

DEVELOPPEMENT D'UN VISCOSIMETRE A CHUTE DE BILLE POUR LA MESURE DE LA VISCOSITE DES FLUIDES.

M. Brizard, M. Megharfi et E. Mahé

Laboratoire national de métrologie et d'essais, Irué Gaston Boissier, 75724 Paris Cedex 15, France

C. Verdier

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

Résumé

L'augmentation de l'incertitude tout au long de l'échelle de viscosité étant le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, le LNE a décidé de développer un viscosimètre absolu à chute de bille permettant de couvrir une large gamme de viscosité tout en gardant une faible incertitude. La mesure de viscosité repose alors sur la mesure de la vitesse limite de chute de la bille. Un banc expérimental a été développé afin d'atteindre une incertitude relative de l'ordre de 10^{-3} . Il doit permettre d'observer la trajectoire de la bille et d'obtenir l'évolution de sa vitesse.

Abstract

The increase in uncertainty throughout the viscosity scale being the principal disadvantage of capillary viscometry, an absolute falling-ball viscometer has been developed, making it possible to cover a wide range of viscosities while keeping 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 and to obtain the variations of its velocity.

Introduction

Le laboratoire de viscosité du LNE fournit des huiles de référence, et étalonne des viscosimètres à tube capillaire de toutes natures pour assurer le raccordement aux étalons nationaux. Il développe des moyens matériels et des procédures qui lui permettent de 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 reconnu internationalement est la viscosité de l'eau à 20 °C et à la pression atmosphérique (0,101325 MPa) [2] :

$$\eta = 1,0016 \pm 0,0017 \text{ mPa.s} \quad (1)$$

$$v = 1,0034 \pm 0,0017 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

où η est la viscosité dynamique (Pa.s) et v la viscosité cinématique ($\text{mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$).

Cette valeur est issue des travaux de Swinguells, Code et Godfrain [3]. Les capillaires utilisés pour matérialiser l'échelle 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. A 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].

Certains viscosimètres, appelés primaires, sont étalonnés à l'aide de l'eau bidistillée à 20 °C puis utilisés pour l'étalonnage d'huiles de faibles viscosités. Des viscosimètres dits de référence et de travail sont ensuite raccordés de proche en proche par comparaisons et extrapolations successives.

Le principal inconvénient de la viscosimétrie capillaire, est par conséquent l'augmentation de l'incertitude à chaque étape de la procédure. Cette méthode comparative repose donc sur la viscosité de l'eau qui est elle-même une valeur soumise à des incertitudes [4], et contestée par une partie de la communauté scientifique.

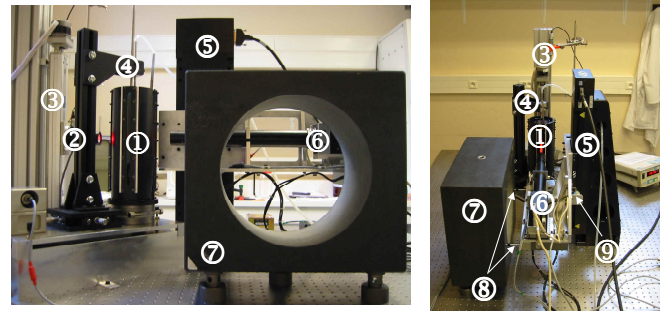
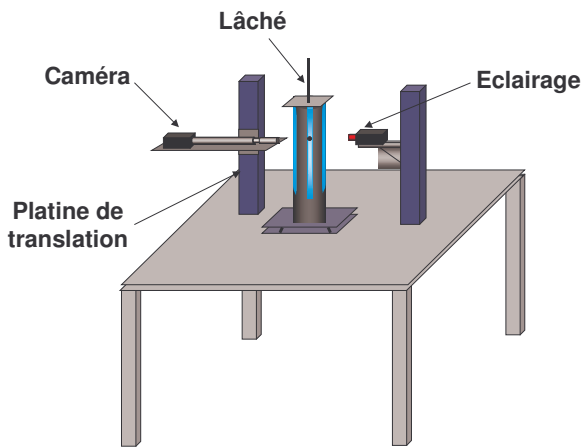
Nous avons donc décidé de développer un viscosimètre absolu à chute de bille permettant d'une part de couvrir une large étendue de mesure de viscosité, mais aussi d'assurer la traçabilité aux grandeurs de base du Système International.

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,

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

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



- ①: Tube cylindrique
- ②: Eclairage
- ③: Platine de translation permettant de déplacer l'éclairage
- ④: Dispositif de lâché de bille
- ⑤: Platine de translation permettant de piloter la caméra
- ⑥: Caméra
- ⑦: Bloc de granit
- ⑧: Palpeurs
- ⑨: Niveaux électroniques

Figure. 1. Banc expérimental

Néanmoins, cette équation n'est valable que lorsque la vitesse limite est atteinte, et pour une sphère chutant 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 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, celle du diamètre de la bille 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 la variation de température durant l'expérience, nous rajoutons le terme $\Delta\eta(T)\Delta T$, où ΔT est l'évolution de la température de l'huile dans le tube ($^\circ C$) et $\Delta\eta(T)$ représente le coefficient de température de l'huile ($Pa.s.^{\circ}C^{-1}$). L'expression de la viscosité dynamique est donc,

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

où la fonction f prend les valeurs :

$$\begin{array}{lll} f(0)=2,104 & f(0,5)=1,76 & f(1)=1,48 \\ f(2)=1,04 & f(5)=0,46 & \end{array}$$

En interpolant ces points, on obtient pour $0 < \frac{Re/4}{d/D} < 5$:

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

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

$$Re = \frac{\rho U_\infty d}{\eta} \quad (4)$$

Cet article présente le banc expérimental de mesure de viscosité du LNE. Des mesures ont été effectuées sur toute l'échelle de viscosité et sont comparées, avec leurs incertitudes, à celles obtenues par viscosimétrie capillaire.

Banc expérimental

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

Tableau. 1. Paramètres (Huile D10)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$7,00206 \cdot 10^{-3}$	$0,402693 \cdot 10^{-6}$
D (m)	$99,61 \cdot 10^{-3}$	$82,98192 \cdot 10^{-6}$
g (m.s ⁻²)	9,81	$5 \cdot 10^{-8}$
ρ (kg.m ⁻³)	888,55	0,9
ρ_b (kg.m ⁻³)	7696,95	1,32209338
U_∞ (m.s ⁻¹)	$5,265 \cdot 10^{-3}$	$0,0052499 \cdot 10^{-3}$
$\Delta\eta(T)$ (Pa.s.°C ⁻¹)	-1,783139	0,00675
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,101	$6,4099 \cdot 10^{-15}$

nous permet de suivre l'évolution de la vitesse de la bille le long du tube et d'observer sa trajectoire.

La figure 1 présente le banc expérimental de mesure de viscosité [7]. La caméra utilisée est une caméra provenant de la Société Lord Ingenierie (Corbreuse, France) associée à une carte d'acquisition vidéo National Instruments (PXI 1422) (Le Blanc-Mesnil). Elle dispose d'un capteur linéaire CCD de 5150 pixels et d'une fréquence ligne allant jusqu'à 3,7 kHz.

Afin d'exploiter les possibilités de la caméra, on utilise un objectif télécentrique muni d'une bague allonge qui possède un grossissement x10 (Silloptics, Wendelstein, Allemagne). 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 en aluminium, contenant l'huile, a été traité afin de le rendre mate 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'aurait 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 Micro-contrôle (Evry, France) 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

Tableau. 2. Résultats obtenus par la loi de propagation des incertitudes et par la simulation numérique de Monte-Carlo

Monte Carlo (95 %) (Pa.s)	Propagation des variances (k=2) (Pa.s)
$u(\eta) = 0,0320780639$	$u(\eta) = 0,0321780718$
$I = [29,4053657982 ; 29,5328244963]$	$U(\eta) = 0,06435614$
	$I = [29,4047 ; 29,53341]$

bille pour effectuer les essais, contrairement à un électro-aimant. Un dispositif nous permet ensuite de positionner la bille avec précision au centre du tube.

Enfin, la température est contrôlée à l'aide d'une sonde de platine 25 Ohms.

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 η (Equation 3) 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 de confiance de 95 % [9].

A partir des paramètres listés dans le tableau 1, le tableau 2 présente les résultats obtenus par les deux méthodes de calcul d'incertitudes pour la mesure de viscosité d'une huile D10 à 21,680 °C. On constate que la différence entre les deux intervalles de confiance (I) 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.

On obtient alors :

$$\eta = 29,469 \pm 0,065 \text{ Pa.s (k = 2)}$$

$$Re = 0,001$$

$$\text{à } T = 21,680^\circ\text{C}$$

(k : facteur d'élargissement)

Tableau. 3. Paramètres (Huile 350)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$1,9999.10^{-3}$	$0,4.10^{-6}$
D (m)	$99,61.10^{-3}$	$82,98192.10^{-6}$
g (m.s ⁻²)	9,81	5.10^{-8}
ρ (kg.m ⁻³)	885,6	0,9
ρ_b (kg.m ⁻³)	3968,00	2,56
U_∞ (m.s ⁻¹)	$7,828.10^{-3}$	$0,00997.10^{-3}$
$\Delta\eta(T)$ (Pa.s.°C ⁻¹)	-0,07003196	0,000122
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	1,950	$6,4099.10^{-15}$

Résultats

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, nous avons choisi trois huiles minérales (Huile 350, huile D10 et l'huile D30), qui nous permettent de couvrir deux décades de l'échelle de viscosité (1 à 100 Pa.s).

La viscosité de l'huile 350 à 21,684 °C est obtenue en mesurant la vitesse de chute d'une bille en céramique de 2 mm de diamètre (Tableau 3), celle de l'huile D10 avec une bille d'acier de 7 mm (Tableau 1) et enfin, pour l'huile D30, nous avons utilisé une bille de tungstène de 10 mm de diamètre (Tableau 4).

Les résultats sont récapitulés et comparés à la viscosimétrie capillaire sur la figure 2. 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.

Tableau. 4. Paramètres (Huile D30)

	Valeur	Incertitude-type
d (m)	$10,00066.10^{-3}$	$0,4.10^{-6}$
D (m)	$99,61.10^{-3}$	$82,98192.10^{-6}$
g (m.s ⁻²)	9,81	5.10^{-8}
ρ (kg.m ⁻³)	896,9	0,9
ρ_b (kg.m ⁻³)	14967,6	1,8
U_∞ (m.s ⁻¹)	$6,696.10^{-3}$	$0,006.10^{-3}$
$\Delta\eta(T)$ (Pa.s.°C ⁻¹)	-11,0972216	0,0231
ΔT (°C)	0	0,005731854
$f\left(\frac{Re/4}{d/D}\right)$	2,103	$6,4099.10^{-15}$

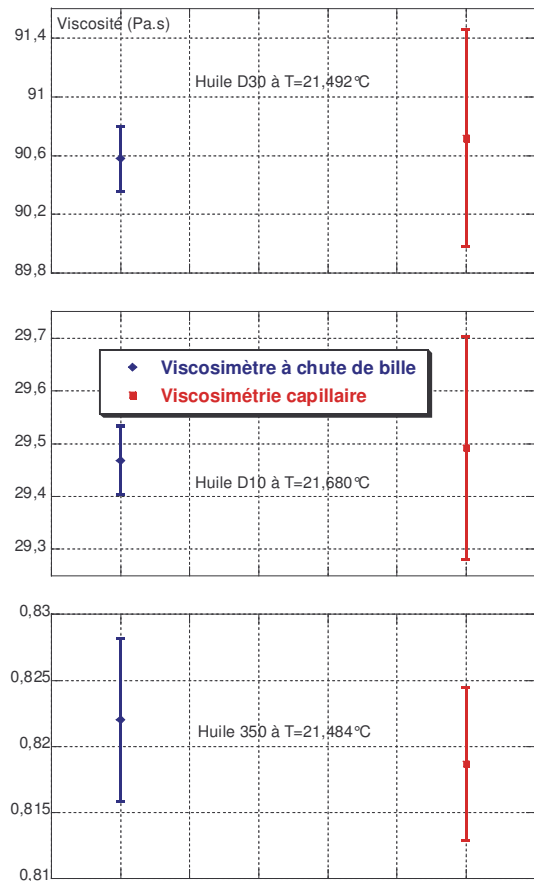


Figure. 2. Comparaison entre la viscosimétrie capillaire et le viscosimètre à chute de bille (k=2)

Les résultats obtenus montrent que le principe de mesure répond parfaitement à nos attentes. 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} .

Références

- [1] M. Megharfi, E. Devin and J.F. Moro, "La matérialisation de l'échelle de viscosité au BNM-LNE", Bulletin du bureau national de la métrologie, Vol. 106, pp. 47-59, 1996.
- [2] "Viscosité de l'eau". ISO/TR 3666, 1998.
- [3] J.F. Swindells, J.R. Code and T.B. Godfrey, "Absolute viscosity of water at 20 °C", Journal of Research of the National Bureau of Standard, Vol. 48, pp. 1, 1952.
- [4] A.F. Collings and V. Bajenov, "A high precision capillary viscometer and further relative results for the viscosity of water", Metrologia, Vol. 66, pp. 61-66, 1983.
- [5] R. Clift, J.R. Grace. and M.E. Weber, Bubbles, drops and particles, New York / London : Academic Press, 1978.

[6] H. Faxen, "Die Bewegung einer starren Kugel längs der Achse eines mit zäher Flüssigkeit gefüllten Rohres", Arkiv för matematik, Astronomi och Fysic, Vol. 17, pp. 1-28 (1922).

[7] M. Brizard, M. Megharfi, E. Mahe and C. Verdier, "Design of a high precision falling-ball viscometer", Review of Scientific Instruments, Vol. 76, pp. 025109, 2005.

[8] Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), NF ENV 13005, 1999.

[9] M. Brizard, M. Megharfi and C. Verdier, "Absolute falling-ball viscometer : Evaluation of measurement uncertainty", Soumis, 2005.