

NORME INTERNATIONALE

**ISO
3015**

Deuxième édition
1992-08-15

Produits pétroliers — Détermination du point de trouble

iTeh STANDARD PREVIEW
Petroleum products — Determination of cloud point
(standards.iteh.ai)

ISO 3015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fa6a30-ba9b-4369-adeb-be55746cbd9e/iso-3015-1992>



Numéro de référence
ISO 3015:1992(F)

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 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.

La Norme internationale ISO 3015 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et lubrifiants*.

[ISO 3015:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90f6a30-ba9b-4369-adeb-bc55746c4de/iso-3015-1992)

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3015:1974), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1992

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Produits pétroliers — Détermination du point de trouble

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 prescrit une méthode de détermination du point de trouble des produits pétroliers qui sont limpides sous une épaisseur de 40 mm et dont le point de trouble est inférieur à 49 °C.

2 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

2.1 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 des conditions prescrites.

3 Principe

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

4 Appareillage (voir figure 1)

4.1 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.

La diamètre intérieur du tube peut aller de 30 mm à 32,4 mm, à condition que l'épaisseur du tube ne dépasse pas 1,6 mm. Le tube doit être marqué d'un trait de jauge situé à $54 \text{ mm} \pm 3 \text{ mm}$ au-dessus du fond intérieur.

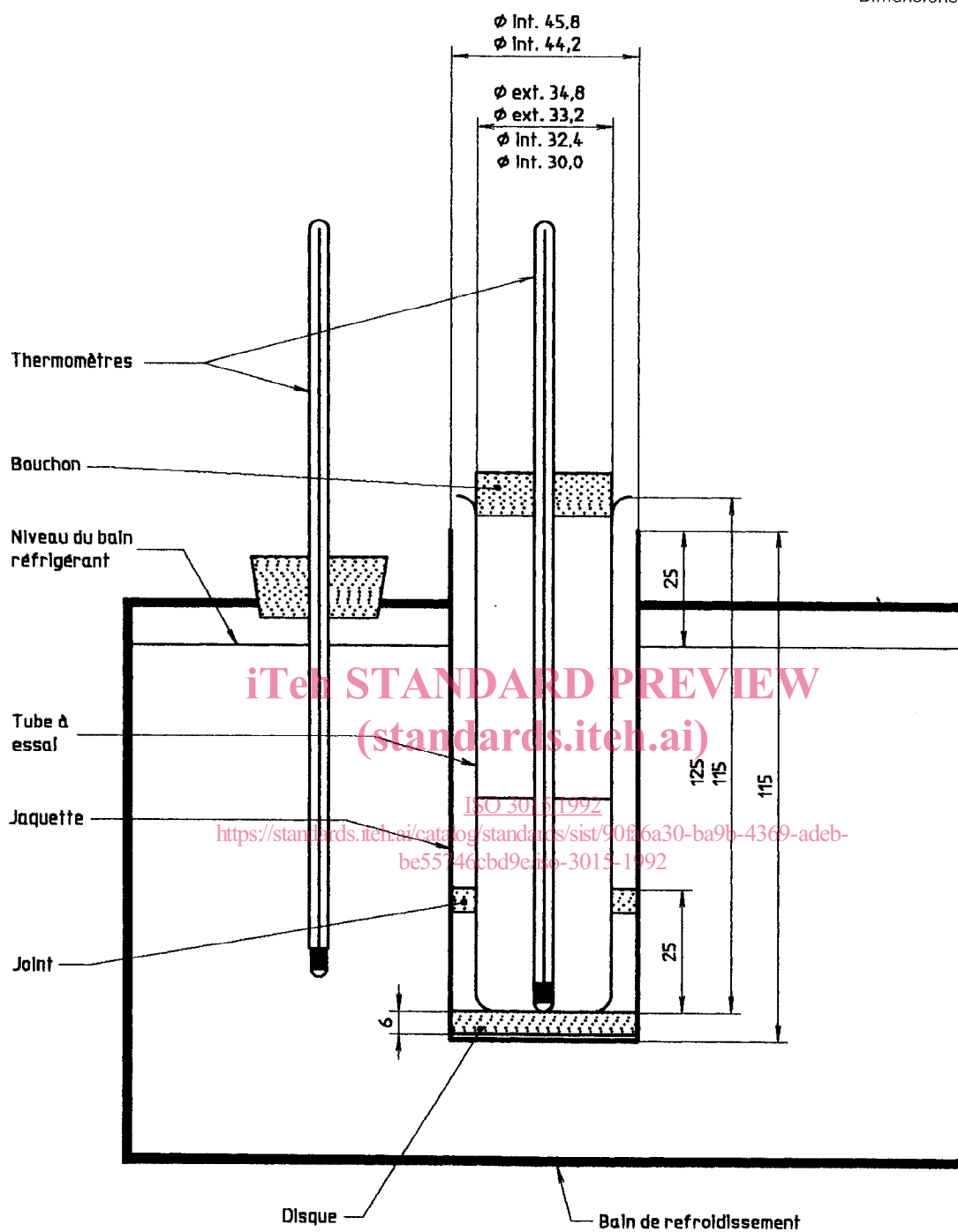


Figure 1 — Appareil pour la détermination du point de trouble

4.2 Thermomètres, du type à immersion partielle, conformes aux spécifications du tableau 1.

Tableau 1 — Spécifications des thermomètres

Spécifications	Hauts points de trouble	Bas points de trouble
Échelle	− 38 °C à + 50 °C	− 80 °C à + 20 °C
Immersion	108 mm	76 mm
Échelon	1 °C	1 °C
Traits longs chaque	5 °C	5 °C
Chiffraison chaque	10 °C	10 °C
Erreur d'échelle max.	0,5 °C	1 °C jusqu'à − 33 °C 2 °C en-dessous de − 33 °C
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à	100 °C	60 °C
Longueur hors tout	230 mm ± 5 mm	230 mm ± 5 mm
Diamètre de la tige	6 mm à 8 mm	6 mm à 8 mm
Longueur du réservoir	7,0 mm à 10 mm	7,0 mm à 10 mm
Diamètre du réservoir	5,5 mm min, mais pas supérieur à celui de la tige	5,0 mm min, mais pas supérieur à celui de la tige
Distance du fond du réservoir au trait repère	− 38 °C : 120 mm à 130 mm	− 70 °C : 100 mm à 120 mm
Longueur d'échelle	65 mm à 85 mm	70 mm à 100 mm

NOTE — La température de la tige émergente est de 21 °C sur toute la longueur de l'échelle.

4.3 Bouchon, s'adaptant au tube à essai, et percé d'un trou central pour laisser passer le thermomètre.

4.4 Jaquette, cylindrique bien étanche, construite 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 (4.7) de telle 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.

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

4.6 Joint annulaire, en feutre, en liège ou autre substance convenable, d'une épaisseur de 5 mm environ, et d'une largeur suffisante pour remplir l'espace annulaire compris entre le tube et le bain, et entourant le tube.

Ce joint doit être suffisamment élastique pour adhérer au récipient, et assez dur pour conserver sa forme. Le but de ce joint est d'empêcher le contact direct entre le tube à essai et la jaquette.

4.7 Bains réfrigérants, d'un type permettant d'obtenir les températures requises.

Leurs dimensions et leurs formes ne sont pas fixées, mais il est essentiel qu'ils soient pourvus d'un support pour maintenir la jaquette dans une position verticale.

La température du bain doit être mesurée à l'aide d'un thermomètre à haut ou bas points de trouble immergé à une profondeur correcte.

Pour les déterminations de points de trouble inférieurs à 10 °C, deux bains ou plus sont nécessaires. Les températures requises peuvent être obtenues en utilisant soit un réfrigérateur, soit des mélanges réfrigérants.

NOTE 1 Les mélanges réfrigérants suivants sont utilisés ordinairement:

10 °C : eau et glace

− 12 °C : glace pilée et chlorure de sodium cristallisé

− 26 °C : glace pilée et chlorure de calcium cristallisé

− 57 °C : neige carbonique et acétone ou éther de pétrole.

Ce dernier mélange peut être constitué comme suit: refroidir en utilisant un mélange de glace et de sel, dans un béccher en métal fermé, une qualité convenable d'acétone ou d'éther de pétrole, jusqu'à atteindre une température égale ou inférieure à − 12 °C. Ajouter alors une quantité suffisante de neige carbonique pour atteindre la température désirée. La neige carbonique est très souvent commercialisée.

5 Mode opératoire

5.1 Amener l'échantillon à essayer 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 au préalable l'humidité par un traitement convenable, par exemple par filtration sur un papier sec jusqu'à ce que l'échantillon soit parfaitement limpide; cette filtration doit toute-

fois être effectuée à 14 °C au moins au-dessus du point de trouble supposé, mais sans dépasser 49 °C.

5.2 Verser le liquide limpide dans le tube à essai jusqu'au trait de jauge.

5.3 Fermer hermétiquement le tube à essai avec le bouchon muni du thermomètre (voir 4.2). Utiliser le thermomètre «hauts points de trouble» si le point de trouble présumé est supérieur à -36 °C et le thermomètre «bas points de trouble» si le point de trouble présumé est inférieur à -36 °C. Ajuster les positions du bouchon et du thermomètre pour que le bouchon ferme hermétiquement, que le thermomètre et le tube à essai soient coaxiaux, et que le réservoir du thermomètre touche le fond du tube.

Il arrive que la colonne de liquide des thermomètres se brise et que ce phénomène passe inaperçu. Les thermomètres doivent être vérifiés immédiatement avant de faire la détermination et utilisés seulement lorsque les points de zéro sont $0\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ 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.

5.4 S'assurer que le disque (4.5), le joint (4.6) et l'intérieur de la jaquette (4.4) 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 4.7) 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.

NOTES

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

3 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.

5.5 Maintenir la température du bain réfrigérant entre -1 °C et +2 °C.

5.6 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 le produit ne présente aucun trouble après refroidissement à 10 °C, placer le tube à essai dans une nouvelle jaquette et celle-ci dans un second bain maintenu à une température comprise entre -18 °C et -15 °C. Si aucun trouble

n'apparaît après refroidissement à -7 °C, employer une troisième jaquette et un troisième bain maintenu à une température de -35 °C à -32 °C.

Pour les déterminations de points de trouble très bas, d'autres bains sont nécessaires, chacun d'eux étant maintenu à une température inférieure de 17 °C à celle du bain précédent (voir tableau 2).

Dans tous les cas, transférer le tube à essai dans le bain suivant, dès que l'écart entre la température du produit et la température la plus basse du bain suivant arrive à 28 °C.

Tableau 2 — Températures du bain et de l'échantillon

Bain	Température du bain °C	Température de l'échantillon °C
1	-1 à +2	Démarrer à +10
2	-18 à -15	+9 à -7
3	-35 à -32	-8 à -24
4	-52 à -49	-25 à -41
5	-69 à -66	-42 à -58

5.7 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 ou la brume dus à la cristallisation des cires apparaissent toujours au fond du tube à essai puisque c'est là que la température est la plus basse. Si une brume légère qui devient lentement de plus en plus forte lorsque la température s'abaisse apparaît dans l'ensemble de l'échantillon, elle est généralement due à des traces d'eau dans l'huile. D'ordinaire cette brume 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 5.1 est généralement suffisante pour se mettre à l'abri de cette interférence.

Dans le cas des carburants pour moteur Diesel cependant, si la brume est très dense, il convient de sécher une nouvelle portion de l'échantillon, en ajoutant à 100 ml, 5 g de sulfate de sodium anhydre, 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 la brume due à l'eau pour que le point de trouble puisse être aisément distingué. Le séchage et la filtration doivent toujours être faits au moins 14 °C en-dessus du point de trouble présumé sans toutefois dépasser la température de 49 °C.

6 Fidélité

6.1 La fidélité de cette méthode d'essai, déterminée par une étude statistique de résultats interlaboratoires est la suivante:

6.2 Répétabilité: La différence entre deux résultats, obtenus par le même opérateur, utilisant le même appareillage, le même matériau à tester, les mêmes conditions opératoires, et appliquant la méthode d'essai normalement et correctement, peut excéder 2 °C pour les produits de distillation et 6 °C pour les autres produits dans un cas sur vingt au cours d'une longue période d'essais.

6.3 Reproductibilité: La différence entre deux résultats, uniques et indépendants, obtenus par différents opérateurs travaillant dans différents laboratoires, sur un matériau à tester identique et

appliquant la méthode d'essai normalement et correctement, peut excéder 4 °C pour les produits de distillation et 6 °C pour les autres produits dans un cas sur vingt au cours d'une longue période d'essais.

7 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) référence à la présente Norme internationale;
- c) résultat de l'essai (voir 5.7);
- d) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3015:1992](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fa6a30-ba9b-4369-adeb-be55746cbd9e/iso-3015-1992)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fa6a30-ba9b-4369-adeb-be55746cbd9e/iso-3015-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/90fa6a30-ba9b-4369-adeb-be55746cbd9e/iso-3015-1992>

CDU 665.7.035.2

Descripteurs: produit pétrolier, combustible liquide, point de trouble, détermination.

Prix basé sur 4 pages
