
Norme internationale



5351/2

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

**Cellulose en solutions diluées — Détermination de l'indice de viscosité limite —
Partie 2 : Méthode utilisant une solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium (EWNN_{mod NaCl})**

Cellulose in dilute solutions — Determination of limiting viscosity number — Part 2 : Method in iron(III) sodium tartrate complex (EWNN_{mod NaCl}) solution

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1981-08-01

[ISO 5351-2:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73e65fcee5/iso-5351-2-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73e65fcee5/iso-5351-2-1981>

CDU 676.1 : 532.13

Réf. n° : ISO 5351/2-1981 (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 5351/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte, Rép. arabe d'	Philippines
Allemagne, R.F.	Espagne	Roumanie
Autriche	Finlande	Royaume-Uni
Belgique	France	Suède
Brésil	Hongrie	Tchécoslovaquie
Chili	Inde	Turquie
Chine	Kenya	USA
Corée, Rép. de	Norvège	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Sommaire

	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Principe	1
4 Définitions	1
5 Réactif	2
6 Appareillage	2
7 Prétraitement des échantillons pour essai	2
8 Mode opératoire	2
9 Calcul	3
10 Procès-verbal d'essai	3
 Annexes	
A Préparation de la solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium	4
B Prétraitement des fibres libériennes	5

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5351-2:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73a65fcee5/iso-5351-2-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5351-2:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73e65fcee5/iso-5351-2-1981>

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

Partie 2 : Méthode utilisant une solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium (EWNN_{mod NaCl})

0 Introduction

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

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

où

τ est la contrainte de cisaillement;

η 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 non newtonien, comme c'est normalement le cas avec les 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, la première condition, faible concentration de la cellulose, est appliquée.

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 du complexe fer(III)-tartrate de sodium (EWNN_{mod NaCl}).

Cette méthode est applicable aux échantillons de cellulose solubles dans l'EWNN, 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 5351/1 spécifie une méthode de détermination de l'indice de viscosité limite de la cellulose dans une solution diluée de cupri-éthylène-diamine (CED).

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 20 °C. Calcul, par la formule de Schulz-Blaschke, 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

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

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 de η et η_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 :

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

Elle est exprimée en millilitres par gramme.¹⁾

5 Réactif

Solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium (EWNN_{mod NaCl}).

Complexe fer(III)-tartrate de sodium dissous dans une solution diluée d'hydroxyde de sodium, désignée pour simplifier par «solution du complexe fer-tartrate de sodium» et préparée comme décrit dans l'annexe A.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

6.1 Bain à température constante, pouvant être réglé à $20 \pm 0,1$ °C, pouvant recevoir les fioles à dissolution (6.2) et le viscosimètre (6.5).

6.2 Fioles coniques, à bouchon en plastique, de capacité 50 ml.

6.3 Balance, précise à $\pm 0,1$ mg.

6.4 Chronomètre, permettant une lecture à 0,1 s près.

6.5 Viscosimètre à tube capillaire, avec un tube capillaire d'une longueur au moins égale à 90 mm, par exemple un viscosimètre Ubbelohde du type 1a.

6.6 Appareil secoueur, pouvant recevoir les fioles à dissolution (6.2).

7 Prétraitement des échantillons pour essai

7.1 Échantillons de pâte

Prendre un échantillon correspondant approximativement à une masse, séchée à l'étuve, de 10 g. Diviser et déchirer la pâte en fragments d'environ 5 mm \times 5 mm.

7.2 Échantillons de textile

7.2.1 Cas général

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

Extraire un échantillon de masse, séchée à l'air, d'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 ± 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 centrifugeage 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.

7.2.2 Cas des fibres libériennes

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

8 Mode opératoire

8.1 Pesage de l'échantillon

8.1.1 Si la valeur approximative de l'indice de viscosité limite de l'échantillon est connue, peser à $\pm 0,5$ mg, dans la fiole à dissolution (6.2), une quantité d'échantillon choisie de telle sorte que la valeur du rapport de viscosité soit de 1,1 à 1,5 (voir la note).

8.1.2 Si la valeur approximative de l'indice de viscosité limite de l'échantillon n'est pas connue, faire l'essai sur un échantillon de 15 à 20 mg.

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.

8.1.3 Si le rapport de viscosité ainsi obtenu ne se situe pas dans la gamme spécifiée, refaire l'essai en choisissant la quantité convenable en fonction de la valeur du rapport de viscosité ainsi trouvé. 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.

NOTE — Pour les besoins d'analyses courantes, une quantité fixe de 15 à 20 mg d'échantillon peut être utilisée.

8.2 Préparation de la solution d'essai

Avec une pipette, ajouter à l'échantillon 50,0 ml de la solution EWNN (chapitre 5). Fermer la fiole et l'agiter à la main pendant environ 5 s. Placer la fiole sur l'appareil secoueur (6.6) et continuer l'agitation pendant environ 16 h (voir note 1). Prendre des précautions pour empêcher l'élévation de la température de la solution au-dessus de 18 °C (voir note 2).

NOTES

1 Pour l'analyse courante d'un grand nombre d'échantillons, les fioles peuvent commodément être disposées sur le secoueur et agitées durant toute la nuit. Pour des valeurs de $[\eta]$ inférieures à 1 000 ml/g, le temps d'agitation peut être réduit à 2 h.

2 Suivant la température de la pièce, cela peut-être obtenu par refroidissement de l'échantillon, à 0 à 4 °C, et isolation des fioles à dissolution avec une housse appropriée ou, avec plus de sécurité, par refroidissement direct avec de l'eau pendant l'agitation.

8.3 Détermination des temps d'écoulement

Placer la fiole à dissolution contenant la solution dans le bain à température constante (6.1), jusqu'à ce que la température de 20 ± 0,1 °C soit atteinte. Immerger le viscosimètre (6.5) dans le bain à température constante, le fixer en position verticale et le laisser jusqu'à ce que l'équilibre en température soit atteint. Rincer deux fois le viscosimètre avec la solution d'essai avant chaque détermination. Pour égaliser la température, amener une ou deux fois par aspiration la solution au niveau maximum du liquide du viscosimètre.

Introduire, par aspiration dans le viscosimètre, une fraction de la solution d'essai. Laisser le liquide s'écouler. Lorsque le ménisque atteint le repère supérieur du bulbe supérieur, déclencher le chronomètre (6.4) et mesurer le temps d'écoulement (t) du liquide jusqu'au repère inférieur du bulbe. Mesurer le temps d'écoulement plusieurs fois avec une précision de ± 0,1 s. Mesurer comme décrit ci-dessus, le temps d'écoulement (t_0) de la solution diluée.

Effectuer au moins deux déterminations dont les résultats doivent concorder à ± 2,5 %. Si l'écart dépasse cette limite, l'essai doit être répété.

9 Calcul

L'indice de viscosité limite, en millilitres par gramme, est donné par la formule de Schulz-Blaschke :

$$(\text{IVL}) = [\eta] = \frac{\left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c}\right)}{1 + k_{\eta} \cdot \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0}\right)}$$

où

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \cdot c} = \frac{t - t_0}{t_0 \cdot c} \text{ est l'indice de viscosité, en millilitres par gramme;}$$

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{t - t_0}{t_0} \text{ est l'accroissement relatif de la viscosité (sans dimension);}$$

k est une constante empirique (pour le système cellulose/EWNN, $k = 0,3$);

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

Exemple de calcul

Pour une pâte de sapin au sulfite, les valeurs suivantes ont été obtenues :

$$t = 74,2 \text{ s}$$

$$t_0 = 56,2 \text{ s}$$

En conséquence, le rapport de viscosité $\frac{\eta}{\eta_0} = 1,320$, et l'accroissement relatif de la viscosité

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} = \frac{\eta}{\eta_0} - 1 = 0,320$$

Pour une concentration de cellulose de $c = 0,304 \times 10^{-3}$ g/ml, la formule de Schulz-Blaschke donne un indice de viscosité limite $\text{IVL} = [\eta] = 950 \text{ ml/g}$.

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- la référence de la présente Norme internationale;
- toutes les indications nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- le traitement préalable, tel que l'épuration;
- le type et les constantes du viscosimètre;
- le résultat, exprimé en millilitres par gramme;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou considérées comme facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Annexe A

Préparation de la solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium

(Fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Réactifs

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

A.1.1 Chlorure de fer(III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).A.1.2 Tartrate de sodium dihydraté [$\text{Na}(\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$].

A.1.3 Hydroxyde de sodium, solution contenant 96,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) pour 180 ml d'eau.

A.2 Appareillage

Il est nécessaire d'empêcher l'action de la lumière du jour pendant la préparation de la solution pour éviter des réactions photochimiques. L'appareil schématisé sur la figure a été reconnu convenable.

L'appareil comporte un récipient de 10 litres en acier inoxydable, fermé par un couvercle ajusté en polyméthacrylate de méthyle noir. Des ouvertures sont aménagées dans le couvercle pour recevoir un thermomètre, un agitateur, un entonnoir goutte-à-goutte et un entonnoir pour poudre. Pour le réglage de la température, le récipient est disposé dans un bain de refroidissement de glace et d'eau.

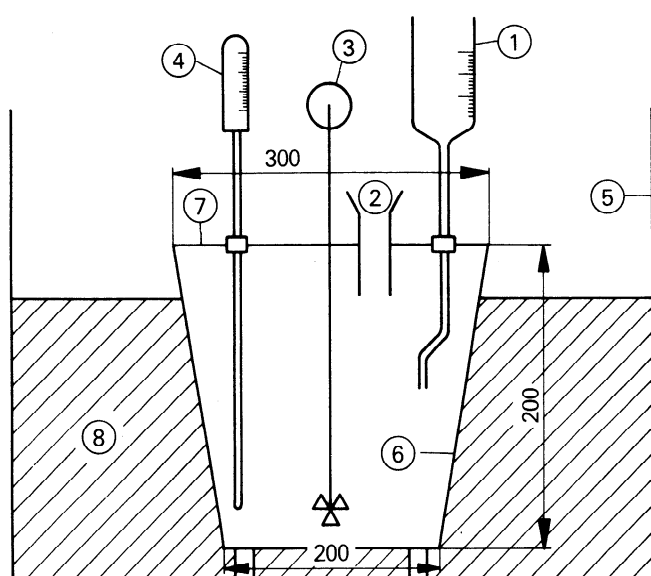
A.3 Préparation de la solution EWNN (voir la note)

Verser 217,09 g du tartrate de sodium (A.1.2) et 550 ml d'eau distillée dans le récipient en acier inoxydable. Placer le couvercle noir sur le récipient. Dissoudre le tartrate de sodium par un vigoureux brassage. Ajouter 81,09 g du chlorure de fer(III) (A.1.1) par l'entonnoir à poudre, rincer l'entonnoir avec une petite quantité d'eau et remettre en place le bouchon en caoutchouc. Continuer le brassage à la température de la pièce jusqu'à complète dissolution. Continuer le brassage et ajouter de l'eau glacée et de la glace dans le bain de refroidissement et abaisser la température de la solution à 15 à 20 °C. Aussitôt que cette zone de température a été atteinte, continuer le brassage et ajouter 96 g d'hydroxyde de sodium dissous dans 180 ml d'eau distillée (voir A.1.3) goutte à goutte par l'entonnoir à liquide. La température ne doit pas s'élever au-dessus de 20 °C durant l'addition de la solution d'hydroxyde de sodium (A.1.3). Rincer l'entonnoir goutte-à-goutte avec de l'eau distillée.

Verser la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 litre, rincer le récipient de préparation à l'eau distillée, verser l'eau de rinçage dans la fiole jaugée et compléter jusqu'au repère. Agiter la fiole immédiatement afin d'éviter toute hydrolyse à l'interface solution/eau. La solution EWNN est légèrement verte et complètement limpide. Elle est immédiatement utilisable pour les essais viscosimétriques.

NOTE — Les quantités de produits chimiques indiquées s'entendent pour la préparation de 1 litre de solution EWNN.

Dimensions en millimètres



- ① Entonnoir goutte-à-goutte pour l'addition d'hydroxyde de sodium
- ② Entonnoir pour l'introduction de la poudre de chlorure de fer(III) (à obturer par un robinet d'arrêt en caoutchouc après addition du réactif)
- ③ Agitateur
- ④ Thermomètre
- ⑤ Récipient à bain de refroidissement
- ⑥ Manchon en acier inoxydable
- ⑦ Couvercle en polyméthacrylate de méthyle opaque
- ⑧ Glace et eau

Figure — Appareil pour la préparation de la solution du complexe fer(III)-tartrate de sodium

Annexe B

Prétraitement des fibres libériennes

(Fait partie intégrante de la norme.)

Les échantillons doivent être préalablement débarrassés, par élimination manuelle, des débris de paille, anas et capsules qu'ils peuvent contenir.

De plus, les fibres libériennes comportant, suivant leur degré de rouissage et les traitements auxquels elles ont été soumises, de 10 à 40 % (*m/m*) de substances non cellulosiques, il est nécessaire d'éliminer celles-ci par traitement de l'échantillon avec une solution d'hydroxyde de sodium à l'ébullition, suivi d'une neutralisation, selon le mode opératoire suivant :

Faire bouillir durant 15 min, dans un ballon équipé d'un réfrigérant à reflux, un volume de solution à 1,5 mol/l d'hydroxyde de sodium correspondant à un rapport de bain 100 : 1. L'air ayant

ainsi été éliminé de la solution, introduire l'échantillon, le maintenir constamment immergé par tout dispositif approprié et poursuivre l'ébullition durant 1 h.

Rincer l'échantillon, constamment maintenu immergé, par siphonnage continu durant 5 min avec de l'eau distillée ou déionisée.

Immerger l'échantillon dans une solution à 0,1 mol/l d'acide acétique durant 10 min et rincer ensuite à l'eau distillée ou déionisée jusqu'à neutralisation.

Essorer puis sécher l'échantillon sans dépasser la température de 60 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5351-2:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73e65fcee5/iso-5351-2-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e6ff4eb-576f-4dd1-87bc-3a73e65fcee5/iso-5351-2-1981>