

RECOMMANDATION
INTERNATIONALE

OIML R 69

Edition 1985 (F)

Viscosimètres à capillaire, en verre, pour la mesure
de la viscosité cinématique - Méthode de vérification

Glass capillary viscometers for the measurements
of kinematic viscosity - Verification method



Avant-propos

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

- les **Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité ; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;
- les **Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

La présente publication – référence OIML R 69 (F), édition 1985 – placée sous la responsabilité du TC 17/SC 5 *Viscosimétrie*, a été sanctionnée par la Conférence Internationale de Métrologie Légale en 1984.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France
Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82 et 42 85 27 11
Fax: 33 (0)1 42 82 17 27
E-mail: biml@oiml.org
Internet: www.oiml.org

VISCOSIMETRES à CAPILLAIRE, en VERRE, pour la MESURE de la VISCOSITÉ CINÉMATIQUE

MÉTHODE de VÉRIFICATION

0. Champ d'application

La présente Recommandation fixe la méthode et les moyens des vérifications primitive et ultérieure des viscosimètres à capillaire, en verre, (instruments usuels), à descente libre du liquide, destinés à la mesure de la viscosité cinématique des liquides.

Le principe de la vérification consiste à déterminer la constante du viscosimètre, à l'aide d'un matériau de référence (*) de viscosité approprié et stable, dont la viscosité a été mesurée en utilisant des viscosimètres étalons ou de référence.

Les opérations permettant de déterminer la viscosité des matériaux de référence de viscosité et la constante du viscosimètre doivent en principe être effectuées simultanément dans le même bain thermostaté.

Il est cependant admis d'effectuer la vérification des viscosimètres en utilisant des matériaux de référence dont les valeurs de viscosités ont été fournies par un autre laboratoire. La vérification des viscosimètres doit alors être effectuée à la température de mesurage de la viscosité des matériaux de référence en question.

D'autres méthodes de vérifications sont acceptées pourvu qu'elles donnent des résultats similaires.

1. Opérations de vérification

Les opérations suivantes doivent être effectuées lors de la vérification :

- examen externe (point 4.1),
- détermination de la constante C du viscosimètre (point 4.4).

2. Equipement de vérification

Pour la vérification on doit utiliser des viscosimètres étalons ou de référence et un équipement auxiliaire, comme indiqué en Annexe I.

3. Conditions de vérification

La vérification des viscosimètres doit être effectuée dans les conditions suivantes :

- les viscosimètres doivent être immergés dans un bain thermostaté ; l'instabilité de la température ne doit pas dépasser 0,01 °C par rapport à la température fixée,

(*) Note du BIML : dans certains pays, les matériaux de référence utilisés pour les vérifications officielles doivent être des matériaux de référence « certifiés » ; pour ces pays, le qualificatif « certifié » doit être introduit dans le présent texte partout où cela s'applique.

— les viscosimètres doivent être placés dans le bain de telle manière que les tubes capillaires soient verticaux, sauf pour les viscosimètres d'un type pour lequel une autre position est fixée ; la verticalité doit être vérifiée au moyen d'un fil à plomb.

4. Procédure de vérification

4.1. Examen externe

Lors de l'examen externe, on constate le bon état du viscosimètre et on vérifie que l'indication du type, le numéro de fabrication et la marque du fabricant sont présents ; les indications doivent être inscrites d'une manière qui empêche leur effacement lors de l'utilisation du viscosimètre. Le viscosimètre doit être refusé s'il ne satisfait pas à toutes ces exigences.

4.2. Lavage et séchage

4.2.1. Les viscosimètres qui ne sont pas contaminés par des produits pétroliers doivent être lavés à l'eau chaude et rester au moins 2 heures pleins d'un mélange de bichromate de potassium et d'acide sulfurique, appelé « acide chromique »^(*). Les viscosimètres doivent ensuite être lavés à l'eau distillée et sèches dans un séchoir ou une chambre à vide dont la température ne dépasse pas 120 °C. Afin d'accélérer le séchage, il est recommandé de laver les viscosimètres avec de l'alcool éthylique rectifié ou de l'acétone.

4.2.2. Les viscosimètres contaminés par des produits pétroliers doivent être soigneusement lavés au white-spirit (ou tout autre solvant approprié), puis à l'eau chaude jusqu'à la disparition de l'odeur du white-spirit. Les viscosimètres doivent ensuite rester pendant au moins 6 heures pleins d'acide chromique. On doit ensuite effectuer un lavage et un séchage comme indiqué au point 4.2.1.

4.2.3. Les viscosimètres contaminés par d'autres produits doivent être lavés successivement dans un solvant approprié puis dans de l'eau, puis ils doivent être lavés et sèches comme indiqué au point 4.2.1.

4.3. Préparation des matériaux de référence de viscosité

4.3.1. Les volumes nécessaires de composants doivent être mesurés à l'aide de verres ou de cylindres gradués et soigneusement mélangés dans une bouteille sèche.

4.3.2. Les liquides dont la viscosité est inférieure à 20 mm²/s doivent, après avoir été agités, être filtrés dans un filtre de verre à plaque poreuse dont la dimension des pores est de 75 µm; pour accélérer la filtration, on utilise une bouteille et une pompe à vide. Les liquides plus visqueux doivent, après avoir été réchauffés, être filtrés dans un entonnoir de Büchner avec papier filtre, en utilisant une bouteille et une pompe à vide.

Pour filtrer des liquides dont la viscosité dépasse 2 000 mm²/s, l'utilisation de filtre en toile métallique tissée dont la dimension des mailles ne dépasse pas 0,6 mm est acceptable.

4.3.3. Les liquides filtrés doivent être versés dans des bouteilles propres et sèches et conservés pendant 2 ou 3 jours à l'obscurité ; ensuite, leur viscosité doit être déterminée comme indiqué en Annexe II.

(*) 60 g de bichromate de potassium sont dissous dans 1 dm³ d'eau distillée ; on ajoute avec précautions 1 dm³ d'acide sulfurique concentré. Attention, c'est un produit dangereux.

4.4. Détermination de la constante C du viscosimètre

4.4.1. Il est souhaitable de déterminer la constante C de chaque viscosimètre en utilisant au moins deux matériaux de référence de viscosité. Avant chaque remplissage, les viscosimètres doivent être lavés et séchés comme indiqué au point 4.2.

4.4.2. Les matériaux de référence de viscosité doivent être choisis de telle manière que le rapport de leur viscosité soit entre 2 et 5. Le temps d'écoulement du liquide, quelque soit le type de viscosimètre à vérifier, ne doit pas être inférieur à 200 s. Pour les viscosimètres à niveau suspendu ayant une constante $C \leq 0,05 \text{ mm}^2/\text{s}^2$, il est souhaitable que le temps d'écoulement minimum soit supérieur à 200 s afin d'éliminer la correction d'énergie cinétique.

4.4.3. Le viscosimètre et le matériau de référence de viscosité doivent être placés dans le bain thermostaté à la température fixée et le temps d'écoulement du liquide doit être déterminé au moins 60 min après.

Le niveau du liquide dans le bain thermostaté doit recouvrir de 15 à 20 mm la marque supérieure qui limite le bulbe de mesure du viscosimètre.

On doit effectuer au moins 5 mesures du temps d'écoulement du liquide, pour tous les types de viscosimètres sauf pour les viscosimètres destinés au mesurage de la viscosité des liquides opaques, pour lesquels le nombre de mesures du temps de remplissage du réservoir de mesure (bulbe) ne doit pas être inférieur à 3 (avant chaque remplissage, le viscosimètre doit être lavé et séché comme indiqué au point 4.2).

Les temps d'écoulement du liquide doivent être mesurés avec une exactitude de 0,2 s. La différence entre les valeurs minimale et maximale des temps d'écoulement du liquide ne doit pas dépasser 0,2 % de la moyenne des temps (0,3 % pour les viscosimètres destinés au mesurage de la viscosité des liquides opaques). Si les différences entre les temps d'écoulement excèdent ces valeurs, la vérification doit être répétée après un lavage et un séchage soigneux du viscosimètre.

5. Calcul de la constante C du viscosimètre et présentation des résultats de la vérification

5.1. La constante C doit être déterminée comme moyenne arithmétique de deux valeurs C_1 et C_2 , avec au moins 4 chiffres significatifs.

5.2. Les valeurs C_1 et C_2 doivent être calculées par les formules :

$$C_1 = \frac{v_1}{t_1} \cdot \frac{g_n}{g} \quad C_2 = \frac{v_2}{t_2} \cdot \frac{g_n}{g}$$

où :

C_1 et C_2 sont les valeurs de la constante du viscosimètre, déterminées en utilisant deux matériaux de référence de viscosité (mm^2/s^2),

v_1 et v_2 sont les viscosités cinématiques des matériaux de référence de viscosité, déterminées en utilisant des viscosimètres étalons ou de référence (mm^2/s),

t_1 et t_2 sont les moyennes arithmétiques des temps d'écoulement des matériaux de référence de viscosité dans le viscosimètre à vérifier (s),

g_n est l'accélération normale due à la pesanteur (9,806 65 m/s²),
g est l'accélération due à la pesanteur au lieu de détermination de la constante (m/s²).

La valeur g peut être déterminée par la formule :

$$g = 9,780\,318 (1 + 0,005\,302\,4 \sin^2\varphi - 0,000\,005\,9 \sin^2 2\varphi) - 2 \cdot 10^{-6} h$$

où :

φ est la latitude (°),

h est l'altitude (m).

5.3. La variation de valeur des constantes ne doit pas dépasser 0,2 % et 0,4 % de la moyenne arithmétique pour les viscosimètres destinés au mesurage de la viscosité des liquides transparents et opaques respectivement.

5.4. La vérification du viscosimètre doit être répétée si la variation dépasse les valeurs indiquées au point 5.3.

5.5. Le viscosimètre ne doit pas être autorisé pour utilisation si cette variation dépasse les valeurs indiquées au point 5.3. également pour la seconde série de mesures.

5.6. On doit prendre comme valeur de la constante C du viscosimètre la moyenne arithmétique de C_1 et C_2 .

5.7. Des certificats de vérification doivent être délivrés pour les viscosimètres ayant passé avec succès la procédure de vérification. Les certificats doivent inclure les informations suivantes :

- type du viscosimètre,
- numéro de fabrication,
- formule qui a été utilisée pour le calcul lors du mesurage de la viscosité par l'instrument en question,
- température à laquelle la vérification du viscosimètre a été effectuée.

Le certificat doit aussi comporter, sous forme d'une note, l'indication que la constante a été déterminée sur la base de la valeur 1,003 8 mm²/s, adoptée pour la viscosité de l'eau à 20 °C.

La valeur obtenue pour la constante (réduite à l'accélération normale due à la pesanteur) peut être inscrite sur le viscosimètre, avec de l'encre indélébile ou par toute autre méthode. Si la constante diffère de celle déjà marquée de moins de 0,2 %, il n'est pas nécessaire d'inscrire la nouvelle valeur.

ANNEXE I

EQUIPEMENT pour la VERIFICATION des VISCOSIMETRES à CAPILLAIRE, en VERRE

- Viscosimètres étalons ou de référence, des types Ubbelohde, Cannon (NPL), U-tube (NPL), normal flow U-tube (NRLM), etc. dont la constante est connue avec une erreur ne dépassant pas $\pm 0,1$ %.
- Matériaux de référence de viscosité : liquides Newtoniens transparents, de viscosité stable (les liquides siliconés ne sont pas recommandés) (Voir Annexe III).
- Bains thermostatés, avec dispositifs de contrôle de température, garantissant pendant les mesurages une température constante, les variations ne dépassant pas $\pm 0,01$ °C.
- Dispositifs permettant de mesurer le temps d'écoulement du liquide dans le viscosimètre étalon ou de référence avec une erreur ne dépassant pas $\pm 0,01$ s, et dans le viscosimètre soumis à la vérification avec une erreur ne dépassant pas $\pm 0,2$ s.
- Thermomètres permettant de mesurer la température dans le bain thermostatique avec une erreur ne dépassant pas $\pm 0,01$ °C.
- Pompe à jet d'eau, ou autre pompe à aspiration.
- Séchoir.
- Verrerie de laboratoire (béchers, fioles, entonnoirs, agitateurs, etc.).
- Liquides pour laver les viscosimètres : eau distillée, acide chromique, white spirit, alcool éthylique rectifié, acétone, autres solvants.
- Tubes de petit diamètre, en caoutchouc ou en plastique.
- Eclairage à radiation thermique négligeable.

ANNEXE II

DETERMINATION de la VISCOSITE MATERIAUX de REFERENCE de VISCOSITE

La viscosité des matériaux de référence de viscosité doit être déterminée au moyen de deux, ou plus de deux, viscosimètres étalons ou de référence, choisis de telle sorte que les temps d'écoulement des matériaux de référence de viscosité ne soient pas inférieurs à 200 s.

Deux, ou plus de deux, viscosimètres étalons ou de référence doivent être remplis avec le volume convenable de matériau de référence de viscosité, placés dans le bain à contrôle thermostatique en position verticale comme indiqué au point 3 et maintenus à la température fixée pendant au moins 30 min (il est souhaitable d'en faire simultanément de même avec les viscosimètres soumis à la vérification).

On doit faire au moins 5 mesures sur chacun des viscosimètres et la moyenne arithmétique des temps d'écoulement doit être calculée avec une exactitude de 0,01 s. Les temps d'écoulement individuels ne doivent pas différer les uns des autres de plus de 0,1 % de la moyenne arithmétique.

La viscosité cinématique des matériaux de référence de viscosité doit être calculée avec au moins 5 chiffres significatifs, sur la base du temps d'écoulement moyen dans le viscosimètre étalon ou de référence, en utilisant la formule :

$$v = C \cdot t - \frac{E}{t^2} \quad E = \frac{0,0166 V^{3/2}}{L \cdot (C \cdot d)^{1/2}}$$

où :

- V est le volume du réservoir (mm³),
- L est la longueur du capillaire (mm),
- C est la constante du viscosimètre (mm²/s²),
- d est le diamètre du capillaire (mm).

La moyenne arithmétique des résultats de mesure obtenus avec deux viscosimètres étalons ou de référence doit être prise comme valeur de la viscosité cinématique du matériau de référence de viscosité, pourvu que l'écart entre les valeurs individuelles et la moyenne arithmétique ne dépasse pas :

- 0,2 % pour les viscosités inférieures à 20 mm²/s,
- 0,3 % pour les viscosités comprises entre 20 et 2 000 mm²/s,
- 0,4 % pour les viscosités supérieures à 2 000 mm²/s.

Si cette condition n'est pas remplie, le viscosimètre doit être soigneusement lavé et séché, comme indiqué au point 4.2, le liquide doit être filtré et le mesurage répété jusqu'à obtention de résultats satisfaisant à la condition ci-dessus.

La valeur de la viscosité du matériau de référence de viscosité ne peut être garantie que pendant 6 mois à compter de la date de mesurage.

ANNEXE III

Liste de matériaux de référence recommandés
pour la vérification des viscosimètres à capillaire, en verre

Désignation du matériau de référence	Valeur nominale de la viscosité cinématique (mm ² /s) à la température t (°C)								
	- 53,89	- 40	20	25	37,78	40	50	98,89	100
3	300	80	4,6	4,0	3,0	2,9	—	1,2	1,2
6	—	—	11	8,9	6,0	5,7	—	1,8	1,8
20	—	—	44	34	20	18	—	4,0	3,9
60	—	—	170	120	60	54	—	7,4	7,2
200	—	—	640	450	200	180	—	17,5	17
600	—	—	2 400	1 600	600	520	280	33	32
2 000	—	—	8 700	5 600	2 000	1 700	—	78	75
8 000	—	—	37 000	23 000	8 000	6 700	—	—	—
30 000	—	—	—	81 000	27 000	23 000	11 000	—	—

Sommaire

<i>Avant-propos</i>	2
0. Champ d'application.....	3
1. Opérations de vérification.....	3
2. Equipement de vérification.....	3
3. Conditions de vérification.....	3
4. Procédure de vérification.....	4
5. Calcul de la constante C du viscosimètre et présentation des résultats de la vérification.....	5
Annexe I - Equipement pour la vérification des viscosimètres à capillaire, en verre.....	7
Annexe II - Détermination de la viscosité matériaux de référence de viscosité.....	7
Annexe III - Liste de matériaux de référence recommandés pour la vérification des viscosimètres à capillaire, en verre.....	8