

Un viscosimètre absolu pour la mesure de la viscosité des fluides

Absolute falling-ball viscometer for the viscosity measurement of liquids

Matthieu BRIZARD¹, Mohammed MEGHARFI¹, Emmanuel MAHÉ¹ et Claude VERDIER²

¹ Laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE), 1 Rue Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France, mohamed.megharfi@lne.fr.

² Laboratoire de Spectrométrie Physique (UMR5588, UJF-CNRS), 140 Avenue de la Physique, BP 87, 38402 Saint Martin d'Hères Cedex, France.

Résumé

L'incertitude sur les constantes des viscosimètres, celle des fluides de références viscosimétriques, augmentent tout le long de l'échelle de viscosité lors de la mise en oeuvre de la méthode *step up* à partir de la viscosité de l'eau à 20 °C. C'est le principal inconvénient de la viscosité capillaire. Pour palier cela, un viscosimètre à chute de bille a été développé pour couvrir une large gamme de viscosité avec une faible incertitude. La mesure de viscosité repose alors sur celle de la vitesse limite de chute d'une bille. Un banc expérimental a été développé afin de pouvoir obtenir une incertitude relative de 10^{-3} . Il permet d'observer la trajectoire de la bille à l'intérieur d'un tube cylindrique rempli du liquide étudié et d'obtenir l'évolution de la vitesse. La caractérisation métrologique de la première partie du viscosimètre (doté de la caméra linéaire) est présentée avec les incertitudes obtenues sur la détermination de la viscosité dynamique de plusieurs fluides en utilisant la loi de propagation des incertitudes. Les viscosités et les incertitudes associées, obtenues avec le viscosimètre à chute de bille, sont confrontées à celles obtenues avec la viscosité capillaire.

MOTS CLÉS : CHUTE DE BILLE, VISCOSIMÈTRE, VISCOSITÉ, INCERTITUDES, VITESSE LIMITE.

Abstract

The uncertainty on the constants of viscometers, that of the viscometric reference fluids, increase throughout the viscosity scale with the implementation of the step-up method starting from water viscosity at 20 °C. It is the main disadvantage of the capillary viscosity. For landing in it, a falling ball viscosimeter was developed to cover a wide range of viscosity with a weak uncertainty. The measurement of viscosity of a liquid then rests on the terminal velocity measurement of a falling ball. An experimental bench was developed in order to reach a relative uncertainty of the order of 10^{-3} . It allows to observe the trajectory of the ball inside a cylindrical tube filled with some studied liquid and to obtain the variations of its velocity. The metrological characterization of the first part of the viscometer (with a linear camera) is presented with the

uncertainties obtained on the determination of the dynamic viscosity of several fluids by using the law of distribution of the uncertainties. The viscosities and the uncertainties associated, obtained with the falling ball viscometer, are compared to those obtained with the capillary viscosity.

KEY WORDS: FALLING BALL, VISCOMETER, VISCOSITY, UNCERTAINTIES, SPEED LIMIT.

1. Introduction

Le laboratoire de viscosité du LNE fournit des huiles de référence, et étalonne des viscosimètres de toutes natures pour assurer le raccordement aux étalons nationaux. Il développe les moyens et les méthodes nécessaires pour matérialiser l'échelle nationale de viscosité [1]. La mise en place de cette échelle s'effectue au moyen de différents fluides Newtoniens et de différents viscosimètres capillaires. L'étalon de viscosité, point de départ de celle-ci, reconnu internationalement est la viscosité de l'eau à 20 °C et à la pression atmosphérique (0,101 325 MPa) [2] :

$$\eta = 1,001\ 6 \pm 0,001\ 7 \text{ mPa}\cdot\text{s} ,$$

$$\nu = 1,003\ 4 \pm 0,001\ 7 \text{ mm}^2\cdot\text{s}^{-1} ,$$

où η est la viscosité dynamique (Pa·s) et ν la viscosité cinématique ($\text{mm}^2\cdot\text{s}^{-1}$). Cette valeur est issue des travaux de Swindells, Code et Godfrey [3]. Les tubes capillaires utilisés pour matérialiser l'échelle de viscosité et mesurer la viscosité des fluides sont des viscosimètres de type Ubbelohde à niveau suspendu. La matérialisation de l'échelle nationale de viscosité repose donc sur la viscosité

cinématique de l'eau bidistillée à 20 °C. À partir de cette mesure matérialisée, et en utilisant des viscosimètres et des fluides différents, on construit pas à pas l'échelle par extrapolations successives : procédure dite de « *step-up* » [1].

Le premier viscosimètre de l'échelle est étalonné à l'aide de l'eau bidistillée à 20 °C puis utilisé pour l'étalonnage une huile de faible viscosité. Des viscosimètres sont ensuite raccordés de proche en proche par comparaisons et extrapolations successives. Le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, est donc l'augmentation de l'incertitude à chaque étape de la procédure comme le montre la figure 1. Cette méthode comparative repose donc sur la viscosité de l'eau qui est elle-même affectée d'une incertitude et conventionnellement reconnue comme étalon de viscosité [4]. Nous avons donc décidé de développer un viscosimètre absolu à chute de bille permettant d'une part de couvrir une large étendue de mesure de viscosité, avec un objectif d'incertitude de 10^{-3} et d'autre part, d'assurer la traçabilité de la viscosité directement aux grandeurs de base du Système international d'unités.

L'objectif est donc d'obtenir des incertitudes faibles pour minimiser l'effet de l'extrapolation de l'échelle de viscosité.

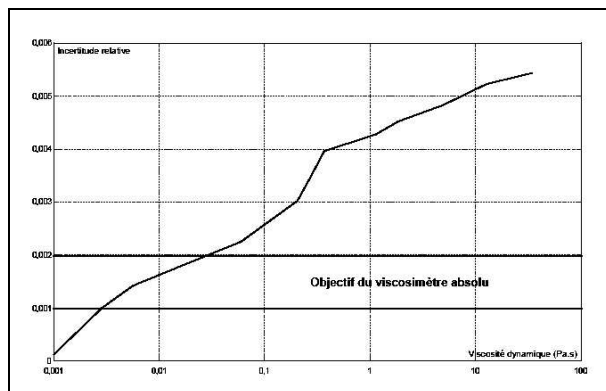


Fig. 1. – Augmentation de l'incertitude dans l'échelle de viscosité capillaire.

2. Théorie

La théorie de Stokes constitue la base théorique du problème. Elle est valable à très petits nombres de Reynolds, en régime permanent et en milieu infini.

La vitesse de chute de la bille est alors inversement proportionnelle à la viscosité, et est donnée par l'expression :

$$\eta = \frac{d^2}{18 \cdot U_\infty} \times (\rho_b - \rho) \times g ,$$

où η est la viscosité dynamique du fluide (Pa·s) ;
 d , le diamètre de la bille (m) ;
 U_∞ , la vitesse limite de la bille ($m \cdot s^{-1}$) ;
 ρ_b , la masse volumique de la bille ($kg \cdot m^{-3}$) ;
 ρ , la masse volumique du fluide ($kg \cdot m^{-3}$) ;
 g , l'accélération de la pesanteur ($m \cdot s^{-2}$).

Cette dernière équation n'est valable que lorsque la vitesse limite est atteinte, et si la sphère chute dans un milieu infini sans effets d'inertie [5]. C'est pourquoi un certain nombre de corrections doivent être appliquées à la vitesse U_∞ d'une bille chutant dans un tube cylindrique de diamètre D rempli d'huile. On distingue donc les corrections dues aux effets d'inertie, celles dues aux effets de bord et enfin celles dues aux effets de bout.

Les effets de bout seront négligés en considérant que la mesure de viscosité s'effectue à une distance suffisamment grande de l'extrémité du tube pour ne pas les prendre en compte. En ce qui concerne les effets de bord et d'inertie nous utiliserons le coefficient de Faxen K_{pRe} [6] dans lequel intervient à la fois l'influence du nombre de Reynolds et celle du diamètre du tube (D) dans lequel chute la bille. De plus, pour tenir compte de la variation de viscosité de l'huile due à l'influence de la température durant l'expérience, nous rajoutons le terme $\Delta\eta(T) \cdot \Delta T$, où ΔT est l'évolution de la température de l'huile dans le tube (K) et $\Delta\eta(T)$ représente le coefficient de température de l'huile ($Pa \cdot s \cdot K^{-1}$). L'expression de la viscosité dynamique est donc :

$$\eta = \frac{d^2}{18 \cdot U_\infty} \times (\rho_b - \rho) \times g \times \left[1 - \frac{3}{16} \cdot Re - \frac{d}{D} \cdot f \left(\frac{Re/4}{d/D} \right) + 2,09 \cdot \left(\frac{d}{D} \right)^3 - 0,95 \cdot \left(\frac{d}{D} \right)^5 \right] + \Delta\eta(T) \cdot \Delta T \quad (1)$$

avec :

$$f(0) = 2,104 ; \quad f(0,5) = 1,76 ; \quad f(1) = 1,48 ; \\ f(2) = 1,04 ; \quad f(5) = 0,46$$

et Re est le nombre de Reynolds basé sur le diamètre de la bille :

$$Re = \frac{\rho \cdot U_\infty \cdot d}{\eta} .$$

À partir des points ci-dessus, on obtient pour $0 < (Re/4)/(d/D) < 5$, l'approximation polynomiale :

$$f \left(\frac{Re/4}{d/D} \right) = 2,104 - 0,768 \cdot \left(\frac{Re/4}{d/D} \right) + 0,178 \cdot \left(\frac{Re/4}{d/D} \right)^2 - 0,038 \cdot \left(\frac{Re/4}{d/D} \right)^3 + 0,004 \cdot \left(\frac{Re/4}{d/D} \right)^4 .$$

3. Le viscosimètre absolu

La mesure de viscosité dynamique repose donc sur la mesure de la vitesse de chute de la bille. Pour cela la bille est lâchée en haut du tube. Sa vitesse augmente jusqu'à atteindre une vitesse limite que l'on mesure à l'aide d'une caméra CCD linéaire montée sur une platine de translation qui suit la bille tout au long de sa chute. Cette technique nous permet de suivre l'évolution de la vitesse de la bille

le long du tube et d'observer sa trajectoire. La figure 2 présente le banc expérimental de mesure de viscosité [7].

La caméra utilisée est une caméra linéaire associée à une carte d'acquisition vidéo National Instruments (PXI 1422). Elle dispose d'un capteur linéaire CCD de 5 150 pixels et d'une fréquence ligne allant jusqu'à 3,7 kHz.

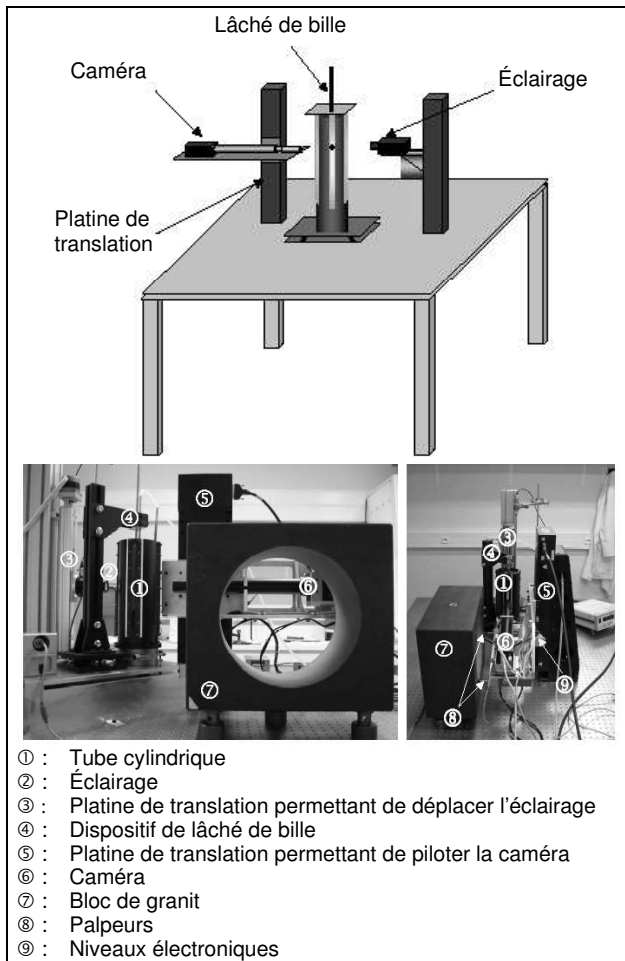


Fig. 2. – Banc expérimental.

Afin d'exploiter les possibilités de la caméra, on utilise un objectif télécentrique muni d'une bague d'allonge qui possède un grossissement $\times 10$. Une LED rouge, munie

d'un condenseur, face à la caméra nous permet d'obtenir un éclairage parallèle et ombroscopique de la bille, et donc de l'observer avec des bords bien contrastés. Le tube contenant l'huile, en aluminium, a été traité afin de le rendre mat et de réduire les réflexions de lumière parasites. Quatre ouvertures ont été découpées face aux caméras et aux éclairages afin d'y placer des lamelles de verre planes permettant de réduire les déformations optiques qu'auraient engendré un tube en verre cylindrique classique. La caméra doit se déplacer le long du tube afin de suivre la bille. Pour cela nous utilisons une platine Microcontrôle munie d'un moteur à courant continu. Par contre, elle engendre des erreurs de positionnement dues aux angles de tangage, roulis et lacet que nous mesurerons avec des palpeurs face à un bloc de granit et des niveaux électroniques. Les billes utilisées doivent être choisies de manière à garder des nombres de Reynolds très faibles. Les essais seront effectués avec des billes en céramique, en acier, tungstène...

Pour maintenir la bille dans l'huile et la lâcher au centre du tube avec une vitesse nulle, nous avons mis au point un dispositif de lâché par aspiration. Cette méthode nous permet ainsi d'utiliser n'importe quels matériaux de bille pour effectuer les essais, contrairement à un électroaimant.

Un dispositif permet ensuite de positionner la bille avec précision au centre du tube. Enfin, la température est mesurée à l'aide d'une sonde de platine 25Ω associée à un pont de mesure de résistance.

4. Les incertitudes de mesure

La caractérisation du banc a été effectuée en utilisant deux méthodes de calcul d'incertitudes distinctes décrites par le GUM [8]. Dans un premier temps nous avons utilisé la loi de propagation des incertitudes. Cette loi étant fondée sur le développement en série de Taylor de la fonction (1) au premier ordre et en supposant que η est linéaire, nous avons comparé les résultats obtenus à ceux calculés par la simulation numérique de Monte Carlo pour un intervalle élargi de 95 % [9].

Pour l'huile D10, le tableau 1 donne les composantes d'incertitude sur la viscosité dynamique.

Tableau 1
Composantes d'incertitude de η (D10).

Source d'incertitude	Valeurs	Type d'évaluation	Loi	Incertitude type (u)	Coefficient de sensibilité (c)	Contribution ($c \cdot u$) en Pa·s	Poids (%)
Diamètre de la bille (d)	7,002 06 mm	B	Normale	0,40 μm	7,699 $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{m}^{-1}$	0,003 1	0,92
Diamètre du tube (D)	99,610 mm	B	Normale	83 μm	50 $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{m}^{-1}$	0,004 2	1,69
Accélération de la pesanteur (g)	9,809 $\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$	B	Normale	$5\cdot 10^{-8} \text{m}\cdot\text{s}^{-2}$	3 $\text{Pa}\cdot\text{s}^3\cdot\text{m}^{-1}$	$2\cdot 10^{-7}$	0,00
Masse volumique de l'huile (ρ)	888,55 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	B	Normale	0,90 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$-0,004 3 \text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$	-0,003 9	1,47
Masse volumique de la bille (ρ_b)	7 696,95 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	B	Normale	1,32 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	$0,004 3 \text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-3}$	0,005 7	3,15
Vitesse de la bille (U_b)	5,265 0 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	B	Normale	0,005 2 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	$-5 597 \text{Pa}\cdot\text{s}^2\cdot\text{m}^{-1}$	-0,029	81,81
Coefficient de température de l'huile ($\Delta\eta(T)$)	$-1,783 1 \text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$	B	Normale	0,006 8 $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$	0	0	0,00
Evolution de la température (ΔT)	0 $^\circ\text{C}$	B	Normale	0,005 7 K	$-1,8 \text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$	-0,010	10,09
Fonction f de Faxen $f[(Re/4)/(d/D)]$	2,101	B	Rectangle	$6,4\cdot 10^{-15}$	$-1,9 \text{Pa}\cdot\text{s}$	$-1,2\cdot 10^{-14}$	0,00
Répétabilité ($\bar{\eta}$)	/	A	Normale	0,003 Pa·s	1	0,003	0,87

Pour la même huile, le tableau 2 donne la densité de probabilité des grandeurs d'entrée.

Tableau 2
Densités de probabilités des grandeurs d'entrée pour l'huile D10.

X_i	Type de distribution	Moyenne	Incertitude type
d	Normale	7,002 06 mm	0,40 μm
D	Normale	99,610 mm	83 μm
g	Normale	9,809 $\text{m}\cdot\text{s}^{-2}$	$5\cdot 10^{-8} \text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
ρ	Normale	888,55 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	0,90 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
ρ_b	Normale	7 696,95 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$	1,32 $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
U_∞	Normale	5,265 0 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	0,005 2 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$
$\Delta\eta(T)$	Normale	-1,783 14 $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$	0,006 8 $\text{Pa}\cdot\text{s}\cdot\text{K}^{-1}$
ΔT	Normale	0 $^\circ\text{C}$	0,005 7 K
$f\left(\frac{\text{Re}/4}{\sigma/D}\right)$	Rectangulaire	2,101	$6,4\cdot 10^{-15}$
$\bar{\eta}$	Normale	/	$3\cdot 10^{-3} \text{Pa}\cdot\text{s}$

Le tableau 3, présente les résultats obtenus par les deux méthodes de calcul d'incertitudes pour la mesure de viscosité d'une huile D10 à 21,680 $^\circ\text{C}$ à partir des paramètres listés dans les tableaux 1 et 2.

Tableau 3
Comparaison loi de propagation des incertitudes / simulation numérique de Monte-Carlo.

Monte Carlo (95 %) en Pa·s	Propagation des variances ($k = 2$) en Pa·s
$u(\eta) = 0,032$	$u(\eta) = 0,032$
$\eta_{\text{low}} = 29,405$ $\eta_{\text{high}} = 29,533$	$U(\eta) = 0,064$
$I = [29,405 ; 29,533]$	$I = [29,404 ; 29,534]$

On constate que la différence entre les deux intervalles de confiance obtenus est très faible et que l'intervalle calculé par simulation numérique est inclus dans celui de la propagation des incertitudes. De plus, si l'on prend 2 chiffres significatifs, l'incertitude type de mesure est la même dans les deux cas. Ces résultats sont donc tout à fait en accord l'un par rapport à l'autre et l'on peut considérer que les résultats donnés par la simulation numérique de Monte Carlo valident la loi de propagation des incertitudes. Pour l'huile D10, les deux méthodes, la viscosité capillaire et le viscosimètre à chute de bille sont comparés. Le tableau 4 montre les résultats obtenus qui se révèlent cohérents, avec une erreur normalisée inférieure à 0,1.

Tableau 4
Comparaison entre les résultats obtenus en utilisant un viscosimètre capillaire et le viscosimètre à chute de bille.

Température ($^\circ\text{C}$)	Viscosimètre à chute de bille		Viscosimètre capillaire	
	Viscosité (Pa·s)	Incertitude type (Pa·s) ($k = 2$)	Viscosité (Pa·s)	Incertitude type (Pa·s) ($k = 2$)
21,680	29,469	0,065	29,49	0,21

5. Comparaison entre le viscosimètre absolu et la viscosimétrie capillaire

L'objectif de ce travail est de réduire les incertitudes de mesure obtenues par viscosimétrie capillaire. Nous allons donc comparer les résultats donnés par le viscosimètre à chute de bille avec ceux de la viscosimétrie capillaire. Pour cela, quatre huiles minérales (Huile C, Huile 350, huile D10 et l'huile D30), ont été utilisées pour 4 décades de l'échelle de viscosité (0,1 Pa·s à 100 Pa·s). Le tableau 5 donne les résultats obtenus.

Tableau 5
Comparaison chute de bille / viscosité capillaire.

	Méthode chute de bille			Méthode capillaire	
	Température ($^\circ\text{C}$)	Viscosité (Pa·s)	Incertitude type (Pa·s)	Viscosité (Pa·s)	Incertitude type (Pa·s)
Huile C	21,042	0,889 4	0,003 1	0,093 0	0,000 3
Huile 350	21,484	0,822 0	0,003 1	0,818 7	0,002 9
Huile D10	21,680	29,469	0,065	29,49	0,21
Huile D30	21,492	90,58	0,11	90,72	0,37

On constate tout d'abord que les résultats sont tout à fait en accord avec des écarts compris entre 0,1 % pour l'huile D10 et 0,4 % pour l'huile 350 et 0,15 % pour l'huile D30. Ils sont par contre de 4 % pour l'huile C. Les résultats obtenus montrent que le principe de mesure répond parfaitement à nos attentes. Sauf pour l'huile C pour laquelle la viscosimétrie capillaire donne une incertitude plus faible que le viscosimètre à chute de bille. Dans ce cas, bien qu'inférieur à 1, le nombre de Reynolds est un peu élevé pour satisfaire à l'hypothèse des écoulements rampants nécessaire pour l'utilisation du viscosimètre à chute de bille. En effet, pour les fortes viscosités, le viscosimètre à chute de bille nous permet de réduire significativement les incertitudes données par la viscosimétrie capillaire en donnant une incertitude relative proche de 10^{-3} . Ce qui correspond tout à fait à l'objectif assigné au début de l'étude comme le montre la figure 3.

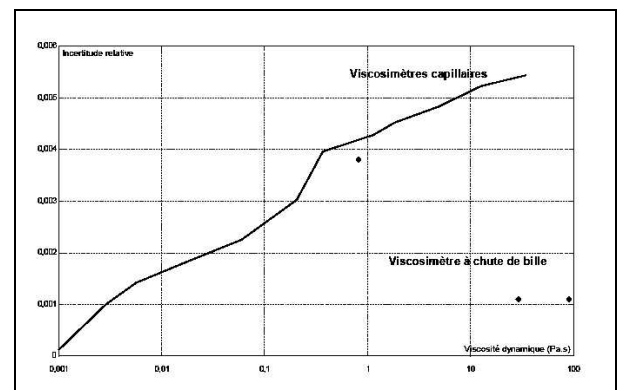


Fig. 3. – Incertitudes par viscosité capillaire et par viscosimètre à chute de bille.

6. Conclusions et perspectives

Les résultats obtenus avec le viscosimètre à chute de bille sont satisfaisants et prometteurs. Ils permettent de relier cette grandeur directement aux grandeurs mécaniques et au temps en s'affranchissant de la valeur de la viscosité de l'eau. Aujourd'hui une deuxième caméra, matricielle, a été mise en place et fonctionne en mode asservissement (la caméra suit automatiquement la bille lors de sa chute) et localise en temps réel le barycentre de la bille pour déterminer la vitesse de la bille. Les incertitudes obtenues avec cette caméra sont comparables à celles de la caméra linéaire. Il convient maintenant d'optimiser l'utilisation du viscosimètre à chute de bille pour tirer le meilleur parti des faibles incertitudes obtenues.

Références

- [1] MEGHARFI M., DEVIN E. et MORO J.F., « La matérialisation de l'échelle de viscosité au BNM-LNE », *Bulletin du BNM*, **106**, 1996, 47-59.
- [2] ISO, « Viscosité de l'eau », Rapport technique, ISO/TR 3666:1998(F), 1998.
- [3] SWINDELLS J.F., CODE J.R. et GODFREY T.B., "Absolute viscosity of water at 20 °C", *Journal of Research of the National Bureau of Standard*, **48**, 1952, 1.
- [4] COLLINGS A.F. et BAJENOV V., "A high precision capillary viscometer and further relative results for the viscosity of water", *Metrologia*, **66**, 1983, 61-66.
- [5] CLIFT R., GRACE J.R. et WEBER M.E., *Bubbles, drops and particles*, New York / London : Academic Press, 1978.
- [6] FAXEN H., "Die Bewegung einer starren Kugel längs der Achse eines mit zäher Flüssigkeit gefüllten Rohres", *Arkiv för matematik, Astronomi och Fysic*, **17**, 1922, 1-28.
- [7] BRIZARD M., MEGHARFI M., MAHE E. et VERDIER C., "Design of a high precision falling-ball viscometer", *Review of Scientific Instruments*, **76**, 2005, 025109-1 - 025109-6.
- [8] AFNOR, « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure », NF ENV 13005, 1999.
- [9] BRIZARD M., MEGHARFI M. et VERDIER C., "Absolute falling-ball viscometer: evaluation of measurement uncertainty", *Metrologia*, **42**, 2005, 298-303.