

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8985

Première édition
1989-09-01

**Plastiques — Copolymères éthylène/acétate de
vinyle (E/VAC) thermoplastiques — Dosage de
l'acétate de vinyle**

*Plastics — Ethylene/vinyl acetate copolymer (E/VAC) thermoplastics —
Determination of vinyl acetate content*



Numéro de référence
ISO 8985 : 1989 (F)

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 projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 8985 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Plastiques — Copolymères éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) thermoplastiques — Dosage de l'acétate de vinyle

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux catégories de méthodes pour le dosage de l'acétate de vinyle (VAC) dans les copolymères éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) en vue de leur désignation conformément à l'ISO 4613-1: l'une dite « méthodes de référence », l'autre « méthodes de contrôle ».

Les « méthodes de référence » sont utilisées pour l'étalonnage de la méthode utilisée pour le dosage de l'acétate de vinyle dans les copolymères éthylène/acétate de vinyle.

Les « méthodes de contrôle » sont d'autres méthodes qui peuvent être utilisées pour la détermination si elles sont étalonnées à l'aide de l'une des méthodes de référence décrites dans l'article 3 et si elles montrent une certaine répétabilité admissible.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4613-1 : 1985, *Plastiques — Thermoplastiques à base de copolymères éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) — Partie 1: Désignation.*

ISO 4799 : 1978, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants.*

3 Méthodes de référence

3.1 Méthode de référence 1: Hydrolyse et titrage en retour

3.1.1 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans le xylène et les radicaux acétates sont hydrolysés par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium. Un excès d'acide sulfurique ou chlorhydrique est

ajouté. L'acide est titré en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium, en présence de phénolphthaléine comme indicateur.

3.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnu, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.1.2.1 Xylène.

3.1.2.2 **Acide sulfurique**, solution à environ 5 g/l, ou **acide chlorhydrique**, solution à environ 3,7 g/l.

3.1.2.3 **Hydroxyde de potassium**, solution éthanolique à environ 5,6 g/l.

Dissoudre 5,6 g d'hydroxyde de potassium (KOH) solide dans 500 ml d'éthanol, compléter à 1 000 ml, laisser déposer jusqu'au lendemain et décanter la partie limpide de la solution.

3.1.2.4 **Hydroxyde de sodium**, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

3.1.2.5 **Phénolphthaléine**, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,7 g de phénolphthaléine dans 100 ml d'éthanol.

3.1.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.1.3.1 **Burette**, de 50 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de sodium (3.1.2.4)

3.1.3.2 **Pipette**, de 30 ml de capacité, pour la solution acide (3.1.2.2).

3.1.3.3 **Pipette**, de 25 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de potassium (3.1.2.3).

3.1.3.4 **Éprouvette**, de 50 ml de capacité, pour le xylène (3.1.2.1).

3.1.3.5 **Flûte conique**, de 250 ml ou 300 ml de capacité, munie d'un bouchon.

3.1.3.6 Bouteille compte-gouttes, pour la solution d'indicateur à la phénolphtaléine (3.1.2.5).

3.1.3.7 Réfrigérant à reflux, d'au moins 500 mm de longueur, conforme à l'ISO 4799.

3.1.3.8 Appareil de chauffage: bain de sable ou enveloppe chauffante, réglable à 200 °C.

3.1.3.9 Balance analytique, d'une justesse de 0,1 mg.

3.1.4 Mode opératoire

3.1.4.1 Détermination

3.1.4.1.1 Dans la fiole conique (3.1.3.5), peser, à 0,1 mg près, une quantité de copolymère sec, comme indiqué dans le tableau 1. La masse de chaque particule de l'échantillon doit être inférieure à environ 0,05 g.

Tableau 1

Teneur présumée en acétate de vinyle, $w(\text{VAC})$ % (m/m)	Masse approximative de la prise d'essai g
$w(\text{VAC}) < 10$	1
$10 < w(\text{VAC}) < 20$	0,5
$20 < w(\text{VAC}) < 40$	0,3
$40 < w(\text{VAC})$	0,2

Lors de l'analyse d'un échantillon inconnu, réaliser d'abord un essai préliminaire avec des conditions valables pour un copolymère contenant 20 % (m/m) à 40 % (m/m) d'acétate de vinyle.

3.1.4.1.2 Ajouter 50 ml de xylène (3.1.2.1) au contenu de la fiole conique et 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.1.2.3) à l'aide de la pipette (3.1.3.3). Chauffer la fiole, surmontée du réfrigérant à reflux (3.1.3.7), durant 2 h à l'aide de l'appareil de chauffage (3.1.3.8) réglé à 200 °C. Après hydrolyse complète, retirer la fiole de l'appareil de chauffage et laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 30 ml de la solution d'acide sulfurique ou chlorhydrique (3.1.2.2) à l'aide de la pipette (3.1.3.2), boucher la fiole et agiter vigoureusement. Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (3.1.2.5) et titrer l'excès d'acide, tout en agitant, avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.1.2.4).

3.1.4.2 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

3.1.5 Expression des résultats

3.1.5.1 La teneur en acétate de vinyle, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,8609 (V_1 - V_2) c_1}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.1.2.4) utilisé pour la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.1.2.4) utilisé pour l'essai à blanc;

c_1 est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (3.1.2.4);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.1.4.1.1);

0,8609 est la masse, en grammes, d'acétate de vinyle correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,100 \text{ mol/l}$.

3.1.5.2 Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 % (m/m), recommencer la détermination. Donner la moyenne arithmétique de deux déterminations.

3.1.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée;
- identification complète de l'échantillon;
- résultat exprimé conformément à 3.1.5.2.

3.2 Méthode de référence 2: Saponification et titrage potentiométrique

3.2.1 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans un mélange de xylène et d'hexanol-1 et les radicaux acétates sont hydrolysés par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium. De l'acétone est ajoutée pour éviter la précipitation de copolymère. L'excès d'alcali est titré avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, à l'aide d'un titrimètre potentiométrique.

3.2.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

3.2.2.1 Xylène, ou *p*-xylène.

3.2.2.2 Hexanol-1.

3.2.2.3 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique à environ 28 g/l.

3.2.2.4 Acétone.

3.2.2.5 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,3 \text{ mol/l}$.

3.2.2.6 Chlorure de lithium, solution éthanolique à 40 g/l.

3.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.2.3.1 Titrimètre potentiométrique, équipé d'une burette de 10 ml de capacité et graduée tous les 0,02 ml, d'un millivoltmètre ou autre type, d'une électrode de mesure en verre et d'une électrode de référence argent-chlorure d'argent, d'un pont de liaison et d'un bécher qui sont tous trois remplis de solution éthanolique de chlorure de lithium (3.2.2.6).

D'autres types de titrimètres potentiométriques peuvent être utilisés.

3.2.3.2 Éprouvette, de 50 ml de capacité, pour le xylène (3.2.2.1) et l'acétone (3.2.2.4).

3.2.3.3 Pipette, de 50 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de potassium (3.2.2.3).

3.2.3.4 Pipette, de 10 ml de capacité, pour l'hexanol-1 (3.2.2.2).

3.2.3.5 Fiole conique, de 100 ml de capacité, en verre chimiquement stable.

3.2.3.6 Réfrigérant à reflux, d'au moins 300 mm de longueur, conforme à l'ISO 4799.

3.2.3.7 Appareil de chauffage: bain de sable ou enveloppe chauffante, réglable à environ 200 °C.

3.2.3.8 Balance analytique, d'une justesse de 0,1 mg.

3.2.3.9 Agitateur magnétique.

3.2.4 Mode opératoire

3.2.4.1 Détermination

3.2.4.1.1 Dans la fiole conique (3.2.3.5), peser, à 0,1 mg près, une quantité de copolymère sec, comme indiqué dans le tableau 2. La masse de chaque particule de l'échantillon doit être inférieure à environ 0,05 g.

Tableau 2

Teneur présumée en acétate de vinyle, $w(\text{VAC})$ % (m/m)	Masse approximative de la prise d'essai g
$w(\text{VAC}) < 2$	1
$2 < w(\text{VAC}) < 5$	0,5
$5 < w(\text{VAC}) < 30$	0,2
$30 < w(\text{VAC})$	0,1

Lors de l'analyse d'un échantillon inconnu, réaliser d'abord un essai préliminaire avec des conditions valables pour un copolymère contenant 5 % (m/m) à 30 % (m/m) d'acétate de vinyle.

3.2.4.1.2 Ajouter 215 ml de xylène (3.2.2.1) au contenu de la fiole conique, 10 ml d'hexanol-1 (3.2.2.2) et 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.2.2.3). Chauffer la fiole, surmontée du réfrigérant à reflux (3.2.3.6), durant 30 min à l'aide de l'appareil de chauffage (3.2.3.7) réglé à la température d'ébullition. Après hydrolyse complète, retirer la fiole de l'appareil de chauffage et laisser refroidir durant 5 min à 6 min; introduire alors 35 ml d'acétone (3.2.2.4) par le haut du réfrigérant. Retirer le réfrigérant et placer la fiole sur l'agitateur magnétique (3.2.3.9). Plonger l'électrode en verre (3.2.3.1) et l'une des extrémités du pont de liaison (3.2.3.1) dans la fiole et plonger l'autre extrémité du pont de liaison et l'électrode de référence argent-chlorure d'argent (3.2.3.1) dans le bécher rempli avec la solution éthanolique de chlorure de lithium (3.2.2.6).

Réaliser le titrage potentiométrique avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2.2.5), jusqu'à la première décroissance de potentiel, tout en agitant. Verser la solution de titrage tout d'abord rapidement de la burette; à l'approche du point d'équivalence, la verser par 0,04 ml à 0,06 ml.

Lorsque le potentiel d'équilibre est atteint, lire la tension, en millivolts, du potentiomètre (3.2.3.1) ainsi que le volume ajouté.

NOTE — Le point final du titrage est déterminé par la plus grande variation du potentiel obtenue lors de l'introduction du volume de solution de titrage susmentionné. Dans le cas de deux fortes valeurs similaires de la variation, seule la première valeur est à retenir pour le point final. Celui-ci peut également être déterminé graphiquement.

3.2.4.2 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai. Établir la courbe de titrage. Le point moyen de la partie pointue de la courbe de titrage est pris comme le point final du titrage.

3.2.5 Expression des résultats

3.2.5.1 La teneur en acétate de vinyle, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{2,56 (V_3 - V_4) c_2}{m}$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2.2.5) utilisé pour l'essai à blanc;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2.2.5) utilisé pour la détermination;

c_2 est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2.2.5);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.2.4.1.1);

2,56 est la masse, en grammes, d'acétate de vinyle correspondant à 1,00 ml de solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,300 \text{ mol/l}$.

3.2.5.2 Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 % (*m/m*), recommencer la détermination. Donner la moyenne arithmétique de deux déterminations.

3.2.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée;
- identification complète de l'échantillon;
- résultat exprimé conformément à 3.2.5.2.

4 Méthodes de contrôle (Exemples)

4.1 Méthode par spectrométrie infrarouge

4.1.1 Principe

La teneur en acétate de vinyle est déterminée par spectrométrie infrarouge. Cette méthode consiste à déterminer le rapport des absorbances des bandes $\nu(\text{CH}_2)$ à $2\,678\text{ cm}^{-1}$ et $2\nu(\text{CO})$ à $3\,460\text{ cm}^{-1}$ d'un film d'E/VAC d'épaisseur comprise entre $50\text{ }\mu\text{m}$ et $300\text{ }\mu\text{m}$. Le rapport des absorbances est converti en teneur en acétate de vinyle en utilisant une courbe d'étalonnage établie à l'aide d'étalons d'E/VAC de teneurs connues en acétate de vinyle.

Il n'est pas nécessaire de connaître l'épaisseur exacte du film, une bande infrarouge étant utilisée comme étalon interne.

NOTES

- Cette méthode convient pour des échantillons contenant 10 % (*m/m*) ou plus de VAC.
- Le pic de l'étalon interne à $3\,605\text{ cm}^{-1}$ peut également être utilisé à la place du pic à $2\,678\text{ cm}^{-1}$ pour des échantillons d'épaisseurs supérieures à $200\text{ }\mu\text{m}$. Lorsqu'il est possible de réaliser un mesurage manuel de l'épaisseur, elle peut être utilisée à la place de l'absorbance du pic de l'étalon interne.
- D'autres pics de CO, par exemple à 610 cm^{-1} , $1\,020\text{ cm}^{-1}$, $1\,250\text{ cm}^{-1}$ et $1\,743\text{ cm}^{-1}$, peuvent être utilisés à la place du pic à $3\,460\text{ cm}^{-1}$, avec une épaisseur d'échantillon appropriée à la teneur en VAC de l'échantillon.

4.1.2 Appareillage et produits

Matériel courant de laboratoire, et

4.1.2.1 Spectromètre infrarouge, gamme de nombres d'onde $4\,000\text{ cm}^{-1}$ à 600 cm^{-1} , capable de résolution à 1 cm^{-1} .

4.1.2.2 Porte-film.

4.1.2.3 Obturateur de faisceau.

4.1.2.4 Presse à chaud, développant au moins 10 MPa et possédant des plateaux chauffants pouvant atteindre au moins $150\text{ }^\circ\text{C}$.

4.1.2.5 Étalons d'E/VAC, dont les teneurs en acétate de vinyle doivent être déterminées à l'aide de l'une des méthodes de référence décrites dans l'article 3.

4.1.3 Mode opératoire

4.1.3.1 Préparation des films

Mouler des films d'épaisseur constante à l'aide de la presse à chaud (4.1.2.4) à environ $150\text{ }^\circ\text{C}$. Les épaisseurs des films doivent être

- $200\text{ }\mu\text{m}$ à $300\text{ }\mu\text{m}$, pour des teneurs en VAC inférieures ou égales à 10 % (*m/m*);
- $50\text{ }\mu\text{m}$ à $150\text{ }\mu\text{m}$, pour des teneurs en VAC supérieures à 10 % (*m/m*).

NOTES

- Pour faciliter le moulage et éviter le collage de l'E/VAC, un film mince de polytétrafluoroéthylène (PTFE) peut être placé entre l'E/VAC et le moule.
- Quand la teneur en VAC est inférieure ou égale à 20 % (*m/m*), le film de PTFE peut être remplacé par une feuille d'aluminium.

4.1.3.2 Mesurage

4.1.3.2.1 Étalonner l'abscisse (nombre d'onde) et ajuster le zéro de l'absorbance [pour 100 % de transmission du spectromètre infrarouge (4.1.2.1)].

4.1.3.2.2 Introduire un film préparé en 4.1.3.1 d'étalon d'E/VAC (4.1.2.5) dans le porte-film (4.1.2.2) et placer l'ensemble dans le faisceau de mesure du spectromètre.

4.1.3.2.3 Ajuster la ligne de base avec l'obturateur (4.1.2.3) du faisceau de référence.

4.1.3.2.4 Enregistrer le spectre de $4\,000\text{ cm}^{-1}$ à $2\,000\text{ cm}^{-1}$.

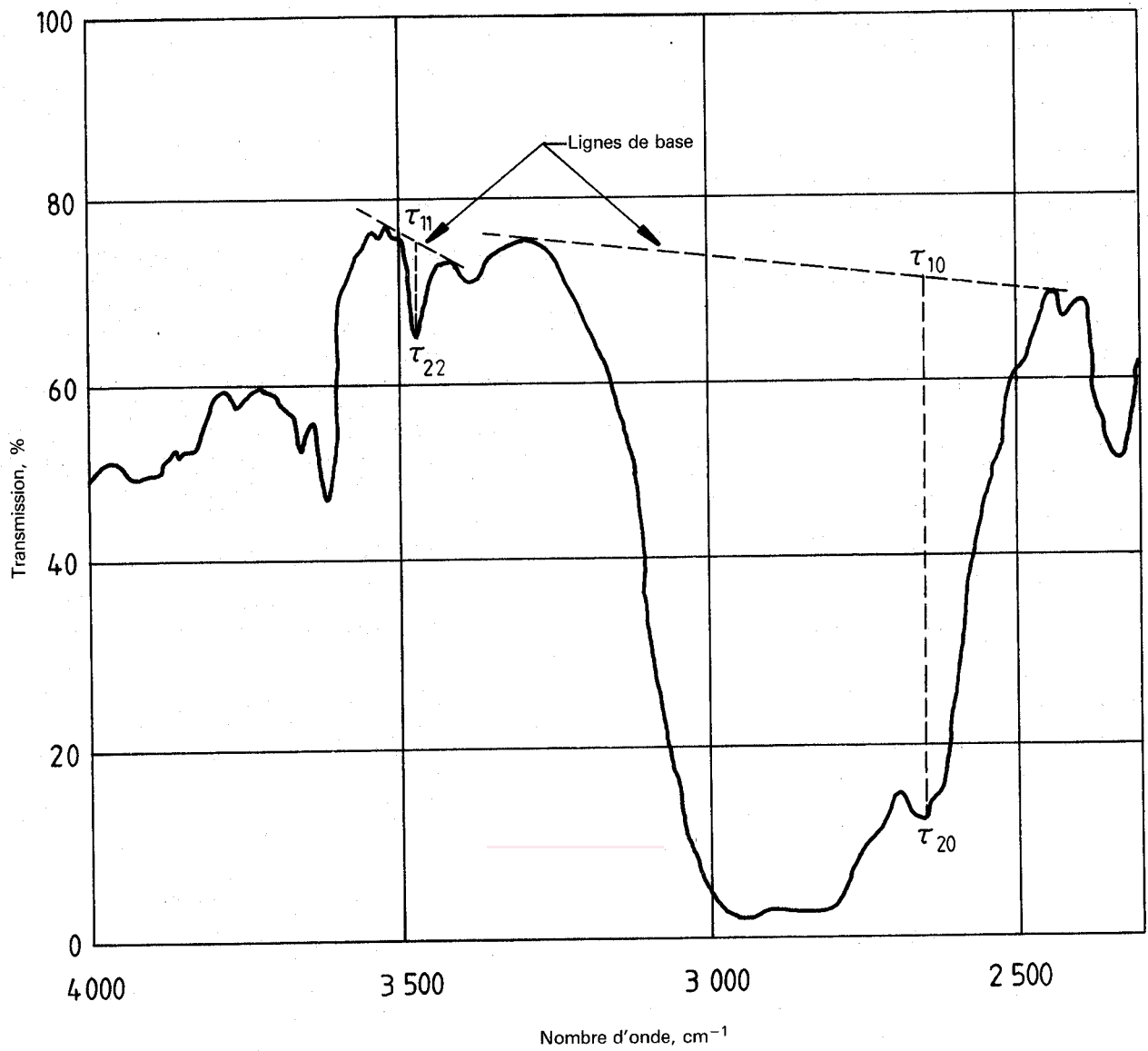
4.1.3.2.5 Tracer les lignes de base tangentes aux épaulements des bandes situés d'une part à $3\,520\text{ cm}^{-1}$ et $3\,400\text{ cm}^{-1}$ et d'autre part à $3\,280\text{ cm}^{-1}$ et $2\,430\text{ cm}^{-1}$ conformément à la figure 1.

4.1.3.2.6 Déterminer les absorbances à $3\,460\text{ cm}^{-1}$ et $2\,678\text{ cm}^{-1}$. (Voir les exemples de détermination de l'absorbance donnés à la figure 1.)

4.1.3.2.7 Recommencer les mesures 4.1.3.2.2 à 4.1.3.2.6 sur le film préparé en 4.1.3.1 de chacun des autres étalons d'E/VAC (4.1.2.5) et celui dont la teneur en VAC est à déterminer, sans changement des conditions opératoires (par exemple vitesse de balayage, domaine de mesure, balance, fente, sensibilité, etc.) du spectromètre.

4.1.3.3 Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage est établie avec une série de valeurs de teneur en VAC obtenues à partir de la méthode de référence (3.1 ou 3.2) et le rapport absorbance ($3\,460$)/absorbance



$$\text{Absorbance (2 678)} = \log_{10} \tau_{10} - \log_{10} \tau_{20} = A_{10} - A_{20} = 0,857$$

$$\text{Absorbance (3 460)} = \log_{10} \tau_{11} - \log_{10} \tau_{22} = A_{11} - A_{22} = 0,062$$

$$\frac{\text{Absorbance (3 460)}}{\text{Absorbance (2 678)}} = 0,072$$

Figure 1 — Exemple de spectre infrarouge et de détermination de l'absorbance

(2 678) est déterminé selon le mode opératoire (4.1.3.1 et 4.1.3.2) avec les étalons d'E/VAC. Un exemple de courbe d'étalonnage est donné à la figure 2.

4.1.4 Expression des résultats

La teneur en acétate de vinyle, exprimée en pourcentage en masse, est déterminée par lecture de la teneur en VAC, selon le rapport absorbance (3 460)/absorbance (2 678) de l'échantillon lu sur la courbe d'étalonnage (figure 2). Si le rapport absorbance (3 460)/absorbance (2 678) de l'échantillon est situé sur la partie rectiligne de la courbe d'étalonnage, la teneur en acétate est donnée par la formule

$$K \times \frac{\text{Absorbance (3 460)}}{\text{Absorbance (2 678)}}$$

où K est le quotient de la teneur en VAC par le rapport absorbance (3 460)/absorbance (2 678) sur la partie rectiligne, déterminé sur la courbe d'étalonnage par la méthode des moindres carrés.

4.1.5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée;
- b) identification complète de l'échantillon;

c) résultat exprimé conformément à 4.1.4;

d) détails opératoires et incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur le résultat.

4.2 Méthode acidimétrique

4.2.1 Principe

Une prise d'essai est mise dans un four réglé à 350 °C. L'intérieur du four est relié, par l'intermédiaire d'un tube en verre, à un flacon laveur contenant une solution d'hydroxyde de potassium. À l'aide d'un courant chaud d'azote, les pyrolysats sont transférés dans le flacon laveur dans lequel le gaz de décomposition acide est absorbé par la solution d'hydroxyde de potassium. Le volume de solution d'hydroxyde de potassium nécessaire pour la phase d'absorption est alors déterminé par titrage avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, en présence de phénolphaléine comme indicateur.

4.2.2 Réactifs et produit

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.2.2.1 Hydroxyde de potassium, solution,
 $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

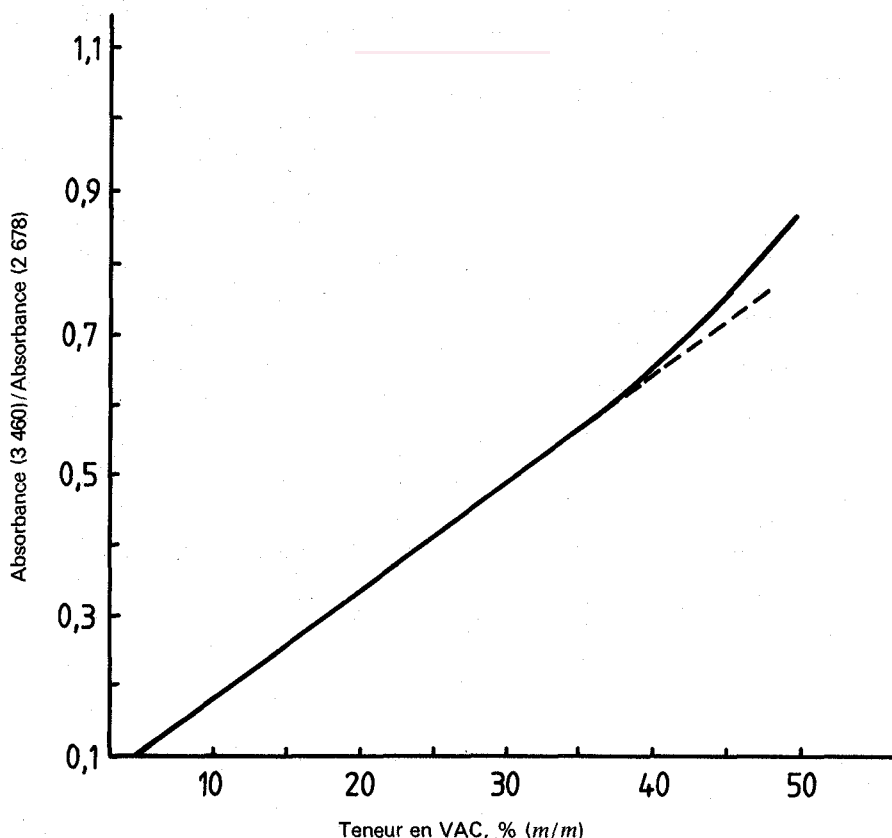


Figure 2 — Exemple de courbe d'étalonnage

4.2.2.2 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.2.2.3 Phénolphtaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,1 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol.

4.2.2.4 Azote.

4.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.2.3.1 Four à pyrolyse, réglable à $350 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.2.3.2 Nacelles à combustion, en porcelaine vitrifiée, de 110 mm de longueur, 12 mm de largeur et 8 mm de hauteur.

4.2.3.3 Flacon laveur de Durand, de 250 ml de capacité, à plaque en verre fritté¹⁾. Un exemple est donné à la figure 3.

4.2.3.4 Burette à zéro automatique de Schellbach, de 50 ml de capacité.

4.2.3.5 Burettes à réservoir et à une graduation, de 50 ml et 100 ml de capacité respective.

4.2.3.6 Fiole conique, de 250 ml de capacité.

4.2.3.7 Balance analytique, d'une justesse de 0,1 mg.

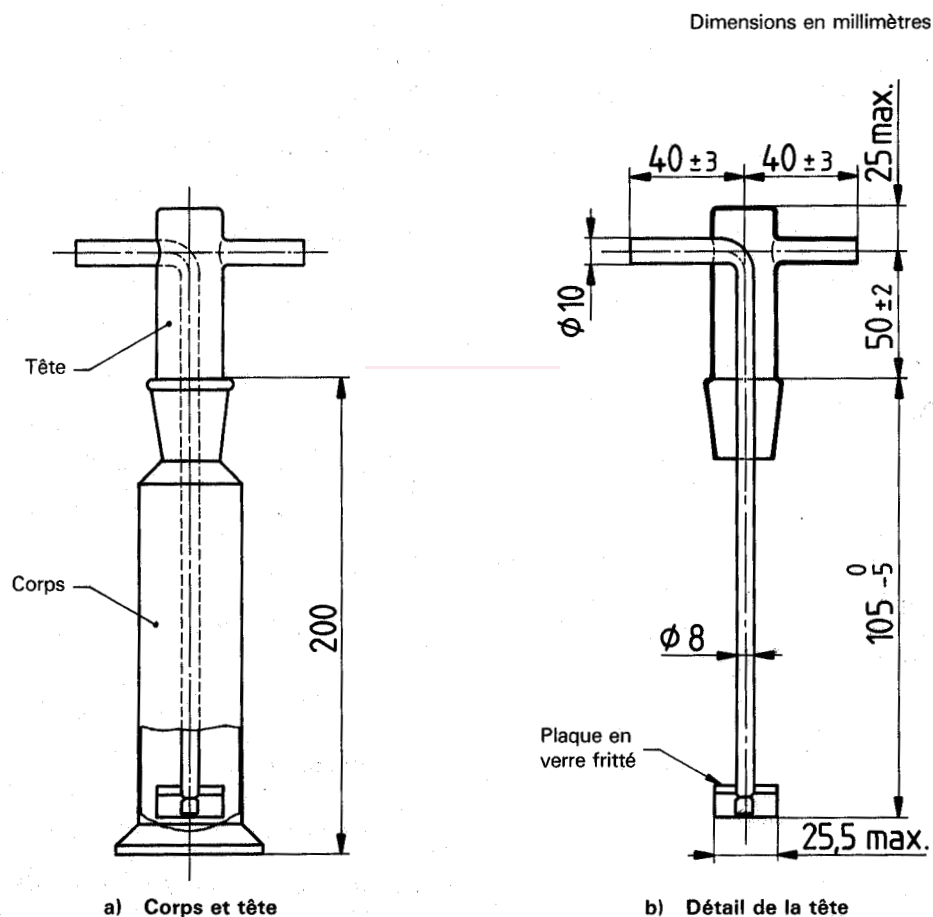


Figure 3 — Flacon laveur de Durand

1) Correspond à la plaque en verre fritté type D1 diffusée sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

4.2.4 Mode opératoire

4.2.4.1 Détermination

Peser, à 0,1 mg près, environ 2,5 g d'échantillon dans une nacelle à combustion (4.2.3.2). La mettre dans le four à pyrolyse (4.2.3.1) préchauffé à 350 °C. Relier l'intérieur du four, à l'aide d'un tube en verre, au flacon laveur (4.2.3.3) dans lequel ont déjà été versés par pipettage 100 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (4.2.2.1). Vérifier la position du joint, lequel doit être remplacé avant chaque nouvelle détermination, et passer alors l'azote (4.2.2.4) à un débit de 15 l/h dans le four vers la solution d'hydroxyde de potassium contenue dans le flacon laveur. Après environ 2 h, transférer 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium du flacon laveur dans la fiole conique (4.2.3.6) à l'aide d'une pipette et déterminer l'hydroxyde de potassium qui n'a pas été absorbé par la décomposition acide des gaz par titrage avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.2.2), en ajoutant quelques gouttes de la solution de phénolphaléine (4.2.2.3) comme indicateur.

4.2.4.2 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

4.2.5 Expression des résultats

4.2.5.1 Mode de calcul

La teneur en acétate de vinyle, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{2(V_5 - V_6) \times 0,8609}{m}$$

où

V_5 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.2.2) utilisé pour l'essai à blanc;

V_6 est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.2.2.2) utilisé pour la détermination;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

0,8609 est la masse, en grammes, d'acétate de vinyle correspondant à 1,00 ml de solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,100 \text{ mol/l}$.

4.2.5.2 Répétabilité

Les résultats obtenus par cette méthode sont répétables de 0,3 % (m/m) à 0,5 % (m/m).

4.2.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale et à la méthode utilisée;
- identification complète de l'échantillon;
- résultat exprimé conformément à 4.2.5.1.

4.3 Méthode iodométrique

4.3.1 Principe

L'acétate de vinyle contenu dans une prise d'essai est décomposé en acide acétique à 500 °C dans un système d'évacuation d'un four à moufle. L'acide acétique est piégé dans un ballon contenant une solution d'iodure de potassium-iodate de potassium. Une quantité d'iode, équivalente à celle de l'acide acétique, est libérée et déterminée par titrage avec une solution titrée de thiosulfate de sodium, en présence d'amidon comme indicateur.

4.3.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.3.2.1 Iodure de potassium (KI)-iodate de potassium (KIO_3), solution neutralisée, ayant une concentration d'iodate de potassium de 10 % (m/m) avec un excès d'iodure de potassium.

4.3.2.2 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(1/2 \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.3.2.3 Amidon, solution d'indicateur à 1 % (m/m).

4.3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.3.1 Four à moufle, réglable à 500 °C.

4.3.3.2 Ballon à fond rond ou plat, de 100 ml de capacité.

4.3.3.3 Robinet à trois voies.

4.3.3.4 Ampoule en verre, de 3 ml de capacité.

4.3.3.5 Microburette, de 5 ml de capacité.

4.3.3.6 Pompe à vide.

4.3.4 Mode opératoire

Pour des teneurs en acétate de vinyle inférieures ou égales à 5 % (m/m), peser, à 0,01 g près, environ 0,5 g à 0,7 g d'échantillon dans l'ampoule en verre de 3 ml (4.3.3.4).

Pour des teneurs en acétate de vinyle supérieures à 5 % (m/m), réduire la masse initiale en conséquence. Dans ce cas néanmoins, il est conseillé d'ajouter un homopolymère basse densité (PE-LD), pour s'assurer que les vapeurs d'acide acétique soient transférées quantitativement dans le ballon (4.3.3.2).

Relier l'ampoule en verre, le ballon et la pompe à vide (4.3.3.6) au robinet à trois voies (4.3.3.3), en s'assurant que l'ampoule et la ligne de vide sont en face l'une de l'autre. Dépressuriser le