ICS: 75.140 ; 91.100.50

norme belge enregistrée

NBN EN 12596

2e éd., août 2007

Indice de classement: T 54

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la viscosité dynamique par viscosimètre capillaire sous vide

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de dynamische viscositeit met een vacuümcapillair

Bitumen and bituminous binders - Determination of dynamic viscosity by vacuum capillary

Autorisation de publication: 19 juin 2007

Remplace NBN EN 12596 (2000).

La présente norme européenne EN 12596:2007 a le statut d'une norme belge.

La présente norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français).

standards for .be

Bureau de Normalisation - Avenue de la Brabançonne 29 - 1000 Bruxelles - Belgique
Tél: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be
Banque 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 TVA: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prix: groupe 14

ICS: 75.140 ; 91.100.50

Geregistreerde Belgische norm

NBN EN 12596

2e uitg., augustus 2007

Normklasse: T 54

Bitumen en bitumineuze bindmiddelen - Bepaling van de dynamische viscositeit met een vacuümcapillair

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la viscosité dynamique par viscosimètre capillaire sous vide

Bitumen and bituminous binders - Determination of dynamic viscosity by vacuum capillary

Toelating tot publicatie: 19 juni 2007

Vervangt NBN EN 12596 (2000).

Deze Europese norm EN 12596:2007 heeft de status van een Belgische norm.

Deze Europese norm bestaat in drie officiële versies (Duits, Engels, Frans).

standards for .be

Bureau voor Normalisatie Brabançonnelaan 29 B-1000 Brussel België

Tel: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be

Bank 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 BTW: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prijsgroep: 14

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 12596

Mars 2007

ICS 75.140; 91.100.50

Remplace EN 12596:1999

Version Française

Bitumes et liants bitumineux - Détermination de la viscosité dynamique par viscosimètre capillaire sous vide

Bitumen und bitumenhaltige Bindemittel - Bestimmung der dynamischen Viskosität mit Vakuum-Kapillaren

Bitumen and bituminous binders - Determination of dynamic viscosity by vacuum capillary

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 3 février 2007.

Les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion du CEN ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion du CEN, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

Centre de Gestion: rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles

© 2007 CEN Tous droits d'exploitation sous quelque forme et de quelque manière que ce soit réservés dans le monde entier aux membres nationaux du CEN.

Réf. n° EN 12596:2007 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Termes et définitions 4
4 Principe 5
5 Appareillage 5
6 Préparation des échantillons d'essai 7
7 Mode d'emploi 7
8 Calculs 8
9 Expression des résultats 8
10 Fidélité 9
11 Rapport d'essai 9
Annexe A (normative) Spécifications des viscosimètres 10
Annexe B (normative) Spécifications du thermomètre 16
Annexe C (informative) Étalonnage des viscosimètres 17
Bibliographie 19

Avant-propos

Le présent document (EN 12596:2007) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 336 “Liants bitumineux”, dont le secrétariat est tenu par AFNOR.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en septembre 2007, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en septembre 2007.

Le présent document remplace l’EN 12596:1999.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, Autriche, Belgique, Bulgarie, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne prescrit une méthode pour la détermination de la viscosité dynamique de liants bitumineux à l'aide de viscosimètres capillaires sous vide à 60 °C, dans l'intervalle 0,003 6 Pa·s à 580 000 Pa.s. Le domaine d'application de la présente méthode ne comprend pas les émulsions bitumineuses.

NOTE 1 Cette méthode est considérée comme ne s'appliquant pas aux émulsions contenant des liants bitumineux. Elle peut être utilisée pour les liants anhydres obtenus à partir d'émulsions (liants stabilisés et/ou récupérés).

NOTE 2 Le comportement visqueux particulier de certains bitumes modifiés par des polymères n'est pas mis en évidence dans un viscosimètre capillaire sous vide. D'autres méthodes sont plus appropriées.

AVERTISSEMENT — L'utilisation de la présente Norme européenne peut impliquer le recours à de produits, des opérations et des équipements à caractères dangereux. La présente Norme européenne n'est pas censée aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

EN 58, *Bitumes et liants bitumineux — Echantillonnage des liants bitumineux*.

EN 12594, *Bitumes et liants bitumineux — Préparation des échantillons d'essai*.

EN ISO 3696:1995, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai (ISO 3696:1987)*.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1
viscosité dynamique
rapport entre la contrainte de cisaillement et le gradient de vitesse

NOTE 1 La viscosité dynamique est une mesure de la résistance à l'écoulement d'un liquide, elle est communément appelée la viscosité du liquide. Pour les besoins de la présente Norme européenne, le terme « viscosité » sera utilisé pour désigner la viscosité dynamique d'un liquide.

NOTE 2 L'unité SI de la viscosité dynamique est le Pa.s.

3.2
liquide newtonien
liquide dont la viscosité est indépendante du taux de cisaillement

NOTE Le rapport constant de la contrainte de cisaillement sur le gradient de vitesse est la viscosité dynamique du liquide. Si ce rapport n'est pas constant, le liquide est non-newtonien.

3.3
masse volumique
masse par unité de volume d'un liquide

NOTE 1 Lorsque l'on indique une masse volumique, associée à une température, l'unité de la masse volumique, est indiquée explicitement, par exemple le kilogramme par mètre cube.

NOTE 2 L'unité SI de la masse volumique est le kg/m^3.

3.4
viscosité cinématique
rapport de la viscosité dynamique sur la masse volumique d'un liquide à la température de mesure de la viscosité

NOTE 1 La viscosité cinématique est une mesure de la résistance à l'écoulement d'un liquide sous l'effet de la gravité.

NOTE 2 L'unité SI de la viscosité cinématique est le m^2/s ; pratiquement, un sous-multiple (mm^2/s) est plus commode.

4 Principe

On détermine le temps nécessaire à un volume fixé de liquide pour s'écouler à travers un capillaire par aspiration sous vide et dans des conditions strictement contrôlées de vide et de température. La viscosité est calculée en multipliant le temps d'écoulement en secondes par le facteur d'étalonnage du viscosimètre.

5 Appareillage

5.1 Viscosimètre, de type capillaire, en verre borosilicaté, comme décrit de 5.1.2 à 5.1.4.

5.1.1 Généralité

Des viscosimètres étalonnés sont disponibles dans le commerce. Les détails concernant l'étalonnage des viscosimètres sont donnés dans l'Annexe C.

NOTE Les Tableaux A.1, A.2, A.3 et les Figures A.1, A.2, et A.3 sont donnés dans l'Annexe A.

5.1.2 Viscosimètre capillaire sous vide Cannon Manning (CMVV)

Le CMVV est disponible en onze tailles (Tableau A.1), couvrant un intervalle de 0,003 6 Pa.s à 8 000 Pa.s.

Les détails du croquis et de la construction du CMVV sont indiqués Figure A.1. Les numéros de taille, les facteurs de calibration, K, et les gammes de viscosité pour les différentes séries des CMVV sont donnés dans le Tableau A.1.

Pour toutes les tailles de viscosimètre, le volume du réservoir de mesure C est environ trois fois celui du réservoir B. Les réservoirs B, C et D sont définis par des repères F, G et H.

5.1.3 Viscosimètre capillaire sous vide Asphalt Institute (AIVV)

Le AIVV est disponible en sept tailles (Tableau A.2) couvrant un intervalle de 4,2 Pa.s à 580 000 Pa.s. Les tailles de 50 à 200 correspondent davantage aux mesures de viscosités des liants bitumineux à 60 °C.

Les détails du croquis et de la construction du AIVV sont indiqués Figure A.2. Les numéros de taille, les rayons approximatifs des capillaires, les facteurs de calibration, K, et les gammes de viscosité pour les différentes séries des AIVV sont donnés dans le Tableau A.2.

Ce viscosimètre a des réservoirs de mesure, B, C et D situés sur le bras du viscosimètre, M, qui est un capillaire en verre gradué de précision. Les réservoirs de mesure sont des capillaires de 20 mm de longueur, définis par des repères F, G, H et I.

5.1.4 Viscosimètre capillaire sous vide Modified Koppers (MKVV)

Le MKVV est disponible en cinq tailles (Tableau A.3) couvrant un intervalle de 4,2 Pa.s à 20 000 Pa.s. Les tailles de 50 à 200 correspondent davantage aux mesures de viscosités des liants bitumineux à 60 °C.

Les détails du croquis et de la construction du MKVV sont indiqués Figure A.3. Les numéros de taille, les rayons approximatifs des capillaires, les facteurs de calibration, K, et les gammes de viscosité pour les différentes séries des MKVV sont donnés dans le Tableau A.3.

Ce viscosimètre consiste en un tube de remplissage indépendant, A, et un tube capillaire sous vide de précision en verre gradué, M. Ces deux parties sont assemblées par un joint en verre rodé borosilicaté, N, ayant un cône standard 24/40. Les réservoirs de mesure B, C et D, sont des capillaires de 20 mm de longueur, définis par des repères F, G, H et I.

5.1.5 Support, constitué en perçant deux orifices, de 22 mm et de 8 mm de diamètre intérieur respectivement, à travers un bouchon en caoutchouc No. 11. La distance centre à centre entre les deux orifices doit être de 25 mm. Fendre des orifices dans le bouchon en caoutchouc, ainsi qu'entre l'orifice de 8 mm et le bord du bouchon. Le bouchon doit maintenir le viscosimètre en place lorsqu'il est placé dans un orifice de 51 mm de diamètre dans le couvercle du bain. Pour le viscosimètre MKVV, le support peut être constitué en perçant un orifice de 28 mm à travers un bouchon en caoutchouc N° 11 et en faisant une fente entre le trou et le bord du bouchon.

De tels supports sont disponibles dans le commerce.

5.2 Thermomètres, à colonne liquide, étalonnés, avec une précision de 0,2 °C, ou n'importe quel autre appareillage de thermométrie d'égale précision, tel que décrit dans l'Annexe B.

5.2.1 Les thermomètres prescrits doivent être étalonnés en immersion totale, c'est-à-dire une immersion jusqu'au sommet de la colonne de mercure avec le reste du thermomètre et la chambre d'expansion au sommet du thermomètre exposés à la température ambiante.

NOTE La pratique qui consiste à immerger complètement le thermomètre n'est pas recommandée. Quand les thermomètres sont complètement immergés, les corrections pour chaque thermomètre pris individuellement, basées sur l'étalonnage dans des conditions de complète immersion sont déterminées et appliquées. Si le thermomètre est complètement immergé dans le bain pendant l'utilisation, la pression du gaz dans la chambre d'expansion sera supérieure ou inférieure à celle de l'étalonnage, et peut causer des erreurs de lecture au thermomètre.

5.2.2 Il est essentiel que les thermomètres à colonne liquide soient étalonnés périodiquement, et que des corrections officielles soient appliquées selon les besoins pour se conformer aux variations des lectures de température. Les lectures sur les thermomètres doivent être faites aussi précisément que possible, en appliquant des facteurs correctifs si nécessaire, la lecture corrigée est alors faite à 0,1 °C près.

NOTE 1 Il convient de vérifier les thermomètres à intervalles réguliers.

NOTE 2 Une méthode utilisée couramment, indiquée dans la méthode ASTM E 77 consiste à appliquer une correction basée sur la dérive de la lecture au point de fusion de la glace.

D’autres moyens de mesure de la température peuvent être utilisés à la place des thermomètres à colonne de mercure. Toutefois, le thermomètre à colonne de mercure est le système de référence. Par conséquent, les moyens de remplacement doivent être étalonnés de manière à fournir des mesures identiques à celles indiquées par le thermomètre à colonne de mercure, en prenant en compte les différences de temps de réponse thermique comparativement à un thermomètre à mercure.

NOTE 3 Lors des mesures et contrôles de températures constantes, tel que décrit dans la méthode d'essai, des appareils différents peuvent indiquer des cycles de variations plus importants que ceux du thermomètre à mercure, selon la durée du cycle de chauffage et la puissance de la régulation de température.

5.3 **Bain**, propice à l'immersion du viscosimètre afin que le réservoir liquide ou le sommet du capillaire, en l'occurrence le plus élevé, soit au moins 20 mm sous le niveau supérieur du bain, et disposé de façon à dégager la visibilité du viscosimètre et du thermomètre. Des supports solides pour le viscosimètre doivent être prévus, ou bien le viscosimètre doit être une partie intégrante du bain. L'efficacité de l'agitation et l'équilibre entre les pertes et les entrées de chaleur doivent être tels que la température du bain ne varie pas de plus de 0,5 °C sur la longueur du viscosimètre, ou d'un viscosimètre à l'autre dans les diverses positions au sein du bain.

5.4 **Système d'aspiration**, capable de maintenir un vide de ± 100 Pa par rapport au niveau désiré, jusqu'à 40 000 Pa inclus. Une pompe ou un aspirateur à vide convient comme source de création du vide.

5.5 **Chronomètre**, mécanique ou sur batterie, gradué avec des divisions de 0,1 s ou moins, et précis à 0,5 s sur 1 000 s lors d'essais sur des intervalles de 15 min minimum.

5.6 **Chronomètre électrique**, utilisé sur des circuits électriques dont les fréquences sont contrôlées avec une précision de 0,5 s sur 1 000 s ou supérieure.

NOTE Les courants alternatifs du secteur ont quelquefois des fréquences contrôlées de façon intermittente et non pas continue. Lorsqu'ils sont utilisés pour faire fonctionner les dispositifs d'avance électrique, ils peuvent alors engendrer de grandes erreurs, particulièrement sur des intervalles de temps courts.

5.7 **Étuve**, capable de maintenir la température à (135,0 ± 5,0) °C.

6 Préparation des échantillons d'essai

L'échantillon de laboratoire doit être prélevé conformément à l'EN 58. Préparer l'échantillon d'essai conformément à l'EN 12594.

Chauffer doucement l'échantillon afin d'éviter une surchauffe locale jusqu'à ce qu'il soit devenu suffisamment fluide pour être versé, si possible agiter de temps en temps afin de faciliter le transfert de chaleur et d'en assurer l'homogénéité.

Si l'échantillon contient des bulles d'air, transférer un volume minimum de 20 ml de l'échantillon dans un récipient et chauffer à (135,0 ± 5,0) °C, en agitant de temps en temps afin d'éviter une surchauffe locale et en prenant garde d'éviter le piégeage d'air.

7 Mode d'emploi

7.1 Maintenir le bain (5.3) à la température de l'essai à (60,0 ± 0,3) °C. Faire les corrections nécessaires, si besoin, pour toutes les lectures de thermomètre.

7.2 Sélectionner un viscosimètre propre, sec, qui donnera un temps d'écoulement supérieur à 60 s, et préchauffer jusqu'à 60 °C. Si l'échantillon contient des bulles d'air, préchauffer à (135,0 ± 5,0) °C.

7.3 Charger le viscosimètre en versant l'échantillon préparé jusqu'à ± 2 mm de la ligne de remplissage E (Figures A.1, A.2 et A.3).

L'essai doit être effectué dans les 4 h qui suivent le remplissage.

7.4 Si l'échantillon contient des bulles d'air, placer le viscosimètre rempli dans une étuve ou dans le bain maintenu à (135,0 ± 5,0) °C pendant un intervalle de temps de 10 min, afin de laisser les grosses bulles d'air se résorber.

7.5 Retirer le viscosimètre de l'étuve ou du bain à (135,0 ± 5,0) °C, et dans les 5 min, insérer le viscosimètre dans le support (5.1.5) et le positionner verticalement dans le bain (5.3) afin que la plus haute marque de remplissage soit au moins 20 mm sous la surface du liquide du bain.

7.6 Établir un vide de (40 000 ± 100) Pa en dessous de la pression atmosphérique dans le système de mise sous vide, et connecter ce système au viscosimètre tout en maintenant fermé la vanne articulée, ou le robinet d'arrêt l'y conduisant.

7.7 Après que le viscosimètre ait été dans le bain pendant au moins 30 min , commencer l'écoulement de l'échantillon dans le viscosimètre en ouvrant la vanne rapide ou le robinet d'arrêt connecté au système sous vide.

7.8 Mesurer à 0,1 s près le temps nécessaire au bord d'attaque du ménisque pour passer entre toutes les paires successives de repères. Noter les temps d'écoulement entre 60 s et 1 000 s, en notant respectivement les repères.

7.9 Après réalisation de l'essai, nettoyer le viscosimètre doucement par plusieurs rinçages avec un solvant approprié miscible avec l'échantillon, suivi d'un solvant complètement volatile. Sécher le tube en passant un faible courant d'air filtré et séché à travers le capillaire pendant 2 min, ou jusqu'à ce que la dernière trace de solvant soit éliminée. Nettoyer périodiquement l'appareil avec une solution de nettoyage non caustique afin d'éliminer les dépôts organiques, rincer minutieusement avec de l'eau de grade 3, conformément à l'EN ISO 3696:1995, et de l'acétone sans résidu, et sécher avec de l'air sec filtré.

NOTE L'utilisation de solutions alcalines de nettoyage du verre peut modifier l'étalonnage du viscosimètre, et n'est pas recommandée. D'autres méthodes de nettoyage peuvent être envisagées (méthode par pyrolyse). Dans ce cas, on recommande de vérifier la calibration du viscosimètre fréquemment pour détecter tout changement dès que possible.

8 Calculs

Calculer la viscosité, η , en Pa·s, en choisissant le facteur d'étalonnage qui correspond à la série de marques de mesure utilisées pour la détermination, comme décrit en 7.8, en utilisant l'équation suivante :

$$\eta = K \times t \qquad (1)$$

où

K est le facteur d'étalonnage sélectionné, en Pascal ;

t est le temps d'écoulement, en secondes.

NOTE Si le facteur d'étalonnage est donné en poise, il peut être converti en Pascal en le multipliant par 0,1.

9 Expression des résultats

Exprimer la viscosité comme la valeur moyenne des viscosités calculées à partir des lectures faites avec tous les réservoirs, avec trois chiffres significatifs en dessous de 1 000 Pa·s, ou le nombre entier à partir de 1 000 Pa·s, ainsi que la température de l'essai.

10 Fidélité

10.1 Répétabilité

La différence entre deux résultats d'essais obtenus par le même opérateur avec le même appareillage dans des conditions opératoires identiques et sur un même produit ne devrait, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, excéder 6 % de la moyenne que dans seulement un cas sur vingt.

10.2 Reproductibilité

La différence entre deux résultats uniques et indépendants obtenus par différents opérateurs travaillant dans des laboratoires différents sur un même produit, ne devrait, au cours d'une longue série d'essais effectués en appliquant correctement et normalement la méthode d'essai, excéder 12 % de la moyenne pour $\eta \geq 2\,000$ Pa.s et 10 % de la moyenne pour $\eta < 2\,000$ Pa.s que dans seulement un cas sur vingt.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les indications suivantes :

a) le type et l'identification complète de l'échantillon soumis à l'essai ;

b) une référence à la présente Norme européenne ;

c) l’appareil utilisé ;

d) le résultat de l'essai (voir Article 9) ;

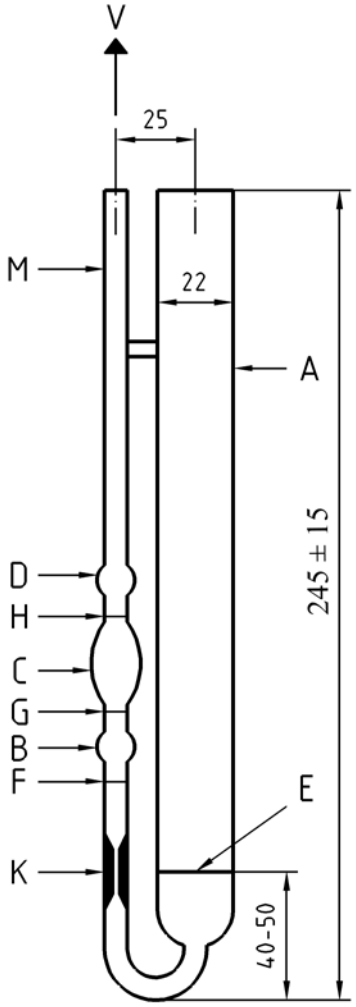
e) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit, qu'il résulte ou non d'un accord entre les parties ;

f) la date de l’essai.

Annexe A
(normative)

Spécifications des viscosimètres

Dimensions en millimètres



Légende

A	Tube de remplissage
B et C	Réservoirs
D	Réservoir de débordement
E	Ligne de remplissage
F	1er repère
G	2ème repère
H	3ème repère
K	Capillaire
M	Tube d'aspiration
V	Vers le vide

Figure A.1 — Viscosimètre capillaire sous vide Cannon-Manning

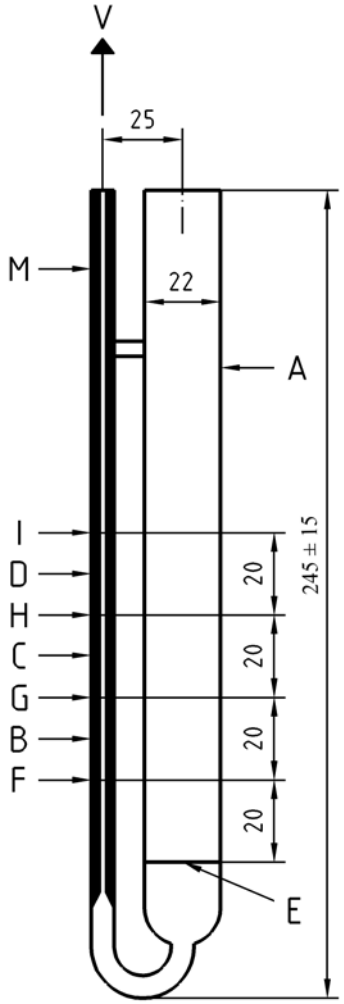
Tableau A.1 — Dimensions, facteurs d'étalonnage approximatifs, K, et gammes de viscosité pour les viscosimètres capillaires sous vide Cannon-Manning

Viscosimètre Numéro de taille [a]	Facteur d'étalonnage approximatif, K [a] Vide de 40 000 Pa, en Pa		Gamme de viscosité [b] Pa·s
	Réservoir B	Réservoir C	
4	0,000 2	0,000 06	0,003 6 à 0,08
5	0,000 6	0,000 2	0,012 à 0,24
6	0,002	0,000 6	0,036 à 0,8
7	0,006	0,002	0,12 à 2,4
8	0,02	0,006	0,36 à 8
9	0,06	0,02	1,2 à 24
10	0,2	0,06	3,6 à 80
11	0,6	0,2	12 à 240
12	2,0	0,6	36 à 800
13	6,0	2,0	120 à 2 400
14	20,0	6,0	360 à 8 000

[a] Les facteurs exacts d'étalonnage doivent être déterminés à partir des étalons de viscosité.

[b] Les gammes de viscosité indiquées dans ce tableau correspondent à un temps de remplissage de 60 s à 400 s. Des temps d'écoulements plus longs (jusqu'à 1 000 s) peuvent être utilisés.

Dimensions en millimètres



Légende

A	Tube de remplissage
B, C et D	Réservoirs
E	Ligne de remplissage
F	1er repère
G	2ème repère
H	3ème repère
I	4éme repère
M	Tube d'aspiration
V	Vers le vide

Figure A.2 — Viscosimètre capillaire sous vide Asphalt Institute

Tableau A.2 — Dimensions, rayons des capillaires, facteurs d'étalonnage approximatifs, K, et gammes de viscosité

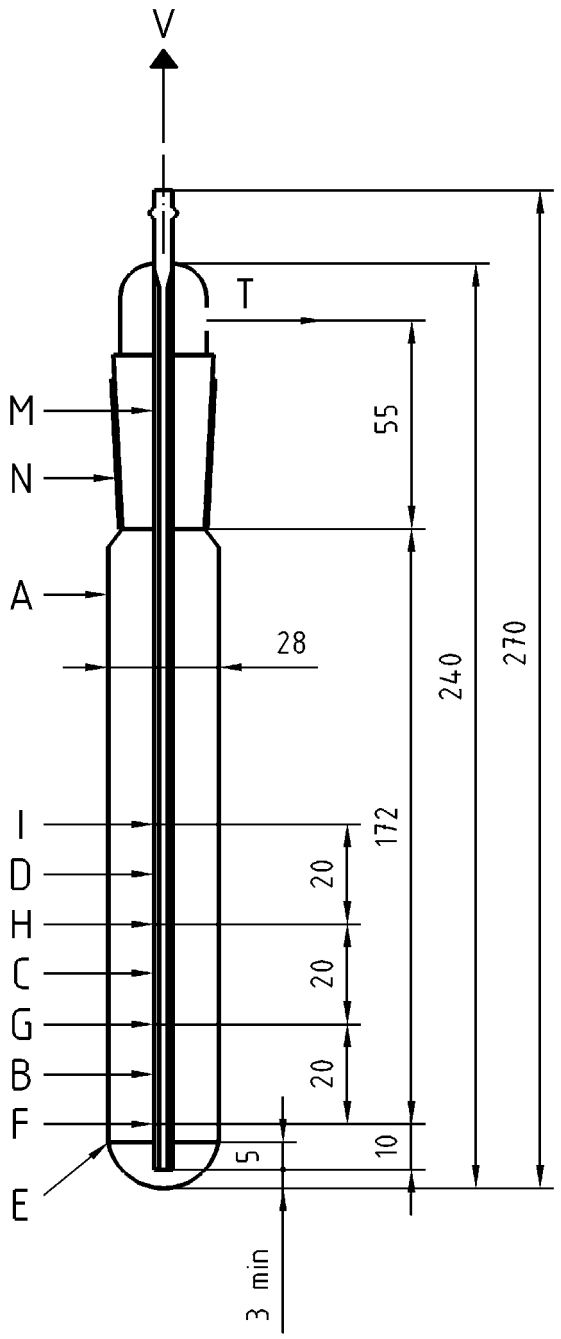
Viscosimètre Numéro de taille	Rayon du capillaire mm	Facteur d'étalonnage approximatif, K [a] Vide de 40 000 Pa, en Pa			Gamme de viscosité [b] Pa·s
		Réservoir B	Réservoir C	Réservoir D	
25	0,125	0,2	0,1	0,07	4,2 à 80
50	0,25	0,8	0,4	0,3	18 à 320
100	0,50	3,2	1,6	1,0	60 à 1 280
200	1,0	12,8	6,4	4,0	240 à 5 200
400	2,0	50,0	25,0	16,0	960 à 20 000
400 R [c]	2,0	50,0	25,0	16,0	960 à 140 000
800 R [c]	4,0	200,0	100,0	64,0	3 800 à 580 000

[a] Les facteurs exacts d'étalonnage doivent être déterminés à partir des étalons de viscosité.

[b] Les gammes de viscosité indiquées dans ce tableau correspondent à un temps de remplissage de 60 s à 400 s. Des temps d'écoulement plus longs (jusqu'à 1 000 s) peuvent être utilisés.

[c] Construction spéciale pour des bitumes pour étanchéité ayant des marques additionnelles à 5 mm et 10 mm au dessus de la marque F (voir Figure A2). Ainsi, en utilisant ces marques, l'intervalle maximum de viscosité est augmenté en utilisant le facteur d'étalonnage du réservoir B.

Dimensions en millimètres



Légende

A	Tube de remplissage
B, C et D	Réservoirs
E	Ligne de remplissage
F	1er repère
G	2ème repère
H	3ème repère
I	4éme repère
M	Tube d'aspiration
N	Joint de verre rodé –Cote normalisée: 24/40
T	Vers l'atmosphère
V	Vers le vide

Figure A.3 — Viscosimètre capillaire sous vide modifié Koppers

Tableau A.3 — Dimensions, rayons des capillaires, facteurs d'étalonnage approximatifs, K, et gammes de viscosité

Viscosimètre Numéro de taille	Rayon du capillaire mm	Facteur d'étalonnage approximatif, K [a] Vide de 40 000 Pa, en Pa			Gamme de viscosité [b] Pa·s
		Réservoir B	Réservoir C	Réservoir D	
25	0,125	0,2	0,1	0,07	4,2 à 80
50	0,25	0,8	0,4	0,3	18 à 320
100	0,50	3,2	1,6	1,0	60 à 1 280
200	1,0	12,8	6,4	4,0	240 à 5 200
400	2,0	50,0	25,0	16,0	960 à 20 000

[a] Les facteurs exacts d'étalonnage doivent être déterminés à partir des étalons de viscosité.

[b] Les gammes de viscosité indiquées dans ce tableau correspondent à un temps de remplissage de 60 s à 400 s. Des temps d'écoulement plus longs (jusqu'à 1 000 s) peuvent être utilisés.

Annexe B
(normative)

Spécifications du thermomètre

Tableau B.1

Température de viscosité	°C	60
Échelle de température	°C	58,6 à 61,4
Graduations		
Subdivision	°C	0,05
Traits longs chaque	°C	0,1 et 0,5
Chiffres à	°C	1
Erreur d'échelle maximale	°C	0,1 à 60
Immersion		total
Chambre d'expansion permettant le chauffage	°C	105
Longueur totale	mm	300 à 310
Diamètre extérieur de la tige	mm	6,0 à 8,0
Longueur du réservoir	mm	45 à 55
Diamètre extérieur du réservoir	mm	< stem
Position de l'échelle		
Du fond du réservoir à la ligne à	°C	58,6
Distance	mm	145 à 165
Longueur de l'échelle	mm	40 à 90
NOTE Le thermomètre suivant convient : ASTM 47C/ IP 35C, pour des températures de viscosité de 60 °C		

Annexe C
(informative)

Étalonnage des viscosimètres

C.1 Domaine d'application

La présente annexe décrit les produits et les procédures utilisés pour l'étalonnage ou la vérification de l'étalonnage des viscosimètres utilisés dans la présente Norme européenne.

C.2 Produits de référence

Les étalons de viscosité ayant des viscosités approximatives sont donnés dans le Tableau C.1.

C.3 Étalonnage

C.3.1 Étalonnage du viscosimètre sous vide au moyen d'étalons de viscosité

Étalonner le viscosimètre sous vide de la façon suivante (voir Figures A.1, A.2 et A.3) :

Sélectionner à partir du Tableau C.1 un étalon de viscosité ayant un temps minimum d'écoulement de 60 s à la température d'étalonnage.

Remplir un viscosimètre propre et sec en versant l'échantillon étalon jusqu'à ± 2 mm du repère E.

Placer le viscosimètre rempli dans le bain, maintenu à la température d'étalonnage ± 0,1 °C.

Établir un vide de (40 000 ± 100) Pa dans le système de mise sous vide, et connecter ce système au viscosimètre avec la vanne articulée ou le robinet d'arrêt dans la conduite conduisant au viscosimètre.

Après que le viscosimètre ait été dans le bain pendant 30 min, commencer l'écoulement de l'étalon dans le viscosimètre en ouvrant la vanne rapide ou le robinet d'arrêt dans la conduite conduisant au système sous vide.

Mesurer à 0,1 s près le temps nécessaire au bord d'attaque du ménisque pour passer entre les marques de mesure F et G. En utilisant un deuxième chronomètre, mesurer à 0,5 s près le temps nécessaire à ce bord d'attaque du ménisque pour passer entre les marques de mesure G et H (CMVV). Si, comme dans le cas des viscosimètres de type AIVV et MKVV, l'appareil contient d'autres repères (F, G, H et I), déterminer de la même façon le temps d'écoulement au sein de chaque réservoir.

Calculer le facteur d'étalonnage, K, pour chaque réservoir du viscosimètre, en pascals, à 40 000 Pa, de la façon suivante :

$$K = \eta / t \qquad \text{(C.1)}$$

où

η est la viscosité de l'étalon à la température d'étalonnage, en Pascal. Seconde ;

t est le temps d'écoulement, en secondes.

Répéter la procédure d'étalonnage en utilisant le même étalon de viscosité, ou un autre étalon de viscosité. Enregistrer le facteur d'étalonnage moyen, K, pour chaque réservoir.

Deux déterminations des constantes d'étalonnage, K, pour chaque réservoir doivent coïncider à 2 % près avec leur moyenne.

NOTE Les constantes de réservoir sont indépendantes de la température.

Tableau C.1 — Étalons de viscosité

Étalons de viscosité [a]	Viscosité approximative, Pa.s	
	à 20 °C	à 38 °C
N 30,000	150	24
N 190,000	800	160
S 30,000	…	24

[a] Les étalons de viscosité indiqués dans le Tableau C.1 sont cités d'après le système de référence de la société suivante :

CANNON INSTRUMENTS Co

2139 High Tech Rd

State College, PA 16801

USA

Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de cette Norme européenne, et ne signifie pas que le CEN approuve et recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés. Des produits équivalents peuvent être utilisés si on peut démontrer qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

C.3.2 Étalonnage du viscosimètre au moyen d'un viscosimètre sous vide étalon

Étalonner le viscosimètre sous vide de la façon suivante :

Sélectionner un bitume ayant un temps d'écoulement de 60 s au minimum. Sélectionner aussi un viscosimètre étalon dont les facteurs de réservoir sont connus.

Monter le viscosimètre étalon avec le viscosimètre à étalonner dans le même bain à 60 °C et déterminer les temps d'écoulement des bitumes par la procédure décrite à l'Article 7.

Calculer le facteur K, pour chaque réservoir, de la façon suivante :

$$K_1 = (t_2 \times K_2)/t_1 \qquad \text{(C.2)}$$

où

K_1 est le facteur du réservoir du viscosimètre que l'on étalonne ;

t_1 est le temps d'écoulement du réservoir du viscosimètre que l'on étalonne ;

K_2 est le facteur de calibration du viscosimètre étalon ;

t_2 est le temps d'écoulement du réservoir correspondant dans le viscosimètre étalon.

Bibliographie

[1] ASTM D 2171-01[1)], *Standard test method for viscosity of asphalts by vacuum capillary viscometer*.

[2] ASTM E 77-98 (2003), *Test method for verification and calibration of thermometers*.

1) Cette norme est une méthode commune avec l'Institute of Petroleum. Elle a aussi la référence IP 222/00.