
**Liants pour peintures et vernis —
Détermination de la viscosité des solutions
de nitrate de cellulose industrielles et
classification de ces solutions**

*Binders for paints and varnishes — Determination of the viscosity of
industrial cellulose nitrate solutions and classification of such solutions*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14446:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e4048c7-dfaa-4b88-a2d0-fb0025d83f07/iso-14446-1999>



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 3.

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.

La Norme internationale ISO 14446 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14446:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e4048c7-dfaa-4b88-a2d0-fb0025d83f07/iso-14446-1999>

© ISO 1999

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Liants pour peintures et vernis — Détermination de la viscosité des solutions de nitrate de cellulose industrielles et classification de ces solutions

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination de la viscosité du nitrate de cellulose industriel, habituellement désigné sous le nom de nitrocellulose, dont la teneur en azote peut varier entre 10,7 % en masse et 12,6 % en masse, en fonction du type.

Elle établit également un système de classification des solutions de nitrate de cellulose industrielles (voir annexe A) qui est fondé sur des mesurages de viscosité effectués à l'aide de cette méthode. L'emploi d'un mode opératoire normalisé conduit à des types «normalisés» et évite des différences dans la classification qui pourraient être dues au fait qu'il existe plusieurs manières de déterminer la viscosité et une large variété de solvants disponibles.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 2811-1:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*.

ISO 2811-2:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 2: Méthode par immersion d'un corps (plongeur)*.

ISO 2811-3:1997, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 3: Méthode par oscillation*.

ISO 12058-1:1997, *Plastiques — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre à chute de bille incliné — Partie 1: Méthode du tube incliné*.

ISO 15528:—¹⁾, *Peintures et vernis — Échantillonnage*.

3 Principe

Le nitrate de cellulose est dissous dans un mélange acétone/eau à une concentration qui dépend du type de nitrate de cellulose concerné. La masse volumique de la solution est déterminée à l'aide d'un pycnomètre et la viscosité à l'aide d'un viscosimètre à chute de bille de Höppler. La viscosité dynamique de la solution est calculée à partir des résultats obtenus.

1) À publier. (Révision de l'ISO 842:1984 et de l'ISO 1512:1991)

4 Appareillage et réactifs

Matériel courant de laboratoire, et

4.1 Viscosimètre à chute de bille, comme spécifié dans l'ISO 12058-1, avec une bille n° 4.

4.2 Thermostat, permettant de maintenir le bain thermostatique du viscosimètre à chute de bille à une température de $(20 \pm 0,1)$ °C.

4.3 Chronomètre, précis à $\pm 0,1$ s.

4.4 Étuve, pouvant être thermorégulée à (65 ± 2) °C, avec un système de sécurité pour ne pas dépasser cette température.

4.5 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près.

4.6 Agitateur oscillateur ou rotatif pour flacons.

4.7 Pycnomètre, de 25 ml de capacité, comme spécifié dans l'ISO 2811-1, ou **plongeur**, comme spécifié dans l'ISO 2811-2, ou **oscillateur**, comme spécifié dans l'ISO 2811-3.

4.8 Vase à peser, de 250 ml de capacité, comportant une large ouverture et un couvercle.

4.9 Verre de montre, ou **boîte de Petri**.

4.10 Mélange acétone/eau, contenant $(5 \pm 0,2)$ % en masse d'eau. La teneur en eau du mélange doit être vérifiée en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 760.

5 Échantillonnage et préparation des échantillons pour l'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e4048c7-dfaa-4b88-a2d0-12c411410132>

AVERTISSEMENT — Pour des raisons de sécurité, il y a lieu de toujours humidifier le nitrate de cellulose avec de l'eau ou un liquide organique approprié, normalement de l'éthanol, de l'alcool isopropylique ou du butanol.

5.1 Prélever un échantillon représentatif du nitrate de cellulose à essayer, comme décrit dans l'ISO 15528.

5.2 Étaler l'échantillon humide en une fine couche sur un verre de montre ou dans une boîte de Petri et le chauffer dans l'étuve thermorégulée à (65 ± 2) °C jusqu'à masse constante. Celle-ci est atteinte lorsque les résultats de deux pesées effectuées à un intervalle de 30 min ne diffèrent pas de plus de 1 mg.

Pour des raisons de sécurité, la porte de l'étuve doit être laissée légèrement ouverte.

5.3 Laisser refroidir le nitrate de cellulose sec dans un dessiccateur et le maintenir dans le dessiccateur jusqu'à la pesée de la prise d'essai.

NOTE Le nitrate de cellulose est hygroscopique.

Ne pas stocker le nitrate de cellulose sec. Tout nitrate de cellulose sec non utilisé doit être réhumidifié.

6 Préparation de l'appareillage pour l'essai

6.1 Nettoyer avant emploi le viscosimètre, le pycnomètre, ou le plongeur, ou l'oscillateur et le vase à peser avec de l'acétone et les sécher dans un courant d'air sec propre.

Répéter ce mode de nettoyage avant chaque détermination.

6.2 Déterminer la constante *K* du viscosimètre (voir ISO 12058-1) à une température de $(20 \pm 0,1)$ °C avec un liquide de référence certifié. Répéter cette détermination de temps en temps.

7 Mode opératoire

7.1 Peser dans le vase à peser, à 1 mg près, une quantité de nitrate de cellulose sec suffisante pour déterminer la viscosité dynamique et la masse volumique. Si le type de nitrate de cellulose dans l'échantillon est connu, ajouter la quantité d'acétone nécessaire pour obtenir la concentration requise pour le type particulier de nitrate de cellulose (voir Tableau A.1) et fermer le vase à peser. Si le type de nitrate de cellulose n'est pas connu, effectuer une estimation de la quantité d'acétone nécessaire.

7.2 Agiter le vase à peser durant 6 h à une température de (20 ± 5) °C pour dissoudre le nitrate de cellulose. Si le nitrate de cellulose n'est pas complètement dissous après ce temps, rejeter la solution.

7.3 Déterminer immédiatement, à 0,1 s près, le temps de chute en utilisant la méthode du viscosimètre à chute de bille décrite dans l'ISO 12058-1; effectuer l'opération quatre fois à une température de $(20 \pm 0,1)$ °C, en utilisant une bille n° 4.

Les temps de chute ne doivent pas différer de plus de 0,5 s.

7.4 Déterminer la masse volumique à partir d'une autre portion de la solution d'essai, à l'aide d'un pycnomètre en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 2811-1, ou d'un plongeur en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 2811-2, ou d'un oscillateur en utilisant la méthode décrite dans l'ISO 2811-3.

7.5 Si le type de nitrate de cellulose dans l'échantillon n'est pas connu, effectuer deux autres déterminations en utilisant des solutions d'essai dont les concentrations conduiront à des viscosités de plus en plus proches de (400 ± 25) mPa·s.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Expression des résultats

8.1 La viscosité dynamique η , exprimée en millipascals secondes, est donnée par l'équation suivante:

$$\eta = K (\rho_1 - \rho_2) \times t$$

ISO 14446:1999
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8c4048c7-dfaa-4b88-a2d0-fb0025d83f07/iso-14446-1999>

où

K est la constante du viscosimètre, en millipascals secondes centimètres cubes par gramme seconde [mPa·s·cm³/(g·s)] (voir ISO 12058-1:1997, Tableau 1);

ρ_1 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la bille;

ρ_2 est la masse volumique, en grammes par centimètre cube, de la solution de nitrate de cellulose;

t est le temps de chute, en secondes, de la bille.

8.2 Afin de déterminer le type de nitrate de cellulose dans un échantillon pour lequel ledit type n'est pas connu, on trace une courbe de la concentration en fonction de la viscosité pour les trois déterminations effectuées (voir 7.5) et lire la concentration correspondant à une viscosité de (400 ± 25) mPa·s. La connaissance de la teneur en azote permettra de lire la désignation d'après le Tableau A.1.

9 Fidélité

Les données de fidélité suivantes ont été reprises de l'ISO 12058-1.

9.1 Limite de répétabilité (r)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats obtenus sur un même produit, par un même opérateur dans un même laboratoire, en employant le même appareillage dans un court intervalle de temps et en appliquant la méthode normalisée, est 0,5 %.

9.2 Limite de reproductibilité (*R*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats obtenus sur un produit identique, par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 2 %.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 14446);
- c) la concentration de nitrate de cellulose dans la solution d'essai, en pourcentage en masse;
- d) le résultat de l'essai, comme indiqué dans l'article 8;
- e) les détails de tout incident susceptible d'avoir influé sur le résultat;
- f) tout écart par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- g) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14446:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e4048c7-dfaa-4b88-a2d0-fb0025d83f07/iso-14446-1999>

Annexe A (normative)

Système de classification du nitrate de cellulose industriel

Le système de classification du nitrate de cellulose industriel comprend deux éléments (voir Tableau A.1):

- un nombre indiquant la concentration de la solution requise pour conduire à une viscosité de (400 ± 25) mPa·s, suivi
- d'une lettre identifiant le solvant dans lequel le nitrate de cellulose est soluble (correspondant à la teneur en N_2), c'est-à-dire:
 - E dans le cas d'une qualité soluble dans les esters (teneur en N_2 d'environ 11,8 % à 12,3 %);
 - M dans le cas d'une qualité moyennement soluble (teneur en N_2 d'environ 11,3 % à 11,8 %);
 - A dans le cas d'une qualité soluble dans les alcools (teneur en N_2 d'environ 10,7 % à 11,3 %).

Étant donné que les solutions de nitrate de cellulose ont un comportement non newtonien, les résultats de mesurages de viscosité effectués sur des solutions de différents types de nitrate de cellulose ne sont donc comparables que s'ils s'appliquent à la même plage réduite de viscosité et à la même vitesse de cisaillement.

La plage de viscosité de (400 ± 25) mPa·s a été choisie, car les solutions ayant une telle viscosité sont commodément à préparer, ne nécessitent que de relativement petites quantités de nitrate de cellulose, et leurs concentrations correspondent à celles qui sont utilisées dans de nombreuses applications pratiques.

Il existe une méthode pratique de détermination de la viscosité utilisant le viscosimètre à chute de bille incliné de Höppler.

Tous les mesurages sont effectués sur des solutions préparées en utilisant, comme solvant, un mélange de 95 % en masse d'acétone et de 5 % en masse d'eau.

EXEMPLE Un nitrate de cellulose soluble dans les esters qui, lorsqu'il est dissous dans le mélange solvant susmentionné à une concentration de 24 % en masse, conduit à une viscosité de (400 ± 25) mPa·s est désigné type 24E.

Une viscosité dynamique autre que (400 ± 25) mPa·s peut être convenue entre les parties intéressées, mais elle doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

Tableau A.1 — Classification des solutions de nitrate de cellulose en fonction de la concentration de la solution d'essai qui conduit à une viscosité de (400 ± 25) mPa·s

Concentration de la solution d'essai % en masse ^a	Classification par type ^b		
	Soluble dans les esters	Moyennement soluble ^c	Soluble dans les alcools
3			
4	Type 4E		
5			
6			
7	Type 7E		
8	Type 8E		
9	Type 9E		
10			
11			
12	Type 12E	Type 12M	
13			
14		Type 14M	
15	Type 15E		Type 15A
16		Type 16M	
17		Type 17M	
18		Type 18M	
19		Type 19M	
20			
21	Type 21E	Type 21M	
22	Type 22E		
23			Type 23A
24	Type 24E	Type 24M	
25			
26		Type 26M	
27	Type 27E	Type 27M	Type 27A
28	Type 28E		
29		Type 29M	
30			Type 30A
31			
32	Type 32E	Type 32M	
33			
34	Type 34E	Type 34M	
35			
36		Type 36M	
37			
38	Type 38E		

^a De nitrate de cellulose sec.

^b Les désignations présentées sont des exemples de types caractéristiques et n'excluent pas d'autres types.

^c Le nitrate de cellulose moyennement soluble est normalement utilisé dans les encres d'imprimerie et pour le revêtement de cellophane.

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

ISO 14446:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e4048c7-dfaa-4b88-a2d0-fb0025d83f07/iso-14446-1999>