

## **35. FIBRES**

**35.01. DETERMINATION DE LA TENEUR EN CELLULOSE  
DES FIBRES**

**35.02. DETERMINATION DU PH DES FIBRES DE  
CELLULOSE**

# 35.01. DETERMINATION DE LA TENEUR EN CELLULOSE DES FIBRES

Références de base: ASTM D3516, D1348 et D1193

## 1. BUT DE L'ESSAI

Calculer la teneur en cellulose des fibres en déterminant la teneur en cendres de la cellulose.

## 2. Principe de la méthode

La teneur en cendres est la partie restante, après chauffage à  $(575 \pm 25)$  °C de la cellulose. A partir de cette teneur en cendres on calcule la teneur en cellulose.

La teneur en cendres à la température de chauffage choisie, donne une mesure crédible de la teneur en sels minéraux et en autres composants inorganiques dans la cellulose.

Note: Le pourcentage de cendres récoltées varie en fonction de la température de chauffage.

A des températures plus élevées (p.ex. 850 °C), des carbonates peuvent être transformés en oxydes et de ce fait, on obtient un résultat de la teneur en cendres moins élevée.

## 3. APPAREILLAGE ET PRODUITS

- une balance analytique d'une précision de 0,1 mg,
- une étuve dans laquelle une température constante de  $(110 \pm 5)$  °C peut être maintenue,
- un dessiccateur avec du silicagel ou du perchlorate de magnésium,
- un four électrique dans lequel une température de  $(575 \pm 25)$  °C peut être maintenue,
- un creuset en platine de 100 ml pour la calcination (les creusets en porcelaine ne sont pas autorisés),
- une longue pince de 0,5 m avec embouts en Ni-Cr ou en Pt,
- eau déminéralisée,
- pour la teneur en eau, des creusets en porcelaine.

## 4. ECHANTILLON D'ESSAI

La quantité de cellulose prélevée pour la détermination de la teneur en cendres dépend de la teneur en cendres de l'échantillon d'essai ; cette quantité doit être telle que la masse de cendres ne soit pas inférieure à 10 mg et soit de préférence supérieure à 20 mg.

Tableau 1: MASSE CONSEILLEE DE L'ECHANTILLON

cendres (%)	cellulose anhydre (g)
> 0,5	5
0,2 à 0,5	10
0,12 à 0,2	20
0,08 à 0,12	30
0,04 à 0,08	40
<0,04	50

L'échantillon doit être prélevé de manière à être représentatif de tout le lot.

## **5. METHODE D'ESSAI**

**5.1** Peser un échantillon d'essai de cellulose avec une précision de 1 mg de manière à obtenir une masse correcte de cendres en suivant les prescriptions du tableau 1.

**5.2.A.** Cas où la masse de l'échantillon d'essai de cellulose est plus petit ou égale à 10 g: On détermine la teneur en eau sur cet échantillon et ensuite, on effectue la calcination à 575°C sur ce même échantillon.

**5.2.B.** Cas où la masse de l'échantillon d'essai de cellulose est plus grand que 10 g: On sépare l'échantillon d'essai en plusieurs petits échantillons de masse inférieure à 10 g. Sur chaque petit échantillon, on effectue d'abord la détermination de la teneur en eau et ensuite la calcination à 575°C.

### **5.3 METHODE UTILISEE POUR LA DETERMINATION DE LA TENEUR EN EAU.**

Placer l'échantillon d'essai de cellulose pesé avec une précision de 1 mg (H) dans un creuset en porcelaine de masse connue (G). Sécher l'échantillon dans une étuve ventilée à  $(110 \pm 5)$  °C pendant 2 h.

Placer le creuset avec l'échantillon dans un dessiccateur durant 1 h, et peser le creuset avec l'échantillon avec une précision de 1 mg.

Répéter cette opération jusqu'à masse constante (F), c'est à dire jusqu'au moment où la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 %.

### **5.4. METHODE UTILISEE POUR EFFECTUER LA CALCINATION A 575°C.**

Chauffer le creuset en platine (vide) dans le four à  $(575 \pm 25)$ °C durant 15 min, laisser refroidir et peser avec une précision de 1 mg (B). Placer la cellulose ayant au préalable subi la détermination de la teneur en eau dans le creuset en platine et peser l'ensemble avec une précision de 1 mg (K). Placer le creuset dans le four en laissant la porte ouverte.

Veiller à ce que la cellulose brûle sans flamme en poussant le creuset progressivement dans le four, et laisser brûler ensuite durant 1 h avec la porte fermée. Oter le creuset du four et laisser un peu refroidir. Placer le creuset dans le dessiccateur et laisser refroidir jusqu'à température ambiante. Peser les cendres et le creuset avec une précision de 1 mg. Chauffer à nouveau durant 15 min. Recommencer cette opération jusqu'à masse constante (C), soit le moment où la différence entre deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1%.

**REMARQUE:** Pour certains échantillons, les caractéristiques des cendres empêchent une partie du carbone de s'échapper et de ce fait, il reste des points gris et noirs après les 3 h de chauffage des points 5.3. et 5.4. Dans ce cas, il faut ajouter aux cendres quelques gouttes d'eau déminéralisée après quoi l'échantillon est à nouveau séché (5.3) et calciné (5.4). Dans des cas extrêmes, un deuxième traitement à l'eau déminéralisée peut être nécessaire.

## 6. CALCUL DU RESULTAT

### 6.1 DETERMINATION DE LA TENEUR EN CELLULOSE ANHYDRE DE L'ECHANTILLON.

La teneur en cellulose anhydre (D) est calculée comme suit:

$$D = \frac{F - G}{H} \cdot 100 \quad (\%)$$

où:

F = masse du creuset en porcelaine + l'échantillon sec (g) (après premier séchage)

G = masse du creuset en porcelaine (g)

H = masse de l'échantillon (g)

### 6.2 CALCUL DE LA TENEUR EN CENDRES.

La teneur en cendres (E) de la cellulose anhydre est calculée de la manière suivante:

$$E = \frac{C - B}{K - B} \cdot 100 \quad (\%)$$

où:

B = masse du creuset en platine (g)

C = masse du creuset en platine + cendres (g)

K = masse du creuset en platine + l'échantillon de cellulose séchée(g)

Il s'ensuit :

### 6.3 CALCUL DE LA TENEUR EN CELLULOSE.

La teneur en cellulose ( $t_c$ ) exprimée en pour cent à 0,1% près est calculée par la formule:

$$t_c = 100 - E$$

## 7. EXPRESSION DU RESULTAT

- La teneur en cellulose est la moyenne de deux essais ne s'écartant pas de plus de 2,5 % par rapport à la moyenne. Dans le cas contraire, on recommence deux essais.
- Exprimer le résultat avec une précision de 0,01%.
- Le rapport d'essai mentionne les mesures individuelles ainsi que la moyenne.

## **35.02. DETERMINATION DU pH DES FIBRES DE CELLULOSE**

### **1. BUT DE L'ESSAI**

Déterminer le pH d'une suspension aqueuse de fibres de cellulose à 3%.

### **2. PRINCIPE DE LA METHODE**

On mesure la différence de potentiel, exprimée en unités de "pH", entre une électrode de référence et une électrode de mesure, immergées dans la suspension à examiner.

### **3. APPAREILLAGE ET PRODUITS**

- pH-mètre gradué à 0,1 unités pH, équipé d'un dispositif de correction de température
- électrode KCl 3 M,
- agitateur mécanique,
- thermomètre de 0°C à 100 °C précis à 0,1 °C près,
- erlenmeyer de 500 ml,
- solutions tampons pH 7, pH 4, pH 9
- eau déminéralisée

### **4. METHODE D'ESSAI**

- Peser ( $6 \pm 1$ ) g de l'échantillon de cellulose et introduire dans un erlenmeyer.
- Ajouter peu à peu 200 ml d'eau déminéralisée.
- Laisser sous agitation durant 15 minutes.
- Calibrer le pH-mètre à l'aide des solutions tampons (en surveillant la température de mesure).
- Mesurer le pH de la suspension aqueuse (en surveillant la température de mesure), avec une précision de 0,1.

### **5. CALCUL**

La valeur de pH est la moyenne de trois mesures individuelles qui ne s'écartent pas de plus de 0,5 unité entre elles.

Si ce n'est pas le cas, recommencer les trois essais.

### **6. EXPRESSION DES RESULTATS**

Le résultat est exprimé en unité pH avec une décimale.

Le rapport d'essai mentionne:

- les mesures individuelles ainsi que la moyenne;
- la température à laquelle l'essai a été effectu