

---

# Norme internationale



# 5351 / 1

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Cellulose en solutions diluées — Détermination de l'indice de viscosité limite — Partie 1 : Méthode utilisant une solution de cupri-éthylène-diamine (CED)

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

*Cellulose in dilute solutions — Determination of limiting viscosity number — Part 1 : Method in cupri-ethylene-diamine (CED) solution*

Première édition — 1981-12-01

[ISO 5351-1:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c4ce7e-2672-40fa-81aa-1411fe36d75e/iso-5351-1-1981>

---

CDU 676.1 : 532.13

Réf. n° : ISO 5351/1-1981 (F)

Descripteurs : cellulose, essai, détermination, viscosité, indice de viscosité.

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5351/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5351-1:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c4ce7e-2672-40fa-81aa-1411fe309000)

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. de	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c4ce7e-2672-40fa-81aa-1411fe309000">1411fe309000</a>	Nouvelle-Zélande 1981
Allemagne, R.F.	Espagne		Philippines
Australie	Finlande		Pologne
Autriche	France		Roumanie
Belgique	Hongrie		Royaume-Uni
Brésil	Inde		Suède
Canada	Italie		Suisse
Chili	Kenya		Tchécoslovaquie
Chine	Norvège		Turquie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

## Sommaire

	Page
0 Introduction .....	1
1 Objet et domaine d'application .....	1
2 Références .....	1
3 Principe .....	2
4 Définitions .....	2
5 Prétraitement des échantillons pour essai .....	2
6 Alternative A — Détermination de l'indice de viscosité limite à une basse concentration de cellulose .....	2
7 Alternative B — Détermination de l'indice de viscosité limite à un taux de cisaillement défini .....	4
8 Procès-verbal d'essai .....	6
<b>Annexes</b>	
A Préparation et analyse de la solution de cupri-éthylène-diamine .....	7
B $[\eta] \cdot c$ pour différentes valeurs du rapport de viscosité $\frac{\eta}{\eta_0}$ .....	9
C Échantillons de très haute ou de très basse viscosité .....	11
D Prétraitement des fibres libériennes .....	11

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.itoh.ai)

ISO 5351-1:1981  
<https://standards.itoh.ai/catalog/standards/sist/27c4ce7e-2672-40fa-81aa-14b16336d75c/iso-5351-1-1981>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5351-1:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27c4ce7e-2672-40fa-81aa-1411fe36d75e/iso-5351-1-1981>

# Cellulose en solutions diluées — Détermination de l'indice de viscosité limite —

## Partie 1 : Méthode utilisant une solution de cupri-éthylène-diamine (CED)

### 0 Introduction

La viscosité (ou viscosité dynamique), symbole  $\eta$ , d'un fluide est définie par l'équation newtonienne

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma}$$

où

$\tau$  est la contrainte de cisaillement;

$\eta$  est la viscosité;

$\dot{\gamma} = \frac{dv}{dz}$  est le gradient de vitesse ( $v$  est la vitesse d'un plan par rapport à l'autre et  $z$  la perpendiculaire commune aux deux plans).

Dans un comportement newtonien, comme c'est normalement le cas avec des solutions de hauts polymères telles que la cellulose, le rapport de la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse varie avec la contrainte de cisaillement.

Les données nécessaires pour l'évaluation de l'indice de viscosité de la cellulose en solutions diluées (pour les définitions et symboles, voir chapitre 4) sont obtenues au moyen d'un viscosimètre à tube capillaire. Les résultats de ces mesurages sont notablement influencés par le taux de cisaillement. La solution à ce problème qui se présente de cette façon peut être recherchée soit par la détermination des propriétés viscosimétriques à des concentrations de cellulose assez basses pour que l'effet de taux de cisaillement soit faible, soit par la détermination à un taux de cisaillement exactement reproductible dans différents laboratoires. Dans le présent document, l'une et l'autre de ces possibilités sont données, étant donné qu'il a été prouvé que les résultats auxquels elles conduisent sont équivalents dans la mesure où l'indice de viscosité limite est inférieur à 1 000 ml/g. Pour des valeurs plus élevées, le mode opératoire de l'alternative B donne des valeurs quelque peu supérieures à cause du taux de cisaillement plus faible.

Dans l'alternative A, la concentration  $c$  de la cellulose est choisie de telle sorte que multipliée par l'indice de viscosité limite, le produit  $[\eta] \cdot c$  soit égal à 1,0 à 1,5, correspondant à un rapport de viscosité  $\frac{\eta}{\eta_0}$  de 2,3 à 3,4. À cette basse concentration, l'effet du taux de cisaillement peut être négligé et les déterminations des temps d'écoulement de la solution et de la solution diluée peuvent être effectuées avec le même viscosimètre.

Dans l'alternative B, la concentration  $c$  de la cellulose est choisie de telle sorte que multipliée par l'indice de viscosité limite, le produit  $[\eta] \cdot c$  soit égal à  $3,0 \pm 0,4$ , correspondant à un rapport de viscosité  $\frac{\eta}{\eta_0}$  de 6 à 10. La détermination doit alors être effectuée à un taux de cisaillement reproductible de  $200 \pm 30 \text{ s}^{-1}$ ; cela implique l'utilisation de deux viscosimètres, l'un pour la solution diluée, l'autre pour la solution. Cette alternative devrait être utilisée lorsque l'on a des raisons de s'attendre à ce que le capillaire étroit spécifié dans l'alternative A soit obstrué par des particules non dissoutes, ou lorsque l'on éprouve des difficultés à atteindre le degré de précision indiqué pour la pesée des petites quantités d'échantillon impliquées, dans certains cas, par l'alternative A.

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5351 spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité limite de la cellulose dans une solution diluée de cupri-éthylène-diamine (CED).

Cette méthode est applicable aux échantillons de cellulose solubles dans la CED, par exemple pour les pâtes et les textiles.

NOTE — Le contrôle de la viscosité constitue un moyen de déterminer l'importance de la dégradation de la cellulose provoquée par la cuisson et le blanchiment. Cette dégradation influe beaucoup sur l'aptitude à l'emploi de la pâte pour des transformations chimiques et pour la fabrication du papier.

L'ISO 5351/2 spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité limite de la cellulose dans une solution diluée du complexe fer(III)-tartrate de sodium (EWNN<sub>mod NaCl</sub>).

### 2 Références

ISO 638, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches.*

ISO 1833, *Textiles — Mélanges binaires de fibres — Analyse chimique quantitative.*

ISO 5089, *Textiles — Préparation des échantillons réduits de laboratoire et des éprouvettes en vue des essais chimiques.*

ISO/TR 5090, *Textiles — Méthodes d'élimination des matières non fibreuses, préalablement à l'analyse quantitative des mélanges de fibres.*

### 3 Principe

Mesurage des temps d'écoulement de la solution diluée et de la solution de cellulose au travers d'un viscosimètre à tube capillaire, à une concentration spécifiée et à la température de 25 °C. Calcul, par la formule de Martin, de l'indice de viscosité limite à partir de ces mesures et de la concentration connue de la solution.

### 4 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

**4.1 taux de cisaillement,  $G$**  : Gradient de vitesse d'une couche fluide, parallèle à la direction de l'écoulement, à la périphérie du capillaire défini par l'équation

$$G = \frac{4 V}{\pi r^3 t_f}$$

où

$V$  est le volume entre deux repères arbitraires du viscosimètre, en millilitres;

$r$  est le rayon du tube capillaire, en centimètres;

$t_f$  est le temps d'écoulement du fluide, en secondes.

**4.2 rapport de viscosité** : Rapport des viscosités  $\eta$  et  $\eta_0$  de la solution du polymère de concentration définie et de la solution diluée, respectivement, à la même température :

$$\frac{\eta}{\eta_0}$$

Ce rapport est un nombre sans dimension.

**4.3 accroissement relatif de la viscosité** : Rapport de viscosité (4.2) diminué d'une unité :

$$\frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}$$

C'est un nombre sans dimension.

**4.4 indice de viscosité** : Rapport de l'accroissement relatif de la viscosité (4.3) à la concentration  $c$  du polymère en solution :

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c}$$

Il est exprimé en millilitres par gramme.

**4.5 indice de viscosité limite (IVL),  $[\eta]$**  : Valeur limite de l'indice de viscosité (4.4) pour une dilution infinie :

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \left( \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c} \right)$$

Elle est exprimée en millilitres par gramme.<sup>1)</sup>

## 5 Prétraitement des échantillons pour essai

### 5.1 Échantillons de pâte

Prendre un échantillon correspondant approximativement à une masse, séchée à l'étuve, de 10 g. Diviser et déchirer la pâte en petits fragments. Si l'on s'attend à ce que la pâte ne se disperse pas facilement par agitation dans de l'eau distillée avec des morceaux de cuivre (6.2.3), désintégrer l'échantillon à l'eau dans un appareil approprié et former de minces feuilles sur un entonnoir de Buchner. Sécher les feuilles à une température inférieure à 60 °C.

### 5.2 Échantillons de textile

#### 5.2.1 Cas général

Préparer l'échantillon comme spécifié dans l'ISO 5089.

Extraire un échantillon de masse, séchée à l'air, au moins 3 g, dans un appareil Soxhlet avec du pétrole léger, pendant 1 h à raison d'au moins six cycles par heure. Laisser le pétrole léger s'évaporer de l'échantillon; tremper l'échantillon dans de l'eau froide distillée ou déionisée pendant 1 h, puis dans une nouvelle partie d'eau à  $65 \pm 5$  °C pendant une nouvelle période de 1 h. Dans tous les cas, utiliser un rapport de bain de 100 : 1. Agiter la solution de temps en temps. Éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par pressage, aspiration ou centrifugage et laisser alors l'échantillon sécher à l'air. Pour des informations complémentaires, se reporter à l'ISO 1833 et à l'ISO/TR 5090.

#### 5.2.2 Cas des fibres libériennes

Prétraiter l'échantillon comme décrit dans l'annexe D.

## 6 Alternative A — Détermination de l'indice de viscosité limite à une basse concentration de cellulose

### 6.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou déionisée.

**6.1.1 Cupri-éthylène-diamine (CED)**, solution saturée d'hydroxyde de cuivre(II), désignée pour simplifier par «solution de cupri-éthylène-diamine».

1) L'unité SI de  $[\eta]$  est le mètre cube par kilogramme. Une information de l'ISO/TC 61, *Plastiques*, indique les intentions d'adopter en pratique cette unité au sein du TC 61.

La solution contient, par litre, 1,0 mol de cuivre et 2,0 mol d'éthylène-diamine. Elle est disponible dans le commerce, ou préparée et analysée comme décrit dans l'annexe A. Dans le cas de l'emploi d'une solution commerciale, vérifier par détermination (comme indiqué au chapitre A.7 de l'annexe A) que les teneurs en cuivre et éthylène-diamine sont conformes.

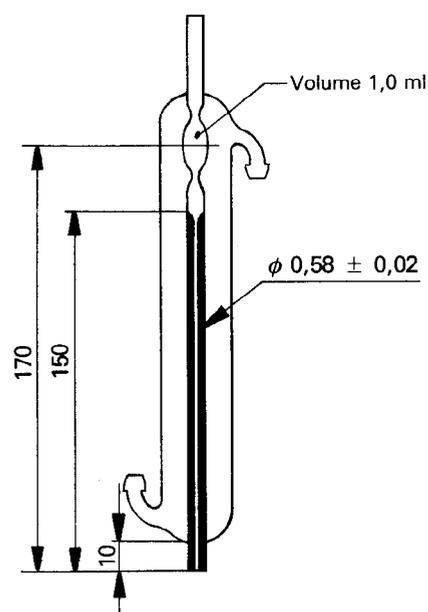
Dimensions en millimètres

Si les concentrations en cuivre et éthylène-diamine diffèrent de plus de  $\pm 2\%$  des valeurs indiquées ci-dessus, une nouvelle solution doit être préparée.

NOTE — Pour des raisons d'allergie, éviter le contact avec la peau des solutions de CED et d'éthylène-diamine. L'éthylène-diamine est volatile et des expositions répétées peuvent conduire à de sévères allergies respiratoires avec sensibilisation consécutive. Les solutions de cupri-éthylène-diamine ne doivent pas être pipetées à la bouche.

### 6.1.2 Cupri-éthylène-diamine, solution diluée à 50 % (V/V).

Avec une pipette, en utilisant un remplisseur de pipette, introduire 25,0 ml de la solution de cupri-éthylène-diamine (6.1.1) dans le flacon à dissolution (6.2.2). Ajouter, avec une pipette, 25,0 ml d'eau distillée ou déionisée. Agiter jusqu'à dissolution.



## 6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

**6.2.1 Bain à température constante**, pouvant être réglé à  $25 \pm 0,1$  °C, pouvant recevoir le flacon à dissolution (6.2.2) et équipé d'une pompe pour faire circuler l'eau dans le manchon du viscosimètre (6.2.6 à 7.2.1).

**6.2.2 Flacon à dissolution**, muni d'un dispositif permettant de chasser l'air résiduel lorsque le flacon est rempli avec 50 ml de solution d'essai.

NOTE — Un flacon en polyéthylène muni d'un capuchon à vis et d'un joint en caoutchouc peut être utilisé. Avec une certaine habitude, il est possible de chasser l'air et de boucher le flacon avec le capuchon à vis en une seule opération. Dans le cas où la pâte est difficile à dissoudre, utiliser un flacon quadrangulaire. On peut aussi chasser l'air par un balayage à l'azote.

**6.2.3 Morceaux de cuivre**, faits de cuivre électrolytique.

**6.2.4 Balance**, précise à  $\pm 0,1$  mg.

**6.2.5 Chronomètre**, pouvant être lu à 0,1 s près.

**6.2.6 Viscosimètre à tube capillaire**, avec manchon à eau, relié au bain à température constante (6.2.1) et ayant un temps d'écoulement 40 s pour la solution diluée (6.1.2) et un taux de cisaillement (4.1) d'environ  $400 \text{ s}^{-1}$  pour une concentration en cellulose telle que  $[\eta] \cdot c = 1,5$  et  $\frac{\eta}{\eta_0} = 3,4$ .

Un viscosimètre convenable est illustré à la figure 1.

**6.2.7 Agitateur à mouvement de va-et-vient**.

Figure 1 — Viscosimètre convenant pour la détermination de l'indice de viscosité limite selon l'alternative A

## 6.3 Mode opératoire

**6.3.1 Choix de la concentration de la solution** (voir également annexe C)

**6.3.1.1** Si la valeur approximative de l'indice de viscosité limite de l'échantillon est connue, choisir la concentration dans le tableau 1.

Tableau 1 — Concentration  $c$  à utiliser en fonction de l'indice de viscosité limite  $[\eta]$  à mesurer

Indice de viscosité limite $[\eta]$	Quantité d'échantillon	Concentration $c$
ml/g	mg/50 ml	g/ml
< 200	250	0,005
201 à 400	200	0,004
401 à 600	125	0,002 5
601 à 900	80	0,001 6
901 à 1 200	60	0,001 2
1 201 à 1 500	45	0,000 9

**6.3.1.2** Si la valeur approximative de l'indice de viscosité limite de l'échantillon n'est pas connue, procéder à un essai avec un échantillon de 125 mg/50 ml. Si l'indice de viscosité limite ainsi obtenu ne se situe pas dans la gamme indiquée par le tableau 1 pour cette concentration, effectuer l'essai en choisissant la concentration convenable en fonction de la valeur de l'indice de viscosité limite ainsi trouvé.

**6.3.2 Pesage de l'échantillon**

Peser la quantité d'échantillon retenue, à ± 0,5 mg, dans le flacon à dissolution (6.2.2). Peser, en même temps, un échantillon séparé pour la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638 ou à l'ISO 1833, paragraphe 1.7.

**6.3.3 Préparation de la solution d'essai**

À l'aide d'une pipette, ajouter 25,0 ml d'eau distillée ou déionisée à l'échantillon, en même temps que quelques morceaux de cuivre (6.2.3). Fermer le flacon et l'agiter sans interruption jusqu'à ce que l'échantillon ait été complètement désintégré. Avec une pipette, en utilisant un remplisseur de pipette, ajouter 25,0 ml de la solution CED (6.1.1) et expulser tout l'air résiduel. Refermer le flacon, l'agiter pendant 2 h dans l'agitateur (6.2.7), en disposant les flacons à plat dans le sens du mouvement de l'appareil (voir note 1). Immerger le flacon dans le bain à température constante (6.2.1), jusqu'à ce que la température de 25 ± 0,1 °C ait été atteinte.

**NOTES**

1 Les pâtes traitées à froid en milieu alcalin et les pâtes non blanchies de haute viscosité sont parfois difficiles à dissoudre; la dissolution s'effectue plus aisément si le gonflement est précédé d'une première dissolution de la pâte dans une solution de CED plus diluée. En conséquence, préparer un trempage de la pâte dans 25 ml d'eau distillée ou déionisée et ajouter 5 ml de la solution de CED (6.1.1); agiter et ajouter une nouvelle fraction de 5 ml de la solution de CED (6.1.1) jusqu'à ce que le volume total ajouté soit de 25,0 ml. Réduire au minimum la dégradation en agitant pendant un temps aussi court que possible. Pour des pâtes de faible viscosité, 3 min environ suffisent.

2 L'oxygène pouvant dégrader la cellulose dans la solution de CED, des précautions doivent être prises pour éviter tout contact de l'air avec la cellulose dans la solution de CED. Cela peut être obtenu en utilisant des flacons à dissolution en polyéthylène.

**6.3.4 Détermination des temps d'écoulement**

Introduire, par aspiration dans le viscosimètre (6.2.6), une fraction de la solution diluée (6.1.2) thermostatée à 25 ± 0,1 °C (voir 6.3.3). Laisser le liquide s'écouler. Lorsque le ménisque atteint le repère supérieur, déclencher le chronomètre (6.2.5) et mesurer à ± 0,2 s le temps d'écoulement du liquide jusqu'au repère inférieur. Si l'on utilise un viscosimètre à écoulement libre, le volume de liquide écoulé doit couler le long de la paroi d'une coupe afin d'écartier l'influence de la tension superficielle. Rincer le viscosimètre avec la solution d'essai et, comme décrit ci-dessus, mesurer le temps d'écoulement de la solution d'essai.

Effectuer au moins deux déterminations dont les résultats doivent concorder à ± 2,5 %.

**6.4 Calcul**

**6.4.1 Rapport de viscosité**

Le rapport de viscosité  $\frac{\eta}{\eta_0}$  est donné par la formule

$$\frac{\eta}{\eta_0} = \frac{t}{t_0}$$

où

$t$  est le temps d'écoulement de la solution d'essai, en secondes;

$t_0$  est le temps d'écoulement de la solution diluée, en secondes.

**6.4.2 Indice de viscosité limite**

À partir de la valeur du rapport de viscosité obtenue conformément à 6.4.1, relever dans le tableau de l'annexe B les valeurs de  $[\eta] \cdot c$ . Calculer  $[\eta]$  et exprimer l'indice de viscosité limite à une unité près.

Les valeurs qui figurent à l'annexe B ont été calculées par la formule de Martin :

$$\lg (IVL) = \lg [\eta] = \lg \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c} - k [\eta] \cdot c$$

où

$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c}$  est l'indice de viscosité, en millilitres par gramme;

$k$  est une constante empirique (pour le système cellulose-CED,  $k = 0,13$ );

$c$  est la concentration (base sec à l'étuve), en grammes par millilitre, de la cellulose dans la solution diluée (6.1.2).

**7 Alternative B — Détermination de l'indice de viscosité limite à un taux de cisaillement défini**

**7.1 Réactifs**

**Solutions de cupri-éthylène-diamine (CED)**, comme spécifié en 6.1.1 et 6.1.2, et

**7.1.1 Glycérol**, en solution aqueuse à 65 % (m/m), d'une viscosité d'environ 10 mPa·s.

**7.2 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire et bain à température constante, flacon à dissolution, morceaux de cuivre, balance, chronomètre et viscosimètre conformes aux spécifications de 6.2.1 à 6.2.6, et

**7.2.1 Viscosimètre à tube capillaire**, avec manchon à eau relié au bain à température constante (6.2.1) et ayant un temps d'écoulement d'environ 100 s pour une solution de  $\frac{\eta}{\eta_0} = 8,4$  pour un taux de cisaillement (4.1) de  $200 \pm 30 \text{ s}^{-1}$ .

Un viscosimètre convenable est illustré à la figure 2.

Dimensions en millimètres

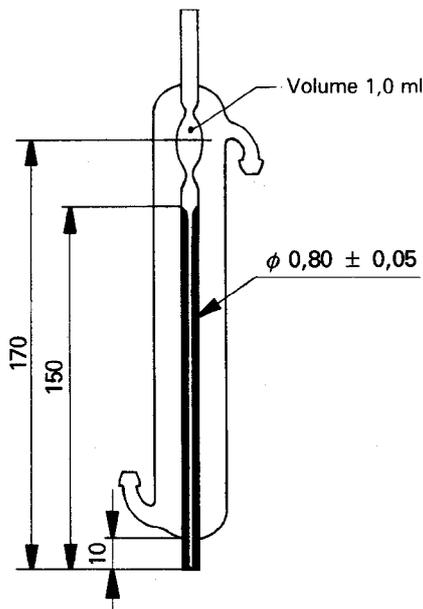


Figure 2 — Viscosimètre convenant pour la détermination de l'indice de viscosité limite selon l'alternative B

### 7.3 Étalonnage des viscosimètres

Utiliser le viscosimètre spécifié en 6.2.6 comme viscosimètre étalon pour le mesurage, à  $25 \pm 0,1$  °C, du temps d'écoulement de la solution de glycérol (7.1.1) et de la solution diluée (6.1.2). Effectuer les mesurages comme spécifié en 7.4.4.

Mesurer de la même façon le temps d'écoulement de la solution de glycérol avec le viscosimètre à étalonner (7.2.1). Calculer le facteur du viscosimètre  $f$  et la constante du viscosimètre  $h$  en utilisant les équations

$$f = \frac{t_c}{t_v}$$

$$h = \frac{f}{t_s}$$

où

$t_c$  est le temps d'écoulement, en secondes, de la solution de glycérol dans le viscosimètre étalon;

$t_v$  est le temps d'écoulement, en secondes, de la solution de glycérol dans le viscosimètre à étalonner;

$t_s$  est le temps d'écoulement, en secondes, de la solution diluée dans le viscosimètre étalon.

Le facteur du viscosimètre  $f$  est une constante de l'appareil, et la constante du viscosimètre  $h$  dépend de la solution utilisée. En conséquence,  $h$  doit être déterminé chaque fois qu'une nouvelle solution de CED est utilisée.

## 7.4 Mode opératoire

7.4.1 Choix de la concentration de la solution (voir également annexe C).

7.4.1.1 Si la valeur de l'indice de viscosité limite de l'échantillon est connue, choisir la concentration dans le tableau 2.

Tableau 2 — Concentration  $c$  à utiliser en fonction de la valeur de l'indice de viscosité limite  $[\eta]$  à mesurer

Indice de viscosité limite $[\eta]$	Quantité d'échantillon	Concentration $c$
	mg/50 ml	g/ml
< 400	250	0,005
400 à 650	250	0,005
651 à 850	200	0,004
851 à 1 100	150	0,003
1 101 à 1 400	120	0,002 4

7.4.1.2 Si la valeur approximative de l'indice de viscosité limite de l'échantillon n'est pas connue, procéder à un essai avec un échantillon de 150 mg/50 ml. Si l'indice de viscosité limite ainsi obtenu ne se situe pas dans la gamme indiquée par le tableau 2 pour cette concentration, effectuer l'essai en choisissant la concentration convenable en fonction de la valeur de l'indice de viscosité limite ainsi trouvé.

### 7.4.2 Pesage de l'échantillon

Peser la quantité d'échantillon retenue, à  $\pm 0,5$  mg, dans le flacon à dissolution (6.2.2). Peser, en même temps, un échantillon séparé pour la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638 ou à l'ISO 1833, paragraphe 1.7.

### 7.4.3 Préparation de la solution d'essai

À l'aide d'une pipette, ajouter 25,0 ml d'eau distillée ou déionisée à l'échantillon, en même temps que quelques morceaux de cuivre (6.2.3). Fermer le flacon et l'agiter sans interruption jusqu'à ce que l'échantillon ait été complètement désintégré. Avec une pipette, ajouter 25,0 ml de la solution CED (6.1.1) et expulser tout l'air résiduel. Refermer le flacon, l'agiter sans interruption jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement dissous (voir la note en 6.3.3). Immerger le flacon dans le bain à température constante (6.2.1), jusqu'à ce que la température de  $25 \pm 0,1$  °C ait été atteinte.

### 7.4.4 Détermination du temps d'écoulement

Introduire, par aspiration dans le viscosimètre (7.2.1), une fraction de la solution d'essai (7.4.3). Laisser le liquide s'écouler. Lorsque le ménisque atteint le repère supérieur, déclencher le chronomètre (6.2.5) et mesurer à  $\pm 0,2$  s le temps d'écoulement du liquide jusqu'au repère inférieur. Si l'on utilise un viscosimètre à écoulement libre, le volume de liquide écoulé doit couler le long de la paroi d'une coupe afin d'écartier l'influence de la tension superficielle.

Effectuer au moins deux déterminations dont les résultats doivent concorder à  $\pm 2,5$  %.