

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
638-2

ISO/TC 6

Secrétariat: SCC

Début de vote:
2021-10-25

Vote clos le:
2022-01-17

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

Partie 2:
**Suspensions de nanomatériaux
cellulosiques**

*iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itteh.ai)*
<https://standards.itteh.ai/catalog/standards/sst/8e875040-4a75-404a-b900-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2>
ISO/FDIS 638-2
*Paper, board, pulps and cellulosic nanomaterials — Determination of
dry matter content by oven-drying method —
Part 2: Suspensions of cellulosic nanomaterials*

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 638-2:2021(F)

© ISO 2021

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 638-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Appareillage	2
6 Échantillonnage	3
7 Préparation des éprouvettes	3
8 Mode opératoire	3
9 Calcul et expression des résultats	5
10 Fidélité	5
11 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Calcul de la teneur en eau	6
Annexe B (informative) Fidélité	7
Bibliographie	9

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 638-2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 172, *Pâtes, papier et carton*, du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 638:2021), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- mise à jour rédactionnelle;
- ajout d'une note dans le [Tableau B.2](#).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 638 peut être consultée sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/members.html.

Introduction

La détermination de la teneur en matières sèches et la détermination de la teneur en eau n'ont pas le même objectif.

Le présent document est utilisé lorsque la teneur en matières sèches est nécessaire pour calculer les résultats d'une analyse chimique ou d'essais physiques, ou pour déterminer la teneur en eau de suspensions de nanomatériaux cellulosiques.

L'ISO 638-1^[1] porte sur la détermination de la teneur en matières sèches ou en humidité des papiers, cartons, pâtes et nanomatériaux cellulosiques sous forme solide, qui peuvent tous être produits à partir de matériaux vierges et/ou recyclés.

L'ISO 287^[2] est utilisée dans le but de déterminer l'humidité moyenne d'un lot de papier et de carton et la variation de cette teneur (valeurs maximale et minimale). Dans la transformation du papier et du carton, la teneur en humidité est importante car elle peut influencer sur les processus tels que l'impression ou la reprographie. La teneur en humidité peut également avoir une influence sur le tuilage et la stabilité dimensionnelle.

L'ISO 4119^[3] est utilisée dans des méthodes de laboratoire ou lorsqu'on y fait référence dans d'autres Normes internationales dans lesquelles la concentration en pâte de suspensions aqueuses de pâte doit être déterminée.

L'ISO 801 (toutes les parties)^[4] spécifie la méthode de détermination de la masse marchande des lots.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 638-2](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 638-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54da5a3e2/iso-fdis-638-2>

Papiers, cartons, pâtes et nanomatériaux cellulosiques — Détermination de la teneur en matières sèches par séchage à l'étuve —

Partie 2: Suspensions de nanomatériaux cellulosiques

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode par séchage à l'étuve pour la détermination de la teneur en matières sèches dans des suspensions de nanomatériaux cellulosiques. La méthode est applicable aux suspensions de nanomatériaux cellulosiques ne contenant pas des quantités appréciables de matières autres que l'eau, volatiles à la température de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Elle est utilisée, par exemple, dans le cas d'échantillons de suspensions de nanomatériaux cellulosiques prélevés en vue d'analyses chimiques et d'essais physiques effectués en laboratoire lorsqu'il faut procéder à la détermination simultanée de la teneur en matières sèches.

NOTE Le présent document détermine la teneur totale en matières sèches, d'un échantillon, y compris tout solide dissous. Pour obtenir la teneur en matériaux cellulosiques sans solides dissous, ces derniers sont éliminés avant de mesurer la teneur en matières sèches, par exemple par lavage ou dialyse, en prenant soin de conserver l'ensemble des matériaux cellulosiques.

2 Références normatives

ISO/FDIS 638-2

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e875040-4a75-404a-b000-d2e54d2523e2/iso-fdis-638-2>

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

3.1

nanomatériau cellulosique

NMC

matériau principalement composé de cellulose dont toutes les dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.5), ou matériau dont la structure interne ou de surface, principalement composée de cellulose, est à l'échelle nanométrique

Note 1 à l'article: Les termes «nanocellulose (NC)» et «nanomatériau à base de cellulose (NMC)» sont des variantes du terme «nanomatériau cellulosique (NMC)».

Note 2 à l'article: Certains nanomatériaux cellulosiques peuvent être composés de cellulose chimiquement modifiée.

[SOURCE: ISO/TS 20477:2017, 3.3.1, modifié — «ou matériau dont la structure interne ou de surface, principalement composée de cellulose, est à l'échelle nanométrique» est supprimé de la définition; «cellulose» est remplacé par «cellulosique»; la Note 3 à l'article est supprimée.]

3.2

masse constante

<récipient> masse atteinte par un récipient après séchage jusqu'à ce que la différence entre deux séchages et pesées successifs ne dépasse pas une fraction massique spécifiée de l'éprouvette après séchage

3.3

masse constante

<éprouvette> masse atteinte par une éprouvette (3.7) après séchage jusqu'à ce que la différence entre deux séchages et pesées successifs, séparés dans le temps d'au moins la moitié de la durée de séchage initiale, ne dépasse pas une fraction massique spécifiée de l'éprouvette après séchage

3.4

teneur en matières sèches

rapport de la masse d'une éprouvette (3.7), après séchage jusqu'à *masse constante* (3.3) à une température de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ dans des conditions spécifiées, à sa masse avant séchage

Note 1 à l'article: La teneur en matières sèches s'exprime généralement sous forme de fraction massique, en pourcentage.

3.5

échelle nanométrique

échelle de longueur s'étendant approximativement de 1 nm à 100 nm

Note 1 à l'article: Les propriétés qui ne constituent pas des extrapolations par rapport à des dimensions plus grandes sont principalement manifestes dans cette échelle de longueur.

[SOURCE: ISO/TS 80004-1:2015, 2.1]

(standards.iteh.ai)

3.6

suspension

mélange hétérogène de matériaux comprenant un liquide et un matériau solide finement dispersé

Note 1 à l'article: Plus la concentration des nanomatériaux cellulosiques augmente, plus la suspension devient visqueuse et passe d'un liquide à un gel.

Note 2 à l'article: En cas de nanomatériaux cellulosiques, un matériau avec une concentration de 1 % à 5 % en fraction massique se présente généralement sous la forme d'un gel en fonction du type de nanomatériau cellulosique. Au-delà de ces concentrations, le matériau peut se présenter sous forme solide, par exemple sous forme de poudre.

[SOURCE: ISO/TS 80004-6:2021, 3.13, modifié — Notes 1 et 2 à l'article ajoutées.]

3.7

éprouvette

partie de l'échantillon sur laquelle l'essai est réalisé

4 Principe

Des éprouvettes prélevées sur des échantillons de nanomatériaux cellulosiques sous forme de suspension sont pesées avant et après séchage à masse constante.

La teneur en matières sèches est calculée d'après la masse de l'éprouvette avant et après séchage.

5 Appareillage

5.1 **Balance**, permettant une lecture à 0,1 mg.

5.2 **Récipients**, étanches à la vapeur d'eau, munis de couvercles s'adaptant hermétiquement, et fabriqués dans un matériau (verre ou plastique par exemple) inaltérable dans les conditions d'essai.

5.3 Étuve, permettant de maintenir la température à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, et convenablement ventilée.

5.4 Dessiccateur.

6 Échantillonnage

Il faut veiller à ce que la méthode soit adaptée au matériau échantillonné et s'assurer que les éprouvettes soient représentatives de l'échantillon disponible. Il n'est pas recommandé de filtrer les échantillons dilués pour les concentrer avant l'échantillonnage car cela peut entraîner une perte de matériau cellulosique. La méthode d'échantillonnage utilisée doit être consignée conformément à c) de l'[Article 11](#) Rapport d'essai.

Dans tous les cas, des précautions particulières doivent être prises pour éviter toute variation de la teneur en eau du matériau soumis à l'essai.

7 Préparation des éprouvettes

Protéger les éprouvettes de l'évaporation. Ne pas manipuler les éprouvettes à mains nues. Manipuler les éprouvettes et les récipients de pesée avec des gants propres et secs en caoutchouc ou en polyéthylène ou des outils adaptés (par exemple des pinces). Pour la détermination de la teneur en matières sèches des échantillons de nanomatériaux cellulosiques à réception, placer chaque éprouvette immédiatement après prélèvement dans un récipient taré et fermer celui-ci immédiatement.

Préparer au moins deux éprouvettes pour chaque échantillon.

Utiliser une quantité suffisante d'éprouvettes pour s'assurer qu'il reste au minimum 20 mg de matériau solide après séchage. Par exemple, l'exigence conduit à une masse d'éprouvette supérieure à 4 g pour un échantillon à 0,5 % en masse, 2 g pour un échantillon à 1 % en masse, 1 g pour un échantillon à 2 % en masse et 0,4 g pour un échantillon à 5 % en masse.

Pour les échantillons dilués, il peut être nécessaire d'utiliser plusieurs prises d'essai de l'échantillon, qui sont alors séchées consécutivement avec la ou les prises d'essai préalablement séchées dans le même récipient, afin d'obtenir un résidu total d'au moins 20 mg. Elles peuvent être placées dans des récipients de grand diamètre pour accélérer le séchage.

Lorsqu'il est nécessaire d'éviter un chauffage prolongé d'échantillons thermosensibles susceptibles de se décomposer (par exemple nanocristaux à base de cellulose acides) ou de volumes importants de suspension, il est possible de soumettre l'éprouvette à une lyophilisation avant le séchage à l'étuve. Placer le récipient renfermant l'éprouvette dans un appareil de congélation approprié jusqu'à congélation complète de l'éprouvette, puis placer le récipient/l'éprouvette dans un appareil de lyophilisation conformément aux instructions du fabricant jusqu'à siccité complète de l'éprouvette. Retirer l'éprouvette de l'appareil de lyophilisation et passer à l'étape suivante.

8 Mode opératoire

Les étapes suivantes doivent être appliquées sur les éprouvettes préparées.

8.1 Effectuer toutes les mesures selon les prescriptions de la balance ([5.1](#)).

8.2 Sécher de manière répétée un récipient ([5.2](#)) dans une étuve ([5.3](#)) à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et refroidir dans un dessiccateur ([5.4](#)) de sorte que la différence entre deux séchages et pesées consécutifs du récipient ne dépasse pas 1 % de la masse de l'éprouvette après séchage, obtenue en [8.13](#). La masse constante est définie comme étant la masse du récipient.

NOTE 1 Lorsque la valeur nominale de la teneur en matières sèches de l'échantillon est donnée, il peut être pratique d'utiliser la valeur nominale pour estimer la variation de masse constante requise du récipient en vue d'analyses ultérieures.

NOTE 2 Il peut être pratique d'utiliser une teneur en matières sèches déterminée rapidement pour estimer la variation de masse constante requise du récipient en vue d'analyses ultérieures.

8.3 Après avoir placé une éprouvette de masse appropriée dans le récipient, peser le récipient fermé renfermant l'éprouvette.

8.4 Calculer la masse de l'éprouvette dans le récipient fermé et la définir comme étant la masse de l'éprouvette avant séchage.

8.5 Si nécessaire, soumettre le récipient renfermant l'éprouvette à un traitement préalable, par exemple à une lyophilisation comme décrit à l'[Article 7](#). Ouvrir le récipient et le placer avec l'éprouvette et son couvercle dans l'étuve.

8.6 Chauffer le récipient et l'éprouvette jusqu'à siccité à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Il est possible de vérifier la siccité visuellement lors de l'établissement d'une durée de séchage initiale appropriée. Pour les éprouvettes aqueuses, la durée de séchage initiale varie en fonction du volume à évaporer.

8.7 Après le séchage, couvrir le récipient de son couvercle et laisser l'éprouvette refroidir dans le dessiccateur ([5.4](#)).

8.8 Après refroidissement, égaliser les pressions de l'air à l'intérieur et à l'extérieur du récipient en entrouvrant et en refermant rapidement le couvercle.

8.9 Peser le récipient fermé contenant l'éprouvette.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.10 Calculer la masse de l'éprouvette dans le récipient fermé.

8.11 L'éprouvette est considérée comme ayant atteint la masse constante lorsque la différence entre deux pesées successives après séchage à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ ne dépasse pas 1 % de la masse de l'éprouvette après cette durée de séchage.

8.12 La durée du séchage entre deux pesées successives doit être au moins égale à la moitié de la durée minimale de séchage initiale. Pendant ces périodes, n'introduire aucune nouvelle éprouvette dans l'étuve. Il convient que la durée de séchage initiale, même pour les échantillons à forte teneur en humidité, ne soit pas supérieure à 16 h.

Il faut veiller à ce que les éprouvettes thermosensibles ne soient pas carbonisées (noircies) durant le séchage. Il convient de ne pas soumettre ces éprouvettes à un chauffage plus long que nécessaire suivant la pesée initiale après obtention de la siccité «visuelle». Une lyophilisation comme décrit à l'[Article 7](#) peut également être utilisée pour éviter toute décomposition par chauffage prolongé.

8.13 Répéter les étapes [8.5](#) à [8.12](#) jusqu'à obtention d'une masse constante. Lorsqu'une masse constante est atteinte, elle est définie comme étant la masse de l'éprouvette après séchage.

8.14 Si la variation de masse du récipient obtenue en [8.2](#) est supérieure à 1 % de la masse de l'éprouvette après séchage, utiliser un récipient plus petit et/ou une éprouvette plus grande, et répéter les étapes [8.2](#) à [8.13](#).

8.15 Répéter les étapes [8.2](#) à [8.14](#) pour réaliser deux déterminations, ou autant que mentionné dans le protocole d'essai pour lequel la teneur en matières sèches doit être déterminée.

8.16 Il convient que les résultats des déterminations parallèles de la teneur en matières sèches ne s'écartent pas de plus de 2 % de la valeur moyenne. Sinon, il est recommandé de passer en revue