

Trans formed

**ISO**

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 1597

MATIÈRES PLASTIQUES

DÉTERMINATION DU TITRE EN ACIDE ACÉTIQUE  
DE L'ACÉTATE DE CELLULOSE NON PLASTIFIÉ

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Juin 1970

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1597, *Matières plastiques – Détermination du titre en acide acétique de l'acétate de cellulose non plastifié*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 61, *Matières plastiques*, dont le Secrétariat est assuré par l'American National Standards Institute (ANSI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1597, qui fut soumis, en mai 1968, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	R.A.U.
Allemagne	Iran	Roumanie
Autriche	Israël	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suède
Brésil	Japon	Suisse
Espagne	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
France	Pologne	Turquie
Hongrie	Portugal	U.S.A.

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.



**MATIÈRES PLASTIQUES****DÉTERMINATION DU TITRE EN ACIDE ACÉTIQUE  
DE L'ACÉTATE DE CELLULOSE NON PLASTIFIÉ****1. OBJET**

La présente Recommandation ISO décrit deux méthodes de détermination du titre en acide acétique de l'acétate de cellulose non plastifié.

**2. DOMAINE D'APPLICATION**

- 2.1 Ces méthodes s'appliquent à l'acétate de cellulose non plastifié et exempt d'additifs, charges, colorants et autres produits pouvant affecter les essais. Lorsqu'ils sont présents, ils doivent être séparés par une méthode faisant l'objet d'un accord entre les parties contractantes.
- 2.2 Les méthodes s'appliquent aux acétates de cellulose ayant un titre quelconque en acide acétique.
- 2.3 La méthode A s'applique à l'acétate de cellulose en poudre fine. La méthode B s'applique à l'acétate de cellulose sous n'importe quelle forme physique (poudre, grains, flocons, etc.).

**3. DÉFINITION**

Le *titre en acide acétique* est la quantité d'acide acétique, en grammes, obtenue à partir de 100 g d'acétate de cellulose sec lorsqu'elle est calculée à partir de la quantité d'hydroxyde de sodium nécessaire pour l'hydrolyse complète de l'acétate de cellulose.

**4. PRINCIPE DES MÉTHODES****4.1 Méthode A**

Mise en contact de l'acétate de cellulose en poudre fine avec un mélange d'acétone et d'hydroxyde de sodium en solution aqueuse.

Détermination, par titrage, de la quantité d'alcali consommée pour l'hydrolyse de l'acétate de cellulose.

**4.2 Méthode B**

Mise en solution de l'acétate de cellulose dans du diméthylsulfoxyde. Adjonction d'hydroxyde de sodium en solution aqueuse.

Détermination, par titrage, de la quantité d'alcali consommée pour l'hydrolyse de l'acétate de cellulose.

NOTE. - Lors de l'application de la méthode B, des précautions doivent être prises pour éviter tout contact direct du diméthylsulfoxyde avec la peau, en raison des risques de toxicité.

## 5. MÉTHODE A

### 5.1 Réactifs

- 5.1.1 *Eau distillée*, fraîchement bouillie pour éliminer le dioxyde de carbone et refroidie.
- 5.1.2 *Acétone*, pure pour analyse.
- 5.1.3 *Acide sulfurique*, solution N environ.
- 5.1.4 *Hydroxyde de sodium*, solution N environ.
- 5.1.5 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée 0,5 N, exempt de carbonate.
- 5.1.6 *Phénolphtaléine*, solution à 10 g/l dans l'éthanol.

NOTE. — Pour avoir une valeur positive de titrage en retour lors de l'essai à blanc, la normalité de l'acide sulfurique (5.1.3) doit être plus grande que celle de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.4).

### 5.2 Appareillage

- 5.2.1 *Flacons* de 250 ml, à bouchon rodé, en verre.
- 5.2.2 *Burettes* de 50 ml, graduées en 0,1 ml.
- 5.2.3 *Balance analytique*, précise à 0,001 g.

### 5.3 Echantillon pour essai

- 5.3.1 L'échantillon d'acétate de cellulose doit être sous forme de grains passant entièrement au tamis de 710  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille; le broyer, si nécessaire, ou utiliser la méthode B.
- 5.3.2 L'humidité de l'échantillon d'acétate de cellulose doit être déterminée conformément aux prescriptions de la Recommandation ISO/R 585, *Matières plastiques — Détermination de l'humidité de l'acétate de cellulose non plastifié*.

### 5.4 Mode opératoire

- 5.4.1 Effectuer deux essais et deux essais à blanc pour chaque détermination.
- 5.4.2 Peser, à 0,001 g près, dans un flacon de 250 ml (5.2.1),  $1,5 \pm 0,1$  g de l'échantillon pour essai. Pour l'essai à blanc, préparer également les flacons témoins contenant seulement 65 ml d'acétone (5.1.2) et procéder comme indiqué aux paragraphes 5.4.6, 5.4.7 et 5.4.8.
- 5.4.3 Étendre la prise d'essai régulièrement sur le fond du flacon et, sans soulever le flacon, verser soigneusement 15 ml d'eau distillée (5.1.1) le long des parois du flacon et tout autour afin d'assurer une répartition régulière sur le fond.
- 5.4.4 Ajouter 65 ml d'acétone (5.1.2). Afin d'empêcher la formation d'agglomérats, les premiers 10 ml doivent être ajoutés très lentement en les versant soigneusement le long des parois du flacon tout en tournant ce dernier lentement, sans que sa base ne quitte le support.
- 5.4.5 Laisser le flacon et son contenu reposer pendant 30 minutes, puis agiter pendant 3 heures ou laisser reposer pendant toute une nuit.
- 5.4.6 Tout en tournant, ajouter lentement 25 ml de solution d'hydroxyde de sodium (5.1.4). Puis agiter pendant 3 heures.
- 5.4.7 Laver le bouchon avec de l'eau distillée (5.1.1), et ajouter celle-ci au contenu du flacon, soit environ 50 ml. Ajouter 25 ml de solution d'acide sulfurique (5.1.3) et environ 0,5 ml de solution de phénolphtaléine (5.1.6). Laisser reposer, en agitant si nécessaire, jusqu'à ce que tout signe de coloration rose ait disparu de la masse insoluble.
- 5.4.8 Titrer avec une solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5).

## 6. MÉTHODE B

### 6.1 Réactifs

- 6.1.1 *Diméthylsulfoxyde* pur pour analyse, de coloration inférieure à celle d'une solution d'iode 0,00005 N.
- 6.1.2 *Acide sulfurique*, solution 0,5 N environ.
- 6.1.3 *Hydroxyde de sodium*, solution titrée 0,5 N, exempte de carbonate.
- 6.1.4 *Phénolphtaléine*, solution à 10 g/l dans l'éthanol.

### 6.2 Appareillage

- 6.2.1 *Flacons* de 250 ml, à bouchon rodé en verre.
- 6.2.2 *Burettes* de 50 ml, graduées en 0,1 ml.
- 6.2.3 *Eprouvette* de 50 ml, graduée en millilitres.
- 6.2.4 *Bain thermorégularisé* à  $80 \pm 2$  °C.
- 6.2.5 *Balance analytique*, précise à 0,001 g.
- 6.2.6 *Agitateur à secousses* convenable.

### 6.3 Echantillon pour essai

- 6.3.1 Il n'est pas nécessaire de broyer l'échantillon d'acétate de cellulose quelle que soit la forme sous laquelle il se présente (poudre, granulés, flocons, etc.).
- 6.3.2 L'humidité de l'échantillon d'acétate de cellulose doit être déterminée conformément aux prescriptions de la Recommandation ISO/R 585, *Matières plastiques – Détermination de l'humidité de l'acétate de cellulose non plastifié*.

### 6.4 Mode opératoire

- 6.4.1 Effectuer deux essais et deux essais à blanc pour chaque détermination.
- 6.4.2 Peser, à 0,001 g près,  $1,5 \pm 0,1$  g de l'échantillon pour essai et les introduire dans un flacon de 250 ml (6.2.1) contenant déjà 50 ml de diméthylsulfoxyde, mesurés à l'aide de l'éprouvette graduée (6.2.3). Pour l'essai à blanc, préparer également les flacons témoins contenant seulement 50 ml de diméthylsulfoxyde et procéder comme indiqué aux paragraphes 6.4.4, 6.4.6 et 6.4.7.
- 6.4.3 Placer les flacons dans le bain thermorégularisé (6.2.4) à  $80 \pm 2$  °C et les agiter le plus souvent possible jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Sortir ensuite les flacons du bain et les laisser refroidir à la température ambiante.
- 6.4.4 Introduire, à l'aide d'une burette (6.2.2), 47 ml d'hydroxyde de sodium (6.1.3) dans chaque flacon.  
Pour avoir une précipitation fine, ajouter l'hydroxyde de sodium, millilitre par millilitre, assez rapidement, et en agitant fortement, jusqu'à 46 ml; laisser se stabiliser le niveau dans la burette et compléter à 47 ml en ajoutant, goutte à goutte, le dernier millilitre.
- 6.4.5 Placer les flacons pendant 3 heures sur l'agitateur à secousses (6.2.6) pour faciliter la saponification. Mettre les flacons en position verticale pour éviter le plus possible le contact des réactifs avec les goulots.
- 6.4.6 Après avoir soigneusement rincé cols et bouchons, introduire dans chaque flacon 50 ml d'acide sulfurique (6.1.2). Replacer les flacons une demi-heure sur l'agitateur à secousses.
- 6.4.7 Titrer l'excès d'acide sulfurique par la solution d'hydroxyde de sodium (6.1.3), en présence de phénolphthaléine (6.1.4). Agiter vigoureusement pour maintenir la cellulose en suspension lors du dosage.