
**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*
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3104:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3104:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Produits et réactifs	2
6 Conception de l'appareillage et exigences	3
7 Vérification	7
7.1 Viscosimètre.....	7
7.2 Thermomètre à dilatation de liquide.....	7
7.3 Thermomètre numérique de contact.....	7
7.4 Minuteur.....	7
8 Réétalonnage	7
9 Contrôle qualité	8
10 Préparation de l'échantillon	8
10.1 Conditionnement de l'échantillon avant analyse.....	8
10.2 Inspection visuelle et filtrage.....	8
11 Mode opératoire A — Équipement manuel	9
12 Mode opératoire B — Équipement automatisé	11
13 Nettoyage du tube viscosimétrique	12
14 Calcul	12
14.1 Mode opératoire A — Viscosimètres manuels.....	12
14.2 Mode opératoire B — Viscosimètres automatiques.....	13
15 Expression des résultats	14
16 Fidélité du Mode opératoire A	14
16.1 Déterminabilité, <i>d</i>	14
16.2 Répétabilité, <i>r</i>	15
16.3 Reproductibilité, <i>R</i>	16
17 Fidélité du Mode opératoire B	16
17.1 Déterminabilité, <i>d</i>	16
17.2 Répétabilité, <i>r</i>	16
17.3 Reproductibilité, <i>R</i>	16
18 Rapport d'essai	17
Annexe A (normative) Types de viscosimètres, étalonnage et vérification	18
Annexe B (normative) Thermomètres pour essai de la viscosité cinématique	19
Annexe C (normative) Conditionnement des échantillons avant analyse manuelle ou automatique	23
Annexe D (normative) Calcul de la zone (bande) de tolérance acceptable pour la détermination de la conformité à un produit de référence certifié	24
Bibliographie	25

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 élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et produits connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième (ISO 3104:1994), qui fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications apportées à l'édition précédente consistent en:

- une mise à jour des données de fidélité qui s'appliquent à tous les carburants réels du marché;
- l'ajout des mélanges de biodiesel (EMAG) et le diesel paraffinique dans le domaine d'application;
- l'ajout d'une description du mode opératoire et d'une tolérance sur l'utilisation de techniques automatisées.

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

Introduction

De nombreux produits pétroliers ainsi que certains produits d'origine non pétrolière sont utilisés comme lubrifiants et le fonctionnement correct des équipements dépend de la viscosité appropriée du liquide utilisé. De plus, la viscosité de nombreux carburants pétroliers est importante pour l'estimation des conditions optimales de stockage, de manipulation et d'utilisation. C'est pourquoi il est essentiel pour nombre de spécifications produit de réaliser une mesure précise de la viscosité.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3104:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3104:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020>

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

AVERTISSEMENT — L'utilisation du présent document peut nécessiter des produits, des opérations et des équipements à caractère 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 des utilisateurs du présent document d'établir des règles de sécurité et d'hygiène du personnel appropriées et de déterminer l'applicabilité de toute autre restriction avant utilisation

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un Mode opératoire A utilisant des viscosimètres manuels en verre et un Mode opératoire B utilisant des viscosimètres à capillaires en verre dans un assemblage automatisé, pour la détermination de la viscosité cinématique, ν , de produits pétroliers liquides transparents et opaques, pour un volume de liquide s'écoulant sous la gravité à travers un viscosimètre à capillaires en verre étalonné. La viscosité dynamique, η , est obtenue en multipliant la viscosité cinématique mesurée par la masse volumique, ρ , du liquide. La plage de viscosités cinématiques couverte dans la présente méthode d'essai est comprise entre 0,2 mm²/s et 300 000 mm²/s sur la plage de températures de -20 °C à +150 °C.

NOTE Le résultat obtenu avec le présent document dépend du comportement de l'échantillon et est destiné à une application sur des liquides dont les contraintes de cisaillement et les vitesses de cisaillement sont essentiellement proportionnelles (comportement d'écoulement newtonien). Si, cependant, la viscosité varie considérablement avec la vitesse de cisaillement, des résultats différents peuvent être obtenus à partir de viscosimètres ayant des diamètres de capillaire différents. Ont été inclus le mode opératoire et les valeurs de fidélité pour des combustibles résiduels qui, dans certaines conditions, présentent un comportement non newtonien.

2 Références normatives

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 3105:1994, *Viscosimètres à capillaires en verre pour viscosité cinématique — Spécifications et instructions d'utilisation*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ASTM E1137, *Standard Specification for Industrial Platinum 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

viscosité cinématique

ν

résistance à l'écoulement d'un fluide sous l'effet de la gravité

Note 1 à l'article: Pour un écoulement gravitaire sous une charge hydrostatique donnée, la hauteur de charge d'un liquide est proportionnelle à sa masse volumique, ρ . Pour tout viscosimètre donné, le temps d'écoulement d'un volume fixe de fluide est directement proportionnel à sa viscosité cinématique, ν :

$$\nu = \eta/\rho$$

Note 2 à l'article: où η est le coefficient de viscosité dynamique.

3.2

viscosité dynamique

coefficient de viscosité dynamique

viscosité

η

rapport entre la contrainte de cisaillement appliquée et la vitesse de cisaillement d'un liquide, parfois également appelée coefficient de viscosité dynamique ou simplement viscosité. Note 1 à l'article: La viscosité dynamique est une mesure de la résistance à l'écoulement ou à la déformation d'un liquide

Note 1 à l'article: Le terme «viscosité dynamique» est également employé dans un autre contexte pour représenter une grandeur dépendant de la fréquence dans laquelle la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement présentent une dépendance au temps de forme sinusoïdale.

3.3

masse volumique

ρ

masse par unité de volume d'une substance à une température donnée

ISO 3104:2020
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/765bac05-3691-4151-bd0e-a3c631842831/iso-3104-2020>

4 Principe

Le temps est mesuré pour un volume fixe de liquide s'écoulant sous l'effet de la gravité à travers le capillaire en verre d'un viscosimètre étalonné sous une charge motrice reproductible et à une température connue et étroitement contrôlée. La viscosité cinématique est le produit du temps d'écoulement mesuré et de la constante d'étalonnage du viscosimètre.

5 Produits et réactifs

5.1 Solution de nettoyage, une solution de nettoyage à fort pouvoir oxydant ou des solutions de nettoyage alcalines peuvent être utilisées.

Les solutions alcalines de nettoyage avec un pH supérieur à 10 ne sont pas recommandées car il a été démontré qu'elles modifient l'étalonnage du viscosimètre. Si celles-ci sont cependant utilisées, il convient de vérifier l'étalonnage du viscosimètre pour s'assurer qu'il n'y a pas de changement.

5.2 Solvant pour échantillon, entièrement miscible, un prélavage avec un solvant aromatique, tel que le toluène, ou l'heptane peut être nécessaire pour éliminer les produits asphalténiques. Lors du nettoyage des capillaires à l'intérieur du bain, le point d'ébullition de la solution de nettoyage doit être supérieur à la température du bain.

5.3 Solvant de séchage, approprié et volatil à la température utilisée. Filtrer avant utilisation. S'il reste de l'humidité, utiliser un solvant de séchage miscible à l'eau (5.4).

NOTE Lors du nettoyage des capillaires à l'intérieur du bain et si la température du bain est supérieure à 50 °C, l'acétone n'est pas approprié.

5.4 Eau, désionisée ou distillée, conformément à la Classe 3 de l'ISO 3696:1987. À filtrer avant emploi.

5.5 Étalons de viscosité certifiés, (CRM), par des données fournies par un laboratoire d'étalonnage homologué, une traçabilité à la valeur de l'eau distillée reconnue sur le plan international (1,003 4 mm²/s à 20 °C, comme spécifié dans l'ISO/TR 3666), et étalonnées conformément à une pratique normalisée pour l'étalonnage de base de viscosimètres de référence et d'huiles d'une viscosité donnée, par exemple l'ASTM D2162^[8], l'ISO 17034 spécifie les exigences pour les producteurs de CRM.

6 Conception de l'appareillage et exigences

6.1 Tubes de séchage, comprenant un système dessiccateur constitué soit de tubes de séchage à montage externe, soit d'un système dessiccateur intégré conçu pour évacuer l'humidité ambiante dans le tube capillaire. Veiller à ce qu'ils ne soient pas trop compacts et à ce que le dessiccant ne soit pas saturé d'eau.

6.2 Filtre d'échantillonnage, tamis micronique ou filtre en verre fritté, pas plus de 75 µm.

6.3 Filtre de réactif, tamis micronique ou filtre en verre fritté, pas plus de 11 µm.

6.4 Bain d'ultrasons, non chauffé, avec une fréquence de fonctionnement comprise entre 25 kHz et 60 kHz et une puissance de sortie type ≤100 W, de dimensions appropriées pour supporter le ou les récipient(s) placé(s) à l'intérieur du bain, utilisé pour dissiper et éliminer efficacement les bulles d'air ou de gaz qui peuvent être entraînées dans les types d'échantillons visqueux avant l'analyse. Il est admis d'utiliser des bains d'ultrasons présentant des fréquences de fonctionnement et des puissances de sortie en dehors de cette plage, cependant, il est de la responsabilité du laboratoire de mener une étude comparative des données afin de confirmer que l'utilisation ou non de tels bains d'ultrasons n'affecte pas les résultats de manière significative.

6.5 Appareillage manuel

6.5.1 Viscosimètre à capillaires en verre, étalonné conformément à l'ISO 3105.

Le viscosimètre doit être accompagné d'un certificat d'étalonnage fourni par un laboratoire qui répond à l'ISO/IEC 17025. Il convient que la constante d'étalonnage soit vérifiée avant la première utilisation du capillaire et modifiée uniquement si nécessaire.

La constante d'étalonnage, C , dépend de l'accélération gravitationnelle sur le lieu d'étalonnage. La variation de la valeur de g sur la surface de la Terre est d'environ 0,5 % en raison de la latitude à laquelle s'ajoute environ 0,003 % pour 100 m d'altitude. Appliquer une correction de la gravité à la constante d'étalonnage du viscosimètre comme dans la [Formule \(1\)](#) si l'accélération de la gravité du laboratoire d'essai présente un écart supérieur à 0,1 % par rapport à celle du laboratoire d'étalonnage.

$$C_2 = \left(\frac{g_2}{g_1} \right) C \quad (1)$$

où les indices 1 et 2 indiquent, respectivement, le laboratoire d'étalonnage et le laboratoire d'essai.

NOTE Le calcul des valeurs d'accélération de la gravité peut être trouvé sur www.NPL.co.uk.

IMPORTANT — Les viscosimètres utilisés pour les fluides à base de silicone, les hydrocarbures fluorés et d'autres liquides qui sont difficiles à éliminer au moyen d'un agent nettoyant, doivent être réservés à l'utilisation exclusive de ces liquides, sauf pendant leur étalonnage. Soumettre ces viscosimètres à des contrôles d'étalonnage fréquents. Les solvants de lavage utilisés sur

ces viscosimètres ne doivent pas être utilisés pour le nettoyage d'autres viscosimètres. Si le viscosimètre est nettoyé à l'aide du produit décrit en 5.1, l'utilisateur doit vérifier l'étalonnage avant toute autre utilisation.

6.5.2 Support de viscosimètre ou dispositif de montage dans le bain à température contrôlée, permettant de suspendre le viscosimètre en verre de sorte que le ménisque supérieur soit placé directement au-dessus du ménisque inférieur à la verticale à 1° près dans toutes les directions.

Les viscosimètres dont le ménisque supérieur est décalé par rapport au-dessus du ménisque inférieur doivent être suspendus verticalement à 0,3° près dans toutes les directions (voir l'ISO 3105).

Le bon alignement des pièces verticales peut être vérifié au moyen d'un fil à plomb, mais ceci pourrait être impossible pour les bains rectangulaires présentant des extrémités opaques.

6.5.3 Bain à température contrôlée, contenant un liquide transparent de profondeur suffisante pour qu'aucune partie de l'échantillon placé dans le viscosimètre ne se trouve à aucun moment au cours de la mesure à moins de 20 mm en dessous de la surface du liquide du bain ou à moins de 20 mm au-dessus du fond du bain.

Le contrôle de température du liquide du bain doit être tel que, pour chaque série de mesures du temps d'écoulement, dans la plage de 15 °C à 100 °C, la température du milieu du bain ne varie pas de plus de ± 0,02 °C par rapport à la température choisie sur toute la longueur du viscosimètre, et/ou entre la position de chaque viscosimètre et/ou à l'emplacement du thermomètre, c'est-à-dire qu'il est nécessaire que la température soit constante au niveau du capillaire et du thermomètre en ne variant pas de plus de 0,04 °C. Pour les températures se trouvant en dehors de cette plage, l'écart par rapport à la température souhaitée ne doit pas dépasser ±0,05 °C.

Ajuster et maintenir le bain viscosimétrique à la température d'essai requise dans les limites données en 6.5.3, en tenant compte des conditions spécifiées à l'Annexe B et des corrections indiquées sur les certificats d'étalonnage des thermomètres. Maintenir la température du bain à la température d'essai en appliquant les relevés du dispositif de mesure de température avec les corrections indiquées par le certificat d'étalonnage.

Les thermomètres doivent être maintenus en position verticale dans les mêmes conditions d'immersion qu'au cours de l'étalonnage. Afin d'obtenir la mesure de température la plus fiable, il est recommandé d'utiliser deux thermomètres accompagnés de certificats d'étalonnage valides. Il convient de les examiner avec un bloc lentilles offrant un grossissement d'environ 5× et de les disposer de manière à supprimer les erreurs de parallaxe.

6.5.4 Dispositif de mesure de température, pour la plage comprise entre 0 °C et 100 °C, sous forme:

- a) d'un thermomètre à dilatation de liquide étalonné (voir Annexe B) offrant au moins une capacité d'étalonnage et de mesure (CMC) de ±0,02 °C après correction; ou
- b) d'un thermomètre numérique de contact (DCT) tel que décrit en 6.5.4.2 offrant une CMC au moins équivalente.

6.5.4.1 Il convient de garantir la traçabilité des données d'étalonnage par rapport à un organisme normatif d'étalonnage ou de métrologie et que ces données respectent l'incertitude de mesure requise. Le certificat d'étalonnage doit inclure des données couvrant la série de points d'essai de température pertinents compte tenu de l'utilisation prévue. Lorsque deux thermomètres sont utilisés dans le même bain dans cette plage, ils doivent concorder à 0,04 °C près. Voir l'Annexe B pour la liste de thermomètres conformes.

Si des thermomètres à dilatation de liquide étalonnés sont utilisés, l'emploi de deux thermomètres est recommandé.

En dehors de la plage comprise entre 0 °C et 100 °C, un thermomètre à dilatation de liquide étalonné (voir [Annexe B](#)) ou un DCT tel que décrit en [6.5.4.2](#) présentant une CMC d'au moins $\pm 0,05$ °C doit être utilisé, et lorsque deux thermomètres sont utilisés dans le même bain, ils doivent concorder à $\pm 0,1$ °C.

Lors de l'utilisation de thermomètres à dilatation de liquide, utiliser un dispositif de grossissement pour lire le thermomètre au 1/5^e le plus proche de la graduation (par exemple, 0,01 °C ou 0,02 °C) pour s'assurer que la température d'essai requise et les fonctions de contrôle de température sont respectées. Il est recommandé de consigner régulièrement les relevés des thermomètres (ainsi que toute correction indiquée sur les certificats d'étalonnage des thermomètres) pour démontrer la conformité aux exigences de la méthode d'essai.

6.5.4.2 DCT conforme aux exigences du [Tableau 1](#).

NOTE L'incertitude d'étalonnage obtenue peut varier en fonction de la profondeur d'immersion.

6.5.4.3 La sonde du DCT doit être immergée à une profondeur au moins égale à la profondeur d'immersion stipulée sur le certificat d'étalonnage.

NOTE Concernant la profondeur d'immersion de la sonde du thermomètre numérique de contact, l'ASTM E644-11:2011, Section 7^[10], propose un mode opératoire pour la détermination de la profondeur minimale. Pour un bain de glace, l'ASTM E563^[9] fournit des recommandations sur la préparation d'un bain de glace, mais un écart par rapport aux étapes spécifiques est toléré à condition que la préparation soit cohérente puisqu'elle est utilisée pour suivre les variations d'étalonnage.

Tableau 1 – Exigences relatives au thermomètre numérique de contact

Critères	Exigences minimales
DCT	ASTM E2877 Classe A
Résolution de l'affichage	0,01 °C, une valeur de 0,001 °C est recommandée
Précision de l'affichage	± 20 mK ($\pm 0,02$ °C) pour un ensemble sonde et capteur combinés
Type de capteur	RTD, par exemple un détecteur de température à résistance de platine ou une thermistance
Dérive	moins de 10 mK (0,01 °C) par an
Temps de réponse	inférieur ou égal à 6 s, comme défini dans la spécification ASTM E1137/E1137M
Linéarité	10 mK sur la plage d'utilisation prévue
Rapport d'étalonnage	Le thermomètre numérique de contact doit être accompagné d'un rapport d'étalonnage de température dont il convient de garantir la traçabilité par rapport à un organisme normatif d'étalonnage ou de métrologie national, produit par un laboratoire d'étalonnage qui possède des compétences avérées dans le domaine de l'étalonnage de température ^a .
Données d'étalonnage	Le rapport d'étalonnage doit inclure au moins 3 températures d'étalonnage, température de 0 °C incluse, et 2 autres points comprenant la température d'essai utilisée, et spécifier la profondeur d'immersion à laquelle a été effectué l'étalonnage ainsi que l'incertitude obtenue.

^a Cette exigence est satisfaite avec un laboratoire certifié ISO/IEC 17025 dont l'étalonnage de température entre dans son domaine d'accréditation et qui satisfait à l'incertitude de mesure indiquée.

6.6 Appareillage automatisé

6.6.1 Généralités

Les viscosimètres automatiques qui utilisent les principes techniques du présent document, sont acceptables à condition qu'ils respectent les exigences d'exactitude et de précision de tous les équipements répertoriés en [6.5](#). De plus, s'ils sont utilisés pour mesurer la viscosité cinématique dans des échantillons soumis à un conditionnement, selon les étapes indiquées dans [l'Annexe C](#), un porte-échantillon chauffé doit être utilisé si l'échantillon n'est pas analysé immédiatement après le

conditionnement. Ce porte-échantillon (6.6.2) doit être chauffé à une température telle que l'échantillon n'atteigne pas une température inférieure à la température d'essai.

Des temps d'écoulement inférieurs à 200 s sont acceptables, cependant la correction de l'énergie cinétique doit être calculée et il convient qu'elle ne dépasse pas 3 % de la viscosité mesurée. Lorsqu'une valeur supérieure à 3 % est atteinte, il convient de répéter l'analyse en utilisant un tube viscosimétrique de diamètre inférieur.

6.6.2 Porte-échantillons

Certains équipements automatisés comportent des supports de chargement des échantillons servant à l'analyse de plusieurs échantillons. Lorsqu'un échantillon a fait l'objet d'un conditionnement selon les étapes décrites à l'Annexe C, l'échantillon ne doit pas rester refroidir sur le support de chargement jusqu'à atteindre une température inférieure à la température d'essai car cela produira une mesure de la viscosité supérieure à celle obtenue avec le mode opératoire manuel. Comme la température de l'échantillon conditionné peut chuter très rapidement, pour l'analyse de ces échantillons, les supports de chargement des échantillons doivent être chauffés au-dessus de la température d'essai pour garantir que la température de l'échantillon ne tombe pas en dessous de la température d'essai au moment de l'analyse et que la nature de l'échantillon n'est pas altérée. Pour l'analyse de ces échantillons à 50 °C, un plateau d'échantillons chauffé à 54 °C s'est avéré satisfaisant pour maintenir la température de l'échantillon au-dessus de 50 °C pendant au moins 40 min. Pour une analyse de ces échantillons à d'autres températures, il convient que le laboratoire établisse la température du support de l'échantillon et le temps avant l'analyse qui sont appropriés.

6.6.3 Dispositif de mesure de température

Si l'appareillage comprend un dispositif de mesure de température intégré, celui-ci doit être entièrement conforme aux exigences de 6.5.4 et pouvoir être retiré en vue d'un étalonnage externe. Le dispositif intégré fournit une valeur de température de référence indépendante permettant d'ajuster le contrôle de température de l'appareillage automatisé au point de consigne d'essai requis.

6.7 Dispositif de minutage, capable de lire des valeurs avec une mobilité de 0,1 s ou inférieure, et présentant une incertitude de $\pm 0,07$ % de la valeur lue lorsqu'il est soumis à essai à des intervalles de 200 s et de 1 000 s.

Vérifier régulièrement l'exactitude des minuteurs et conserver une trace de ces vérifications.

Les signaux temporels diffusés par le National Institute of Standards and Technology (NIST) offrent un étalon de référence pratique pour l'étalonnage des dispositifs de minutage.

NOTE De nombreux réseaux de diffusion émettent un signal de fréquence normalisé, tout comme de nombreux réseaux téléphoniques. Ces signaux conviennent pour la vérification des dispositifs de minutage utilisés à une précision de 0,1 s.

Les dispositifs de minutage employés dans des viscosimètres automatiques peuvent être intégrés à l'appareillage et sont généralement numériques (utilisant un oscillateur à cristaux de précision) avec des mobilités de précision de 0,01 s ou inférieures. En tant que tels, les dispositifs de minutage peuvent ne pas pouvoir être vérifiés individuellement une fois installés. Il convient donc que le fabricant fournisse une documentation de l'exactitude du dispositif de minutage sur la plage de mesure prévue du tube viscosimétrique. Il convient de prévoir une vérification indépendante des dispositifs de minutage si les limites indiquées ci-dessus ne sont pas satisfaites.

Des dispositifs de minutage électriques peuvent être utilisés si la fréquence du courant est contrôlée à une incertitude de 0,05 % ou inférieure. Les courants alternatifs, tels que fournis par certains systèmes d'alimentation publics, sont contrôlés de façon intermittente plutôt qu'en continu. Un tel contrôle, s'il est utilisé pour actionner des dispositifs de minutage électrique, peut entraîner d'importantes erreurs dans les mesures de l'écoulement de viscosité.