

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61868

Première édition
First edition
1998-11

**Huiles minérales isolantes –
Détermination de la viscosité cinématique
à très basse température**

**Mineral insulating oils –
Determination of kinematic viscosity
at very low temperatures**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61868:1998

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- **«Site web» de la CEI***
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61868

Première édition
First edition
1998-11

**Huiles minérales isolantes –
Détermination de la viscosité cinématique
à très basse température**

**Mineral insulating oils –
Determination of kinematic viscosity
at very low temperatures**

© IEC 1998 Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

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.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembé Geneva, Switzerland
IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

L

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	4
INTRODUCTION	6
Articles	
1 Domaine d'application	8
2 Références normatives.....	8
3 Définitions.....	8
4 Principe	10
5 Appareillage.....	10
6 Etalonnage.....	12
7 Mode opératoire	14
8 Expression des résultats	16
Figure 1 – Bain du viscosimètre et accessoires.....	20

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61868:1998

CONTENTS

	Page
FOREWORD	5
INTRODUCTION	7
Clause	
1 Scope	9
2 Normative references	9
3 Definitions	9
4 Principle	11
5 Apparatus	11
6 Calibration	13
7 Procedure	15
8 Expression of results	17
Figure 1 – Viscometer bath and accessoires	21

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61868:1998

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – DÉTERMINATION DE LA VISCOSITÉ CINÉMATIQUE À TRÈS BASSE TEMPÉRATURE

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques, représentent, dans la mesure du possible un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les documents produits se présentent sous la forme de recommandations internationales. Ils sont publiés comme normes, rapports techniques ou guides et agréés comme tels par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.
- 5) La CEI n'a fixé aucune procédure concernant le marquage comme indication d'approbation et sa responsabilité n'est pas engagée quand un matériel est déclaré conforme à l'une de ses normes.
- 6) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 61868 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/443/FDIS	10/452/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**MINERAL INSULATING OILS –
DETERMINATION OF KINEMATIC VISCOSITY
AT VERY LOW TEMPERATURES**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested National Committees.
- 3) The documents produced have the form of recommendations for international use and are published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.
- 5) The IEC provides no marking procedure to indicate its approval and cannot be rendered responsible for any equipment declared to be in conformity with one of its standards.
- 6) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this International Standard may be the subject of patent rights. The IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 61868 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
10/443/FDIS	10/452/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

INTRODUCTION

A très basse température, le comportement de certaines huiles minérales isolantes devient non newtonien et leur viscosité s'accroît de façon significative, en raison de la formation de microcristaux dans l'huile. Cela représente un risque potentiel de défaillance pour le matériel électrique remis en service dans des conditions de grands froids.

La formation de microcristaux est un phénomène lent, dont les pleins effets peuvent se faire sentir seulement après un repos prolongé de l'huile à basse température, et qui peut aussi être anéanti si on met l'huile en mouvement, éventuellement en raison de la chaleur produite par les forces de cisaillement ou de friction.

La présente norme décrit les adaptations à apporter à l'ISO 3104 pour tenir compte de ces effets et permettre de mesurer la viscosité cinématique de l'huile à très basse température, sans réchauffer l'échantillon d'huile ni le mettre en mouvement pendant la mesure, après l'avoir maintenu à basse température pendant une période de repos afin de simuler correctement l'écoulement de l'huile dans le matériel électrique, par exemple dans les conduits étroits de refroidissement et les mécanismes de réglage des transformateurs.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61868-1:1998

INTRODUCTION

Non-Newtonian behaviour and significant increases in viscosity at very low temperatures have been observed in some mineral insulating oils as a result of microcrystalline growth, with a potential risk of failure for electrical equipment re-energized under very cold weather conditions.

Microcrystalline formation is a slow process, which can take relatively long periods of low-temperature soaking to show its full effects, and which can also be destroyed by inducing movement in the oil, possibly as a result of heat producing friction or shear forces.

This standard presents the adaptations to be made to ISO 3104 to take into account these effects and to allow the measurement of kinematic viscosity at very low temperatures, without subjecting the oil sample to warming or undue movement during measurement, and with the application of a soaking period, in order to adequately simulate the flow of oil in electrical equipment, for example in the small cooling passages and timing mechanisms of transformers.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61868:1998

HUILES MINÉRALES ISOLANTES – DÉTERMINATION DE LA VISCOSITÉ CINÉMATIQUE À TRÈS BASSE TEMPÉRATURE

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire pour la détermination de la viscosité cinématique des huiles minérales isolantes, transparentes ou opaques, à très basse température, après une période de repos d'au moins 20 h, en mesurant le temps nécessaire à un volume de liquide pour qu'il s'écoule par gravité à travers un viscosimètre à capillaire en verre étalonné.

La présente norme s'applique à toutes les températures aux liquides newtoniens ou non newtoniens ayant une viscosité inférieure ou égale à $20\,000\text{ mm}^2 \times \text{s}^{-1}$. Elle convient particulièrement à la mesure de la viscosité cinématique des liquides utilisés dans les climats froids, à très basse température (-40 °C) ou aux températures situées entre le point d'écoulement et le point de trouble (typiquement -20 °C), où certains liquides, de façon inattendue, peuvent devenir très visqueux après avoir été longtemps au repos à basse température.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3104:1994, *Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

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

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1

viscosité cinématique

rapport entre la viscosité et la masse spécifique du liquide. La viscosité cinématique mesure la résistance d'un liquide à l'écoulement par gravité

NOTE – Dans le système SI, l'unité de viscosité cinématique est le mètre carré par seconde ($\text{m}^2 \times \text{s}^{-1}$).

3.2

liquide newtonien

liquide qui a une viscosité indépendante de la contrainte de cisaillement ou de la vitesse de cisaillement. Si le rapport entre la contrainte de cisaillement et la vitesse de cisaillement n'est pas constant, le liquide est non newtonien

MINERAL INSULATING OILS – DETERMINATION OF KINEMATIC VISCOSITY AT VERY LOW TEMPERATURES

1 Scope

This International Standard specifies a procedure for the determination of the kinematic viscosity of mineral insulating oils, both transparent and opaque, at very low temperatures, after a cold soaking period of at least 20 h, by measuring the time for a volume of liquid to flow under gravity through a calibrated glass capillary viscometer.

It is applicable at all temperatures to both Newtonian and non-Newtonian liquids having viscosities of up to $20\,000\text{ mm}^2 \times \text{s}^{-1}$. It is particularly suitable for the measurement of the kinematic viscosity of liquids for use in cold climates, at very low temperatures ($-40\text{ }^\circ\text{C}$) or at temperatures between the cloud and pour-point temperatures (typically $-20\text{ }^\circ\text{C}$) where some liquids may develop unexpectedly high viscosities under cold soak conditions.

2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent editions of the normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

ISO 3104:1994, *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ISO 3105:1994, *Glass capillary kinematic viscometers – Specification and operating instructions*

3 Definitions

For the purpose of this International Standard, the following definitions apply:

3.1

kinematic viscosity

the ratio between the viscosity and the density of the liquid. It is a measure of the resistance to flow of a liquid under gravity

NOTE – In the SI, the unit of kinematic viscosity is the square metre per second ($\text{m}^2 \times \text{s}^{-1}$).

3.2

newtonian liquid

a liquid having a viscosity that is independent of the shear stress or shear rate. If the ratio of shear stress to shear rate is not constant, the liquid is non-Newtonian

4 Principe

On mesure, en secondes, le temps nécessaire pour qu'un volume donné de liquide s'écoule par gravité à travers le tube capillaire d'un viscosimètre étalonné, à hauteur de charge constante et à température soigneusement contrôlée. La viscosité cinématique est le produit du temps d'écoulement mesuré par la constante d'étalonnage du viscosimètre, elle-même obtenue par étalonnage direct avec une huile de référence certifiée suivant l'ISO 3104.

5 Appareillage

5.1 Viscosimètres

Les viscosimètres à capillaire en verre, étalonnés et pouvant mesurer la viscosité cinématique avec la précision indiquée en 8.2, sont acceptables (voir note 1). Les viscosimètres mentionnés dans l'ISO 3105 répondent à ces exigences (voir note 2). Utiliser uniquement des viscosimètres étalonnés dont les constantes sont mesurées et exprimées à 0,1 % près de leurs valeurs respectives. On ne veut pas limiter cette norme uniquement à l'utilisation de ces viscosimètres ou des viscosimètres à tube en U; cependant, les viscosimètres à capillaire en verre du type Cannon Fenske de routine (séries 500 et 600), avec des constantes comprises entre $8 \text{ mm}^2 \times \text{s}^{-2}$ et $20 \text{ mm}^2 \times \text{s}^{-2}$, conviennent particulièrement à très basse température.

NOTE 1 – Les méthodes d'étalonnage des viscosimètres sont décrites dans l'ISO 3105.

NOTE 2 – La constante d'étalonnage C dépend de l'accélération de la pesanteur au lieu d'étalonnage, qui doit être fournie par le laboratoire d'étalonnage avec la constante de l'instrument. Si l'accélération de la pesanteur au lieu d'utilisation g diffère par plus de 0,1 %, corriger la constante d'étalonnage de la façon suivante:

$$C_2 = \frac{g_2}{g_1} \times C_1$$

où les indices 1 et 2 indiquent respectivement les laboratoires d'étalonnage et d'utilisation.

5.2 Support du viscosimètre

Le support doit permettre au viscosimètre d'être suspendu dans une position identique à celle utilisée pour l'étalonnage. L'alignement correct d'un élément vertical peut être confirmé à l'aide d'un fil à plomb.

5.3 Bain du viscosimètre et accessoires

Un montage approprié, placé dans un congélateur, est décrit à la figure 1. Tout type de bain liquide transparent peut être utilisé, à condition d'être suffisamment profond pour qu'à tout moment, pendant la mesure, aucune partie de l'échantillon dans le viscosimètre ne soit 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 méthanol est un liquide de bain approprié. Cependant, tout liquide transparent qui ne gèle pas à la température de mesure et qui n'attaque pas les matériaux d'assemblage du bain en verre à base de silicones peut être utilisé à la place du méthanol, par exemple le 2-propanol.

Le contrôle de la température doit être tel que la température du liquide du bain ne varie pas de plus de 0,03 °C sur la longueur des viscosimètres, ou entre les positions de chaque viscosimètre, ou autour du thermomètre.

5.4 Système de mesure de la température

Des thermomètres à liquide en verre étalonnés ayant une précision minimale après correction de 0,02 °C peuvent être utilisés, ou tout autre système thermométrique ou à batteries de précision équivalente. Toutes les lectures et corrections doivent être effectuées au moins au 0,02 °C le plus proche. Les thermomètres standards IP 68C ou ASTM 73C (correspondant à la spécification ASTM E1), contenant un alliage au mercure-thallium approprié, peuvent convenir.

4 Principle

The time is measured, in seconds, for a fixed volume of liquid to flow under gravity through the capillary of a calibrated viscometer under a reproducible driving head and at a closely controlled temperature. The kinematic viscosity is the product of the measured flow time and the calibration constant of the viscometer derived by direct calibration with a certified reference oil according to ISO 3104.

5 Apparatus

5.1 Viscometers

Viscometers of the glass capillary type, calibrated and capable of measuring kinematic viscosity within the limits of precision given in 8.2, are acceptable (see note 1). The viscometers listed in ISO 3105 meet these requirements (see note 2). Use only calibrated viscometers with constants measured and expressed to the nearest 0,1 % of their respective values. It is not intended to restrict this standard either to the use of only those viscometers or to the use of U tube viscometers; however, glass capillary viscometers of the Cannon Fenske Routine type (series 500 and 600), with constants between $8 \text{ mm}^2 \times \text{s}^{-2}$ and $20 \text{ mm}^2 \times \text{s}^{-2}$, have been found particularly suitable at very low temperatures.

NOTE 1 – Procedures for the calibration of viscometers are given in ISO Standard 3105.

NOTE 2 – The calibration constant C is dependent upon the gravitational acceleration at the place of calibration and this shall, therefore, be supplied by the calibration laboratory together with the instrument constant. Where the acceleration of gravity g in the two locations differs by more than 0,1 %, correct the calibration constant as follows:

$$C_2 = \frac{g_2}{g_1} \times C_1$$

where the subscripts 1 and 2 indicate respectively the calibration laboratory and the testing laboratory.

5.2 Viscometer holders

The holder shall allow the viscometer to be suspended in a position similar to that adopted for calibration. The proper alignment of a vertical datum part may be confirmed by using a plumb line.

5.3 Viscometer bath and accessories

A suitable set-up, placed in a freezer tank, is described in figure 1. Any transparent liquid bath may be used provided that it is of sufficient depth that at no time during the measurement will any portion of the sample in the viscometer be less than 20 mm below the surface of the bath liquid or less than 20 mm above the bottom of the bath. Methanol has been found appropriate as a bath medium. However, any liquid which is clear, does not freeze at operating temperature, and does no harm to the silicone-based caulking material used for the glass bath construction, can be used instead of methanol, for example 2-propanol.

The temperature control shall be such that the temperature of the bath medium does not vary by more than 0,03 °C over the length of the viscometers, or between the position of each viscometer, or at the location of the thermometer.

5.4 Temperature measuring device

Calibrated liquid-in-glass thermometers of a minimum accuracy after correction of 0,02 °C may be used, or any other thermometric or battery-operated device of equal accuracy. All readings and corrections shall be made at least to the nearest 0,02 °C. IP Standard thermometer 68C or ASTM standard thermometer 73C (corresponding to ASTM specification E1), containing a

Ces thermomètres ont des graduations à 0,05 °C mais permettent à des opérateurs expérimentés des interpolations à 0,01 °C.

5.5 Chronomètre

On peut utiliser tout type de chronomètre, de sensibilité minimale 0,2 s ou mieux, et de précision d'au moins 0,01 % sur des intervalles de 15 min.

Des chronomètres électriques peuvent être utilisés si la fréquence du courant est contrôlée en continu avec une précision de 0,01 % ou mieux. Les courants alternatifs fournis par certains réseaux électriques publics sont contrôlés de façon intermittente plutôt que continue. Lorsqu'ils sont utilisés pour faire fonctionner des chronomètres électriques, des erreurs importantes sur la mesure de la viscosité par écoulement peuvent résulter de ce type de contrôle.

Des horloges synchrones, dépendantes de la fréquence industrielle, devraient pouvoir satisfaire ces exigences, de même que des chronomètres mécaniques de haute qualité. Cependant, il convient de donner la préférence à des chronomètres à quartz, ajustés sur un étalon de temps radio, ou à des horloges synchrones alimentées par un grand réseau électrique interconnecté.

6 Etalonnage

6.1 Viscosimètres

N'utiliser que des viscosimètres étalonnés, avec des constantes mesurées et exprimées au 0,1 % le plus proche de leurs valeurs respectives.

6.2 Thermomètres

Les thermomètres à liquide en verre étalonnés doivent être vérifiés au 0,02 °C le plus proche par comparaison directe avec un thermomètre de référence certifié approprié.

6.2.1 On doit vérifier la précision des thermomètres étalonnés après immersion totale, qui signifie immersion jusqu'à la partie supérieure de la colonne d'alliage au mercure-thallium, le reste du tube et la chambre d'expansion en haut du thermomètre étant exposés à la température du congélateur, il convient que la chambre d'expansion ne soit pas immergée dans le liquide.

6.2.2 Le point zéro (0 °C) des thermomètres étalonnés doit être déterminé périodiquement, et la correction certifiée doit être ajustée pour se conformer à tout changement du point zéro. La possibilité d'un changement dans la lecture du point zéro des thermomètres neufs peut nécessiter une vérification hebdomadaire. La vérification du point zéro s'est avérée particulièrement fiable et suffisante. Cependant, on peut également faire une vérification à la température d'utilisation à l'aide d'un dispositif de mesure approprié, à condition que ce dernier ait la précision spécifiée.

6.2.3 Des thermocouples ou tout autre système électrique de mesure de la température peuvent être utilisés, à condition d'avoir la précision spécifiée et d'être correctement étalonnés.

6.3 Chronomètres

Les signaux de temps étalons disponibles dans certains pays peuvent être utilisés pour vérifier la précision des chronomètres.

suitable mercury thallium alloy, have been found appropriate. These thermometers have 0,05 °C graduations, but allow interpolations to be made by good operators down to 0,01 °C.

5.5 Timing device

Any timing device may be used provided that the readings can be taken by the operator with a discrimination of 0,2 s or better, and that it has an accuracy of less than 0,01 % when tested over intervals of 15 min.

Electrical timing devices may be used if the current frequency is continuously controlled to an accuracy of 0,01 % or better. Alternating currents, as provided by some public power systems, are intermittently rather than continuously controlled. When used to activate electrical timing devices, such control can cause large errors in viscosity flow measurements.

Synchronous clocks, dependent on power frequency, should meet this accuracy requirement, as should a high quality mechanical stopwatch, although a quartz-based stopwatch, checked against a broadcast time standard, or a synchronous clock that is driven by a large interconnected power system would be preferred.

6 Calibration

6.1 Viscometers

Use only calibrated viscometers with constants measured and expressed to the nearest 0,1 % of their respective values.

6.2 Thermometers

Calibrated liquid-in-glass thermometers shall be checked to the nearest 0,02 °C by direct comparison with a suitable certified reference thermometer.

6.2.1 Calibrated thermometers shall be checked for accuracy at total immersion, which means immersion to the top of the mercury-thallium alloy column, with the remainder of the stem and the expansion chamber at the top of the thermometer exposed to the freezer's temperature; the expansion bulb should not be immersed in the liquid.

6.2.2 The ice point of calibrated thermometers shall be determined periodically and the certified correction shall be adjusted to conform to any change in the ice point. The possible change in the ice point reading of new thermometers may require checking every week. Checking at the ice point has been found most appropriate and sufficient. However, checking at the operating temperature against a traceable device may also be used, provided it has the required accuracy.

6.2.3 Thermocouples or other electrical temperature measuring devices may also be used, provided they have the required accuracy and are suitably calibrated.

6.3 Timers

Standard time signals available in some countries may be used for checking the accuracy of timing devices.

6.4 Etalons de viscosité d'huile

Des étalons certifiés de viscosité d'huile, quand ils sont disponibles, ou une huile de référence appropriée peuvent être utilisés pour vérifier et confirmer le mode opératoire du laboratoire. Si la viscosité cinématique mesurée diffère de plus de $\pm 0,5$ % de la valeur certifiée ou de référence, chaque étape du mode opératoire doit être revérifiée, incluant l'étalonnage du thermomètre et du viscosimètre, pour localiser la source du résultat anormal.

7 Mode opératoire

7.1 Les détails spécifiques de mise en oeuvre varient selon les différents types de viscosimètres mentionnés dans l'ISO 3104. Cependant, dans tous les cas, suivre les étapes de 7.2 à 7.4 inclus.

7.2 Maintenir le bain à la température d'essai, à l'aide des lectures corrigées du thermomètre, à l'intérieur des limites fixées en 5.3. Placer le thermomètre dans le bain avec la partie supérieure de la colonne d'alliage au mercure-thallium au-dessous de la surface du liquide du bain, et la partie émergente du tube du thermomètre au-dessus du couvercle du bain.

7.2.1 S'assurer que le point zéro du thermomètre a été vérifié récemment et que les corrections éventuelles ont été apportées aux valeurs d'étalonnage. Pour les thermomètres avec une échelle de point zéro auxiliaire, un changement dans la détermination du point zéro est une indication du besoin de réétalonner.

7.2.2 Choisir un viscosimètre étalonné sec et transparent, couvrant la gamme de viscosité anticipée.

Les viscosimètres utilisés pour les liquides silicones, les fluorocarbures et autres liquides difficiles à éliminer au moyen d'un agent de nettoyage doivent être utilisés uniquement pour la détermination de la viscosité cinématique de tels liquides, sauf pour le calibrage. On doit vérifier fréquemment le calibrage de tels viscosimètres.

7.3 Utiliser un échantillon d'huile isolante qui a été filtré pour éliminer les particules supérieures à $2 \mu\text{m}$. Introduire l'échantillon d'huile dans le viscosimètre, de la façon dictée par la conception de l'instrument, cette opération étant conforme à celle utilisée pour le calibrage de l'instrument.

7.4 Purger chaque tube et pied du viscosimètre (11) avec de l'azote sec ou de l'air sec (point de rosée inférieur à -50°C), puis introduire l'échantillon d'huile dans le viscosimètre. Relier les deux tuyaux de vinyle (12) et (13) aux deux orifices du viscosimètre. Elever le niveau du liquide à partir du tuyau (13) avec une seringue ou avec une poire à pipetter reliée à la troisième ouverture de la vanne (14), puis fermer la vanne de façon à maintenir le niveau de liquide à environ 5 mm au-dessous de la marque de départ supérieure du viscosimètre. Fixer le viscosimètre dans le bain (5), installer les cartouches de desséchant (15) et ne pas laisser tomber les tuyaux dans le méthanol. Fermer le congélateur pour une période de 20 h. Cette période de repos de 20 h est nécessaire, non pas pour atteindre une stabilisation de la température de l'échantillon d'huile (qui est obtenue beaucoup plus rapidement), mais plutôt pour permettre l'imbrication de la structure microcristalline. Des périodes de repos supérieures à 20 h peuvent être utilisées si on le juge nécessaire pour atteindre une structure microcristalline. Juste avant de lire les mesures, remplacer le faux couvercle central en polystyrène expansé (4) par celui en acrylique transparent (3).

NOTE – Les numéros entre parenthèses se rapportent à la figure 1.

Il convient qu'après 20 h, la contraction de l'air au-dessus du capillaire ait amené l'huile de 1 mm à 4 mm au-dessus de la marque de départ. Si ce n'est pas le cas, recommencer avec un nouveau viscosimètre et un nouvel échantillon. Si c'est le cas, l'huile est prête pour son premier passage à travers le capillaire. Il est important que l'huile bouge très peu entre son refroidissement et son écoulement chronométré.

6.4 Viscosity oil standards

Viscosity oil certified standards, when available, or a suitable reference oil may be used as confirmatory checks on the procedure in the laboratory. If the measured kinematic viscosity does not agree within $\pm 0,5$ % of the certified or reference value, each step in the procedure shall be rechecked, including thermometer and viscometer calibration, to locate the source of anomalous result.

7 Procedure

7.1 The specific details of operation vary for the different types of viscometers listed in ISO 3104. In all cases, however, proceed in accordance with 7.2 to 7.4 inclusive.

7.2 Maintain the bath at the test temperature according to the corrected readings of the thermometer within the limits given in 5.3. Locate the thermometer in the bath with the top of the mercury-thallium alloy column below the surface of the bath liquid, and the emergent stem of the thermometer above the cover of the bath.

7.2.1 Ascertain that the ice point of the thermometer has been determined recently and the corrections, if any, applied to the calibration values. For thermometers with an auxiliary ice point scale, a change in the ice point determination is an indication of a need for recalibration.

7.2.2 Select a clear, dry, calibrated viscometer having a range covering the estimated viscosity.

Viscometers used for silicone fluids, fluorocarbons, and other liquids which are difficult to remove by the use of a cleaning agent, shall be used only for the determination of the kinematic viscosity of such liquids, except when calibrating. Such viscometers shall be subjected to calibration checks at frequent intervals.

7.3 Use a sample of insulating oil which has been filtered to remove particles greater than 2 μm . Charge the viscometer with the oil sample in the manner dictated by the design of the instrument, this operation being in conformity with that employed when the instrument was calibrated.

7.4 Flush each tube and leg of the viscometer (11) with dry nitrogen or dry air (with a dew-point below -50 °C), then charge the viscometer with the oil sample. Connect the two vinyl tubings (12) and (13) to the two openings of the viscometer. Raise the liquid level from tubing (13), with a syringe or with a bulb pipette pump connected to the third port of the valve (14), then close the valve (14) to hold the liquid level about 5 mm below the top starting mark of the viscometer. Fix the viscometer in the bath (5), fit the drying devices (15) and do not let the tubings fall into the methanol. Close the freezer for 20 h. This 20 h soak period is not applied to reach temperature stabilization of the oil sample (which will occur more rapidly), but to allow interlocking of the microcrystalline structure to take place. Soak periods longer than 20 h may be used if deemed necessary to reach the microcrystalline structure. Just before readings are taken, replace the polystyrene foam central false lid panel (4) with the clear acrylic one (3).

NOTE – The numbers in brackets refer to figure 1.

After 20 h, the contraction of the air above the capillary should have drawn the oil from 1 mm to 4 mm above the starting mark. If it has not, repeat with a fresh viscometer and aliquot. If it has, the oil is ready for its first passage through the capillary of the viscometer. It is important that the oil move very little between its cooling and its timed movement.

Mesurer, en secondes à 0,2 s près, le temps nécessaire pour que le ménisque d'huile passe de la première marque de départ à la deuxième marque, en regardant à travers le miroir, qui permet d'avoir une vue sans erreur de parallaxe sur le ménisque et le thermomètre. Si le temps d'écoulement est inférieur au minimum prescrit (voir 7.2.2), choisir un viscosimètre avec un capillaire de plus petit diamètre et répéter l'opération.

Ramener l'huile à la marque de départ avec la seringue reliée à la troisième ouverture de la valve, et effectuer un deuxième passage de l'huile à travers le viscosimètre. Si ce second passage, et les passages suivants, sont identiques au premier passage, le comportement newtonien est confirmé. Pour beaucoup d'huiles, le premier passage prendra au moins 20 % de temps en plus que les suivants. A noter que si l'huile est refroidie et mise au repos dans la partie inférieure du viscosimètre, sa microstructure cristalline sera endommagée quand on élèvera l'huile à la marque de départ. Son caractère non newtonien ne sera pas mesuré.

7.5 Nettoyage du viscosimètre

7.5.1 Entre des déterminations successives, nettoyer le viscosimètre soigneusement à l'aide de plusieurs rinçages avec un solvant approprié entièrement miscible avec l'échantillon (par exemple du cyclohexane), suivi d'un solvant entièrement volatil (par exemple de l'acétone) puis de l'eau déionisée. Sécher le tube en faisant passer à travers le viscosimètre un lent courant d'air sec filtré pendant 2 min ou jusqu'à ce que les dernières traces de solvant soient enlevées.

7.5.2 Dans le cas des huiles usagées pour lesquelles on peut craindre la présence de boues ou de matières en suspension nocives, laver périodiquement l'instrument avec de l'acide chromique pour éliminer les dépôts et les taches organiques, rincer soigneusement avec de l'eau distillée et de l'acétone et sécher à l'air sec propre. A la place de l'acide chromique, on peut utiliser par exemple des nettoyants à l'acide sulfurique pour répondre à des réglementations régionales, à condition qu'ils éliminent les taches, les matières particulaires et l'huile usée, mais qu'ils n'attaquent pas le verre. Les dépôts inorganiques peuvent être éliminés par traitement à l'acide chlorhydrique avant l'utilisation de l'acide de nettoyage, particulièrement si l'on soupçonne la présence de sels de baryum.

De l'acide sulfurique dilué, de l'acide chromique dilué, ou tout autre acide minéral, peuvent être utilisés avec succès pour éliminer les traces d'agents tensio-actifs des surfaces de verre nettoyées avec de tels détergents.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

8.1.1 Calculer la viscosité cinématique ν à partir du temps d'écoulement mesuré t et de la constante C de l'instrument, à l'aide de l'équation suivante:

$$\nu = C \times t$$

où

ν est la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde ($\text{mm}^2 \times \text{s}^{-1}$);

C est la constante d'étalonnage du viscosimètre, en millimètres carrés par seconde au carré ($\text{mm}^2 \times \text{s}^{-2}$);

t est le temps d'écoulement, en secondes (s).

8.1.2 Le résultat est exprimé sous la forme de deux viscosités ν' / ν'' . La première viscosité ν' est le produit de la constante du viscosimètre par le premier temps de passage t_1 . Il reflète l'influence de la structure microcristalline d'imbrication. La seconde viscosité ν'' est le produit de la constante du viscosimètre par la moyenne des second, troisième et quatrième temps de

Measure the time required for the meniscus to pass from the first starting mark to the second mark, in seconds to within 0,2 s, by looking through the mirror, which allows a parallax-free view of the meniscus and thermometer. If this flow time is less than the specified minimum (see 7.2.2), select a viscometer with a capillary of smaller diameter and repeat the operation.

Draw the oil back to the starting mark with the syringe connected to the third port of the valve and allow for a second passage through the viscometer. If the second passage, and the subsequent ones, are similar to the first passage, Newtonian behaviour has been confirmed. Many oils will take over 20 % longer for the first passage than for the others. Note that if the oil is cooled and soaked in the bottom of the viscometer, its microstructure will be damaged when the oil is drawn up to the starting mark. Its non-Newtonian nature will not be measured.

7.5 Cleaning of viscometer

7.5.1 Between successive determinations, clean the viscometer thoroughly by several rinsings with an appropriate solvent completely miscible with the sample (e.g. cyclohexane), followed by a completely volatile solvent (e.g. acetone) then with dionized water. Dry the tube by passing a slow stream of filtered dry air through the viscometer for 2 min or until the last trace of solvent is removed.

7.5.2 In the case of used oils, where sludge or harmful suspended matter may be suspected, periodically clean the instrument with chromic acid to remove organic deposits and stains, rinse thoroughly with distilled water and acetone, and dry with clean dry air. Substitutes for chromic acid such as sulphuric acid type cleaners, can be used to meet regional regulations, provided they remove stains, particulate matter and old oil, but not glass. Inorganic deposits may be removed by hydrochloric acid treatment before the use of cleaning acid, particularly if barium salts are suspected.

Dilute sulphuric, dilute chromic, or any other mineral acid can be successfully applied to the removal of surfactant traces from glass surfaces after such detergent cleaning.

8 Expression of results

8.1 Calculation

8.1.1 Calculate the kinematic viscosity ν from the measured flow time t and the instrument constant C by means of the following equation.

$$\nu = C \times t$$

where

ν is the kinematic viscosity, in square millimetres per second ($\text{mm}^2 \times \text{s}^{-1}$);

C is the calibration constant of the viscometer, in square millimetres per second squared ($\text{mm}^2 \times \text{s}^{-2}$);

t is the flow time, in seconds (s).

8.1.2 The result is recorded as a pair of viscosities ν'/ν'' . The first viscosity ν' is the product of the viscometer constant and the first passage time t_1 . It reflects the influence of the interlocking microcrystalline structure. The second viscosity ν'' is the product of the viscometer constant and the average of the second, third and fourth passage times, t_2, t_3, t_4 (which should