



**Norme
internationale**

ISO 23581

**Produits pétroliers et produits
connexes — Détermination de la
viscosité cinématique — Méthode
avec un viscosimètre type Stabinger**

*Petroleum products and related products — Determination of
kinematic viscosity — Method by Stabinger type viscometer*

**Deuxième édition
2024-05**

Document Preview

[ISO 23581:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2257a218-12c0-4197-b85f-61ddb35db936/iso-23581-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2257a218-12c0-4197-b85f-61ddb35db936/iso-23581-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 23581:2024

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2257a218-12c0-4197-b85f-61ddb35db936/iso-23581-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs et matériaux	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage et manutention des échantillons	5
7.1 Échantillonnage	5
7.2 Traitement des échantillons	5
7.2.1 Généralités pour le traitement des échantillons	5
7.2.2 Conditionnement des fuels résiduels	6
8 Étalonnage et vérification	7
8.1 Généralités	7
8.2 Appareillage	7
9 Préparation de l'appareillage	7
10 Mode opératoire	8
10.1 Mesure	8
10.2 Remplissage et nettoyage manuels avec des seringues	8
10.3 Remplissage manuel par déplacement d'échantillon	9
10.4 Remplissage et nettoyage automatiques par un passeur ou un système de manipulation d'échantillons	10
10.5 Méthode avec balayage de la température	11
11 Calculs	11
11.1 Viscosité cinématique, viscosité dynamique et masse volumique	11
11.2 Indice de viscosité	11
11.3 Extrapolation de la masse volumique	11
12 Expression des résultats	12
13 Fidélité	12
13.1 Répétabilité, <i>r</i>	12
13.2 Reproductibilité, <i>R</i>	13
13.3 Biais	13
13.3.1 Généralités	13
13.3.2 Degré de concordance entre les résultats obtenus par la méthode d'essai ASTM D7042 et la méthode d'essai ASTM D445	14
13.4 Étude interlaboratoires	16
14 Rapport d'essai	17
Annexe A (normative) Calcul de la zone (plage) de tolérance acceptable pour la détermination de la conformité avec un matériau de référence	19
Bibliographie	20

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 28, *Produits pétroliers et connexes, combustibles et lubrifiants d'origine synthétique ou biologique*, en collaboration avec le comité technique européen CEN/TC 19, *Carburants et combustibles gazeux et liquides, lubrifiants et produits connexes, d'origine pétrolière, synthétique et biologique*, selon l'accord de Vienne relatif aux coopérations techniques entre le CEN et l'ISO.

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 23581:2020), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les huiles de base, les huiles formulées, les carburateurs et les combustibles résiduels ont été inclus dans le domaine d'application;
- la description de l'appareillage, les procédures de manipulation des échantillons et les critères de déterminabilité ont été mis à jour pour tenir compte du nouveau domaine d'application.

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.

Produits pétroliers et produits connexes — Détermination de la viscosité cinématique — Méthode avec un viscosimètre type Stabinger

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 une méthode de détermination de la viscosité cinématique, v , par calcul à partir de la viscosité dynamique, η , et de la masse volumique, ρ , des produits pétroliers liquides transparents et opaques et des huiles brutes à l'aide du viscosimètre de type Stabinger.

Le résultat obtenu en utilisant la méthode décrite dans le présent document dépend du comportement rhéologique de l'échantillon. Ce document s'applique principalement à des liquides dont la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement sont proportionnels (comportement d'écoulement newtonien). Cependant, si la viscosité varie de manière significative avec le taux de cisaillement, une comparaison avec d'autres méthodes de mesure n'est pertinente qu'à des taux de cisaillement similaires.

La fidélité a été déterminée pour les produits, les gammes de masse volumique et de température décrites à l'[Article 13](#). La méthode d'essai peut être appliquée à une gamme plus large de viscosité, de masse volumique, de température et de produits. Il est possible que la fidélité et le biais puissent être applicables à des produits qui ne figurent pas à l'[Article 13](#).

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 3104, *Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

ISO 3170, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage manuel*

ISO 3171, *Produits pétroliers liquides — Échantillonnage automatique en oléoduc*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers — Détermination de la masse volumique — Méthode du tube en U oscillant*

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 <https://www.electropedia.org/>

3.1 viscosité dynamique

η

rapport de la contrainte de cisaillement appliquée sur le taux de cisaillement résultant d'un liquide

3.2 viscosité cinématique

ν

rapport de la *viscosité dynamique* (3.1) sur la *masse volumique* (3.3) d'un liquide à température et pression identiques

Note 1 à l'article: La viscosité cinématique est une mesure de la résistance à l'écoulement d'un liquide sous l'effet de la gravité.

3.3 masse volumique

ρ

masse d'une substance divisée par son volume à une température donnée

3.4 déterminabilité

d

mesure quantitative de la variabilité pour un même opérateur dans un laboratoire donné, obtenant des valeurs déterminées successives, utilisant le même appareillage pour une série d'opérations conduisant à un résultat unique

Note 1 à l'article: La déterminabilité est définie comme étant la différence entre ces deux valeurs déterminées uniques qui serait dépassée environ 5 % du temps (un cas sur 20 à long terme) dans le cadre d'un fonctionnement normal et correct de la méthode d'essai.

3.5 échantillon d'essai

la prise d'essai ou le volume d'échantillon obtenu à partir de l'échantillon de laboratoire, qui est livré aux cellules de mesure

[ISO 23581:2024](https://standards.iteh.ai/ISO/23581-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/2257a218-12c0-4197-b85f-61ddb35db936/iso-23581-2024>

4 Principe

Un échantillon d'essai est introduit dans les cellules de mesure, dont la température est connue et contrôlée. Les cellules de mesure sont constituées d'une paire de cylindres concentriques rotatifs et d'un tube en U oscillant. La viscosité dynamique est déterminée à partir de la vitesse de rotation à l'équilibre du cylindre intérieur sous l'effet de la contrainte de cisaillement de l'échantillon d'essai et d'un frein à courant de Foucault conjointement avec des données d'ajustement. La masse volumique est déterminée par la fréquence d'oscillation du tube en U conjointement avec des données d'ajustement. La viscosité cinématique est calculée en divisant la viscosité dynamique par la masse volumique.

5 Réactifs et matériaux

5.1 Solvant de nettoyage, permettant d'éliminer l'échantillon de la cellule de mesure après le mesurage et étant totalement miscible avec tous les constituants de l'échantillon. Le white-spirit du commerce ou le naphta de nettoyage de qualité technique ou supérieure, se sont avérés appropriés comme solvants de nettoyage.

5.2 Solvant de séchage, hautement volatil et miscible avec le solvant de nettoyage; il doit être filtré avant utilisation et doit être d'une pureté appropriée de manière à ne pas laisser aucun de résidus dans l'appareillage. Le n-hexane, le n-heptane (recommandé du fait d'une moindre toxicité) ou, selon l'échantillon, l'éthanol concentré (≥ 96 %) conviennent.

NOTE 1 Il n'est pas nécessaire d'employer un solvant de séchage différent du solvant de nettoyage, si ce dernier satisfait également aux exigences du solvant de séchage.

NOTE 2 Lors de la mesure de fuel résiduel, les matières asphalténiques peuvent être éliminées par un prélavage avec un solvant aromatique (par exemple, le toluène ou le xylène).

5.3 Air comprimé, exempt d'huile et filtré avec un point de rosée inférieur à la plus basse température de cellule de mesure à laquelle il convient de sécher l'appareillage.

Il convient de limiter la pression à 100 kPa.

Il est aussi possible d'utiliser des gaz inertes, de l'azote technique par exemple. Les exigences spécifiées pour l'air comprimé s'appliquent également dans ce cas.

5.4 Liquides de référence certifiés pour la viscosité cinématique et la masse volumique, identiques aux étalons de référence mentionnés dans l'ISO 3104 et l'ISO 12185 respectivement.

5.5 Thermomètre et sonde de référence, pour la vérification de l'étalonnage de la température.

L'incertitude de mesure du thermomètre de référence, y compris celle de la sonde, ne doit pas dépasser 0,01 °C. La résolution doit être au moins de 0,001 °C.

La forme de la sonde utilisée pour l'étalonnage (avec un adaptateur si nécessaire) doit correspondre à la géométrie de la cellule de viscosité. La sonde remplace le système de mesure (tube et rotor de mesure).

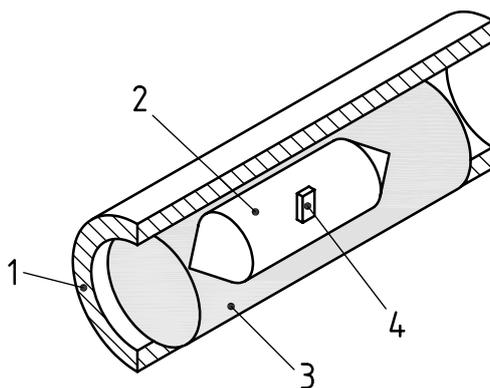
6 Appareillage

L'appareillage et verrerie courants de laboratoire doivent être utilisés, en particulier les éléments suivants.

6.1 Viscosimètre de type Stabinger

6.1.1 Mesurage de la viscosité

Le viscosimètre de type Stabinger est un viscosimètre rotatif concentrique, il contenant un rotor extérieur et un rotor intérieur (voir [Figure 1](#)). Le petit espace concentrique entre ces rotors est rempli avec l'échantillon. Le rotor extérieur est entraîné à vitesse constante et entraîne en rotation le rotor intérieur du fait de la viscosité de l'échantillon. Le rotor intérieur léger est centré dans l'échantillon plus lourd grâce aux forces centrifuges. Le rapport de vitesse équilibré dépend de la force de cisaillement visqueux d'entraînement et de la force d'induction magnétique opposée (courant de Foucault). La viscosité dynamique est fonction du rapport de vitesse équilibré et de constantes d'ajustement. La viscosité cinématique est obtenue en divisant la viscosité dynamique mesurée par la masse volumique mesurée.



Légende

- | | | | |
|---|-------------------------------------|---|--------------------|
| 1 | rotor extérieur (vitesse constante) | 3 | fluide échantillon |
| 2 | rotor intérieur (vitesse mesurée) | 4 | aimant |

Figure 1 — Cellule de viscosité

6.1.2 Mesurage de la masse volumique

Le viscosimètre de type Stabinger comporte un dispositif intégré de mesure de la masse volumique reposant sur le principe d'un tube en U oscillant. Le tube en U rempli d'échantillon oscille et l'appareillage calcule la masse volumique à partir de la fréquence naturelle mesurée du tube rempli en utilisant des facteurs d'ajustement. L'erreur de cette méthode dépendant de la viscosité est corrigée en utilisant la valeur de viscosité mesurée.

6.1.3 Régulation de la température

Le viscosimètre de type Stabinger comporte un dispositif intégré de régulation de la température qui maintient la température constante lors d'un mesurage de viscosité et de masse volumique.

À l'aide d'éléments Peltier, un bloc de cellule de mesure hautement conducteur entourant les cellules de mesure est porté à la température cible avec une stabilité de $\pm 0,005$ °C sur toute la plage de température au niveau de la cellule de viscosité.

L'incertitude de mesure de l'étalonnage de la température ($k = 2$; niveau de confiance de 95 %) doit être de $\pm 0,03$ °C dans l'intervalle de 15 °C à 100 °C et de $\pm 0,05$ °C en dehors de cet intervalle.

6.2 Seringues.

Les seringues disponibles dans le commerce avec un embout Luer d'un volume d'au moins 5 ml doivent être utilisées. L'utilisateur doit s'assurer de la compatibilité chimique totale des matériaux de fabrication de la seringue avec tous les liquides d'échantillonnage et de nettoyage en consultant la documentation du fabricant.

6.3 Adaptateur de débit ou de pression.

Un adaptateur de débit ou de pression peut être utilisé à la place d'une seringue pour l'introduction de l'échantillon dans les cellules de mesure. Ces adaptateurs appliquent une pression ou une aspiration à l'échantillon d'essai, des précautions doivent donc être prises pour éviter la formation de bulles. L'utilisateur doit s'assurer de la compatibilité chimique totale des matériaux de fabrication de l'adaptateur de passage ou de pression avec tous les liquides d'échantillonnage et de nettoyage en consultant la documentation du fabricant.

6.4 Adaptateur de remplissage à chaud.

Un adaptateur de remplissage à chaud maintient la température de l'échantillon pendant l'introduction manuelle de l'échantillon dans les cellules de mesure. Il peut être ajouté au viscosimètre de type Stabinger pour améliorer l'écoulement de l'échantillon et empêcher la précipitation des cristaux de paraffine lors du remplissage et du nettoyage des cellules de mesure.

6.5 Passeur d'échantillons / système de manipulation d'échantillons.

Le passeur d'échantillons ou le système de manipulation d'échantillons doit être conçu pour assurer et maintenir l'intégrité de l'échantillon d'essai avant et pendant l'analyse. Il doit être capable de transférer une prise d'essai représentative de l'échantillon d'essai dans les cellules de mesure. Il doit pouvoir reproduire la procédure de manipulation des échantillons décrite en 7.2. Le passeur d'échantillons ou le système de manipulation d'échantillons peut être doté d'un bloc chauffant si nécessaire.

6.6 Tamis.

Si un tamis est utilisé, il doit avoir une ouverture de 75 µm pour éliminer les particules de l'échantillon.

6.7 Aimant.

Si un aimant externe est utilisé, il doit être suffisamment puissant pour éliminer les matières ferromagnétiques de l'échantillon. Des barreaux d'agitation magnétiques peuvent être utilisés.

6.8 Bain à ultrasons non chauffé.

Pour dissiper et éliminer les bulles d'air ou de gaz de l'échantillon, un bain à ultrasons peut être utilisé avant l'analyse. Le bain doit être dimensionné pour contenir le(s) récipient(s) placé(s) à l'intérieur et fonctionner à une fréquence de fonctionnement comprise entre 25 kHz et 60 kHz et à une puissance nominale de sortie inférieure ou égale à 100 W. Les bains à ultrasons dont les fréquences de fonctionnement et les puissances de sortie se situent en dehors de cette plage peuvent être utilisés, mais il incombe à l'utilisateur de confirmer, par une étude de comparaison des données, que les résultats obtenus après la préparation des échantillons avec et sans de tels bains ne présentent pas d'écarts significatifs.

7 Échantillonnage et manutention des échantillons

7.1 Échantillonnage

Les échantillons doivent être prélevés conformément à l'ISO 3170 ou à l'ISO 3171.

NOTE La réglementation nationale peut s'appliquer.

7.2 Traitement des échantillons

7.2.1 Généralités pour le traitement des échantillons

Pour les échantillons tels que les huiles lubrifiantes visqueuses susceptibles de contenir des bulles d'air ou de gaz, un bain ultrasonique (6.8) sans chauffage (si l'appareil en est équipé) peut être utilisé pendant 1 minute pour dissiper les bulles.

L'échantillon d'essai doit être obtenu comme suit:

- a) L'échantillon de laboratoire doit être mélangé s'il n'est pas homogène. Le mélange doit être effectué dans un récipient fermé et pressurisé ou à une température inférieure à la température ambiante afin d'éviter la perte de produits volatils.
- b) L'échantillon d'essai peut être prélevé à l'aide d'une seringue appropriée à partir d'un échantillon de laboratoire correctement mélangé. L'échantillon peut également être acheminé du récipient de mélange

directement vers les cellules de mesure au moyen d'un adaptateur de débit ou de pression, d'un passeur d'échantillons ou d'un système de manipulation d'échantillons, à condition d'utiliser les fixations et les tubes de raccordement appropriés. Pour les échantillons paraffiniques ou autres produits ayant un point d'écoulement élevé, avant de prélever l'échantillon d'essai, le chauffer à la température souhaitée, laquelle doit être suffisamment élevée pour dissoudre les cristaux de paraffine.

- c) Les échantillons susceptibles de contenir des particules, tels que les huiles usées ou les huiles brutes, doivent être passés à travers un tamis de 75 µm avant la mesure. Si ces particules sont de nature ferromagnétique, un aimant (6.7) doit être utilisé à la place.

7.2.2 Conditionnement des fuels résiduels

7.2.2.1 Placer le nombre requis de seringues jetables ou de flacons d'échantillons pour l'analyse par lots dans un appareil de préchauffage des échantillons (par exemple: four, bloc chauffant ou bain) maintenu entre 60 °C et 65 °C. Lors du remplissage manuel des cellules de mesure, le viscosimètre de type Stabinger doit être équipé d'un adaptateur de remplissage à chaud et les adaptateurs d'injection doivent être préchauffés en même temps que les seringues.

7.2.2.2 Chauffer l'échantillon pendant 1 h dans son récipient d'origine hermétiquement fermé dans l'appareil de préchauffage de l'échantillon qui est maintenu entre 60 °C et 65 °C. Après le chauffage, l'échantillon doit être suffisamment fluide pour pouvoir être agité et remué facilement.

7.2.2.3 Pour les échantillons de nature très paraffinique ou les huiles de viscosité cinématique élevée, il peut être nécessaire d'augmenter la température de chauffage au-dessus de 60°C pour obtenir un mélange correct. L'échantillon doit être suffisamment fluide après le chauffage pour qu'il soit facile de le remuer et de l'agiter.

7.2.2.4 Agiter soigneusement l'échantillon à l'aide d'une tige appropriée d'une longueur suffisante pour atteindre le fond du récipient. Poursuivre l'agitation jusqu'à ce que l'échantillon soit entièrement homogène et qu'aucune boue ou paraffine n'adhère à la tige.

7.2.2.5 Refermer le récipient hermétiquement et agiter vigoureusement pendant 1 minute pour compléter le mélange.

7.2.2.6 Immédiatement après, verser dans une fiole de verre une quantité d'échantillon suffisante pour remplir le système d'échantillonnage de l'appareil et boucher la fiole sans la serrer.

7.2.2.7 Plonger la fiole dans un bain de liquide chauffé ou dans un autre équipement qui maintiendra l'échantillon entre 100 °C et 105 °C pendant 30 minutes.

Faire attention car à cette étape, une forte ébullition peut se produire lorsque des liquides opaques contenant de grandes quantités d'eau sont chauffés à des températures élevées. Il convient de porter un équipement de protection individuelle approprié lors de la manipulation de produits chauds.

7.2.2.8 Retirer la fiole du bain (ou autre équipement), fermer hermétiquement et agiter pendant 1 min.

7.2.2.9 Si l'échantillon est introduit manuellement dans le viscosimètre, remplir une seringue préchauffée en utilisant un adaptateur d'injection préchauffé et procéder immédiatement à la mesure.

7.2.2.10 Si un passeur d'échantillons chauffé est utilisé, régler la température du carrousel contenant les flacons pour qu'elle soit maintenue entre 60 °C et 80 °C. Charger chaque échantillon dans une cuvette préchauffée et insérer les cuvettes dans le carrousel à cuvettes. Attendre 10 à 15 minutes avant de commencer la mesure.

7.2.2.11 Si un système de manipulation d'échantillons chauffé est utilisé, charger la fiole à échantillon préchauffée ou la seringue (selon le modèle) avec le premier échantillon à tester dans le lot et placer la fiole