

PROJET DE LIGNE DIRECTRICE DE L'OCDE POUR LES ESSAIS DE PRODUITS CHIMIQUES

Viscosité des liquides

INTRODUCTION

1. La présente Ligne directrice est une révision de la Ligne directrice 114 originale, adoptée en 1981. Cette révision permet d'harmoniser la méthodologie décrite dans plusieurs lignes directrices.
2. La ligne directrice OPPTS 830.7100 (1) et CIPAC MT 3 (2) mentionnent différentes méthodes pour déterminer la viscosité. La plupart des méthodes citées conviennent à l'analyse de fluides newtoniens. Pour étudier les fluides non newtoniens, on utilise un viscosimètre rotatif selon la procédure décrite dans le document CIPAC MT 192 (3). Les deux premiers documents mentionnés ci-dessus stipulent que la viscosité doit être déterminée à une température de 20 °C, ainsi qu'à une autre température supérieure d'environ 20 °C. Les guides relatifs à la mise en œuvre de REACH pour l'évaluation de la sécurité chimique et le règlement CLP de la Commission européenne spécifient que la viscosité doit être établie à 40 °C (4).

REMARQUES PRÉLIMINAIRES

3. La majorité des méthodes de détermination de la viscosité des liquides sont du ressort d'organismes de normalisation nationaux et internationaux, et font souvent l'objet de spécifications émises par des organismes publics. La présente Ligne directrice décrit des procédures conformes à la méthodologie des organismes de normalisation tout en tenant compte des exigences des organismes publics.
4. Il convient de connaître la densité d'un liquide avant de mettre en œuvre la méthode faisant appel au viscosimètre à bille roulante.

OBJET

5. La présente Ligne directrice indique les procédures à suivre pour mesurer la viscosité de liquides et de mélanges liquides. Cette donnée peut servir à déterminer la manière et les possibilités de transporter ces liquides et composants de mélanges dans le milieu et les lieux où ils seront probablement déposés. Elle peut également contribuer à l'évaluation de la sécurité du liquide et du mélange pour l'homme.
6. Ces méthodes fournissent des valeurs avec une précision plus importante que celle qui sera vraisemblablement demandée pour les évaluations environnementales. Les domaines de mesure des différents viscosimètres sont résumés dans le tableau 1.

© OCDE, (2012).

L'OCDE autorise l'utilisation de ce contenu pour usage personnel, dans un but non commercial sans autorisation préalable, sous réserve de mention de la source. Toute utilisation à but commercial doit faire l'objet d'une autorisation écrite préalable de l'OCDE.

DÉFINITIONS ET UNITÉS

7. La viscosité mesure la propriété que possède une substance fluide soumise à une déformation d'absorber une contrainte qui est fonction de la vitesse de déformation. De la même façon, la contrainte peut être considérée comme la cause qui détermine une vitesse de déformation.

8. La contrainte de cisaillement τ et la vitesse de cisaillement D sont reliées par l'équation :

$$\tau = \eta D$$

où η est la viscosité dynamique.

9. Pour les liquides newtoniens, la viscosité est constante pour toutes les vitesses de cisaillement et ne dépend que de la pression et de la température.

10. Pour les liquides non newtoniens, la viscosité varie avec la vitesse de cisaillement. Si la viscosité est mesurée avec des viscosimètres capillaires, sans appliquer de pression, la valeur obtenue est le rapport viscosité dynamique/densité ($\nu = \eta / \rho$), appelé viscosité cinématique (ν).

11. L'unité SI de la contrainte de cisaillement est le Pascal, Pa. L'unité SI de la vitesse de cisaillement D est par seconde, s^{-1} , L'unité SI de viscosité dynamique est le Pascal seconde, Pa.s. Pour l'utilisation pratique, un sous-multiple est plus commode, le mPa.s ; 1 mPa.s = 10^{-3} Pa.s (un centipoise [cP] dans le système cgs qui n'est plus utilisé actuellement).

12. L'unité SI de viscosité cinématique est le mètre carré par seconde, m^2/s . On utilise également le millimètre carré par seconde, $mm^2/s = 10^{-6} m^2/s$ (1 $mm^2/s = 1$ centistoke [cSt] du système cgs qui n'est plus utilisé).

SUBSTANCES DE RÉFÉRENCE

13. Quand on étudie une nouvelle substance, il n'est pas nécessaire d'utiliser à chaque fois les substances de référence. Ces derniers sont essentiellement fournis pour que l'appareillage puisse être étalonné et vérifié de temps à autre, et pour permettre de comparer les résultats d'une méthode à l'autre.

14. La liste des substances de référence utilisée pour mesurer la viscosité, présentée ci-après, est tirée de celle recommandée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) (5).

Liste des substances de référence (extraite de la liste UICPA) (4)

Nom chimique (identification)	Valeur certifiée et précision	Source*	Remarques
Série d'huiles minérales (hydrocarbures, produits en partie naturels, en partie synthétiques)	1 mPa.s à 27 000 mPa.s (1.25 mm ² /s à 30 000 mm ² /s) à 20 °C. Incertitude ± 0.2 %, au-dessus de 4 000 mPa.s ± 0.3 %	C	Liquides newtoniens, analysés par viscosimètres capillaires à niveau interrompu (Ubbelohde). Données également disponibles pour d'autres températures entre 20 °C et 100 °C.
Type JS 2.5 – 2 000 (série de 10 liquides)	Certifié pour la viscosité en mPa.s et viscosité cinématique en mm ² /s. Domaine de variation pour la viscosité à 20 °C de 2 à 1 800.	E	
Type 60 H	60 000 mm ² /s à 20 °C	E	
Type 200 H	200 000 mm ² /s à 20 °C	E	
Huile minérale	11 mPa.s à 1 000 mPa.s ± 0.1 % à 20 °C	D	Liquide newtonien. Certifié également pour la densité et la viscosité cinématique.
Huile minérale	10 ³ mPa.s à 10 ⁴ mPa.s ± 0.5 % à 20 °C		
Polyisobutènes	10 ⁴ mPa.s à 10 ⁵ mPa.s ± 1.5 % à 20 °C		Liquide newtonien. Utilisation de la méthode du viscosimètre à cylindre rotatif.
Série de 11 huiles minérales	Certifiée pour la viscosité en mPa.s à 20 °C. Domaine de variation 1.503 ± 0.1 % à 1 729 ± 0.2 %	G	Certifiée également pour la viscosité cinématique et la densité. Données également disponibles à 50 °C et 80 °C.
Série de 7 polyisobutènes	Certifiée pour la viscosité en mPa.s à 20 °C. Domaine de variation 4 170 ± 1.3 % à 589 x 10 ³ ± 1.0 %	G	Données également disponibles à 50 °C, 80 °C et 100 °C

* Les données sont présentées telles qu'elles ont été fournies par le laboratoire. Les pays d'origine sont les suivants :

C. Allemagne Physikalische-Technische Bundesanstalt (Bureau fédéral de la physique et de la technique), 33 Braunschweig, Bundesallee 100, Allemagne.

- D. Hongrie Bureau national des mesures, Németségyi ut 37-39, sz. Budapest XII, Hongrie.
- E. Japon Laboratoire national de chimie pour l'industrie, ministère du Commerce international et de l'Industrie, 1-1 Honmachi, Shibuya-ku – Tokyo, 151 Japon.
- G. Pologne Division de métrologie physico-chimique, Conseil national pour le contrôle et la mesure de la qualité, ul. Elektoralna 2, Varsovie, Pologne.

PRINCIPE DE LA MÉTHODE

15. Les mesures de viscosité sont effectuées principalement selon les trois principes de mesure suivants :

- (a) Écoulement gravitaire à travers un capillaire (viscosimètre capillaire ou coupe à écoulement).
- (b) Cisaillement du fluide entre deux cylindres concentriques, entre un plan et un cône ou entre deux plans parallèles (viscosimètre rotatif). Les mesures sont réalisées sous diverses contraintes de cisaillement pour établir les viscosités apparentes.
- (c) La viscosité dynamique peut être mesurée grâce au mouvement d'une bille à l'intérieur d'un tube cylindrique, vertical ou incliné, rempli de liquide (p. ex. viscosimètre à bille roulante de Höppler, viscosimètre à bille entraînée, etc.).

Avec le viscosimètre de Höppler, il convient de connaître la densité pour pouvoir calculer la viscosité dynamique.

Un échantillon de fluide est transféré dans un viscosimètre rotatif (ISO 3219). Les mesures sont réalisées sous diverses contraintes de cisaillement pour établir les viscosités apparentes. Pendant l'essai, la température de l'échantillon de fluide est maintenue à 20 °C. L'essai est ensuite répété à une température de 40 °C. On effectue au moins deux mesures à chaque température.

DESCRIPTION DE LA MÉTHODE

Appareillage

16. Des modèles de viscosimètres capillaires sont décrits dans les normes suivantes : ISO 3104 ; ISO 3105 ; DIN 51550 ; DIN 51562 partie 1 ; DIN 51366 ; DIN 53177 ; ASTM D-1200- ; ASTM D-914 sections 31 à 39 ; ASTM D-88.

17. La normalisation des viscosimètres rotatifs ne couvre, à quelques exceptions près, que les spécifications générales concernant le mode d'écoulement, la plage de contraintes de cisaillement à utiliser et le gradient de vitesse, ainsi que celles relatives à certaines substances. ISO 3219 ; DIN ISO 7884-2 ; DIN 51377 ; DIN 53214 ; DIN 53019 Partie 1 ; ASTM D-2196 ; ASTM D-562 ; ASTM D-3346 ; ASTM D-2983 ; CIPAC MT192 (2).

18. Les viscosimètres à bille roulante, entraînée ou à chute de bille ne sont visés que par des normes nationales comme la DIN 53015.

Conditions expérimentales

19. Pendant l'essai, la température de l'échantillon de fluide est maintenue à 20 °C. L'essai est ensuite répété à une température de 40 °C. On effectue au moins deux mesures à chaque température.

Critères de qualité

20. Le tableau 1 ci-dessous compare les différentes méthodes de détermination de la viscosité des liquides quant à leur application, leur plage de mesure et leur possibilité de normalisation.

Tableau 1 : Critères de qualité

Méthode de mesure	Viscosité dynamique mPa.s	Viscosité cinématique mm ² /s	Plage de mesure mPa.s ou mm ² /s	Normalisation	Écart de température toléré °C
Viscosimètre capillaire		X	0.5 à 10 ⁵	ISO 3104	± 0.1
Coupe à écoulement		X	8 à 700	ISO 3105	± 0.5
Viscosimètre rotatif	X		10 à 10 ⁹	ISO 3218.2	± 0.2
Viscosimètre à bille roulante	X		0.5 à 10 ⁵	Pas de norme internationale, voir DIN 53015	± 0.1
Viscosimètre à bille entraînée	X		0.5 à 10 ⁷	Pas de norme internationale, voir DIN 52007 partie 2	± 0.1

Réalisation des essais

21. La mesure est effectuée suivant les spécifications contenues dans chacune des normes.

RÉSULTATS ET RAPPORTS

22. Dans le cas des viscosimètres capillaires et à bille, la mesure de la viscosité est faite selon les normes. Dans le cas des viscosimètres rotatifs, la spécification de viscosité ne s'applique qu'aux fluides newtoniens. Pour les fluides non newtoniens, il est préférable de présenter les valeurs obtenues sous forme de tableau ou de graphique, de préférence par ordre de vitesse de cisaillement croissante.

23. Toutes les conditions expérimentales sont rapportées, comme la température, le type d'équipement et d'appareil de mesure utilisé et le traitement de l'échantillon avant son conditionnement. Le rapport d'essai comprend les valeurs individuelles et moyennes pour chacune des températures. Toute variation par rapport à la méthode de référence est décrite en détail.

BIBLIOGRAPHIE

1. United States Environmental Protection Agency (EPA) (1996), *Product Properties Test Guidelines OPPTS 830.7100 "Viscosity,"* EPA 712-C-96-032.
2. Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (1995), *Handbook F, "MT 3 "Specific Gravity, Density and Weight per Millilitre,"* CIPAC (<http://www.cipac.org>). CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (<http://www.marston.co.uk>).
3. Collaborative International Pesticide Analytical Council, Ltd. (CIPAC) (2005), *Handbook J "MT 192 Viscosity of Liquids by Rotational Viscometry"* CIPAC (<http://www.cipac.org>), CIPAC Publications available from: Marston Book Services Ltd.: (<http://www.marston.co.uk>).
4. European Chemicals Agency (2008), Guidance on information requirements and chemical safety assessment, Chapter R.7a: Endpoint specific guidance, *Guidance for the implementation of REACH,* European Chemicals Agency.
5. International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) (1976), Physicochemical Measurements: Catalogue of Reference Materials from National Laboratories, *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 48, pp. 513-514, Pergamon Press, Oxford