
**Pâtes — Détermination de l'indice de
viscosité limite à l'aide d'une solution de
cupri-éthylènediamine (CED)**

*Pulps — Determination of limiting viscosity number in cupri-
ethylenediamine (CED) solution*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5351:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-
aac7a023a09f/iso-5351-2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5351:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs et matériaux	3
6 Appareillage et matériel	3
7 Étalonnage des viscosimètres	5
8 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	6
9 Mode opératoire	6
9.1 Choix de la concentration en masse de la solution	6
9.2 Pesage de la prise d'essai	7
9.3 Préparation de la solution pour essai	7
9.4 Détermination du temps d'écoulement	8
10 Calcul	8
10.1 Rapport de viscosité	8
10.2 Indice de viscosité limite	8
10.3 Expression des résultats	9
11 Fidélité	9
11.1 Vérification générale à l'aide d'une pâte de référence	9
11.2 Répétabilité	9
11.3 Reproductibilité	9
12 Rapport d'essai	10
Annexe A (normative) Préparation et analyse de la solution de cupri-éthylènediamine (CED)	11
Annexe B (normative) Valeurs de $[\eta] \times \rho$ correspondant à différentes valeurs du rapport de viscosité η_{ratio} (η/η_0)	16
Annexe C (informative) Calcul du degré de polymérisation	19
Bibliographie	20

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 5351 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, sous-comité SC 5, *Méthodes d'essai et spécifications de qualité des pâtes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5351:2004), dont le Paragraphe 6.1.1, les Articles 8 et 9 et l'Annexe A ont fait l'objet d'une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010>

Introduction

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

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (1)$$

où

τ est la contrainte de cisaillement;

η est la viscosité;

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

Dans un comportement non newtonien, ce qui est normalement le cas pour des solutions de polymères de masse moléculaire élevée tels que la cellulose, le rapport de la contrainte de cisaillement au gradient de vitesse varie avec la contrainte de cisaillement.

Les données requises pour l'évaluation de l'indice de viscosité limite d'une pâte dans des solutions diluées (pour les termes et définitions, voir l'Article 3) sont obtenues à l'aide d'un viscosimètre à tube capillaire. Les résultats de ces mesures sont sérieusement affectés par la vitesse de cisaillement.

La concentration en masse, ρ , de la pâte est donc choisie de sorte que, lorsqu'elle est multipliée par l'indice de viscosité limite $[\eta]$, elle donne un produit $[\eta] \times \rho$ égal à $3,0 \pm 0,4$, correspondant à un rapport de viscosité η/η_0 compris entre 6 et 10. La détermination est ensuite effectuée à une vitesse de cisaillement reproductible G de $(200 \pm 30) \text{ s}^{-1}$; ceci implique l'emploi de deux viscosimètres, un pour l'étalonnage et l'autre pour le mesurage de la viscosité de la pâte.

La viscosité d'une pâte dans une solution de cupri-éthylènediamine (CED) donne une indication du degré moyen de polymérisation (DP) de la cellulose (voir l'Annexe C). Ce mesurage donne donc une indication relative du degré de dégradation (diminution de la masse moléculaire de la cellulose) résultant du procédé de mise en pâte et/ou de blanchiment.

Il faut prendre garde de ne pas tirer de conclusions sur les propriétés de résistance de la pâte en se basant exclusivement sur le mesurage de la viscosité, à moins qu'une étude précédente n'ait identifié leur relation. Une relation directe entre la résistance de la pâte et la viscosité n'a pas été démontrée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5351:2010](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-aac7a023a09f/iso-5351-2010>

Pâtes — Détermination de l'indice de viscosité limite à l'aide d'une solution de cupri-éthylènediamine (CED)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer un nombre qui est une estimation de l'indice de viscosité limite d'une pâte dans une solution diluée de cupri-éthylènediamine (CED).

La présente Norme internationale est essentiellement applicable à des échantillons de pâtes chimiques blanchies solubles dans la CED, mais peut aussi être appliquée à tout type de pâte se dissolvant totalement dans une solution de CED.

NOTE 1 Les résultats peuvent être utilisés pour estimer le degré de dégradation de la cellulose engendré par la cuisson ou le blanchiment. Cependant, les résultats obtenus avec des échantillons contenant des quantités appréciables de substances autres que la cellulose sont à interpréter avec prudence.

NOTE 2 Au sens le plus strict, les méthodes de mesurage de la viscosité ne sont applicables qu'à la fraction polysaccharidique de l'échantillon. Néanmoins, un mesurage de la viscosité peut généralement être utilisé pour obtenir un résultat sur des pâtes écruées ayant une teneur en lignine inférieure ou égale à 4 %, car la plupart de ces pâtes peuvent être facilement dissoutes dans de la CED. Toutefois, le simple fait qu'une pâte écruée puisse être dissoute dans de la CED ne signifie pas que les résultats sont valables. En résumé, les résultats de viscosité relatifs à des pâtes contenant plus de 0,5 % de lignine ne sont pas acceptables à des fins de spécification technique.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 5351:2010

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).

ISO 638, *Papiers, cartons et pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches — Méthode par séchage à l'étuve*

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Termes et définitions

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

3.1

vitesse de cisaillement

G

gradient de vitesse d'une couche fluide, parallèlement à la direction d'écoulement, à la périphérie du capillaire, défini par l'équation

$$G = \frac{4V}{\pi r^3 t_f} \quad (2)$$

où

V est le volume entre deux repères d'étalonnage arbitraires sur le viscosimètre, en millimètres;

r est le rayon du tube capillaire, en centimètres;

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

3.2 rapport de viscosité
 viscosité relative (rejeté)
 η_{ratio}
 rapport des viscosités η et η_0 de la solution de polymère de concentration indiquée et du solvant, respectivement, à la même température

$$\eta_{\text{ratio}} = \frac{\eta}{\eta_0} \tag{3}$$

NOTE Le rapport de viscosité est sans dimension.

3.3 incrément de viscosité relatif rapport de viscosité (3.2) moins un

$$\frac{\eta}{\eta_0} - 1 = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \tag{4}$$

NOTE L'incrément de viscosité relatif est sans dimension.

3.4 indice de viscosité
 VN

rapport de l'incrément de viscosité relatif (3.3) à la concentration en masse de polymère ρ , exprimée en grammes par millilitre, dans la solution

$$\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \times \rho} \tag{5}$$

iTech STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfd6c695-626a-4c82-9a21-7a937c9985m-5351-2010>

NOTE L'indice de viscosité est mesuré en millilitres par gramme.

3.5 indice de viscosité limite
 $[\eta]$

valeur limite de l'indice de viscosité (3.4) à dilution infinie

$$[\eta] = \lim_{\rho \rightarrow 0} \left(\frac{\eta - \eta_0}{\eta_0 \times \rho} \right) \tag{6}$$

NOTE 1 L'indice de viscosité limite est mesuré en millilitres par gramme.

NOTE 2 Dans la littérature, l'expression «viscosité intrinsèque» est souvent utilisée; elle est équivalente à l'indice de viscosité limite. Il n'existe pas de facteur de conversion général entre l'indice de viscosité limite, en ml/g, et d'autres viscosités, déterminées par d'autres méthodes et exprimées en millipascal secondes (mPa·s) (voir Référence [7] de la Bibliographie).

4 Principe

Mesurage des temps d'écoulement du solvant dilué et de la solution de pâte dans un viscosimètre à tube capillaire, à une concentration en masse spécifiée, à 25 °C. Calcul par la formule de Martin (voir Référence [9] de la Bibliographie) de l'indice de viscosité limite à partir de ces mesurages et de la concentration en masse connue de la solution.

5 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des produits chimiques de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau distillée ou déionisée.

5.1 Solution de cupri-éthylènediamine (CED), $c(\text{CED}) = (1,00 \pm 0,02) \text{ mol/l}$, saturée en hydroxyde de cuivre(II), désignée en tant que solution de CED pour plus de commodité.

La solution contient 1,0 mol/l de cuivre et 2,0 mol/l d'éthylènediamine. Elle est disponible dans le commerce ou peut être préparée et analysée comme décrit à l'Annexe A.

AVERTISSEMENT — En raison de la présence d'allergènes, éviter tout contact de la peau avec des solutions de CED et d'éthylènediamine. L'éthylènediamine est volatile et une exposition répétée peut entraîner des réactions allergiques respiratoires sévères, suivies d'une sensibilisation. Il convient de ne pas pipeter à la bouche les solutions de cupri-éthylènediamine. La solution de CED est nuisible à l'environnement et il est recommandé d'appliquer une procédure de destruction appropriée avant son élimination.

5.2 Glycérol, solution aqueuse, $c(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3) = 65 \%$ (en masse), ayant une viscosité d'environ 10 mPa·s.

5.3 Acide nitrique, (HNO_3), solution diluée pour le nettoyage du fil de cuivre (6.4).

5.4 Acétone (CH_3COCH_3), réactif de qualité analytique.

AVERTISSEMENT — L'acétone est inflammable. Tenir éloigné du feu. Ne pas utiliser de chauffage au gaz. Suivre les règles de sécurité en vigueur.

5.5 Solution de nettoyage à base d'acide sulfurique, conçue pour le nettoyage de la verrerie de laboratoire.

5.6 Réactifs, pour l'étalonnage des viscosimètres à tube capillaire équipés d'un dispositif automatique d'enregistrement du temps.

Tels que spécifiés dans les instructions du fabricant.

6 Appareillage et matériel

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

6.1 Viscosimètres à tube capillaire (6.1.1 et 6.1.2), munis chacun d'une chemise d'eau, raccordée à un bain à température constante (6.3). Deux viscosimètres distincts sont requis en raison de la grande différence entre les viscosités de la solution d'essai et du solvant. Des viscosimètres appropriés sont représentés à la Figure 1.

NOTE Des viscosimètres sans chemise d'eau peuvent être utilisés si le mesurage est effectué alors que le viscosimètre est immergé dans le bain à température constante.

Des viscosimètres à tube capillaire munis d'un dispositif automatique d'enregistrement du temps peuvent être utilisés à condition qu'ils soient conformes à la présente Norme internationale et qu'ils donnent des résultats similaires.

Nettoyer les viscosimètres par un rinçage à l'eau et à l'acétone (5.4). Si des matières résiduelles demeurent après le nettoyage, nettoyer de nouveau avec une solution de nettoyage à base d'acide sulfurique (5.5) conçue pour être utilisée avec la verrerie de laboratoire. Laisser tremper les tubes particulièrement sales au moins une nuit entière dans cette solution de nettoyage afin d'éliminer toutes les traces de contaminants. Après le nettoyage, évacuer toute la solution de nettoyage du tube, rincer soigneusement à l'eau et à l'acétone et sécher.

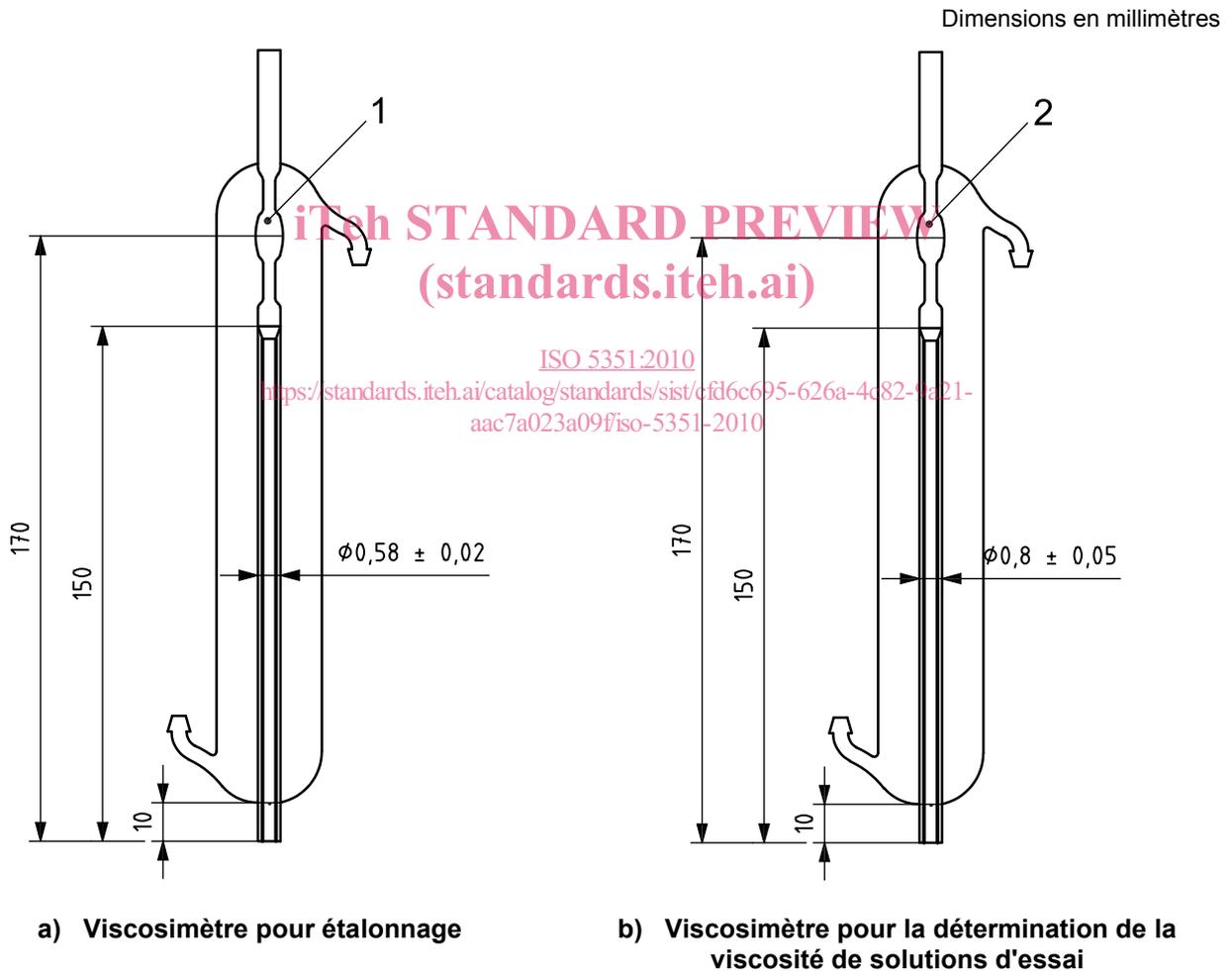
6.1.1 Viscosimètre à tube capillaire pour étalonnage, comportant un tube capillaire de $(0,58 \pm 0,02)$ mm de diamètre et présentant, par ailleurs, les dimensions indiquées à la Figure 1a).

NOTE Le temps d'écoulement du viscosimètre pour l'eau distillée ou déionisée sera d'environ 60 s.

6.1.2 Viscosimètre à tube capillaire pour la détermination de l'indice de viscosité limite à une vitesse de cisaillement constante, comportant un tube capillaire de $(0,80 \pm 0,05)$ mm de diamètre et présentant, par ailleurs, les dimensions indiquées à la Figure 1b).

NOTE 1 Le temps d'écoulement est d'environ 100 s pour une solution ayant un rapport $\eta/\eta_0 = 8,4$ à une vitesse de cisaillement (3.1) de $(200 \pm 30) \text{ s}^{-1}$.

NOTE 2 Les solutions de polymères de masse moléculaire relative élevée sont généralement non newtoniennes. Leur viscosité diminue lorsque la vitesse de cisaillement (ou dans le présent cas, le débit) augmente. Pour éviter cette complication, la présente Norme internationale spécifie que la viscosité doit être déterminée à une vitesse de cisaillement de $(200 \pm 30) \text{ s}^{-1}$. Les dimensions du viscosimètre [voir Figure 1b]) sont telles que, pour une solution ayant une viscosité de 10 mPa·s, le temps d'écoulement est d'environ 90 s et la vitesse de cisaillement (3.1) maximale se situe alors dans la plage $(200 \pm 30) \text{ s}^{-1}$.



Légende

- 1 volume 1,0 ml ou 2,0 ml
- 2 volume 1,0 ml

Figure 1 — Viscosimètres à tube capillaire

6.2 Flacons de dissolution, d'une capacité d'environ 52 ml, conçus de sorte que, lorsque le flacon est rempli de 50 ml de solution d'essai, l'air restant puisse être chassé en comprimant le flacon.

Il est possible d'utiliser un flacon en polyéthylène muni d'un bouchon à vis et d'une bague d'étanchéité en caoutchouc. Une certaine pratique permettra à l'analyste de chasser l'air et de fermer le flacon avec le bouchon vissé en une seule opération. L'air peut également être chassé par un courant d'azote.

Si la pâte ne se dissout pas facilement, utiliser un flacon carré.

6.3 Bain à température constante, pouvant être maintenu à $(25 \pm 0,1)$ °C, pouvant contenir les flacons de dissolution (6.2) et équipé d'une pompe pour faire circuler l'eau dans les chemises des viscosimètres (6.1.1 et 6.1.2).

6.4 Morceaux de fil de cuivre, d'environ 3 mm de diamètre et 10 mm à 20 mm de long.

Nettoyer régulièrement les morceaux de fil de cuivre avec de l'acide nitrique dilué, puis les rincer abondamment avec de l'eau distillée ou déionisée et les laisser sécher.

6.5 Balance, ayant une précision de $\pm 0,1$ mg.

6.6 Chronomètre, donnant des indications à 0,1 s près.

6.7 Agitateur secoueur ou **agitateur magnétique**, pour dissoudre la prise d'essai.

7 Étalonnage des viscosimètres

7.1 Porter la température des différents liquides d'étalonnage (voir 7.2) et des viscosimètres (6.1.1 et 6.1.2) à $(25,0 \pm 0,1)$ °C.

7.2 Utiliser le viscosimètre spécifié en 6.1.1 [voir Figure 1a)] comme viscosimètre d'étalonnage pour mesurer les temps d'écoulement, en secondes, comme décrit en 9.4, pour

- a) l'eau distillée ou déionisée, t_w ,
- b) la solution de glycérol (5.2), t_c et
- c) une solution de CED à 0,5 mol/l, préparée en mélangeant à volume égal de l'eau distillée ou déionisée et la solution de CED à 1 mol/l (5.1), t_s .

Dans chaque cas, effectuer au moins deux mesurages et calculer la moyenne.

Le rapport du temps d'écoulement pour la solution de CED au temps d'écoulement de l'eau distillée, t_s/t_w , doit être compris entre 1,27 et 1,29.

7.3 De la même manière, mesurer le temps d'écoulement de la solution de glycérol (5.2) dans le viscosimètre à étalonner (6.1.2) [voir Figure 1b)]. Calculer le facteur f du viscosimètre et la constante h du viscosimètre en utilisant les équations

$$f = \frac{t_c}{t_v} \quad (7)$$

$$h = \frac{f}{t_s} \quad (8)$$