

---

---

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

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

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

[ISO 8985:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-  
1fb6f8bdda72/iso-8985-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998)



## 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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert 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*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8985:1989), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1998

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 central@iso.ch  
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

# Plastiques — Copolymères éthylène/acétate de vinyle (EVAC) 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 (EVAC) en vue de leur désignation conformément à l'ISO 4643-1:1997. Une catégorie est dite «méthodes de référence», l'autre «méthodes de contrôle».

NOTE — L'abréviation précédemment utilisée pour le copolymère éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) a été remplacée par l'abréviation EVAC (voir ISO 1043-1:1997, *Plastiques — Symboles et abréviations — Partie 1: Polymères de base et leurs caractéristiques spéciales*).

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

## 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 4613-1:1993, *Plastiques — Matériaux à base copolymères éthylène/acétate de vinyle (E/VAC) pour moulage et extrusion — Partie 1 : Désignation et base de spécification*.

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 groupes acétate 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 phénophtaléine comme indicateur.

### 3.1.2 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.

#### 3.1.2.1 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) en pastilles dans 500 ml d'éthanol, compléter à 1 000 ml, laisser déposer jusqu'au lendemain et décanner la partie limpide de la solution.

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

NOTE — L'expression  $c(\text{xxx})$  est préférée à l'expression  $[\text{xxxx}]$ . Ainsi,  $c(\text{NaOH})$  est équivalent à  $[\text{NaOH}]$ .

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

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

### 3.1.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

**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 Fiole conique**, de 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 Appareillage de chauffage**: bain de sable ou bain d'huile 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 — Guide pour la prise d'essai**

Teneur présumée en acétate de vinyle, $w(\text{VAC})$ %	Masse approximative de la prise d'essai g
$w(\text{VAC}) \leq 10$	1
$10 < w(\text{VAC}) \leq 20$	0,5
$20 < w(\text{VAC}) \leq 40$	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 % à 40 % 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, 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 phénolphaléine (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  $w(\text{VAC})$ , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w(\text{VAC}) = \frac{8,609 (V_1 - V_2) c_1}{m}$$

où

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

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium 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 utilisée pour le titrage;
- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.1.4.1.1).

**3.1.5.2** Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 %, 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;
- tous renseignements nécessaires à l'identification 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 groupes acétate 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.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

### 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.

#### 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 de voltmètre approprié, d'une électrode de verre pour la mesure et d'une électrode de référence argent/chlorure d'argent, d'un pont de liaison et d'un bécher 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.

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

**3.2.3.7 Appareillage de chauffage**: bain de sable ou bain d'huile 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.**

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 8985:1998

**3.2.4 Mode opératoire** <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

#### 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 — Guide pour la prise d'essai

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

**3.2.4.1.2** Ajouter 25 ml de xylène (3.2.2.1) au contenu de la fiole conique et 10 ml d'hexanol-1 (3.2.22) 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, 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 de verre (voir 3.2.3.1) et l'une des extrémités du pont de liaison (voir 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 (voir 3.2.3.1) dans le bécher rempli avec la solution éthanolique de chlorure de lithium (3.2.2.6).

Réaliser le titrage potentiométrique sans délai, en ajoutant la solution titrée d'acide chlorhydrique (3.2.2.5) jusqu'à la première décroissance de potentiel, tout en agitant. À l'approche du point de fin de titrage, verser la solution d'acide par fractions de 0,04 ml à 0,06 ml.

Lorsque le point de fin de titrage est atteint, lire la tension, en millivolts, sur le titrimètre (3.2.3.1) ainsi que le volume de solution d'acide ajouté.

Le point de fin de titrage est le point auquel la plus grande variation du potentiel a lieu lors de l'ajout d'un volume donné de solution de titrage. Dans le cas de deux fortes valeurs similaires de la variation, retenir la première valeur comme point de fin de titrage. 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. Retenir la valeur moyenne du pic sur la courbe de titrage comme point de fin de titrage.

ISO 8985:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

### 3.2.5 Expression des résultats

**3.2.5.1** La teneur en acétate de vinyle  $w(\text{VAC})$ , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w(\text{VAC}) = \frac{8,609 (V_3 - V_4) c_2}{m}$$

où

- $V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc;
- $V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination;
- $c_2$  est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage;
- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.2.4.1.1).

**3.2.5.2** Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 %, 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;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultat, exprimé conformément à 3.2.5.2.

### 3.3 Méthode de référence 3: Mesure de l'oxygène

#### 3.3.1 Principe

La détermination de l'oxygène est réalisée en utilisant l'une des méthodes classiques d'analyse organique élémentaire, par conséquent, les méthodes suivantes s'appliquent:

Méthode	Réaction	Méthode de détection	Échantillon pour essai	Mesure	Plage de détection %	Dispersion absolue %
3.3.3.1	Pyrolyse et réoxydation	Coulométrie	Micro	Absolue	0,2	(0,02)
3.3.3.2	Pyrolyse	Absorption infrarouge	Micro	Comparative	0,03	10 relative
3.3.3.3	Pyrolyse et réoxydation	Gravimétrie	Macro	Absolue	0,05	0,05

#### 3.3.2 Appareillage

ISO 8985:1998

[https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1868bd1a72/iso-8985-1998)

Il peut être utilisé tout appareillage (du commerce ou non) qui répond aux prescriptions suivantes:

Plage de détection: 0,2 %

Dispersion: 0,2 % absolue [ou 10 % relative si  $w(\text{O}_2) < 1$  %]

#### 3.3.3.1 Détermination par coulométrie acidimétrique

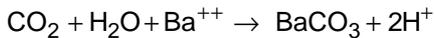
##### 3.3.3.1.1 Principe

L'oxygène est transformé en monoxyde de carbone par pyrolyse à 1 070 °C, dans une atmosphère d'hélium ou d'azote, d'un échantillon micro-analytique, et passage des gaz de pyrolyse dans un four garni de charbon amorphe chauffé à 1 120 °C.

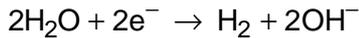
Les éventuels composés acides sont absorbés par un mélange de chaux sodée et de perchlorate de magnésium. Le monoxyde de carbone est ensuite réoxydé en dioxyde de carbone par passage sur du CuO à 250 °C, puis déterminé par coulométrie.

### 3.3.3.1.2 Mesure coulométrique du dioxyde de carbone

Le dioxyde de carbone est absorbé par la partie cathodique d'une cellule coulométrique contenant une solution de perchlorate de baryum à environ 5 % (*m/V*), selon l'équation chimique suivante:



Les ions  $\text{H}^+$  sont neutralisés en ajoutant des ions  $\text{OH}^-$  qui sont produits électrolytiquement par le coulomètre, selon l'équation chimique suivante :



L'alimentation électrique fournie par le coulomètre est contrôlée par une électrode argent/chlorure d'argent et une électrode de verre qui détectent les variations de pH de la solution, et la quantité de dioxyde de carbone est calculée à partir de la quantité d'électricité fournie. Ces valeurs permettent de calculer la quantité de dioxyde de carbone.

### 3.3.3.1.3 Analyse

Bien que la coulométrie soit, en principe, une méthode de mesure absolue, les conditions particulières de micro-analyse nécessitent d'effectuer un étalonnage et une mesure de la dispersion conformément à 3.3.5.

iTeh STANDARD PREVIEW

Le «facteur de réponse» de l'appareillage est ([standards.iteh.ai](https://standards.iteh.ai))

$$F_o = \frac{m_o}{Q_R - Q_o} = 0,082 \text{ 9}$$

ISO 8985:1998  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/00f2e0bf-2d9a-4cbf-9421-1fb6f8bdda72/iso-8985-1998>

Le pourcentage d'oxygène est alors

$$y = \frac{0,082 \text{ 9} (Q_x - Q_o) 100}{m}$$

où

- $Q_o$  est la quantité d'électricité mesurée pendant un essai à blanc (c'est-à-dire une analyse effectuée sur un creuset vide);
- $Q_R$  est la quantité d'électricité mesurée pendant une analyse de masse  $m$ , en milligrammes, d'une substance de référence contenant  $m_o$ , en milligrammes d'oxygène;
- $Q_x$  est la quantité d'électricité mesurée pendant une analyse de masse  $m$ , en milligrammes, d'une substance inconnue;
- 0,082 9 est la quantité d'oxygène, en milligrammes, correspondant à 1 C dans les conditions ci-dessus.

### 3.3.3.2 Détermination par détection infrarouge

#### 3.3.3.2.1 Principe

Une prise d'essai est soumise à une dégradation par pyrolyse sous un gaz inerte (azote ou argon). Les gaz sont réduits sur du charbon à 1 120 °C. Tout l'oxygène est transformé en dioxyde de carbone. Le mélange gazeux, ainsi obtenu, est alors envoyé dans une cellule de mesure traversée par un rayon infrarouge plus ou moins monochromatique (en utilisant des filtres de lumière adaptés).

L'absorption des rayons infrarouges par le dioxyde de carbone occasionne, d'une part, un affaiblissement de l'intensité lumineuse et, d'autre part, une élévation de la température et de la pression dans la cellule. Le signal électrique est délivré soit par un photomètre, soit par un capteur de pression. Il est très souvent comparé à un capteur d'une cellule d'argon ou d'azote de référence croisée. Le signal électrique est proportionnel au taux de dioxyde de carbone contenu dans le mélange gazeux et, par conséquent, au taux d'oxygène dans l'échantillon.

#### 3.3.3.2.2 Appareillage

- **Analyseur élémentaire**, avec détection infrarouge.
- **Balance analytique**, d'une justesse de 0,1 mg.
- **Creusets** spéciaux pour pyrolyse.

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 3.3.3.2.3 Réactifs

Des réactifs sont spécifiés pour chaque méthode et type d'appareil. Des substances d'une qualité référencée «pour micro-analyse organique élémentaire» sont requises.

#### 3.3.3.2.4 Mode opératoire

Les modes opératoires sont propres à chaque type d'appareil. Cependant, certaines précautions sont essentielles comme suit:

- manipuler les creusets avec une pince seulement;
- utiliser une spatule lors de la pesée des prises d'essai;
- mettre en œuvre les modes opératoires d'étalonnage corrects (voir 3.3.5).

#### 3.3.3.2.5 Calculs

Les concentrations d'oxygène sont déterminées en comparant (de façon automatique ou non) les signaux arrivants, reçus par le détecteur pendant l'analyse des échantillons inconnus, avec les coefficients de proportionnalité issus de l'analyse des échantillons de référence (à l'exception de l'essai à blanc). Ils sont exprimés en pourcentage en masse ( $x$ ).