
NORME INTERNATIONALE 3104

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

Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique

*Petroleum products — Transparent and opaque liquids — Determination of kinematic viscosity and
calculation of dynamic viscosity*

Première édition — 1976-06-01

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Technique est composé d'un représentant de chaque pays membre intéressé par une étude à 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.

Tous 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 3104 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers*, et soumise aux Comités Membres en avril 1973.

Full PDF of ISO 3104:1976

Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la viscosité cinématique des produits pétroliers liquides, opaques et transparents, par mesurage du temps d'écoulement d'un volume de produit sous l'action de son propre poids à travers un viscosimètre capillaire calibré en verre. La viscosité dynamique peut être obtenue en multipliant la viscosité cinématique mesurée par la masse volumique du liquide.

1.2 La présente Norme Internationale s'applique aux liquides dans lesquels, pour des fins pratiques, la tension de cisaillement et le gradient de vitesse peuvent être considérés comme proportionnels, c'est-à-dire que le coefficient de viscosité est indépendant du gradient de vitesse. Ce

vitesse. Si le rapport entre la tension de cisaillement et le gradient de vitesse n'est pas constant, le liquide n'est pas «newtonien».

3 PRINCIPE

Mesurage, en secondes, du temps d'écoulement par gravité d'un volume de liquide donné dans un viscosimètre à capillaire calibré sous une charge de liquide reproductible et à une température contrôlée avec précision. La viscosité cinématique est le produit du temps d'écoulement mesuré par la constante d'étalonnage du viscosimètre, obtenue par un étalonnage direct ou graduel avec de l'eau distillée, qui est l'étalon primaire de viscosité cinématique.

3 Thermostat et bain

Un bain de vapeur ou de liquide transparent peut être utilisé à condition qu'il soit suffisamment profond, et qu'à aucun moment au cours du mesurage, les niveaux extrêmes de l'échantillon dans le viscosimètre ne se trouvent à moins de 20 mm au-dessous de la surface du liquide du bain, ou à moins de 20 mm au-dessus du fond du bain.

Le contrôle de température doit être tel que, dans l'intervalle 15 à 100 °C, la température dans le bain ne varie pas de plus de 0,01 °C sur toute la longueur des viscosimètres, dans l'intervalle entre viscosimètres ou dans l'emplacement du thermomètre. Pour des températures hors de cet intervalle, la variation ne doit pas dépasser 0,03 °C.

4 Dispositif de mesurage de la température

Des thermomètres étalonnés en verre et à liquide (voir tableau 2), d'une précision après correction de 0,02 °C, ou tout autre dispositif thermométrique de précision équivalente, peuvent être utilisés. Toutes les lectures et corrections doivent être effectuées à 0,01 °C près.

5 Dispositif de mesurage du temps

Un dispositif de mesurage du temps peut être utilisé, à condition qu'il ait une sensibilité de 0,2 s ou mieux, et une précision de $\pm 0,07\%$ lorsqu'il est contrôlé sur un intervalle de 15 min.

doivent être apportées en conséquence. Le changement éventuel dans la lecture du zéro des nouveaux thermomètres peut nécessiter une vérification hebdomadaire.

5.3 Chronomètres

Des dispositifs étalons, disponibles dans certains pays, peuvent être utilisés pour vérifier la précision des appareils de mesurage du temps.

5.4 Huiles étalons de viscosité¹⁾ (voir tableau 3)

Ces étalons peuvent servir de contrôle lors d'essais de laboratoire. Si la viscosité cinématique mesurée ne correspond pas, à $\pm 0,35\%$, à la valeur de référence, chaque étape du mode opératoire devra être vérifiée, y compris l'étalonnage du thermomètre et du viscosimètre, afin de localiser la source de cette anomalie. Il convient de souligner qu'un résultat correct, obtenu sur une huile de référence, n'écarte pas le risque d'une combinaison compensatoire de sources possibles de résultats anormaux.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Viscosité cinématique

6.1.1 Les détails opératoires varient selon les différents

6.1.2.3 Lorsque la température de l'essai est inférieure au point de rosée, adapter des tubes dessiccateurs partiellement remplis aux extrémités ouvertes du viscosimètre, afin d'éviter la condensation d'eau. Les tubes dessiccateurs doivent être conformes à la conception du viscosimètre, et ne pas entraver l'écoulement de l'échantillon soumis à l'essai par des pressions créées dans l'appareil.

Pour les déterminations effectuées à des températures inférieures à 0 °C, il est recommandé d'introduire l'échantillon dans le viscosimètre à la température ambiante. Laisser refroidir le viscosimètre à la température du bain, en maintenant l'échantillon dans le capillaire pour éviter le givrage sur les parois du capillaire.

6.1.3 Charger le viscosimètre en fonction de la forme de l'appareil, cette opération devant être identique à celle effectuée lors de l'étalonnage de l'instrument. Si l'échantillon contient des particules solides, filtrer au cours du chargement, à travers un tamis d'ouverture de maille 75 µm.

6.1.3.1 Avec certains produits qui se comportent comme des gels, prendre soin que les mesurages soient effectués à des températures suffisamment élevées pour que ces

conception du viscosimètre le nécessite, ajuster le volume de la prise d'essai une fois que l'échantillon a atteint la température d'équilibre. Un seul bain est souvent utilisé pour plusieurs viscosimètres. Ne jamais ajouter ni retirer un viscosimètre pendant qu'un autre est en fonctionnement, afin d'éviter de troubler l'équilibre de température.

6.1.5 Par aspiration (si l'échantillon ne contient pas de composés volatils) ou par pression, ajuster le niveau supérieur de la prise d'essai dans le tube capillaire à 5 mm environ au-dessus du repère servant à mesurer le temps d'écoulement. Laisser l'échantillon s'écouler librement, mesurer en secondes, à 0,2 s près (voir 4.5), le temps qu'il faut au ménisque pour passer du premier repère au second. Si ce temps d'écoulement est inférieur au temps d'écoulement minimal spécifié (voir 6.1.2.2), choisir un viscosimètre ayant un capillaire de diamètre plus petit et recommencer l'opération.

6.1.6 Avec les appareils des types Ostwald modifié et à niveau suspendu, recommencer les opérations décrites en 6.1.5 pour déterminer une seconde fois le temps d'écoulement. Si deux mesures ne diffèrent pas de plus de 0,2 %, prendre la moyenne pour calculer la viscosité cinématique.

Avec les appareils à écoulement inversé, effectuer deux déterminations; les temps d'écoulement ne doivent pas

EXPRESSION DES RÉSULTATS

1 Calcul

1.1 Calculer la viscosité cinématique, ν , à partir du temps d'écoulement mesuré, t , et de la constante, C , de l'instrument, au moyen de l'équation

$$\nu = C \cdot t$$

ν est la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde;

C est la constante d'étalonnage du viscosimètre, en millimètres carrés par seconde carrée;

t est le temps d'écoulement, en secondes.

1.2 Calculer la viscosité dynamique, η , à partir de la viscosité cinématique calculée, ν , et de la masse volumique, ρ , au moyen de l'équation

$$\eta = \rho \cdot \nu$$

η est la viscosité dynamique, en millipascals secondes;

7.2 Fidélité¹⁾

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

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

0,35 % de la moyenne

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

0,7 % de la moyenne

TABLEAU 1 – Types de viscosimètres

Identification du viscosimètre	Plage de viscosité cinématique ¹⁾ mm ² /s
A. Types Ostwald modifié pour liquides transparents : 1 Cannon-Fenske courant²⁾ 2 Zeitfuchs 3 BS/IP à tube en U²⁾ 4 BS/IP à tube en U, miniature 5 SIL²⁾ 6 Cannon-Manning semi-micro 7 Pinkevitch²⁾ B. Types à niveau suspendu pour liquides transparents : 1 BS/IP à niveau suspendu²⁾ 2 BS/IP à niveau suspendu, modèle court²⁾ 3 BS/IP à niveau suspendu, miniature 4 Ubbelohde²⁾ 5 FitzSimons 6 Atlantic²⁾ 7 Cannon-Ubbelohde, Cannon-Ubbelohde à dilution²⁾ 8 Cannon-Ubbelohde semi-micro C. Types à écoulement inversé pour liquides transparents et opaques : 1 Cannon-Fenske opaque 2 Zeitfuchs à bras croisés 3 BS/IP à tube en U, à écoulement inversé 4 Lantz-Zeitfuchs	0,5 à 20 000 0,6 à 3 000 0,9 à 10 000 0,2 à 20 000 0,6 à 10 000 0,4 à 20 000 0,6 à 17 000 3,5 à 100 000 1,05 à 10 000 0,6 à 3 000 0,3 à 100 000 0,6 à 1 200 0,75 à 5 000 0,5 à 100 000 0,4 à 20 000 0,4 à 20 000 0,6 à 100 000 0,6 à 300 000 60 à 100 000

TABLEAU 3 — Huiles étalons de viscosité typiques¹⁾

Désignation de la viscosité de référence	Viscosité cinématique approximative, mm ² /s, à								
	− 53,89 °C	− 40 °C	20 °C	25 °C	37,78 °C	40 °C	50 °C	98,89 °C	100 °C
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	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	—	—

Les valeurs réelles pour ces étalons sont établies et confirmées annuellement par des essais coopératifs. En 1971, des déterminations ont été effectuées en utilisant 15 types différents de viscosimètres dans 26 laboratoires localisés dans 9 pays.