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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3016:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3016:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019>



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	3
7 Mode opératoire	4
8 Expression des résultats	6
9 Fidélité	6
9.1 Généralités.....	6
9.2 Huiles lubrifiantes.....	6
9.2.1 Généralités.....	6
9.2.2 Répétabilité.....	6
9.2.3 Reproductibilité.....	7
9.3 Distillats moyens et fiouls résiduels.....	7
9.3.1 Généralités.....	7
9.3.2 Répétabilité.....	7
9.3.3 Reproductibilité.....	7
10 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Spécifications concernant les systèmes de mesure de la température	8
Annexe B (informative) Produits et mélanges réfrigérants communément utilisés	11
Annexe C (informative) Valeurs réelles de fidélité calculées	12
Bibliographie	13

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 3016:1994), qui fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à précédente édition sont les suivantes:

- la possibilité d'utiliser des thermomètres numériques par contact en [5.2.1](#);
- une actualisation des références normative de [l'Article 2](#);
- un déplacement de certains produits et mélanges du précédent Article 4 dans [l'Annexe B](#) (harmonisation avec l'ISO 3015^[1]);
- une harmonisation des intervalles de températures du bain et de l'échantillon avec l'ASTM D97,^[2] 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 1994 à nos jours) à l'observation d'un biais par rapport aux résultats de test obtenus avec l'édition précédente;
- la suppression de l'option d'utiliser un appareil automatique du fait qu'elle n'est pas applicable;
- la suppression des appareils automatisés du fait que leur utilisation est à la discrétion du laboratoire et que la fidélité ne s'applique pas à ces appareils;
- un ajout d'instructions d'échantillonnage dans [l'Article 6](#);
- une harmonisation des valeurs de fidélité dans l'Article 9 avec l'ASTM D97^[2] et un ajout d'une [Annexe C](#);

— 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3016:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3016:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019>

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

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 d'écoulement des produits pétroliers. Une procédure distincte appropriée pour la détermination des points d'écoulement bas des fiouls, des bases lubrifiantes épaisses et des produits contenant des composés de fioul résiduel est également décrite.

La procédure décrite dans ce document ne convient pas aux pétroles bruts.

NOTE Un appareil est disponible sur le marché qui utilise une procédure automatisée semblable à celle décrite dans le présent document. Cependant, la fidélité n'a pas été établie dans ce cas¹⁾.

2 Références normatives

Dans ce texte sont référencés les documents suivants dont l'intégralité ou une partie constitue une exigence de ce 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, *Practice for Determination of Minimum Immersion Depth and Assessment of Temperature Sensor Measurement Drift*

ASTM E2877, *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 d'écoulement

température la plus basse à laquelle un échantillon de produit pétrolier continue à s'écouler lorsqu'il est refroidi dans les conditions spécifiées

1) L'ISO élabore une norme de méthode d'essai automatisée.

4 Principe

Après un chauffage préliminaire, un échantillon est refroidi à une vitesse déterminée et ses propriétés d'écoulement sont examinées par intervalle de 3 °C. La température la plus basse à laquelle est observé un écoulement de l'échantillon est notée, elle correspond au point d'écoulement.

5 Appareillage

5.1 Tube à essai, cylindrique, à fond plat, en verre transparent, d'un diamètre extérieur de 33,2 à 34,8 mm et d'une hauteur de 115 mm à 125 mm. Le diamètre intérieur du tube doit être compris entre 30,0 et 32,4 mm et l'épaisseur de la paroi du tube ne pas dépasser 1,6 mm. Le tube doit être marqué d'un trait de jauge pour indiquer un niveau d'échantillon de (54 ± 3) mm au-dessus du fond intérieur, correspondant à (45 ± 1) ml. Voir [Figure 1](#).

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

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

5.2.2 Thermomètres à liquide sous verre, à immersion partielle, répondant aux exigences spécifiées en [A.2](#).

Comme la colonne de liquide des thermomètres peut se briser et que ce phénomène peut passer inaperçu, il est recommandé de vérifier les thermomètres immédiatement avant de faire la détermination et de les utiliser seulement s'ils s'avèrent précis à ± 1 °C (par exemple point de glace).

5.3 Bouchon, s'adaptant au tube à essai et percé d'un trou central pour le système de mesure de la température.

ISO 3016:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda->

5.4 Jaquette, cylindrique, bien étanche, en métal, à fond plat, d'une hauteur de (115 ± 3) mm, avec un diamètre intérieur de 44,2 mm à 45,8 mm et une épaisseur de paroi d'environ 1 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.

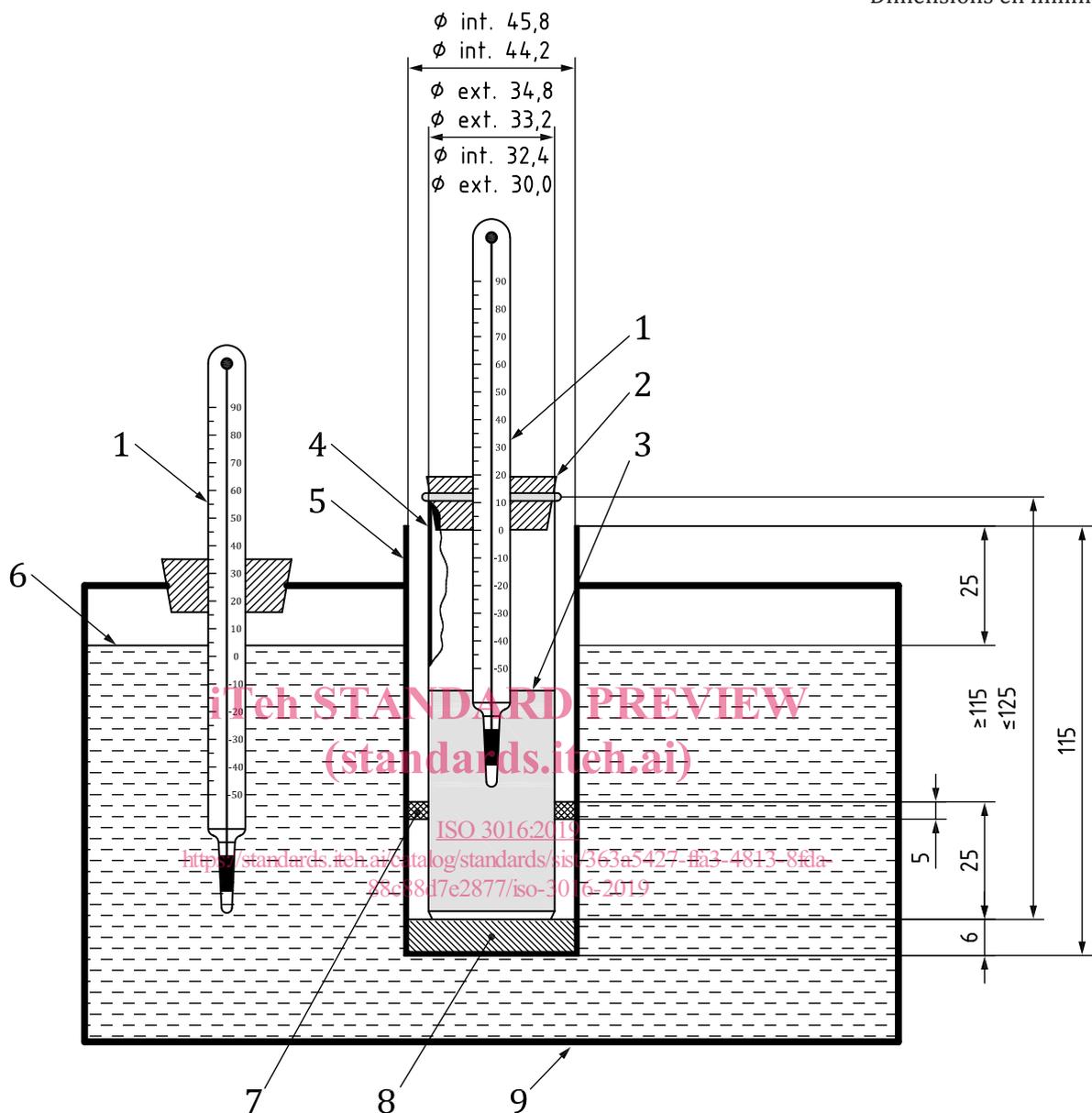
5.5 Disque, en liège ou en feutre, de 6 mm d'épaisseur environ, s'adaptant parfaitement au diamètre intérieur de la jaquette.

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 doit 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 couramment utilisés sont donnés en fonction des températures de bain en [Annexe B](#).

5.8 Dispositif de chronométrage, pouvant mesurer le temps pendant au moins 30 s avec une précision de 0,2 s.



Légende

- | | | | |
|---|--------------------------|---|-------------------------------|
| 1 | thermomètre (5.2) | 6 | niveau du liquide réfrigérant |
| 2 | bouchon (5.3) | 7 | joint annulaire (5.6) |
| 3 | surface de l'échantillon | 8 | disque (5.5) |
| 4 | tube à essai (5.1) | 9 | bain réfrigérant (5.7) |
| 5 | jaquette (5.4) | | |

Figure 1 — Appareil pour la détermination du point d'écoulement

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

7.1 Verser l'échantillon dans le tube à essai jusqu'au trait de jauge. Si nécessaire, chauffer l'échantillon dans un bain d'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit suffisamment fluide pour s'écouler dans le tube à essai.

Si'il est nécessaire de chauffer l'échantillon à une température supérieure à 45 °C pour le transférer dans le tube à essai, conserver l'échantillon à température ambiante pendant 24 h avant l'essai. Si l'on sait qu'un échantillon a été chauffé à une température supérieure à 45 °C au cours des 24 heures précédentes ou si le passé thermique de l'échantillon n'est pas connu, l'échantillon doit être conservé à température ambiante pendant 24 h avant de le soumettre à l'essai.

7.2 Lorsque les points d'écoulement sont supérieurs à 36 °C, utiliser un système de mesure de la température pour une plage de températures plus élevées (5.2) tel que ceux définis selon l'IP 63C ou l'ASTM 61C, ou un thermomètre numérique par contact. Fermer le tube à essai avec le bouchon équipé du dispositif de mesure de la température d'essai (5.2). Ajuster la position du bouchon et du dispositif de mesure de la température 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 soit bien serré, que le dispositif de mesure de la température et le récipient soient coaxiaux et que le dispositif de mesure de la température soit immergé à la bonne profondeur.

7.2.1 Pour les thermomètres à liquide sous verre, il convient que l'ampoule du thermomètre soit immergée de sorte que le début du capillaire se trouve 3 mm en dessous de la surface de l'échantillon.

7.2.2 Pour les thermomètres numériques par contact, il convient que la sonde soit immergée de sorte que l'extrémité de la sonde se trouve entre 10 mm et 15 mm en dessous de la surface de l'échantillon.

7.3 Soumettre l'échantillon dans le tube à essai à un traitement préliminaire approprié à son point d'écoulement, conformément à 7.4 ou 7.5.

ISO 3016:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/363a5427-ffa3-4813-8fda-88c88d7e2877/iso-3016-2019>

7.4 Les échantillons dont le point d'écoulement est supérieur à - 33 °C doivent être traités de la manière suivante.

7.4.1 Chauffer l'échantillon sans l'agiter à la plus élevée des deux températures suivantes: soit 9 °C au-dessus du point d'écoulement attendu dans un bain maintenu 12 °C au-dessus du point d'écoulement attendu, soit à 45 °C dans un bain maintenu à 48 °C.

7.4.2 Transférer le tube à essai dans un bain maintenu à (24 ± 1,5) °C et commencer les observations concernant le point d'écoulement. Si un bain avec un liquide est utilisé, s'assurer que le niveau de liquide se situe entre le trait de jauge du tube à essai et son extrémité supérieure.

7.4.3 Lorsque la température de l'échantillon atteint les 9 °C au-dessus du point d'écoulement attendu (estimé comme un multiple de 3 °C), commencer les observations concernant l'écoulement conformément à 7.7.

7.4.4 Si l'échantillon n'a pas cessé de s'écouler lorsque la température a atteint 27 °C, retirer délicatement le tube à essai du bain, essuyer sa surface extérieure avec un chiffon propre imbibé de liquide d'essuyage et le placer dans le bain 0 °C (5.7) conformément à 7.6. Observer l'écoulement de l'échantillon conformément à 7.7 et le refroidir comme spécifié dans la procédure définie en 7.8.

7.5 Les échantillons dont le point d'écoulement est inférieur ou égal à - 33 °C doivent être traités de la manière suivante.

7.5.1 Chauffer l'échantillon sans l'agiter à 45 °C dans un bain maintenu à (48 ± 1,5) °C. Transférer le tube à essai dans un bain maintenu à (24 ± 1,5) °C. Si un bain avec un liquide est utilisé, s'assurer que le niveau de liquide se situe entre le trait de jauge du tube à essai et son extrémité supérieure. Lorsque la

température de l'échantillon atteint 27 °C et si des thermomètres à liquide sous verre sont utilisés, retirer le thermomètre pour la mesure des points d'écoulement élevés et le remplacer par le thermomètre pour la mesure des points d'écoulement bas. Transférer le tube à essai dans le bain de refroidissement (voir 7.8).

7.6 S'assurer que le disque (5.5), le joint (5.6) et l'intérieur de la jaquette (5.4) sont propres et secs et placer le disque dans le fond de la jaquette. Le disque et la jaquette doivent avoir été placés dans le système réfrigérant (5.7) au moins 10 minutes avant l'insertion du tube à essai. Placer le joint autour du tube à essai à environ 25 mm de son extrémité inférieure et insérer le tube à essai dans la jaquette. Ne jamais placer un tube à essai directement dans le système réfrigérant.

7.7 Observer l'écoulement de l'échantillon.

7.7.1 Chaque fois que le thermomètre indique une température qui est un multiple de 3 °C en dessous de la température de l'observation précédente retirer le tube à essai du bain ou de la jaquette, selon le cas, et l'incliner juste assez pour vérifier s'il y a un écoulement de l'échantillon dans le tube à essai. Généralement, l'opération entière consistant à retirer le tube à essai, l'essuyer et à le replacer ne doit pas excéder 3 s.

7.7.2 Poursuivre les observations chaque fois que le thermomètre indique une température qui est un multiple de 3 °C en dessous de la température de l'observation précédente.

Après que l'échantillon a été refroidi pour permettre la formation de cristaux de cire, veiller à ne pas perturber la masse d'échantillon ni à laisser le thermomètre se déplacer dans l'échantillon; toute perturbation du réseau spongieux de ces cristaux conduira à des résultats faibles et erronés.

À basses températures, l'humidité condensée peut réduire la visibilité. Cela peut être résolu en essuyant la surface extérieure du tube à essai avec un chiffon propre imbibé de liquide d'essuyage (par exemple de l'éthanol ou du méthanol) à une température proche de celle du bain.

7.7.3 Dès que l'échantillon ne s'écoule plus lorsque le tube à essai est incliné, maintenir celui-ci en position horizontale pendant 5 s, tel que mesuré par le dispositif de chronométrage (5.8), et observer attentivement. Si l'échantillon montre un écoulement, replacer immédiatement le tube à essai dans le bain ou dans la jaquette, selon le cas, et observer de nouveau l'échantillon à la température suivante, avec 3 °C de moins.

7.7.4 Continuer ainsi jusqu'à ce qu'une température soit atteinte à laquelle l'échantillon ne présente aucun écoulement lorsque le tube à essai est maintenu dans une position horizontale pendant 5 s. Enregistrer la lecture observée du thermomètre.

7.8 Si l'échantillon n'a pas cessé de s'écouler lorsque sa température a atteint 27 °C, transférer le tube à essai dans une jaquette placée dans un bain réfrigérant maintenu à $(0 \pm 1,5)$ °C. Au fur et à mesure que l'échantillon refroidit, transférer le tube à essai dans une jaquette placée dans le bain réfrigérant à basse température suivant, conformément au [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Températures du bain et de l'échantillon

Bain	Température du bain °C	Température de l'échantillon °C
1	La plus élevée des deux températures suivantes: soit $48 \pm 1,5$, soit 12 au-dessus du point d'écoulement attendu	Préchauffer à la plus élevée des deux températures suivantes: soit 45 ° soit 9 °C au-dessus du point d'écoulement attendu
2	$24 \pm 1,5$	commencer à 27
3	$0 \pm 1,5$	de 27 à 9
4	$-18 \pm 1,5$	de 9 à -6