

**COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE**

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

**RECOMMANDATION DE LA CEI**

**INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION**

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

**IEC RECOMMENDATION**

**Publication 296A**

Première édition — First edition

1971

---

**Premier complément à la Publication 296 (1969)**

**Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs**

---

**First supplement to Publication 296 (1969)**

**Specification for new insulating oils for transformers and switchgear**

---



Droits de reproduction réservés — Copyright - all rights reserved

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembé  
Genève, Suisse

Withdrawn

**COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE**

(affiliée à l'Organisation Internationale de Normalisation — ISO)

**RECOMMANDATION DE LA CEI**

**INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION**

(affiliated to the International Organization for Standardization — ISO)

**IEC RECOMMENDATION**

**Publication 296A**

Première édition — First edition

1971

---

**Premier complément à la Publication 296 (1969)**

**Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs**

---

**First supplement to Publication 296 (1969)**

**Specification for new insulating oils for transformers and switchgear**

---



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.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale

1, rue de Varembe

Genève, Suisse

## SOMMAIRE

|                                                                                                                                                                         | Pages |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| PRÉAMBULE . . . . .                                                                                                                                                     | 6     |
| PRÉFACE . . . . .                                                                                                                                                       | 6     |
| Articles                                                                                                                                                                |       |
| NORME ASTM D 445-65 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure de la viscosité des liquides<br>transparents et opaques (viscosités cinématique et dynamique) . . . . . | 8     |
| 1. Domaine d'application . . . . .                                                                                                                                      | 8     |
| 2. Définitions . . . . .                                                                                                                                                | 8     |
| 3. Résumé de la méthode . . . . .                                                                                                                                       | 8     |
| 4. Appareillage . . . . .                                                                                                                                               | 10    |
| 5. Etalonnage . . . . .                                                                                                                                                 | 12    |
| 6. Méthode d'essai pour la détermination de la viscosité cinématique . . . . .                                                                                          | 14    |
| 7. Méthode d'essai pour la viscosité dynamique . . . . .                                                                                                                | 16    |
| 8. Nettoyage du viscosimètre . . . . .                                                                                                                                  | 16    |
| 9. Calculs et rapport . . . . .                                                                                                                                         | 18    |
| 10. Précision . . . . .                                                                                                                                                 | 18    |
| ANNEXE A — Etalonnage des viscosimètres . . . . .                                                                                                                       | 20    |
| 1. Fournitures de référence . . . . .                                                                                                                                   | 20    |
| 2. Calibrage . . . . .                                                                                                                                                  | 20    |
| NORME ASTM D 93-66 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure du point d'éclair, en vase<br>clos, au moyen de l'appareil de Pensky-Martens . . . . .                   | 24    |
| 1. Domaine d'application . . . . .                                                                                                                                      | 24    |
| 2. Principe de la méthode . . . . .                                                                                                                                     | 24    |
| 3. Appareillage . . . . .                                                                                                                                               | 24    |
| 4. Préparation de l'appareil . . . . .                                                                                                                                  | 24    |
| 5. Préparation de la prise d'essai . . . . .                                                                                                                            | 26    |
| 6. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des huiles . . . . .                                                                                         | 26    |
| 7. Mode opératoire pour la détermination du point d'éclair des suspensions de solides . . . . .                                                                         | 26    |
| 8. Pression barométrique . . . . .                                                                                                                                      | 28    |
| 9. Précision . . . . .                                                                                                                                                  | 28    |
| ANNEXE A — Spécifications pour l'appareillage . . . . .                                                                                                                 | 30    |
| 1. Ensemble de l'appareillage . . . . .                                                                                                                                 | 30    |
| ANNEXE B — Normalisation de la fabrication des thermomètres et des colliers . . . . .                                                                                   | 38    |
| ANNEXE C — Spécifications pour les thermomètres . . . . .                                                                                                               | 42    |

## CONTENTS

|                                                                                                                                                | Page |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| FOREWORD . . . . .                                                                                                                             | 7    |
| PREFACE . . . . .                                                                                                                              | 7    |
| Clause                                                                                                                                         |      |
| ASTM STANDARD D 445-65 — Standard method of test for viscosity of transparent and opaque liquids (kinematic and dynamic viscosities) . . . . . | 9    |
| 1. Scope . . . . .                                                                                                                             | 9    |
| 2. Definitions . . . . .                                                                                                                       | 9    |
| 3. Summary of method . . . . .                                                                                                                 | 9    |
| 4. Apparatus . . . . .                                                                                                                         | 11   |
| 5. Standardization . . . . .                                                                                                                   | 13   |
| 6. Procedure for kinematic viscosity . . . . .                                                                                                 | 15   |
| 7. Procedure for dynamic viscosity . . . . .                                                                                                   | 17   |
| 8. Cleaning of viscometer . . . . .                                                                                                            | 17   |
| 9. Calculations and report . . . . .                                                                                                           | 19   |
| 10. Precision . . . . .                                                                                                                        | 19   |
| APPENDIX A — Calibration of viscometers . . . . .                                                                                              | 21   |
| 1. Reference materials . . . . .                                                                                                               | 21   |
| 2. Calibration . . . . .                                                                                                                       | 21   |
| ASTM STANDARD D 93-66 — Standard method of test for flash point by Pensky-Martens closed tester . . . . .                                      | 25   |
| 1. Scope . . . . .                                                                                                                             | 25   |
| 2. Summary of method . . . . .                                                                                                                 | 25   |
| 3. Apparatus . . . . .                                                                                                                         | 25   |
| 4. Preparation of apparatus . . . . .                                                                                                          | 25   |
| 5. Preparation of sample . . . . .                                                                                                             | 27   |
| 6. Procedure for the determination of flash point of oils . . . . .                                                                            | 27   |
| 7. Procedure for the determination of flash point of suspensions of solids . . . . .                                                           | 27   |
| 8. Barometric pressure . . . . .                                                                                                               | 29   |
| 9. Precision . . . . .                                                                                                                         | 29   |
| APPENDIX A — Apparatus specifications . . . . .                                                                                                | 31   |
| 1. Apparatus assembly . . . . .                                                                                                                | 31   |
| APPENDIX B — Manufacturing standardization of thermometer and ferrule . . . . .                                                                | 39   |
| APPENDIX C — Thermometer specifications . . . . .                                                                                              | 43   |

| Articles                                                                                                                                         | Pages  |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------|
| NORME ASTM D 97-66 — Méthode normalisée d'essai du point d'écoulement . . . . .                                                                  | 52     |
| 1. Domaine d'application . . . . .                                                                                                               | 52     |
| 2. Principe de la méthode . . . . .                                                                                                              | 52     |
| 3. Définition . . . . .                                                                                                                          | 52     |
| 4. Appareillage . . . . .                                                                                                                        | 52     |
| 5. Mode opératoire . . . . .                                                                                                                     | 54     |
| 6. Expression des résultats . . . . .                                                                                                            | 58     |
| 7. Précision . . . . .                                                                                                                           | 58     |
| <br>NORME ASTM D 1275-67 — Méthode normalisée d'essai pour la détection du soufre corrosif dans<br>les huiles minérales isolantes . . . . .      | <br>62 |
| 1. Domaine d'application . . . . .                                                                                                               | 62     |
| 2. Valeur de l'essai . . . . .                                                                                                                   | 62     |
| 3. Appareillage . . . . .                                                                                                                        | 62     |
| 4. Réactifs . . . . .                                                                                                                            | 62     |
| 5. Mode opératoire . . . . .                                                                                                                     | 64     |
| 6. Essai proprement dit . . . . .                                                                                                                | 64     |
| 7. Interprétation des résultats . . . . .                                                                                                        | 64     |
| 8. Expression des résultats . . . . .                                                                                                            | 64     |
| <br>NORME ASTM D 971-50 — Méthode normalisée d'essai pour la mesure de la tension interfaciale<br>huile-eau par la méthode de l'anneau . . . . . | <br>66 |
| 1. Domaine d'application . . . . .                                                                                                               | 66     |
| 2. Principe . . . . .                                                                                                                            | 66     |
| 3. Appareillage . . . . .                                                                                                                        | 66     |
| 4. Préparation de l'appareil . . . . .                                                                                                           | 66     |
| 5. Etalonnage de l'appareil . . . . .                                                                                                            | 66     |
| 6. Echantillon . . . . .                                                                                                                         | 66     |
| 7. Mode opératoire . . . . .                                                                                                                     | 68     |
| 8. Calcul et expression des résultats . . . . .                                                                                                  | 68     |
| 9. Précision . . . . .                                                                                                                           | 70     |
| <br>ANNEXE A — Spécifications pour les thermomètres ASTM . . . . .                                                                               | <br>74 |
| ANNEXE B — Spécifications pour les thermomètres IP. . . . .                                                                                      | 76     |
| ANNEXE C — Températures d'étalonnage . . . . .                                                                                                   | 78     |

| Clause                                                                                                                     | Page |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| ASTM STANDARD D 97-66 — Standard method of test for pour point . . . . .                                                   | 53   |
| 1. Scope . . . . .                                                                                                         | 53   |
| 2. Summary of method . . . . .                                                                                             | 53   |
| 3. Definition . . . . .                                                                                                    | 53   |
| 4. Apparatus . . . . .                                                                                                     | 53   |
| 5. Procedure . . . . .                                                                                                     | 55   |
| 6. Calculation and report . . . . .                                                                                        | 59   |
| 7. Precision . . . . .                                                                                                     | 59   |
| ASTM STANDARD D 1275-67 — Standard method of test for corrosive sulphur in electrical insulating oils . . . . .            | 63   |
| 1. Scope . . . . .                                                                                                         | 63   |
| 2. Significance . . . . .                                                                                                  | 63   |
| 3. Apparatus . . . . .                                                                                                     | 63   |
| 4. Reagents . . . . .                                                                                                      | 63   |
| 5. Preparation of apparatus . . . . .                                                                                      | 65   |
| 6. Procedure . . . . .                                                                                                     | 65   |
| 7. Interpretation . . . . .                                                                                                | 65   |
| 8. Report . . . . .                                                                                                        | 65   |
| ASTM STANDARD D 971-50 — Standard method of test for interfacial tension of oil against water by the ring method . . . . . | 67   |
| 1. Scope . . . . .                                                                                                         | 67   |
| 2. Outline of method . . . . .                                                                                             | 67   |
| 3. Apparatus . . . . .                                                                                                     | 67   |
| 4. Preparation of apparatus . . . . .                                                                                      | 67   |
| 5. Calibration of apparatus . . . . .                                                                                      | 67   |
| 6. Sample . . . . .                                                                                                        | 67   |
| 7. Procedure . . . . .                                                                                                     | 69   |
| 8. Calculation . . . . .                                                                                                   | 69   |
| 9. Precision . . . . .                                                                                                     | 71   |
| APPENDIX A — Specifications for ASTM thermometers . . . . .                                                                | 75   |
| APPENDIX B — Specifications for IP thermometers . . . . .                                                                  | 77   |
| APPENDIX C — Standardization temperatures . . . . .                                                                        | 79   |

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

---

**PREMIER COMPLÉMENT A LA PUBLICATION 296 (1969)**  
**SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS**  
**ET INTERRUPTEURS**

---

PRÉAMBULE

- 1) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par des Comités d'Etudes où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 2) Ces décisions constituent des recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 3) Dans le but d'encourager cette unification internationale, la CEI exprime le vœu que tous les Comités nationaux ne possédant pas encore de règles nationales, lorsqu'ils préparent ces règles, prennent comme base fondamentale de ces règles les recommandations de la CEI dans la mesure où les conditions nationales le permettent.
- 4) On reconnaît qu'il est désirable que l'accord international sur ces questions soit suivi d'un effort pour harmoniser les règles nationales de normalisation avec ces recommandations dans la mesure où les conditions nationales le permettent. Les Comités nationaux s'engagent à user de leur influence dans ce but.

PRÉFACE

La Publication 296 de la CEI : Spécification des huiles isolantes neuves pour transformateurs et interrupteurs, a été établie par le Sous-Comité 10A : Huiles isolantes à base d'hydrocarbures, du Comité d'Etudes N° 10 de la CEI : Diélectriques liquides et gazeux.

Comme prévu dans la préface de la publication mentionnée ci-dessus, les textes des méthodes ASTM citées sont publiés avec l'aimable autorisation de l'American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103 et font l'objet de ce premier complément à la Publication 296 de la CEI. La traduction française de ces textes a été assurée par le Sous-Comité 10A de la CEI.

Ces méthodes ASTM seront remplacées par les méthodes ISO correspondantes dès que ces dernières seront disponibles.

---

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

---

**FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 296 (1969)**  
**SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS**  
**AND SWITCHGEAR**

---

FOREWORD

- 1) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by Technical Committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 2) They have the form of recommendations for international use and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 3) In order to promote this international unification, the IEC expresses the wish that all National Committees having as yet no national rules, when preparing such rules, should use the IEC recommendations as the fundamental basis for these rules in so far as national conditions will permit.
- 4) The desirability is recognized of extending international agreement on these matters through an endeavour to harmonize national standardization rules with these recommendations in so far as national conditions will permit. The National Committees pledge their influence towards that end.

PREFACE

IEC Publication 296: Specification for New Insulating Oils for Transformers and Switchgear, was prepared by Sub-Committee 10A, Hydrocarbon Insulating Oils, of IEC Technical Committee No. 10, Liquid and Gaseous Dielectrics.

As stated in the Preface to the above Publication, the texts of the ASTM methods quoted have been published with the kind authorization of the American Society for Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, Pa. 19103 and constitute this first supplement to IEC Publication 296. The French translation of these texts has been prepared by IEC Sub-Committee 10A.

These ASTM methods will be replaced by the corresponding ISO methods as soon as the latter become available.

---

**PREMIER COMPLÉMENT A LA PUBLICATION 296 (1969)**  
**SPÉCIFICATION DES HUILES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS**  
**ET INTERRUPTEURS**

**NORME ASTM D 445-65**

**MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI POUR LA MESURE DE LA VISCOSITÉ DES LIQUIDES**  
**TRANSPARENTS ET OPAQUES (VISCOSITÉS CINÉMATIQUE ET DYNAMIQUE)**

**1. Domaine d'application**

- a) Cette méthode concerne la détermination de la viscosité cinématique des fractions liquides du pétrole (notes 1 et 2), transparentes et opaques. Cette détermination se fait par mesure du temps d'écoulement d'un volume donné de liquide à une température donnée, au travers d'instruments en verre capillaire calibré, l'écoulement se faisant par gravité. Une méthode est donnée pour le calcul des viscosités dynamiques à partir des viscosités cinématiques mesurées.

*Note 1.* — Les bitumes sont exceptés ; pour la mesure similaire de leur viscosité, voir les méthodes ASTM D 2170 : « Test for kinematic viscosity of asphalts » et ASTM D 2171 : « Test for absolute viscosity of asphalts ».

*Note 2.* — La méthode est destinée à être utilisée avec des liquides pour lesquels le taux de cisaillement est proportionnel à la contrainte de cisaillement (écoulement newtonien). La constante de proportionnalité est le coefficient de viscosité. Avec certains produits ayant tendance à avoir un comportement colloïdal, il est nécessaire que les mesures soient faites à une température suffisamment élevée pour que l'écoulement s'effectue librement, et de façon telle que des résultats similaires puissent être obtenus en utilisant des tubes viscosimétriques de diamètres de capillaire différents.

**2. Définitions**

- a) *Viscosité cinématique.* Dans le cadre de cette méthode, la viscosité cinématique est une mesure du temps mis par un volume fixé de liquide pour s'écouler par gravité au travers d'un capillaire. L'unité CGS de viscosité cinématique est le stoke qui est homogène à des centimètres carrés par seconde. Dans l'industrie du pétrole, la viscosité cinématique est couramment exprimée en centistokes, cSt, de telle façon que 1 St = 100 cSt.
- b) *Viscosité dynamique (nommée parfois viscosité absolue).* Cette viscosité est numériquement représentée par le produit de la viscosité cinématique par la masse volumique du liquide, les deux déterminations étant effectuées à la même température. L'unité CGS de viscosité dynamique est le poise, P, qui est homogène à des grammes par centimètre par seconde.

**3. Résumé de la méthode**

On mesure, pour un volume fixé de liquide, le temps d'écoulement à travers un tube viscosimétrique capillaire, la hauteur de liquide étant parfaitement reproductible et la température étant minutieusement contrôlée. La viscosité cinématique est ensuite calculée à partir du temps d'écoulement mesuré et de la constante d'étalonnage du tube viscosimétrique.

**FIRST SUPPLEMENT TO PUBLICATION 296 (1969)**  
**SPECIFICATION FOR NEW INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS**  
**AND SWITCHGEAR**

---

**ASTM STANDARD D 445-65**

**STANDARD METHOD OF TEST FOR VISCOSITY OF TRANSPARENT**  
**AND OPAQUE LIQUIDS (KINEMATIC AND DYNAMIC VISCOSITIES)**

**1. Scope**

- a) This method covers the determination of the kinematic viscosity of liquid petroleum products (Notes 1 and 2), both transparent and opaque, by measuring the time of flow of a fixed volume of liquid at a given temperature through calibrated glass capillary instruments, using "gravity-flow". A procedure is given for the calculation of dynamic viscosities from measured kinematic viscosities.

*Note 1.* — Bitumens are excepted; for the similar measurement of their viscosity, see ASTM Method D 2170, Test for Kinematic Viscosity of Asphalts, and ASTM Method D 2171, Test for Absolute Viscosity of Asphalts.

*Note 2.* — The method is intended for use with liquids, in which the rate of shear is proportional to the shearing stress (Newtonian flow). The proportionality constant is the coefficient of viscosity. With certain products which exhibit "gel-like" behavior, care must be taken that measurements are made at sufficiently high temperatures for such materials to flow freely so that similar results will be obtained in viscometers of different capillary diameters.

**2. Definitions**

- a) *Kinematic viscosity.* For the purpose of this method, kinematic viscosity is a measure of the time for a fixed volume of liquid to flow by gravity through a capillary. The CGS unit of kinematic viscosity is the stoke which has the dimensions centimetres-squared per second. In the petroleum industry, kinematic viscosity is usually expressed in centistokes, cSt, so that  $1 \text{ St} = 100 \text{ cSt}$ .
- b) *Dynamic viscosity (sometimes called absolute viscosity)* is numerically the product of kinematic viscosity and the density of the liquid, both at the same temperature. The CGS unit of dynamic viscosity is the poise, P, which has the dimensions grams per centimetre per second.

**3. Summary of method**

The time is measured for a fixed volume of the liquid to flow through the capillary viscometer under an accurately reproducible head and at a closely controlled temperature. The kinematic viscosity is then calculated from the measured flow time and the calibration constant of the viscometer.

TABLEAU I  
Types de viscosimètres

| Viscosimètres                                                                | Etendue de l'échelle de mesure cSt * |
|------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------|
| <b>A. Types à niveau suspendu pour liquides transparents :</b>               |                                      |
| 1. BS/IP niveau suspendu . . . . .                                           | 2 à 100 000                          |
| 2. BS/IP niveau suspendu, forme raccourcie . . . . .                         | 0,6 à 10 000                         |
| 3. BS/IP miniature à niveau suspendu . . . . .                               | 0,6 à 600                            |
| 4. Ubbelohde . . . . .                                                       | 0,4 à 100 000                        |
| 5. FitzSimons . . . . .                                                      | 0,8 à 1 200                          |
| 6. Atlantic . . . . .                                                        | 0,4 à 100 000                        |
| 7. Cannon-Ubbelohde . . . . .                                                | 0,5 à 100 000                        |
| 8. Cannon-Ubbelohde semi-micro . . . . .                                     | 0,4 à 100 000                        |
| <b>B. Types Ostwald modifiés pour liquides transparents :</b>                |                                      |
| 1. Cannon-Fenske routine . . . . .                                           | 0,2 à 20 000                         |
| 2. Zeitfuchs . . . . .                                                       | 0,8 à 3 000                          |
| 3. BS/IP « U-tube » . . . . .                                                | 0,9 à 10 000                         |
| 4. BS/IP « U-tube » miniature . . . . .                                      | 0,2 à 100                            |
| 5. SIL . . . . .                                                             | 0,8 à 10 000                         |
| 6. Cannon-Manning semi-micro . . . . .                                       | 0,4 à 20 000                         |
| 7. Pinkevitch . . . . .                                                      | 0,6 à 15 000                         |
| <b>C. Types à écoulement inversé pour liquides transparents et opaques :</b> |                                      |
| 1. Cannon-Fenske opaque . . . . .                                            | 0,4 à 20 000                         |
| 2. Zeitfuchs « cross-arm » . . . . .                                         | 0,6 à 100 000                        |
| 3. BS/IP « U-tube » à flot inversé . . . . .                                 | 0,7 à 300 000                        |
| 4. Lantz-Zeitfuchs . . . . .                                                 | 60 à 100 000                         |
| * Chaque échelle indiquée exige une série de tubes viscosimétriques.         |                                      |

#### 4. Appareillage

- a) *Tubes viscosimétriques*, du type verre capillaire calibré. Ils sont acceptables s'ils permettent d'effectuer les mesures de viscosité à l'intérieur des limites de répétabilité et de reproductibilité indiquées dans l'article 10. Les viscosimètres énumérés dans le tableau 1 satisfont à ces exigences (note 3).

Note 3. — La constante d'étalonnage,  $C$ , dépend de l'accélération due à la pesanteur au lieu où l'étalonnage a été effectué. Par conséquent, cette valeur de l'accélération due à la pesanteur doit être fournie, en même temps que la constante de l'instrument, par le laboratoire qui a effectué l'étalonnage. Si l'accélération due à la pesanteur,  $g$ , diffère dans les deux endroits de plus de 0,1 %, la constante d'étalonnage doit être corrigée comme suit :

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

où les indices 1 et 2 indiquent respectivement le laboratoire qui a effectué l'étalonnage et le laboratoire d'essai.

Note 4. — Les spécifications pour ces viscosimètres sont décrites dans la spécification ASTM D 2515 pour les viscosimètres cinématiques en verre.

- b) *Supports de viscosimètres* permettant de suspendre le tube viscosimétrique fermement dans le bain, dans la même position verticale que pour l'étalonnage, en utilisant un fil à plomb ou un niveau précis.
- c) *Bain thermostatique pour les viscosimètres*. Bain de liquide transparent ou de vapeur d'une épaisseur telle qu'à aucun moment, au cours des mesures, l'échantillon contenu dans le viscosimètre ne soit à moins de 2 cm au-dessous de la surface du bain liquide ou à moins de 2 cm au-dessus

TABLE I  
Viscometer types

| Test viscometers                                                 | Range, cSt *   |
|------------------------------------------------------------------|----------------|
| <b>A. Suspended level types for transparent liquids:</b>         |                |
| 1. BS/IP suspended level . . . . .                               | 2 to 100 000   |
| 2. BS/IP suspended level, shortened form . . . . .               | 0.6 to 10 000  |
| 3. BS/IP miniature suspended level . . . . .                     | 0.6 to 600     |
| 4. Ubbelohde . . . . .                                           | 0.4 to 100 000 |
| 5. FitzSimons . . . . .                                          | 0.8 to 1 200   |
| 6. Atlantic . . . . .                                            | 0.4 to 100 000 |
| 7. Cannon-Ubbelohde . . . . .                                    | 0.5 to 100 000 |
| 8. Cannon-Ubbelohde semi-micro . . . . .                         | 0.4 to 100 000 |
| <b>B. Modified Ostwald types for transparent liquids:</b>        |                |
| 1. Cannon-Fenske routine . . . . .                               | 0.2 to 20 000  |
| 2. Zeitfuchs . . . . .                                           | 0.8 to 3 000   |
| 3. BS/IP U-tube . . . . .                                        | 0.9 to 10 000  |
| 4. BS/IP U-tube miniature . . . . .                              | 0.2 to 100     |
| 5. SIL . . . . .                                                 | 0.8 to 10 000  |
| 6. Cannon-Manning semi-micro . . . . .                           | 0.4 to 20 000  |
| 7. Pinkevitch . . . . .                                          | 8.6 to 15 000  |
| <b>C. Reverse-flow types for transparent and opaque liquids:</b> |                |
| 1. Cannon-Fenske opaque . . . . .                                | 0.4 to 20 000  |
| 2. Zeitfuchs cross-arm . . . . .                                 | 0.6 to 100 000 |
| 3. BS/IP U-tube reverse flow . . . . .                           | 0.7 to 300 000 |
| 4. Lantz-Zeitfuchs . . . . .                                     | 60 to 100 000  |
| * Each range quoted requires a series of viscometers.            |                |

#### 4. Apparatus

- a) *Viscometers*, calibrated glass capillary type, capable of measuring viscosity within the limits of repeatability and reproducibility given in Clause 10 are acceptable. Those viscometers listed in Table I meet these requirements (Note 3).

*Note 3.* — The calibration constant,  $C$ , is dependent upon the gravitational acceleration at the place of calibration and this must, therefore, be supplied by the standardization 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 standardization laboratory and the testing laboratory.

*Note 4.* — Specifications for these viscometers are described in ASTM Specification D 2515, for Kinematic Glass Viscometers.

- b) *Viscometer holders or frames* to enable the viscometer to be suspended securely in the bath in the same vertical position as when calibrated, using a plumbline or accurate level.
- c) *Viscometer thermostat*. Any transparent liquid or vapour bath of sufficient depth, such that at no time during the measurement will any portion of the sample in the viscometer be less than 2 cm below the surface of the bath liquid or less than 2 cm above the bottom of the bath, may

du fond du bain. Le réglage de la température doit être tel que pour l'étendue de 60 °F à 212 °F (15 °C à 100 °C) la température moyenne du bain ne varie pas de plus de 0,02 deg F (0,01 deg C) le long des viscosimètres, suivant la position de chaque viscosimètre, ou suivant l'emplacement du thermomètre. Pour les températures extérieures à cette échelle, la variation ne doit pas dépasser 0,05 deg F (0,03 deg C).

- d) *Mesure de la température.* Thermomètres type liquide dans du verre, appropriés pour la détermination des viscosités cinématiques, couvrant l'échelle des températures d'essai indiquées dans le tableau II, conformes à la spécification ASTM E 1 applicable aux thermomètres ASTM, et aux prescriptions IP relatives aux thermomètres normalisés IP ; s'assurer que ces thermomètres ont été étalonnés avant de les utiliser (voir article 5). Tout autre système thermométrique est autorisé à la condition que la même précision puisse être obtenue.

TABLEAU II  
*Thermomètres pour viscosité cinématique*

| Echelle de température |               | Pour les essais à |             | Subdivisions |      | Numéro du thermomètre |           |
|------------------------|---------------|-------------------|-------------|--------------|------|-----------------------|-----------|
| °F                     | °C            | °F                | °C          | °F           | °C   | ASTM                  | IP        |
| -67,5 à -62,5          | -55,3 à -52,5 | -65               | -53,9       | 0,1          | 0,05 | 74F                   | 69 F ou C |
| -61 à -29              | -51,6 à -34   | -60 à -30         | -51 à -35   | 0,2          | 0,1  | 43F                   | 65 F ou C |
| -42,5 à -37,5          | -41,4 à -38,6 | -40               | -40         | 0,1          | 0,05 | 73F                   | 68 F ou C |
| -2,5 à +2,5            | -19,2 à -16,4 | 0                 | -17,8       | 0,1          | 0,05 | 72F                   | 67 F ou C |
| 29 à 35                | -2 à + 2      | 32                | 0           | 0,1          | 0,05 | —                     | 33 F ou C |
| 66,5 à 71,5            | 18,6 à 21,4   | 68 et 70          | 20 et 21,1  | 0,1          | 0,05 | 44F                   | 29 F ou C |
| 74,5 à 79,5            | 23,6 à 26,4   | 77                | 25          | 0,1          | 0,05 | 45F                   | 30 F ou C |
| 83,5 à 88,5            | —             | 86                | —           | 0,1          | —    | 118F                  | —         |
| 97,5 à 102,5           | 36,6 à 39,4   | 100               | 37,8        | 0,1          | 0,05 | 28F                   | 31 F ou C |
| 119,5 à 124,5          | 48,6 à 51,4   | 122               | 50          | 0,1          | 0,05 | 46F                   | 66 F ou C |
| 127,5 à 132,5          | 52,5 à 56,5   | 130               | 54,4        | 0,1          | 0,05 | 29F                   | 34 F ou C |
| 137,5 à 142,5          | 58 à 62       | 140               | 60          | 0,1          | 0,05 | 47F                   | 35 F ou C |
| 177,5 à 182,5          | —             | 180               | —           | 0,1          | —    | 48F                   | —         |
| 197 à 203              | 91 à 95       | 200               | 93,3        | 0,1          | 0,05 | —                     | 36 F ou C |
| 207,5 à 212,5          | 98,6 à 101,4  | 210 et 212        | 98,9 et 100 | 0,1          | 0,05 | 30F                   | 32 F ou C |
| 272,5 à 277,5          | —             | 275               | —           | 0,1          | —    | 110F                  | —         |

- e) *Mesure du temps.* On peut utiliser tout dispositif gradué en divisions ne représentant pas plus de 0,2 s, ayant une précision minimale de  $\pm 0,05\%$  quand on le vérifie pendant des périodes de 15 min. On peut utiliser un chronomètre à dé clic ou tout autre compteur de temps ayant un mécanisme actionné par ressort.

De même, des compteurs de temps électriques peuvent être utilisés quand la fréquence du courant est contrôlée pour obtenir une précision de 0,01% ou mieux (note 5).

*Note 5.* — Les courants alternatifs fournis par un certain nombre de réseaux publics ne sont pas contrôlés de façon continue, mais par intermittence. Quand de tels courants sont utilisés pour actionner des compteurs de temps électriques, ces contrôles par intermittence peuvent entraîner des erreurs importantes dans la mesure des temps d'écoulement correspondant à la viscosité.

## 5. Etalonnage

- a) *Viscosimètres.* Seuls des viscosimètres calibrés doivent être utilisés.

be used. The temperature control must be such that for the range of 60 °F to 212 °F (15 °C to 100 °C) the temperature of the bath medium does not vary by more than 0.02 deg F (0.01 deg C) over the length of the viscometers, or between the position of each viscometer, or at the location of the thermometer. For temperatures outside this range, the variation must not exceed 0.05 deg F (0.03 deg C).

- d) *Temperature-measuring device.* Suitable liquid-in-glass kinematic viscosity test thermometers, covering the range of test temperatures indicated in Table II, as specified in ASTM Specifications E 1, for ASTM Thermometers and in the IP requirements for IP standard thermometers; make certain that they have been standardized before use (see Clause 5). Any other thermometric device is permissible provided that the same accuracy can be obtained.

TABLE II  
*Kinematic viscosity thermometers*

| Temperature range |                | For tests at |              | Subdivisions |      | Thermometer number |           |
|-------------------|----------------|--------------|--------------|--------------|------|--------------------|-----------|
| °F                | °C             | °F           | °C           | °F           | °C   | ASTM               | IP        |
| −67.5 to −62.5    | −55.3 to −52.5 | −65          | −58.9        | 0.1          | 0.05 | 74F                | 69 F or C |
| −61 to −29        | −51.6 to −34   | 60 to −30    | −51 to −35   | 0.2          | 0.1  | 43F                | 65 F or C |
| −42.5 to −37.5    | −41.4 to −38.6 | −40          | −40          | 0.1          | 0.05 | 73F                | 68 F or C |
| −2.5 to +2.5      | −19.2 to −16.4 | 0            | −17.8        | 0.1          | 0.05 | 72F                | 67 F or C |
| 29 to 35          | −2 to +2       | 32           | 0            | 0.1          | 0.05 | —                  | 33 F or C |
| 66.5 to 71.5      | 18.6 to 21.4   | 68 and 70    | 20 and 21.1  | 0.1          | 0.05 | 44F                | 29 F or C |
| 74.5 to 79.5      | 23.6 to 26.4   | 77           | 25           | 0.1          | 0.05 | 45F                | 30 F or C |
| 83.5 to 88.5      | —              | 86           | —            | 0.1          | —    | 118F               | —         |
| 97.5 to 102.5     | 36.6 to 39.4   | 100          | 37.8         | 0.1          | 0.05 | 28F                | 31 F or C |
| 119.5 to 124.5    | 48.6 to 51.4   | 122          | 50           | 0.1          | 0.05 | 46F                | 66 F or C |
| 127.5 to 132.5    | 52.5 to 56.5   | 130          | 54.4         | 0.1          | 0.05 | 29F                | 34 F or C |
| 137.5 to 142.5    | 58 to 62       | 140          | 60           | 0.1          | 0.05 | 47F                | 35 F or C |
| 177.5 to 182.5    | —              | 180          | —            | 0.1          | —    | 48F                | —         |
| 197 to 203        | 91 to 95       | 200          | 93.3         | 0.1          | 0.05 | —                  | 36 F or C |
| 207.5 to 212.5    | 98.6 to 101.4  | 210 and 212  | 98.9 and 100 | 0.1          | 0.05 | 30F                | 32 F or C |
| 272.5 to 277.5    | —              | 275          | —            | 0.1          | —    | 110F               | —         |

- e) *Timing device.* Any device may be used provided it is graduated in divisions representing not more than 0.2 s and has an accuracy of at least  $\pm 0.05\%$  when tested over intervals of 15 min. A stop watch or other spring-actuated timer is permissible.

Also, electrical timing devices may be used when the current frequency is controlled to an accuracy of 0.01% or better (Note 5).

*Note 5.* — Alternating currents as provided by some public power systems are intermittently, not continuously, controlled; when used to actuate electrical timing devices, such intermittent control can cause large errors in viscosity flow time measurement.

## 5. Standardization

- a) *Viscometers.* Only calibrated viscometers shall be used.

- b) *Thermomètres.* Les thermomètres type liquide dans du verre utilisés couramment doivent être vérifiés à 0,02 deg F (0,01 deg C) près par comparaison directe avec un thermomètre étalonné approprié. Les thermomètres pour essai de viscosité cinématique doivent être étalonnés en « immersion totale », ce qui signifie en immersion jusqu'au sommet de la colonne de mercure, le reste de la colonne et la chambre d'expansion située au sommet du thermomètre étant exposés à la température ambiante ; ne pas immerger le bulbe d'expansion situé au sommet du thermomètre. Il est essentiel que le point de glace fondante des thermomètres étalons soit déterminé avant utilisation, et que les corrections officielles soient ajustées de façon à se conformer au changement du point de glace fondante.
- c) *Compteurs de temps.* Aux Etats-Unis d'Amérique, on peut utiliser comme étalon primaire de référence pour l'étalonnage des compteurs de temps les signaux de temps émis 24 heures sur 24 par le « National Bureau of Standards », station WWV, Washington, D.C., sur 2,5 MHz ; 5 MHz ; 10 MHz ; 15 MHz ; 20 MHz ; 25 MHz ; 30 MHz et 35 MHz et qui représentent un étalon primaire commode. En certains endroits, on reçoit mieux les stations suivantes : CHU d'Ottawa, Canada, sur 3 330 MHz ; 7 335 MHz et 14 670 MHz, ou MSF de Rugby, Royaume-Uni, sur 2,5 MHz, 5 MHz et 10 MHz.

## 6. Méthode d'essai pour la détermination de la viscosité cinématique

Les détails du mode opératoire varient suivant les différents types de viscosimètres figurant sur le tableau I, page 10. Toutefois, et dans tous les cas, procéder en accord avec les alinéas de a) à i).

- a) S'assurer que le thermomètre a été récemment étalonné ; les thermomètres neufs doivent être vérifiés chaque semaine.
- b) Maintenir le bain à la température d'essai, dans les limites données dans le paragraphe 4c). Apporter les corrections nécessaires, s'il y en a, à toutes les lectures du thermomètre.
- c) Choisir un viscosimètre étalonné propre et sec qui donne un temps d'écoulement qui ne soit pas inférieur au minimum spécifié pour le viscosimètre et qui, dans tous les cas, ne soit pas inférieur à 200 s.
- d) Charger le viscosimètre (note 6) en fonction du type d'appareil, cette opération étant effectuée conformément au mode opératoire lors de l'étalonnage de l'appareil. Si l'échantillon contient des particules solides, filtrer pendant la charge sur un tamis N° 200 (74 µ).

*Note 6.* — La viscosité des huiles pour cylindre raffinées à la vapeur, des huiles noires lubrifiantes, des fuel-oils contenant des résidus de distillation, et des produits paraffineux similaires, peut être affectée par le passé thermique. La procédure suivante de préchauffage doit être suivie de façon à obtenir des résultats uniformes pour les viscosités mesurées à des températures inférieures à 200 °F (95 °C).

Pour obtenir un échantillon représentatif, chauffer l'échantillon dans le récipient d'origine à environ 122 °F (50 °C) en agitant et en secouant. Sonder le fond du récipient avec une tige de façon à s'assurer que les produits paraffineux sont en solution. Verser 100 ml dans un Erlenmeyer de 125 ml. Boucher sans serrer avec un bouchon en liège ou en caoutchouc. Immerger l'Erlenmeyer dans un bain d'eau bouillante pendant 30 min. Bien agiter, retirer l'échantillon du bain et le passer à travers un tamis N° 200 (74 µ) directement dans le viscosimètre mis au préalable en place dans le bain thermostatique. Achever la mesure de la viscosité dans l'heure qui suit le préchauffage.

- e) Laisser le viscosimètre chargé dans le bain jusqu'à ce qu'il ait atteint la température d'essai. Déterminer, par des séries d'essais préliminaires, le temps nécessaire pour atteindre la température d'équilibre, celui-ci dépendant du type d'instrument et de la température voulue. Quand le type de viscosimètre l'exige, ajuster le volume de l'échantillon d'essai après que l'échantillon a atteint la température d'équilibre.
- f) Quand la température d'essai est inférieure au point de rosée, adapter sans serrer des tubes desséchants dans les extrémités ouvertes du viscosimètre, de façon à éviter la condensation d'eau. Les tubes desséchants doivent s'adapter au type du viscosimètre et ne pas freiner l'écoulement de l'échantillon à l'essai par l'établissement de pressions dans l'instrument. Pour les températures

- b) *Thermometers.* Routine liquid-in-glass thermometers should be checked to the nearest 0.02 deg F (0.01 deg C) by direct comparison with a suitable standardized thermometer. Kinematic viscosity test thermometers shall be standardized at “total immersion” which means immersion to the top of the mercury column, with the remainder of the stem and the expansion chamber at the top of the thermometer exposed to room temperature; do not submerge the expansion bulb at the top of the thermometer. It is essential that the ice point of standardized thermometers be determined before use and the official corrections be adjusted to conform to the change in ice point.
- c) *Timers.* In the United States of America, time signals as broadcast by the National Bureau of Standards, Station WWV, Washington, D.C., at 2.5 MHz; 5 MHz; 10 MHz; 15 MHz; 20 MHz; 25 MHz; 30 MHz and 35 MHz are a convenient and primary standard reference for calibrating timing devices; the signals are broadcast 24 hours daily. Station CHU from Ottawa, Canada, at 3 330 MHz; 7 335 MHz and 14 670 MHz or Station MSF at Rugby, United Kingdom, at 2.5 MHz; 5 MHz and 10 MHz may be received better in some locations.

## 6. Procedure for kinematic viscosity

The specific details of operation vary for the different types of viscometers listed in Table I, page 11. In all cases, however, proceed in accordance with paragraphs *a)* to *i)*.

- a) Ascertain that the thermometer has been standardized recently; new thermometers may require checking every week.
- b) Maintain the bath at the test temperature within the limits given in Sub-clause 4c). Apply the necessary corrections, if any, to all thermometer readings.
- c) Select a clean, dry, calibrated viscometer which will give a flow time not less than the minimum specified for the viscometer, or 200 s, whichever is the greater.
- d) Charge the viscometer (Note 6) in the manner dictated by the design of the instrument, this operation being in conformity with that employed when the instrument was calibrated. Should the sample contain solid particles, filter during charging through a No. 200 (74  $\mu$ ) sieve.

*Note 6.* — The viscosity of steam-refined cylinder oils, black lubricating oils, residual fuel oils, and similar waxy products can be affected by the previous thermal history. The following preheating procedure should be followed to obtain uniform results for viscosities below 200 °F (95 °C).

To obtain a representative sample, heat the sample in the original container to about 122 °F (50 °C) with stirring and shaking. Probe the bottom of the container with a rod to be certain that all waxy materials are in solution. Pour 100 ml into a 125 ml Erlenmeyer flask. Stopper loosely with a cork or rubber stopper. Immerse the flask in a bath of boiling water for 30 min. Mix well, remove the sample from the bath, and strain it through a No. 200 (74  $\mu$ ) screen directly into the viscometer already in the thermostated bath. Complete the viscosity test within 1 h after preheating.

- e) Allow the charged viscometer to remain in the bath long enough to reach the test temperature. Because this time will vary for the different instruments and for different temperatures, establish a safe temperature equilibrium time by trial. Where the design of the viscometer requires it, adjust the volume of the test sample after the sample has reached temperature equilibrium.
- f) When the temperature of the test is below the dew point, fit loosely packed drying tubes onto the open ends of the viscometer to prevent water condensation. Drying tubes must fit the design of the viscometer and not restrict the flow of the sample under test by pressures created in the instrument. At temperatures below 32 °F (0 °C), it may be advisable to charge the sample into

inférieures à 32 °F (0 °C), il est recommandé de charger l'échantillon dans le viscosimètre à la température ambiante ; laisser le viscosimètre se refroidir à la température du bain en maintenant l'échantillon dans le capillaire afin d'éviter une légère accumulation de givre sur les parois du capillaire.

- g) Par aspiration (si l'échantillon ne contient pas de constituants volatils) ou à l'aide d'une pression, ajuster le niveau supérieur de l'échantillon dans le tube capillaire à une distance d'environ 5 mm au-dessus du premier trait de mesure du temps d'écoulement.
- h) L'échantillon s'écoulant librement, mesurer en secondes, et au plus à 0,2 s près (voir paragraphe 4e)), le temps nécessaire pour que le ménisque passe du premier au second trait de mesure du temps d'écoulement. Si le temps d'écoulement est inférieur au minimum spécifié (voir paragraphe 6c)), choisir un viscosimètre ayant un capillaire de diamètre inférieur et répéter l'opération.
- i) Pour les modèles Ostwald modifié et niveau suspendu, répéter la procédure décrite dans les alinéas g) et h) en faisant une seconde mesure du temps d'écoulement. Si deux mesures concordent à 0,2%, prendre la moyenne pour calculer la viscosité cinématique correspondante. Pour les modèles à écoulement inversé, on doit obligatoirement effectuer les déterminations en double ; les temps d'écoulement ne doivent pas différer de plus de 0,35%. Si l'écart est supérieur, rejeter les résultats de l'essai.

## 7. Méthode d'essai pour la viscosité dynamique

- a) Déterminer la viscosité cinématique tel que décrit dans l'article 6.
- b) Déterminer la masse volumique de l'échantillon, en grammes par millilitres, à la même température que la viscosité, suivant l'une des méthodes suivantes :
  - 1) Méthode ASTM D 941 : « Test for density and specific gravity of liquids by Lipkin bicapillary pycnometer ».
  - 2) Méthode ASTM D 1481 : « Test for density and specific gravity of viscous materials by Lipkin bicapillary pycnometer ».
  - 3) Méthode IP 189 : « Specific gravity and density, graduated bicapillary pycnometer method ».
  - 4) Méthode ASTM D 1217 : « Test for density and specific gravity of liquids by Bingham pycnometer ».
  - 5) Méthode ASTM D 1480 : « Test for density and specific gravity of viscous materials by Bingham pycnometer ».
  - 6) Méthode IP 190 : « Specific gravity and density, capillary-stoppered pycnometer method ».
  - 7) Méthode IP 733 : « Density bottles ».

## 8. Nettoyage du viscosimètre

- a) Entre deux déterminations successives, nettoyer complètement le viscosimètre en le rinçant d'abord plusieurs fois avec un solvant approprié totalement miscible avec l'échantillon, puis avec un solvant totalement volatil. Sécher le tube en passant un lent courant d'air sec filtré à travers le viscosimètre, pendant 2 min ou jusqu'à ce que la dernière trace de solvant soit éliminée.
- b) Nettoyer périodiquement l'instrument avec de l'acide chromique de façon à éliminer les dépôts organiques, rincer complètement avec de l'eau distillée et de l'acétone, et sécher avec de l'air sec propre. Les dépôts minéraux peuvent être éliminés par traitement à l'acide chlorhydrique, avant l'emploi d'acide chromique, particulièrement dans le cas où des sels de baryum peuvent être présents.
- c) Les viscosimètres utilisés pour les fluides siliconés, les dérivés fluorés du carbone et les autres liquides difficilement éliminables au nettoyage doivent être réservés exclusivement à ces fluides, sauf pour les opérations d'étalonnage. Les viscosimètres doivent être fréquemment réétalonnés.

the viscometer at ambient temperature; allow the viscometer to cool to bath temperature, keeping sample in the working capillary to prevent slight accumulation of frost on the walls of the capillary.

- g)* Use suction (if the sample contains no volatile constituents) or pressure to adjust the head level of the test sample to a position in the capillary arm of the instrument about 5 mm ahead of the first timing mark.
- h)* With the sample flowing freely, measure in seconds, to within 0.2 s (see Sub-clause 4e) ), the time required for the meniscus to pass from the first timing mark to the second. If this flow time is less than the specified minimum (see Sub-clause 6c) ), select a viscometer with a capillary of smaller diameter and repeat the operation.
- i)* For modified Ostwald and suspended-level types, repeat the procedure described in paragraphs *g)* and *h)* making a second measurement of the flow time. If two measurements agree within 0.2%, use the average for calculating the reported kinematic viscosity. For reverse flow types, duplicate determinations must be made; flow times should agree within 0.35%. If these agreements are not obtained, reject the test results.

## **7. Procedure for dynamic viscosity**

- a)* Determine the kinematic viscosity as described in Clause 6.
- b)* Determine the density of the sample, in grams per millilitre, at the same temperature as the viscosity, in accordance with the following applicable methods:
  - 1) ASTM Method D 941, Test for Density and Specific Gravity of Liquids by Lipkin Bicapillary Pycnometer.
  - 2) ASTM Method D 1481, Test for Density and Specific Gravity of Viscous Materials by Lipkin Bicapillary Pycnometer.
  - 3) IP Method 189, Specific Gravity and Density, Graduated Bicapillary Pycnometer Method.
  - 4) ASTM Method D 1217, Test for Density and Specific Gravity of Liquids by Bingham Pycnometer.
  - 5) ASTM Method D 1480, Test for Density and Specific Gravity of Viscous Materials by Bingham Pycnometer.
  - 6) IP Method 190, Specific Gravity and Density, Capillary-Stoppered Pycnometer Method.
  - 7) IP Method 733, Density Bottles.

## **8. Cleaning of viscometer**

- a)* Between successive determinations, clean the viscometer thoroughly by several rinsings with an appropriate solvent completely miscible with the sample, followed by a completely volatile solvent. 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.
- b)* Periodically clean the instrument with chromic acid to remove organic deposits, rinse thoroughly with distilled water and acetone, and dry with clean dry air. Inorganic deposits may be removed by hydrochloric acid treatment before use of cleaning acid, particularly if barium salts are suspected.
- c)* Viscometers used for silicone fluids, fluorocarbons, and other liquids which are difficult to remove by the use of a cleaning agent, should be reserved for the exclusive use of those fluids except when standardizing. Such viscometers should be subjected to standardization checks at frequent intervals.

## 9. Calculs et rapport

a) Calculer comme suit la viscosité cinématique :

$$\text{Viscosité cinématique, cSt} = Ct$$

où :

$C$  = constante d'étalonnage du viscosimètre (cSt/s)

$t$  = temps d'écoulement (s).

b) Calculer comme suit la viscosité dynamique :

$$\text{Viscosité dynamique, cP} = p\nu$$

où :

$p$  = masse volumique (g/cm<sup>3</sup>) (note 7) à la même température que la viscosité cinématique

$\nu$  = viscosité cinématique (cSt).

*Note 7.* — Il est permis d'employer la masse volumique en g/ml au lieu de g/cm<sup>3</sup>. La 12<sup>e</sup> Conférence générale sur les poids et mesures de novembre 1964 a redéfini le litre de telle sorte que 1 ml représente exactement 1 cm<sup>3</sup>. Cette dernière unité est préférable pour l'expression des mesures précises de volume.

c) Noter la viscosité et la température d'essai.

## 10. Précision

La précision suivante s'applique aux mesures effectuées entre 60 °F et 212 °F (15 °C et 100 °C) sur des huiles propres et transparentes.

a) *Répétabilité* : des résultats obtenus en double par le même opérateur, utilisant le même viscosimètre ou des viscosimètres différents, doivent être considérés comme douteux si leur différence est supérieure à 0,35% de leur moyenne.

b) *Reproductibilité* : les résultats fournis par deux laboratoires différents doivent être considérés comme douteux si leur différence est supérieure à 0,7% de leur moyenne.

## 9. Calculations and report

a) Calculate the kinematic viscosity as follows:

$$\text{Kinematic viscosity, cSt} = Ct$$

where:

$C$  = calibration constant of the viscometer (cSt/s)

$t$  = flow time (s).

b) Calculate the dynamic viscosity as follows:

$$\text{Dynamic viscosity, cP} = p\nu$$

where:

$p$  = density (g/cm<sup>3</sup>) (Note 7) at same temperature as kinematic viscosity

$\nu$  = kinematic viscosity (cSt).

*Note 7.* — It is permissible to use density in g/ml instead of g/cm<sup>3</sup>. The 12th General Conference on Weights and Measures in November, 1964 redefined the litre so that 1 ml is exactly 1 cm<sup>3</sup>. The latter unit is preferred for expressing precise volume measurements.

c) Report both the viscosity and the temperature of test.

## 10. Precision

The following precision applies to clean, transparent oils tested between 60 °F and 212 °F (15 °C to 100 °C).

a) *Repeatability*: duplicate results by the same operator, using the same or different viscometers, should be considered suspect if their difference is greater than 0.35% of their mean.

b) *Reproducibility*: the results submitted by each of two laboratories should be considered suspect if their difference is greater than 0.7% of their mean.

## ANNEXE A

### ÉTALONNAGE DES VISCOSIMÈTRES

#### 1. Fournitures de référence

*Huiles étalon de viscosité*<sup>1)</sup>, conformes aux huiles étalon ASTM de viscosité, ayant approximativement la viscosité cinématique indiquée dans le tableau AI, page 22. Les valeurs certifiées de la viscosité cinématique sont établies à la suite d'essais de comparaison et sont fournies avec chaque échantillon.

#### 2. Calibrage

- a) *En utilisant des liquides étalons*, choisir dans le tableau AI un liquide étalon ayant un temps d'écoulement minimal de 200 s à la température d'étalonnage (de préférence 100 °F) et une viscosité supérieure au minimum indiqué sur le tableau I, page 10. Déterminer le temps d'écoulement aux 2/10 de seconde le plus proches en accord avec l'article 6 et calculer comme suit la constante,  $C$ , du viscosimètre :

$$C = \frac{\nu}{t}$$

où :

$\nu$  = viscosité (cSt) pour le liquide étalon

$t$  = temps d'écoulement, en secondes.

- b) *En utilisant des viscosimètres étalons*, choisir une huile de pétrole ayant un temps d'écoulement d'au moins 200 s tant dans le viscosimètre étalon que dans les viscosimètres à étalonner ; certains viscosimètres, figurant dans le tableau I, exigent que l'huile ait une viscosité supérieure au minimum indiqué, afin que la correction cinétique<sup>2)</sup> soit inférieure à 0,2%. Choisir un viscosimètre étalon de constante  $C$  connue. Le viscosimètre peut être un viscosimètre primaire étalonné par la procédure « en escalier » en utilisant successivement des viscosimètres de diamètre de plus en plus grand en commençant avec l'eau distillée comme étalon de base pour la viscosité<sup>3)</sup>. On peut également prendre un viscosimètre courant du même type, étalonné par comparaison avec un viscosimètre primaire. Monter le viscosimètre étalon et le viscosimètre à étalonner dans le même bain et déterminer les temps d'écoulement de l'huile en accord avec l'article 6.

Calculer comme suit la constante  $C$  :

$$C_1 = \frac{t_2 \times C_2}{t_1}$$

où :

$C_1$  = constante  $C$  du viscosimètre à étalonner

$t_1$  = temps d'écoulement du viscosimètre à étalonner au 1/5 de seconde le plus proche

$C_2$  = constante  $C$  du viscosimètre étalon

$t_2$  = temps d'écoulement du viscosimètre étalon au 1/5 de seconde le plus proche.

<sup>1)</sup> Les étalons de viscosité peuvent être obtenus en containers de 1 pinte (environ 0,6 l). Voir le tableau AI. Les commandes doivent être adressées à : « Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A. ». Les expéditions sont exécutées suivant la demande ou par les meilleurs moyens.

<sup>2)</sup> M. R. Cannon : « Derivation of viscosity equation and sources of error in viscometry », rapport privé N° 1 à l'« ASTM Subcommittee on Viscosity », février 1950. M. R. Cannon et R. E. Manning : « Viscosity measurement, the kinetic energy correction », rapport privé N° 2 à l'« ASTM Subcommittee on Viscosity », avril 1959. Des exemplaires gratuits peuvent être obtenus de The Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A.

<sup>3)</sup> Pour une méthode d'étalonnage des viscosimètres primaires, voir la méthode ASTM D 2162 : « Test for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards » publiée dans la partie 17 du « Book of ASTM Standards », 1969.

## APPENDIX A

### CALIBRATION OF VISCOMETERS

#### 1. Reference materials

*Viscosity oil standards*,<sup>1)</sup> conforming to ASTM viscosity oil standards having the approximate kinematic viscosity shown in Table AI, page 23. Certified kinematic viscosity values are established by cooperative tests and are supplied with each sample.

#### 2. Calibration

- a) *Using liquid standards*, select from Table AI a liquid standard having a minimum flow time of 200 s at the calibration temperature (preferably 100 °F) and a viscosity in excess of the minimum shown in Table I, page 11. Determine the flow time to the nearest 0.2 s in accordance with Clause 6, and calculate the viscometer constant,  $C$ , as follows:

$$C = \frac{v}{t}$$

where :

$v$  = viscosity (cSt) for the standard liquid

$t$  = flow time, in seconds.

- b) *Using standard viscometers*, select any petroleum oil that will have a flow time of at least 200 s in both the standard and to-be-standardized viscometers; some viscometers, as listed in Table I, require that the oil have a viscosity in excess of the minimum shown in order that the kinetic correction<sup>2)</sup> will be less than 0.2%. Select a standard viscometer of known constant  $C$ . This viscometer may be a master viscometer that has been calibrated by the "step-up" procedure using viscometers of successively larger diameters starting with distilled water as the basic viscosity standard,<sup>3)</sup> or a routine viscometer of the same type that has been calibrated by comparison with a master viscometer. Mount the standard viscometer together with the viscometer to be calibrated in the same bath and determine the flow times of the oil in accordance with Clause 6.

Calculate the constant  $C$  as follows:

$$C_1 = \frac{t_2 \times C_2}{t_1}$$

where:

$C_1 = C$  constant of the viscometer being calibrated

$t_1$  = flow time to the nearest 0.2 s in the viscometer being calibrated

$C_2 = C$  constant of the standard viscometer

$t_2$  = flow time to the nearest 0.2 s in the standard viscometer.

<sup>1)</sup> The viscosity standards are available in 1 pt containers. See Table AI. Purchase orders should be addressed to the Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A. Shipment will be made as specified or by best means.

<sup>2)</sup> M. R. Cannon, "Derivation of Viscosity, Equation and Sources of Error in Viscometry"; Private Report No. 1 to ASTM Subcommittee on Viscosity, February, 1950. M. R. Cannon and R. E. Manning, "Viscosity Measurement, The Kinetic Energy Correction", Private Report No. 2 to ASTM Subcommittee on Viscosity, April, 1959. Copies available free of charge from The Cannon Instrument Co., P.O. Box 16, State College, Pa. 16801, U.S.A.

<sup>3)</sup> For a procedure for calibrating master viscometers, see ASTM Method D 2162, Test for Basic Calibration of Master Viscometers and Viscosity Oil Standards, which appears in "1969 Book of ASTM Standards", Part 17.

TABLEAU AI  
*Etalons de viscosité*

| Viscosité standard<br>conforme aux<br>normes ASTM | Viscosité cinématique approximative (cSt) |                      |                    |                    |                    |                        |                     |                        |
|---------------------------------------------------|-------------------------------------------|----------------------|--------------------|--------------------|--------------------|------------------------|---------------------|------------------------|
|                                                   | à -53,89 °C<br>(-65 °F)                   | à -40 °C<br>(-40 °F) | à 20 °C<br>(68 °F) | à 25 °C<br>(77 °F) | à 30 °C<br>(86 °F) | à 37,78 °C<br>(100 °F) | à 50 °C<br>(122 °F) | à 98,89 °C<br>(210 °F) |
| S-3 . . . . .                                     | 300                                       | 80                   | 4,6                | 4,0                | —                  | 3,0                    | —                   | 1,2                    |
| S-6 . . . . .                                     | —                                         | —                    | 10                 | 9,0                | —                  | 5,0                    | —                   | 1,8                    |
| S-20 . . . . .                                    | —                                         | —                    | 44                 | 35                 | —                  | 20                     | —                   | 3,9                    |
| S-60 . . . . .                                    | —                                         | —                    | 160                | 120                | —                  | 60                     | —                   | 7,7                    |
| S-200 . . . . .                                   | —                                         | —                    | 700                | 480                | —                  | 200                    | —                   | 16                     |
| S-600 . . . . .                                   | —                                         | —                    | 2 500              | 1 600              | —                  | 600                    | 280                 | 32                     |
| S-2 000 . . . . .                                 | —                                         | —                    | 9 000              | 5 700              | —                  | 2 000                  | —                   | 76                     |
| S-8 000 . . . . .                                 | —                                         | —                    | 38 000             | 22 000             | —                  | 8 000                  | —                   | —                      |
| S-30 000 . . . . .                                | —                                         | —                    | —                  | —                  | 50 000             | 27 000                 | 11 000              | —                      |

Withdrawing

TABLE AI  
*Viscosity standards*

| Viscosity standard conforming to ASTM standards | Approximate kinematic viscosity (cSt) |                    |                  |                  |                  |                      |                   |                      |
|-------------------------------------------------|---------------------------------------|--------------------|------------------|------------------|------------------|----------------------|-------------------|----------------------|
|                                                 | At —53.89 °C (—65 °F)                 | At —40 °C (—40 °F) | At 20 °C (68 °F) | At 25 °C (77 °C) | At 30 °C (86 °F) | At 37.78 °C (100 °F) | At 50 °C (122 °F) | At 98.89 °C (210 °F) |
| S-3 . . . . .                                   | 300                                   | 80                 | 4.6              | 4.0              | —                | 3.0                  | —                 | 1.2                  |
| S-6 . . . . .                                   | —                                     | —                  | 10               | 9.0              | —                | 6.0                  | —                 | 1.8                  |
| S-20 . . . . .                                  | —                                     | —                  | 44               | 35               | —                | 20                   | —                 | 3.9                  |
| S-60 . . . . .                                  | —                                     | —                  | 160              | 120              | —                | 60                   | —                 | 7.7                  |
| S-200 . . . . .                                 | —                                     | —                  | 700              | 480              | —                | 200                  | —                 | 16                   |
| S-600 . . . . .                                 | —                                     | —                  | 2 500            | 1 600            | —                | 600                  | 280               | 32                   |
| S 2 000 . . . . .                               | —                                     | —                  | 9 000            | 5 700            | —                | 2 000                | —                 | 76                   |
| S-8 000 . . . . .                               | —                                     | —                  | 38 000           | 22 000           | —                | 8 000                | —                 | —                    |
| S-30 000 . . . . .                              | —                                     | —                  | —                | —                | 50 000           | 27 000               | 11 000            | —                    |

Withdawn

## NORME ASTM D 93-66

### MÉTHODE NORMALISÉE D'ESSAI POUR LA MESURE DU POINT D'ÉCLAIR, EN VASE CLOS, AU MOYEN DE L'APPAREIL DE PENSKY-MARTENS

#### 1. Domaine d'application

La présente méthode traite de la détermination du point d'éclair, en vase clos, au moyen de l'appareil de Pensky-Martens, des huiles combustibles, des huiles de graissage, des substances visqueuses et des suspensions de solides. Cette méthode ne s'applique pas aux huiles siccatives, bitumes fluxés ou cires en solvant, voir note 1.

*Note 1.* — Le point d'éclair des huiles siccatives peut être déterminé par la méthode ASTM D 1393 : « Test for flash point of drying oils » ; le point d'éclair des cires en solvant peut être déterminé par la méthode ASTM D 1437 : « Test for flash point of solvent-type liquid waxes » ; le point d'éclair des bitumes fluxés peut être déterminé par la méthode ASTM D 1310 : « Test for flash point of volatile flammable materials by tag open-cup apparatus » ou bien par la méthode IP 113 : « Flash point (closed) of cutback bitumen ».

*Note 2.* — Cette méthode peut être appliquée pour déceler la contamination des huiles de graissage par de petites quantités de matières volatiles.

#### 2. Principe de la méthode

La prise d'essai est chauffée lentement et régulièrement sous une agitation continue. On dirige une petite flamme sur le vase à intervalles réguliers en suspendant simultanément l'agitation. Le point d'éclair est la température la plus basse à laquelle l'application de la flamme d'essai provoque l'inflammation de la vapeur au-dessus de la prise d'essai.

#### 3. Appareillage

a) *Appareil « Pensky-Martens »* : il est décrit dans l'annexe A.

*Note 3.* — Il existe des appareils automatiques en usage pour la détermination du point d'éclair, qui permettent de réduire la durée des essais, d'employer des échantillons plus petits ou qui présentent d'autres avantages. L'utilisateur d'appareils automatiques doit veiller à appliquer toutes les instructions du constructeur concernant l'étalonnage, le réglage et l'emploi. Dans les cas litigieux, c'est la détermination manuelle du point d'éclair qui fait foi.

b) *Thermomètres* : deux thermomètres étalons sont utilisés avec l'appareil Pensky-Martens, dans les conditions suivantes :

- 1) Dans le cas où le point d'éclair est compris entre  $-7^{\circ}\text{C}$  et  $+93^{\circ}\text{C}$  inclus (entre  $20^{\circ}\text{F}$  et  $200^{\circ}\text{F}$ ), on emploie le thermomètre ASTM Pensky-Martens pour faibles températures ou en vase clos, dont l'étendue de mesure est de  $-5^{\circ}\text{C}$  à  $+110^{\circ}\text{C}$  ( $20^{\circ}\text{F}$  à  $230^{\circ}\text{F}$ ), conforme aux spécifications ASTM E 1 pour les thermomètres 9 C (9 F) ou le thermomètre IP 15 C (15 F) conforme aux spécifications de l'annexe C.
- 2) Dans le cas où le point d'éclair est compris entre  $110^{\circ}\text{C}$  et  $371^{\circ}\text{C}$  (entre  $230^{\circ}\text{F}$  et  $700^{\circ}\text{F}$ ), on emploie le thermomètre ASTM Pensky-Martens pour hautes températures, dont l'étendue de mesure est de  $90^{\circ}\text{C}$  à  $370^{\circ}\text{C}$  ( $200^{\circ}\text{F}$  à  $700^{\circ}\text{F}$ ), conforme aux spécifications ASTM E 1 pour les thermomètres 10 C (10 F) ou le thermomètre IP 16 C (16 F) conforme aux spécifications de l'annexe C.
- 3) Pour les points d'éclair compris entre  $93^{\circ}\text{C}$  et  $110^{\circ}\text{C}$  (entre  $200^{\circ}\text{F}$  et  $230^{\circ}\text{F}$ ), on peut employer l'un ou l'autre de ces thermomètres.

#### 4. Préparation de l'appareil

On place l'appareil sur une table horizontale et stable. A moins que les essais ne soient effectués dans un local ou un compartiment à l'abri des courants d'air, il est avantageux, mais non nécessaire, d'entourer l'appareil de trois côtés d'un écran dont chaque élément a environ 46 cm de largeur et 61 cm de hauteur,