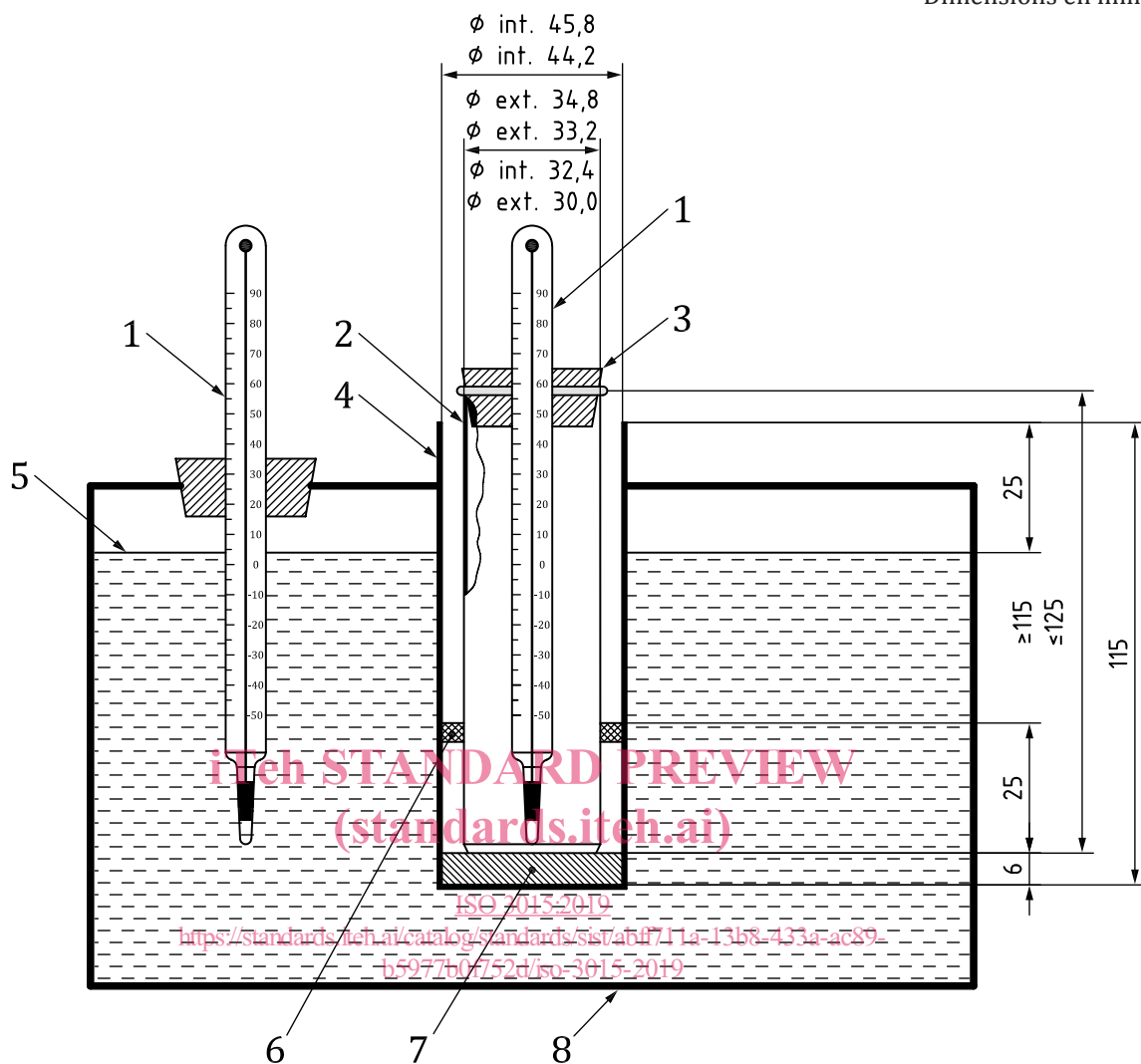
NOTE La raison de ce joint est d'empêcher le contact direct entre le tube à essai et la jaquette

5.7 Bains réfrigérants, maintenu à des températures spécifiées, muni d'un support ferme pour maintenir verticalement la jaquette. Les températures requises pour le bain peuvent être obtenues par réfrigération si possible sinon au moyen de mélanges de refroidissement appropriés. Les mélanges de refroidissement recommandés et couramment utilisés sont donnés en fonction des températures de bain en [Annexe B](#).

6 Échantillonnage

Sauf avis contraire dans les exigences d'usage, les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170 ou à l'ISO 3171.

Dimensions en millimètres



Légende

1	thermomètre (5.2)	5	niveau de liquide réfrigérant
2	tube à essai (5.1)	6	joint annulaire (5.6)
3	bouchon (5.3)	7	disque (5.5)
4	jaquette (5.4)	8	bain réfrigérant (5.7)

Figure 1 — Appareil pour la détermination du point de trouble

7 Mode opératoire

7.1 Amener l'échantillon soumis à l'essai à une température supérieure d'au moins 14 °C à celle du point de trouble supposé, sans toutefois dépasser la température de 49 °C. Éliminer l'humidité par un traitement convenable, par exemple par filtration sur un papier filtre sec non peluché jusqu'à ce que l'échantillon soit parfaitement limpide; cette filtration doit toutefois être effectuée à 14 °C au moins au-dessus du point de trouble supposé, mais sans dépasser 49 °C.

7.2 Verser le liquide limpide dans le tube à essai (5.1) jusqu'au trait de jauge.

7.3 Si vous utilisez un thermomètre à liquide et que le point de trouble attendu est supérieur à -36 °C, utiliser alors le thermomètre pour points de trouble et d'écoulement élevés; sinon utiliser le thermomètre

pour points de trouble et d'écoulement bas. Fermer le tube à essai hermétiquement au moyen du bouchon (5.3) enserrant le thermomètre approprié (voir 5.2) et ajuster la position du bouchon et du thermomètre de sorte que le bouchon s'ajuste exactement, que le dispositif thermométrique et le tube à essai soient sur un même axe et que l'ampoule ou la sonde du thermomètre repose sur le fond du pot.

Il arrive que la colonne de liquide des thermomètres se brise et que ce phénomène passe inaperçu. Les thermomètres doivent donc être vérifiés immédiatement avant de faire la détermination et utilisés seulement lorsque le point de zéro est à $0\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ quand le thermomètre est immergé jusqu'à la ligne d'immersion dans un bain de glace et lorsque la colonne émergente du thermomètre ne diffère pas de manière significative à partir de 21 °C . Simultanément, immerger le thermomètre jusqu'au trait de jauge et corriger la température de la tige immergée.

7.4 S'assurer que le disque (5.5), le joint (5.6) et l'intérieur de la jaquette (5.4) sont propres et secs. Placer le disque au fond de la jaquette. Le disque et la jaquette doivent être placés dans le bain réfrigérant (voir 5.7) au minimum 10 min avant l'introduction du tube à essai. Introduire le tube à essai après l'avoir entouré du joint annulaire placé à 25 mm au-dessus du fond. Ne jamais introduire directement le tube dans le bain réfrigérant.

Il est permis de couvrir la jaquette vide immergée dans le bain.

NOTE Veiller à maintenir le disque, le joint et l'intérieur de la jaquette propres et secs, de manière à éviter la formation de glace qui pourrait donner des résultats erronés

7.5 Maintenir la température du bain réfrigérant à $0\text{ °C} \pm 1,5\text{ °C}$.

7.6 Chaque fois que la température indiquée par le thermomètre descend de 1 °C , retirer vivement le tube à essai de la jaquette mais sans remuer le produit.

Vérifier la limpidité et remettre le tube à essai dans la jaquette. Chaque examen ne doit pas demander plus de 3 s.

Si l'échantillon ne montre pas de trouble lorsqu'il a été refroidi à 9 °C , transférer le tube à essai dans une jaquette dans un second bain maintenu à une température de $-18\text{ °C} \pm 1,5\text{ °C}$ (voir le Tableau 1). Ne pas transférer la jaquette. Si l'échantillon ne montre pas de trouble lorsqu'il a été refroidi à -6 °C , transférer le tube à essai dans une jaquette dans un troisième bain maintenu à une température de $-33\text{ °C} \pm 1,5\text{ °C}$.

Pour la détermination des points de trouble très bas, des bains supplémentaires sont nécessaires, chaque bain devant être entretenu conformément au Tableau 1. Dans chaque cas, transférer le tube à essai dans le bain suivant, si l'échantillon ne présente pas de trouble et si la température de l'échantillon atteint la température d'échantillon la plus basse dans la plage identifiée du bain dans lequel il est plongé, en fonction des plages indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Plages de température du bain et de l'échantillon

Bain #	Température de réglage du bain °C	Plage de température de l'échantillon °C
1	$0 \pm 1,5$	commencer à +9
2	$-18 \pm 1,5$	+9 à -6
3	$-33 \pm 1,5$	-6 à -24
4	$-51 \pm 1,5$	-24 à -42
5	$-69 \pm 1,5$	-42 à -60

7.7 Noter le point de trouble, à 1 °C près, dès qu'un trouble est visible au fond du tube à essai, ceci est confirmé par une réfrigération continue.

Le trouble dû à la cristallisation des cires apparait toujours au fond du tube à essai puisque c'est là que la température est la plus basse. Si un voile léger est présent dans l'ensemble de l'échantillon et qu'il devient lentement de plus en plus marqué lorsque la température diminue, il est généralement dû à des traces d'eau dans l'échantillon. Généralement, ce voile ne gêne pas la détermination du point de trouble. Si ce n'est pas le cas, la filtration à travers un papier filtre sec prévue en 7.1 est généralement suffisante pour se mettre à l'abri de cette interférence.

Dans le cas des carburants pour moteur diesel cependant, si le voile est très dense, une nouvelle portion de l'échantillon doit être séchée en ajoutant 5 g de sulfate de sodium anhydre (voir B.6) à 100 ml en agitant durant au moins 5 min, puis en filtrant à travers un papier filtre sec. Si le temps de contact est suffisant, ce procédé éliminera ou au moins réduira suffisamment le voile dû à l'eau pour que le point de trouble puisse être aisément distingué. Le séchage et la filtration doivent toujours être effectués au moins 14 °C en dessus du point de trouble présumé sans toutefois dépasser la température de 49 °C.

8 Expression des résultats

Noter le point de trouble à 1 °C près.

9 Fidélité

9.1 Généralités

La fidélité de cette méthode d'essai a été déterminée par une étude statistique de résultats interlaboratoires^[5] réalisée conformément à l'ISO 4259-1^[6] et d'autres études de validation^{[7] [8] [9]}, elle est donnée en 9.2 et 9.3.

L'établissement des valeurs de fidélité a été réalisé avec des thermomètres à liquide sous verre correspondant aux spécifications ASTM E1 ou IP pour les thermomètres étalons ^{[10] [11] [12]}.

9.2 Répétabilité

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 excéder 2 °C dans plus d'un cas sur 20.

9.3 Reproductibilité

La différence entre deux résultats d'essai uniques et indépendants, obtenus par des opérateurs différents travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, ne devrait pas à long terme excéder 4 °C dans plus d'un cas sur 20.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires à l'identification du produit faisant l'objet de l'essai;
- b) une référence à ce document, soit l'ISO 3015:2019;
- c) le résultat de l'essai (voir Article 8);
- d) tout écart par rapport au mode opératoire spécifié dans ce document, dans le cadre d'un accord ou autre;