RÉSOLUTION OIV/OENO 366/2009

MONOGRAPHIE SUR LES CARBOXYMETHYLCELLULOSE (GOMMES DE CELLULOSE)

L'ASSEMBLEE GENERALE

VU l'Article 2, paragraphe 2 iv de l'accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

VU la résolution 2/2008 adoptée par l'OIV en 2008 relative à l'addition de carboxyméthylcellulose aux vins blancs et aux vins mousseux afin de contribuer à leur stabilisation tartrique

SUR PROPOSITION du groupe d'experts « Spécifications des produits oenologiques »

DECIDE de compléter le Codex Oenologique international par la monographie suivante :

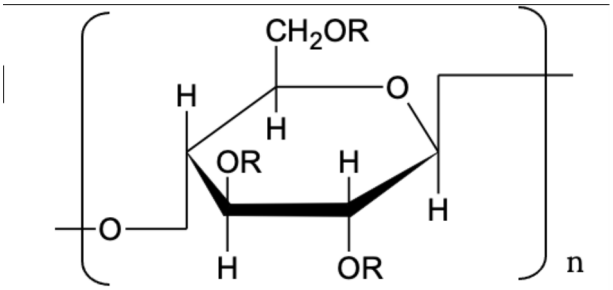
CARBOXYMETHYLCELLULOSE

(Gomme de cellulose)

(CMC)

N° SIN 466

CAS [9004-32-4]



où R = H ou CH_2COONa

1. OBJET, ORIGINE ET DOMAINE D'APPLICATION

La carboxyméthylcellulose à usage œnologique est préparée uniquement à partir de bois par traitement avec de la soude et de l'acide monochloroacétique ou son sel de

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

sodium.

La carboxyméthylcellulose inhibe la précipitation tartrique par effet "colloïde protecteur". Sa dose d'utilisation est limitée.

2. SYNONYMES

Carboxyméthylcellulose

CMC

CMC sodique

Gomme cellulosique.

Sel de sodium de la carboxyméthyl éther de cellulose

NaCMC

3. ETIQUETAGE

L'étiquetage doit mentionner que la carboxyméthylcellulose est à usage alimentaire, les conditions de sécurité et de conservation.

4. CARACTERES

4.1. Description

Poudre granuleuse ou fibreuse, blanche ou légèrement jaunâtre ou grisâtre, légèrement hygroscopique, inodore et insipide.

Elle peut être proposée sous forme de solution à diluer dans du vin avant utilisation. Les solutions doivent contenir au moins 3,5% de carboxyméthylcellulose.

4.2. Formule chimique

Les polymères contiennent des unités d'anhydroglucoses substitués avec la formule générale suivante :

$[C_6H_7O_2(OH)_x(OCH_2COONa)_y]_n$ où

n est le degré de polymérisation

x = de 1,50 à 2,80

y = de 0,2 à 1,50

x + y = 3,0

(y = degré de substitution)

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

Note : Seules les carboxyméthylcelluloses dont le degré de substitution est compris entre 0,6 et 1,0 sont complètement solubles.

4.3. Degré de substitution

Evaluer le degré de substitution avec la méthode décrite ci-dessous.
Le degré de substitution doit être compris entre 0,60 et 0,95.

4.4. Poids moléculaire

Compris entre 17 000 et 300 000 (degré de polymérisation allant de 80 à 1 500)
Le poids moléculaire peut être évalué par la mesure de la viscosité.

La viscosité d'une solution à 1% doit être comprise entre 10 et 15 $mPa.s^{-1}$, ou entre 20 et 45 $mPa.s^{-1}$ pour une solution à 2%, ou entre 200 et 500 $mPa.\ s^{-1}$ pour une solution à 4%.

4.5. Composition

Mesurer la composition en carboxyméthylméthylcellulose selon la méthode décrite ci-dessous.
La teneur en carboxyméthylcellulose doit au moins être de 99,5 % de la substance anhydre.

5. ESSAIS

5.1. Solubilité

Produit une solution colloïdale visqueuse avec de l'eau.
Insoluble dans l'éthanol.

5.2. Test de la mousse

Une solution à 0,1 % de l'échantillon est secouée vigoureusement.
Aucune couche de mousse n'apparaît (ce test permet de distinguer la carboxyméthylcellulose sodique des autres éthers de cellulose et des produits des alginates et les gommes naturelles).

5.3. Formation d'un précipité

À 5 mL d'une solution à 0,5 % de l'échantillon ajouter 5 mL d'une solution à 5 % de sulfate de cuivre ou de sulfate d'aluminium. Un précipité apparaît (ce test permet de

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

distinguer la carboxyméthylcellulose sodique des autres éthers de cellulose ainsi que de la gélatine, de la farine de graines de caroube et de la gomme adragante).

5.4. Réaction colorée

Ajouter 0,5 g de carboxyméthylcellulose sodique en poudre à 50 mL d'eau en remuant pour provoquer une dispersion uniforme. Continuer à remuer jusqu'à obtention d'une solution claire, puis l'utiliser pour effectuer le test suivant : à 1 mg d'échantillon dilué dans un même volume d'eau dans un petit tube à essais ajouter 5 gouttes d'une solution de 1-naphtol. Incliner le tube à essais et introduire prudemment le long du tube 2 mL d'acide sulfurique de manière à ce qu'il forme une couche inférieure. Une couleur rouge pourpre apparaît à l'interface.

5.5. Humidité - Perte par séchage

Mesurer la perte par séchage selon la méthode décrite ci-dessous.
La perte par séchage doit être inférieure à 12%.

5.6. pH d'une solution à 1 %

Pas moins de 6 et pas plus de 8,5 unités pH.

5.7. Arsenic

Doser l'arsenic selon la méthode décrite au chapitre II.
La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg

5.8. Plomb

Doser le plomb selon la méthode décrite au chapitre II.
La teneur en plomb doit être inférieure à 2 mg/kg

5.9. Mercure

Doser le mercure selon la méthode décrite au chapitre II.
La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg

5.10. Cadmium

Doser le cadmium selon la méthode décrite au chapitre II.
La teneur en cadmium doit être inférieure à 1 mg/kg

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

5.11. Glycolate libre

Doser le glycolate selon la méthode décrite ci-dessous.

La carboxyméthylcellulose ne doit pas contenir plus de 0,4 % (calculé en glycolate de sodium sur la substance anhydre).

5.12. Sodium

Doser le sodium selon la méthode décrite au chapitre II.

La teneur en sodium doit être inférieure à 12,4 % de la substance anhydre

5.13. Chlorure de sodium

Doser le chlorure de sodium selon la méthode décrite ci-dessous.

La carboxyméthylcellulose ne doit pas contenir plus de 0,5 % de la substance anhydre.

Annexes

5.14. Perte par séchage

5.14.1. Objectif

Ce test détermine la partie volatile de la carboxyméthylcellulose.

Le résultat de cet essai est utilisé pour calculer les solides totaux de l'échantillon et par extension, toutes les substances volatiles à la température de l'essai sont considérées comme humidité.

5.14.2. Intérêt et utilisation

La mesure du taux d'humidité (en tenant compte de la pureté) est utilisée pour mesurer la quantité de carboxymethylcellulose dans les produits mis à la vente.

5.14.3. Matériel

5.14.3.1. Etuve à 105°C ± 3°C ;

5.14.3.2. Pèse- fitre de 50 mm de diamètre interne et 30 mm de haut ou équivalent ;

5.14.3.3. Balance de précision

5.14.4. Essai

5.14.4.1. Peser entre 3 et 5 g d'échantillon à ± 1 mg, dans un pèse-filtre préalablement taré.

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

5.14.4.2. Placer le pèse-filtre sans son couvercle dans l'étuve pendant quatre heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur, replacer le couvercle et peser.

5.14.4.3. Continuer le processus jusqu'à poids constant.

5.14.5. Calcul

5.14.5.1. Calculer le pourcentage du taux d'humidité *M* selon la formule :

$M = (A/B) \times 100$ où

- *A* = perte de poids par séchage (en g) ;
- *B* = masse initiale d'échantillon.

5.15. Glycolate de sodium

5.15.1. Objectif

Ce test permet la quantification du glycolate de sodium contenu dans la carboxyméthylcellose purifiée contenant pas plus de 2% de glycolate de sodium.

5.15.2. Résumé de la méthode d'essai

La carboxyméthyl cellulose est dissoute dans de l'acide acétique (50%), précipitée avec de l'acétone en présence de chlorure de sodium et l'insoluble éliminé par filtration. Le filtrat contenant le glycolate de sodium (sous forme d'acide glycolique) est traité pour éliminer l'acétone et réagit avec le 2,7-dihydroxynaphtalène. La couleur résultante est mesurée à 540 nm avec un spectrophotomètre calibré à l'aide de solutions de concentrations connues.

5.15.3. Intérêt et utilisation

Cette méthode d'essai (avec celles concernant l'humidité et le chlorure de sodium) est utilisée pour mesurer la quantité de polymère dans la substance. Elle doit être utilisée pour la vérification de la pureté des carboxyméthylcelluloses imposée par les réglementations des autorités sanitaires.

5.15.4. Matériel

5.15.4.1. Spectrophotomètre utilisable pour réaliser une analyse à 540 nm ;

5.15.4.2. Cellules pour spectrophotomètre de 1 cm de trajet optique

5.15.4.3. Papier d'aluminium en carrés d'environ 50 × 50 mm ;

5.15.4.4. Balance de précision

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

5.15.5. Réactifs

5.15.5.1. Acide acétique, glacial (pureté ▫ 99%) ;

5.15.5.2. Acétone (pureté ▫ 99%) ;

5.15.5.3. Solution de 2,7-dihydroxynaphtalène (0,100 g/L) : dissoudre 100 mg ± 1 mg de 2,7-dihydroxynaphtalène (naphtalenediol) dans 1L d'acide sulfurique. Avant utilisation, laisser reposer la solution jusqu'à disparition de la coloration initiale jaune. Si la solution est sombre, l'éliminer et en préparer une nouvelle avec un lot différent d'acide sulfurique. Cette solution est stable un mois quand elle est stockées dans un flacon en verre brun ;

5.15.5.4. Solution étalon d'acide glycolique à 1 mg/mL : faire sécher plusieurs grammes d'acide glycolique dans un dessiccateur au moins seize heures à température ambiante. Peser 100 mg ± 1 mg , verser dans une fiole jaugée de 100 mL, dissoudre avec de l'eau, ajuster au trait de jauge avec de l'eau. Ne pas conserver la solution plus de 30 jours ;

5.15.5.5. Chlorure de sodium (NaCl, pureté ▫ 99%) ;

5.15.5.6. Acide sulfurique concentré (H_2SO_4 pureté ▫ 98%, ▫ ▫ 1,84).

5.15.6. Préparation de la droite d'étalonnage

5.15.6.1. Dans une série de cinq fioles jaugées de 100 mL, verser 0, 1, 2, 3 et 4 mL de la solution de référence d'acide glycolique (à 1 mg/mL). Dans chaque ballon, ajouter 5 mL d'eau, puis 5 mL d'acide acétique glacial, compléter au trait de jauge avec de l'acétone et mélanger. Ces fioles contiennent respectivement, 0, 1, 2, 3 et 4 mg d'acide glycolique.

5.15.6.2. Pipeter 2 mL de chaque solution et les transférer dans cinq fioles jaugées de 25 mL. Evaporer l'acétone en chauffant les fioles non fermées, disposées verticalement dans un bain marie pendant exactement 20 min. Enlever du bain marie et laisser refroidir à température ambiante.

5.15.6.3. Ajouter 5 mL de solution de 2,7-dihydroxynaphtalène à 0,100 g/L, bien mélanger, puis de nouveau ajouter 15 mL de solution de 2,7-dihydroxynaphtalène supplémentaires et mélanger. Couvrir les fioles avec un petit morceau de feuille d'aluminium, placer les fioles bien droites dans le bain marie pendant 20 min. Enlever du bain marie, laisser refroidir à température ambiante et compléter au trait de jauge avec de l'acide sulfurique.

5.15.6.4. Mesurer l'absorbance à 540 nm de chaque échantillon contre le blanc en utilisant des cellules de 1 cm de trajet optique. Tracer la courbe d'absorbance en

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

fonction de la quantité correspondante d'acide glycolique (en mg) de chaque fiole.

5.15.7. Méthode d'essai

5.15.7.1 . Peser 0,500 g ± 0,001 g d'échantillon et le transférer dans un bécher de 100 mL. Imbiber entièrement l'échantillon avec 5 mL d'acide acétique, suivi de 5 mL d'eau, mélanger avec une baguette de verre jusqu'à ce que la dissolution soit complète (15 minutes environ sont généralement nécessaires). Ajouter, lentement, 50 mL d'acétone en remuant, puis environ 1 g de sulfate de sodium. Continuer de remuer pendant plusieurs minutes, afin de précipiter complètement la carboxyméthylcellulose.

5.15.7.2. Filtrer à l'aide filtre en papier, préalablement imbibé avec une petite quantité d'acétone et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 mL. Utiliser 30 mL d'acétone pour faciliter le transfert de matières solides et pour laver le résidu de filtration. Compléter au trait de jauge avec de l'acétone et mélanger.

5.15.7.3. Dans un autre fiole jaugée de 100 mL, préparer un blanc avec 5 mL d'eau, 5 mL d'acide acétique glacial, puis compléter au trait de jauge avec de l'acétone et mélanger.

5.15.7.4. Pipeter 2 mL de la solution d'échantillon et 2 mL de la solution de blanc et les verser dans deux fioles jaugées de 25 mL. Evaporer l'acétone comme précédemment (5.15.6.2).

5.15.7.5. Mesurer l'absorbance de l'échantillon et extrapoler la quantité d'acide glycolique (en mg) à l'aide de la courbe de calibration (5.15.6.4).

5.15.8. Calcul :

Calculer la teneur C (en %) de glycolate de sodium (glycolate libre) contenu selon la formule :

$$C\ (\%\ sodium\ glycolate) = \frac{B \times 0.129}{W \times (100 - M)}$$

où

B = acide glycolique (en mg) extrapolé de la courbe de calibration ;

W = quantité de carboxyméthylcellulose pesée (en g) ;

M = taux d'humidité de l'échantillon (en %) ;

0,129 = (rapport du poids moléculaire du glycolate de sodium par rapport au poids moléculaire de l'acide glycolique) / 10.

Note : si l'essai est fait avec une carboxyméthylcellulose préalablement déshydratée, le formule devient :

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

$$C\ (\%\ sodium\ glycolate) = \frac{B \times 0.129}{W}$$

W = quantité de carboxyméthylcellulose (sèche) pesée (en g).

5.16. Chlorure de sodium

5.16.1. Objectif

Cette méthode d'essai concerne la détermination de la teneur en chlorure de sodium de la carboxymethylcellulose purifiée (> 98%).

5.16.2. Résumé de la méthode d'essai

La carboxyméthylcellulose de sodium est dissoute dans l'eau et titrée par potentiométrie avec une solution de nitrate d'argent. Le peroxyde d'hydrogène est ajouté pour réduire la viscosité de la solution.

5.16.3. Importance et utilisation

Cette méthode d'essai (avec l'humidité et de la teneur en glycolate de sodium) est utilisée pour calculer le degré de substitution de la carboxyméthylcellulose. Il doit être utilisé pour analyser les qualités de carboxyméthylcellulose de sodium hautement purifiées (>98%).

5.16.4. Matériel

5.16.4.1. pH-mètre permettant de lire les voltages (en mV), équipé d'une électrode d'argent et d'une électrode de référence au sulfate de mercure I saturée au sulfate de potassium.

5.16.4.2. Burette de 10 ml.

5.16.4.3. Balance de précision.

5.16.4.4. Erlenmeyer de 250 mL.

5.16.5. Réactifs

5.16.5.1. Peroxyde d'hydrogène concentré (30% en m/m) (H_2O_2).

5.16.5.2. Acide nitrique concentré (HNO_3) (□ 1,42).

5.16.5.3. Nitrate d'argent, solution étalon (0,1 N) - Dissoudre 17,0 g de nitrate d'argent ($AgNO_3$) dans 1 L d'eau. Conserver dans un flacon en verre ambré. Normaliser la solution comme suit : sécher le chlorure de sodium (NaCl) pendant 2 h à 120°C. Peser

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

0,65 g ± 0.0001 g, dans un bécher de 250 ml et ajouter 100 ml d'eau. Placer sur un agitateur magnétique, ajouter 10 ml d'HNO_3, et plonger les électrodes du pH-mètre. A l'aide d'une burette, ajouter par fraction de 0,25 mL la quantité théorique de solution de $AgNO_3$. Après chaque addition, attendre environ 30 secondes avant d'effectuer la lectures des voltages correspondants. En approchant du point final, diminuer les ajouts à 0,05 mL. Enregistrer le voltage (en millivolts) en fonction du volume (en mL) de la solution de titrage, continuer le titrage quelques mL au-delà du point final. Tracer les valeurs de potentiels obtenus, en fonction des volumes de solution titrée correspondants et déterminer le potentiel du point équivalent d'après le point singulier de la courbe obtenue. Calculer la normalité, *N*, comme suit :

- N = (A □ 1000) / (B □ 58,45)

où

A = NaCI utilisé en g,

B = solution ajoutée de AgNO3 en mL,

58,45 = masse moléculaire du NaCl en g,

5.16.5.4 Chlorure de sodium (NaCl, pureté □ 99%).

5.16.6. Méthode d'essai

5.16.6.1. Peser 5 g ± 0.0001 g d'échantillon, dans un bécher de 250 mL. Ajouter 50 mL d'eau et 5 mL de H_2O_2 (30%). Placer le bécher au dessus d'un bain marie, en remuant de temps pour parvenir à une solution fluide. Si la dissolution n'est pas atteinte après 20 min, ajouter 5 mL d'H_2O_2 et chauffer jusqu'à ce que la dissolution soit complète.

5.16.6.2. Refroidir le bécher, ajouter 100 mL d'eau et 10 mL d'HNO_3. Placez-le sur l'agitateur magnétique et titrer avec la solution de $AgNO_3$ 0,1 N (5.16.5.3) jusqu'au point d'équivalence.

5.16.7. Calcul

5.16.7.1. Calculer la teneur en chlorure de sodium, *C* (en %), comme suit:

- C = (AN □ 584,5) / [G □ (100 - B)]

où :

A = volume de solution de $AgNO_3$ solution ajoutée (en mL) ;

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

N = Normalité de la solution de $AgNO_3$;

G = poids d'échantillon utilisé (en g),

B = humidité, déterminée extemporanément (en %), conformément au paragraphe 5.14 et 584,5 = masse moléculaire de NaCI □ 10 (en g).

5.17. Degré de substitution

5.17.1. Objectif

Cette méthode sert à déterminer le degré d'étherification (de substitution) des carboxyméthylcellulose utilisée.

5.17.2. Résumé de la méthode d'essai

La carboxyméthylcellulose préalablement purifiée est minéralisée en présence d'acide sulfurique. Le poids de sulfate de sodium résiduel permet de connaître la teneur en sodium et par là le degré de substitution.

5.17.3. Importance et utilisation

Cette méthode d'essai sert à déterminer le nombre de groupes substituants ajoutés au squelette de cellulose de base.

5.17.4. Matériel

5.17.4.1. Fiole conique de 500 mL.

5.17.4.2. Balance de précision.

5.17.4.3. Filtre en verre fritté.

5.17.4.4. Fiole à vide.

5.17.4.5. Creuset en porcelaine.

5.17.4.6. Etuve à 110°C.

5.17.4.7. Dessiccateur

5.17.4.8. Bec Bunsen ou four à moufle à 600°C.

5.17.5. Réactifs

5.17.5.1. Méthanol ou éthanol (pureté □ 98%)

5.17.5.2. Nitrate d'argent ($AgNO_3$) 0,1N

5.17.5.3. Acétone (pureté □ 99%)

5.17.5.4. Acide sulfurique (pureté □ 96%)

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

5.17.5.5. Carbonate d'ammonium (NH_4HCO_3)

5.17.6. Préparation de l'échantillon

(Cette étape n'est pas nécessaire s'il est avéré que l'échantillon contient au moins 99,5% de carboxyméthylcellulose) Peser 5 g de l'échantillon ± 0,1 mg, et le transférer dans une fiole conique de 500 mL. Ajouter 350 mL de méthanol ou d'éthanol (80% en volume). Agiter la suspension pendant 30 min. A l'aide d'une fiole à vide, filtrer sur verre fritté doux. A la fin de la filtration, éviter d'aspirer de l'air à travers le rétentat. Répétez le traitement jusqu'à ce que l'essai au nitrate d'argent 0,1 N pour les ions chlorures soit négatif pour les filtrats. Normalement, trois lavages sont suffisants. Transférer la carboxyméthylcellulose dans le même creuset. Eliminer les traces d'alcool en rinçant avec de l'acétone. Laisser l'acétone s'évaporer à l'air (sous une hotte) puis dans une étuve à 110°C jusqu'à poids constant. Peser la première fois après deux heures. Refroidir le creuset à chaque fois dans un dessiccateur et faire attention lors de la pesée au fait que la carboxyméthylcellulose sodique est légèrement hygroscopique.

5.17.7. Méthode d'essai

Dans un creuset de porcelaine préalablement taré, peser 2 g ± 0,1 mg, de substance séchée selon la préparation ci-dessus. Carboniser au bec Bunsen, au départ, soigneusement avec une petite flamme et par la suite pendant 10 min, avec une grande flamme. Refroidir, puis verser 3 à 5 mL d'acide sulfurique concentré sur le résidu. Chauffer à la flamme jusqu'à ce que le dégagement de fumée soit terminé. Après refroidissement ajouter environ 1 g de carbonate d'ammonium en versant la poudre sur l'ensemble du contenu du creuset. Chauffer à nouveau, d'abord avec une petite flamme jusqu'à ce que le dégagement de fumée soit fini puis au rouge profond pendant 10 min. Répétez le traitement à l'acide sulfurique et au carbonate d'ammonium si le sulfate de sodium résiduel contient toujours du carbone. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur et peser. Au lieu d'ajouter du carbonate d'ammonium et de chauffer à la flamme, le creuset peut être placé pendant une heure dans un four à environ 600°C.

5.17.8. Calculer la teneur en sodium de l'échantillon extrait à l'alcool par la formule :

$$\%\ sodium = \frac{a \times 32.38}{b}$$

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

a = poids du sulfate de sodium résiduel

b = poids de l'échantillon extrait à l'alcool sec

5.17.9. Calculer le degré de substitution par la formule:

$$Degré\ de\ substitution = \frac{162 \times\ \%\ sodium}{2300 - (80 \times \%sodium)}$$

5.18. Composition en carboxyméthylcellulose

Calculer le pourcentage de carboxyméthylcellulose de sodium dans l'échantillon en soustrayant de 100% la somme des pourcentages de sodium et de chlorure de sodium glycolate (glycolate libre), déterminés séparément par les procédures ci-dessus.

Teneur en carboxyméthylcellulose (en%) = 100 – (% NaCl + % glycolate de sodium)

5.19. Mesure de la viscosité

5.19.1. Objectif

5.19.1.1. Il s'agit d'une méthode d'essai destinée à déterminer la viscosité de solutions aqueuses de carboxyméthylcellulose dans la limite de 10 à 10 000 mPa.s^{-1} à 25°C.

5.19.1.2. La concentration utilisée pour l'essai doit être telle que la détermination de la viscosité de la solution sera possible dans les limites du test.

5.19.1.3. Le résultats de la mesure de la viscosité de la carboxyméthylcellulose par la présente méthode d'essai n'est pas nécessairement identique aux résultats obtenus avec d'autres types d'instruments utilisés pour les mesures de viscosité.

5.19.1.4. Les déterminations sont calculés sur un poids sec, ce qui impose de connaître le taux d'humidité de la carboxyméthylcellulose (voir §5.14).

5.19.1.5. Les mobiles Brookfield (spindles) et les vitesses indiquées dans le tableau 1 sont recommandées, mais peuvent être adaptées pour plus de commodité.

TABLEAU 1 : Mobiles et vitesses requises par le viscosimètre

Domaine de viscosité, (en mPa.s^{-1})	mobile n°	vitesse (en tr.min^{-1})	Echelle	Facteur

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

10 to 100	1	60	100	1
100 to 200	1	30	100	2
200 to 1000	2	30	100	10
1000 to 4000	3	30	100	40

5.19.2. Intérêt et utilisation

Cette méthode d'essai permet d'estimer le poids moléculaire des carboxymethylcellulose

5.19.3. Matériel

5.19.3.1. Viscosimètre de type Brookfield.

5.19.3.2. Récipient en verre, d'environ 64 mm (2 ½ in) de diamètre et 152 mm (6 in) de haut, à bord droit, capacité de 340 g (12 oz).

5.19.3.3. Balance de précision

5.19.3.4. Agitateurs mécaniques avec une pale en acier inoxydable fixé à un moteur à vitesse variable capable de fonctionner à 900 ± 100 $tr.min^{-1}$ sous différentes conditions de charge.

5.19.3.5. Bain-marie, à 25°C ± 0,5°C.

5.19.3.6. Thermomètre de précision capable de lire des températures dans la gamme 20 à 30°C ± 0,1°C.

5.19.4. Méthode d'essai

5.19.4.1. détermination de l'humidité selon le § 5.14.

5.19.4.2. Calculer le poids sec de l'échantillon, *M,* en grammes nécessaire pour préparer 240 g de la solution d'essai comme suit :

- M = 100 A / (100 - B)

où:

A = masse sèche souhaitée de l'échantillon en g, et

B = le taux d'humidité de l'échantillon en %.

5.19.4.3. Calculer la quantité d'eau distillée comme suit:

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009

- V = 240 – S

où:

V = volume d'eau distillée en mL et

S = masse de l'échantillon en g.

5.19.4.4. Ajouter la quantité d'eau calculée dans le récipient. La position de l'agitateur doit permettre un débattement minimal entre les pales et le fond du récipient.

5.19.4.5. Démarrer lentement l'agitation et ajouter la carboxyméthylcellulose. Ajustez la vitesse en remuant à environ 900 ± 100 $tr.min^{-1}$ et mélanger pendant 2 h. Ne pas laisser l'agitation dépasser 1200 $tr.min^{-1}$ car des vitesses plus élevées ont tendance à affecter la viscosité de certaines carboxyméthylcellulose.

REMARQUE: Si l'échantillon est ajouté trop rapidement, une agglomération va se produire. Qui pourrait empêcher la dissolution complète de l'échantillon dans le temps indiqué.

5.19.4.6. Arrêter l'agitation et transférer le récipient contenant l'échantillon dans le bain marie jusqu'à température constante (environ une heure). Vérifier la température de l'échantillon avec un thermomètre au bout d'une heure et veiller à ce que la température d'essai ait été atteinte.

5.19.4.7. Enlever le récipient contenant l'échantillon du bain marie et agiter vigoureusement pendant 10 s. Mesurer de la viscosité avec le viscosimètre Brookfield, en choisissant le mobile et la vitesse selon le tableau 1. Laisser le mobile tourner pendant trois minutes avant d'effectuer la lecture.

5.19.5. Calcul

28.1 Calculer la viscosité, *V*, en millipascals par seconde ($mPa.s^{-1}$) comme suit:

- V = lecture □ facteur

5.19.6. Expression du résultat

Exprimer le résultat de la viscosité Brookfield à 25°C, en indiquant la concentration de la solution le mobile et la vitesse de mobile utilisés.

Exemplaire certifié conforme Zagreb, 3 juillet 2009
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Frederico CASTELLUCCI

© OIV 2009