

---

# NORME INTERNATIONALE 1159

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Plastiques — Copolymères chlorure de vinyle-acétate de vinyle — Détermination de la teneur en acétate de vinyle

*Plastics — Vinyl chloride-vinyl acetate copolymers — Determination of vinyl acetate*

Première édition — 1978-09-01 **ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 1159:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f554a32-0a7f-4b4f-9f57-20c997e65f79/iso-1159-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f554a32-0a7f-4b4f-9f57-20c997e65f79/iso-1159-1978>

---

CDU 678.743-13 : 543.24 : 547.292'26

Réf. no : ISO 1159-1978 (F)

**Descripteurs** : plastique, copolymère, chlorure de vinyle, acétate de vinyle, analyse chimique, dosage.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

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.

La Norme internationale ISO 1159 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Elle fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.13.1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la Recommandation ISO/R 1159-1970, qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f554a32-0a7f-4b4f-9f57-20c997e65f79/iso-1159-1978>

Allemagne	Grèce	Royaume-Uni
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Irlande	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Turquie
Canada	Japon	U.R.S.S.
Chili	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie
Finlande	Pologne	
France	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

# Plastiques – Copolymères chlorure de vinyle-acétate de vinyle – Détermination de la teneur en acétate de vinyle

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage de l'acétate de vinyle dans les copolymères chlorure de vinyle-acétate de vinyle.

## 2 PRINCIPE

Dissolution de la prise d'essai dans du tétrahydrofurane purifié et hydrolyse des groupes acétate par l'hydroxyde de potassium en solution éthanolique.

Titration en retour de l'excès d'hydroxyde de potassium par l'acide sulfurique, en présence de bleu de thymol comme indicateur.

Titration argentimétrique de l'acide chlorhydrique libéré pendant l'hydrolyse.

## 3 RÉACTIFS

**3.1 Hydroxyde de potassium**, solution éthanolique 0,5 N environ.

Dissoudre 33 g d'hydroxyde de potassium (KOH) solide dans 500 ml d'éthanol. Compléter à 1 000 ml, laisser reposer une nuit et décanter la portion limpide de la solution.

**3.2 Hydroxyde de potassium**, solution éthanolique 0,2 N environ.

Préparer la solution comme indiqué en 3.1, mais en ne dissolvant que 13,5 g d'hydroxyde de potassium solide dans l'éthanol.

**3.3 Acide sulfurique**, solution titrée 0,1 N.

**3.4 Acide sulfurique**, solution titrée 0,05 N.

**3.5 Nitrate d'argent**, solution titrée 0,1 N.

**3.6 Nitrate d'argent**, solution titrée 0,05 N.

**3.7 Tétrahydrofurane pur**, purifié comme indiqué en 7.2.

**3.8 Mélange éthanol-eau** (1 : 1 en volume), préparé à partir d'eau distillée bouillie, neutralisé en présence de bleu de thymol.

**3.9 Bleu de thymol** (indicateur).

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

**3.10 Hydroxyde de potassium** solide, en pastilles.

**3.11 Chromate de potassium**, solution à 50 g/l.

## 4 APPAREILLAGE

**4.1 Burette** de 25 ml pour l'acidimétrie.

**4.2 Burette** de 10 ml pour l'argentimétrie.

**4.3 Agitateur électromagnétique**.

**4.4 Bain thermorégularisé**, permettant de maintenir la température à  $30 \pm 0,5$  °C (voir 7.1).

**4.5 Balance analytique**, précise à 0,000 1 g.

**4.6 Fiole jaugée** de 100 ml, avec bouchon rodé en verre.

**4.7 Pipettes** de 1, 5, 20 et 30 ml de capacité.

## 5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Le temps nécessaire à une saponification quantitative des groupes acétate de vinyle dépend de la teneur en acétate de vinyle, de la concentration de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium utilisée, de la température et de la masse de la prise d'essai. En conséquence, choisir les conditions appropriées, comme indiqué au tableau, ci-dessous, en tenant compte de la teneur présumée en acétate de vinyle dans le copolymère et de la température à laquelle a lieu la saponification.

5.2 Peser avec précision, dans la fiole (4.6) (voir 7.3), une prise d'essai de copolymère sec, déterminée selon les indications du tableau. Au moyen d'une pipette, ajouter 20 ml de tétrahydrofurane (3.7). L'agitateur électromagnétique (4.3) permet d'obtenir une dissolution plus facile du copolymère. Après dissolution complète, immerger le flacon pendant 10 min dans le bain thermostaté à 30 °C; ajouter 5 ml de la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium de la concentration indiquée dans le tableau; assurer le mélange parfait par une légère agitation circulaire. Au cas où une précipitation partielle du copolymère survient à ce stade, agiter pour redissoudre. Laisser l'hydrolyse s'effectuer pendant la durée prescrite dans le tableau.

5.3 Après hydrolyse, ajouter goutte à goutte, en agitant, 30 ml du mélange éthanol-eau (3.8). Cette addition provoque la précipitation du copolymère en fines particules. Ajouter 1 ml de solution de bleu de thymol (3.9). Tout en agitant, titrer l'excès d'hydroxyde de potassium avec la solution d'acide sulfurique (de la concentration indiquée dans le tableau) jusqu'à ce que la coloration vire du vert foncé à l'orange. Dans les mêmes conditions d'essai, effectuer un essai à blanc en l'absence de copolymère, par virage du bleu au jaune.

5.4 Le titrage acidimétrique terminé, ajouter 1 ml de la solution d'acide sulfurique (3.3) et titrer au potentiomètre, à l'aide d'une solution de nitrate d'argent de la concentration indiquée dans le tableau, en agitant continuellement. Le volume de solution de nitrate d'argent consommé est équivalent à celui de l'acide chlorhydrique disparu pendant l'hydrolyse (voir 7.4).

## 6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1 Lorsque des solutions 0,1 N d'acide sulfurique et de nitrate d'argent sont utilisées, la teneur en acétate de vinyle, en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,8609 (V_1 - V_2 - V_3)}{m}$$

6.2 Lorsque des solutions 0,05 N d'acide sulfurique et de nitrate d'argent sont utilisées, la teneur en acétate de vinyle, en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{0,4304 (V_1 - V_2 - V_3)}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique utilisé dans l'essai à blanc;

$V_2$  est le volume, en millilitres, d'acide sulfurique utilisé dans la détermination;

$V_3$  est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent utilisé;

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

6.3 Effectuer deux déterminations distinctes. Si leurs résultats diffèrent de plus de 0,4 % de la teneur en acétate de vinyle, recommencer l'essai. Retenir comme résultat la moyenne de deux déterminations acceptables.

## 7 REMARQUES

7.1 Si l'on ne dispose pas de bain thermostaté, il est possible d'opérer à la température ambiante du laboratoire; les conditions convenables sont indiquées dans le tableau.

7.2 **Purification du tétrahydrofurane:** Le tétrahydrofurane contient souvent des matières qui réagissent avec l'hydroxyde de potassium. L'utilisation d'un solvant contenant de telles impuretés conduit à des résultats plus élevés qu'ils ne devraient être.

TABLEAU – Conditions d'hydrolyse des copolymères chlorure-acétate de vinyle

Teneur présumée en acétate de vinyle	Masse de la prise d'essai	Normalité de la solution éthanolique de KOH	Normalité des solutions de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> et de AgNO <sub>3</sub>	Durée de l'hydrolyse, h		
				pour un bain (4.4) réglé à 30 ± 0,5 °C	pour une température ambiante de	
% (m/m)	g			20 à 25 °C	25 à 30 °C	
0 à 5	0,4 à 0,5	0,2	0,05	2	3,5	2,5
5 à 10	0,18 à 0,2	0,2	0,05	2	3,5	2,5
10 à 30	0,18 à 0,2	0,5	0,1	1,5	2,5	2
30 à 60	0,18 à 0,2	0,5	0,1	2	3,5	2,5
60 et au-dessus	0,13 à 0,15	0,5	0,1	3	6	4

La purification s'effectue de la façon suivante : dans un ballon à distillation (e) de 2 litres à deux goulots (voir figure), introduire 1 litre de tétrahydrofurane et 50 g d'hydroxyde de potassium solide (3.10). Par l'un des goulots, introduire de l'azote à la base du ballon. (L'azote donne une atmosphère inerte et agite le mélange.) Raccorder le second goulot au réfrigérant à reflux (b) et au joint liquide (c, d). Faire passer l'azote à raison de 5 litres à l'heure pendant une période initiale de 15 min, puis ralentir son débit (une bulle par seconde). Chauffer alors le ballon au bain-marie et le soumettre au reflux pendant environ 5 h. Après ce temps, enlever le réfrigérant à reflux et distiller le tétrahydrofurane sur l'hydroxyde de potassium dans un lent courant d'azote (une bulle à la seconde). Éliminer les premiers 50 ml de distillat, recueillir ensuite le solvant et le conserver dans un flacon de couleur brune à bouchon rodé, en verre.

La pureté du solvant peut être vérifiée de la façon suivante : introduire avec une pipette 10 ml de tétrahydrofurane dans un flacon de 100 ml, à bouchon rodé, en verre et, dans un deuxième flacon, 10 ml d'eau distillée bouillie. Ajouter 5 ml de solution éthanolique 0,5 N d'hydroxyde de potassium (3.1) dans chacun des deux flacons; boucher et laisser reposer pendant 1 h. Puis diluer avec environ 30 ml de mélange éthanol-eau (3.8), ajouter 1 ml de bleu de thymol (3.9) et titrer avec de l'acide sulfurique 0,1 N (3.3) jusqu'à apparition de la coloration jaune. Les deux volumes d'acide sulfurique 0,1 N (3.3) ne doivent pas différer de plus de 0,1 ml.

Il est déconseillé de conserver le tétrahydrofurane purifié plus d'une semaine. Si possible, utiliser un solvant fraîchement distillé. Le tétrahydrofurane, purifié comme il est indiqué ci-dessus et conservé au-delà d'une semaine, doit être purifié, mais seulement par distillation sur de l'hydroxyde de potassium solide (3.10) dans un faible courant d'azote.

L'azote utilisé dans cette opération ne doit pas contenir plus de 0,1 % (V/V) d'oxygène.

**7.3** Pour analyser un échantillon inconnu, effectuer un essai préliminaire selon les conditions spécifiées pour un copolymère contenant de 10 à 30 % (m/m) d'acétate de vinyle.

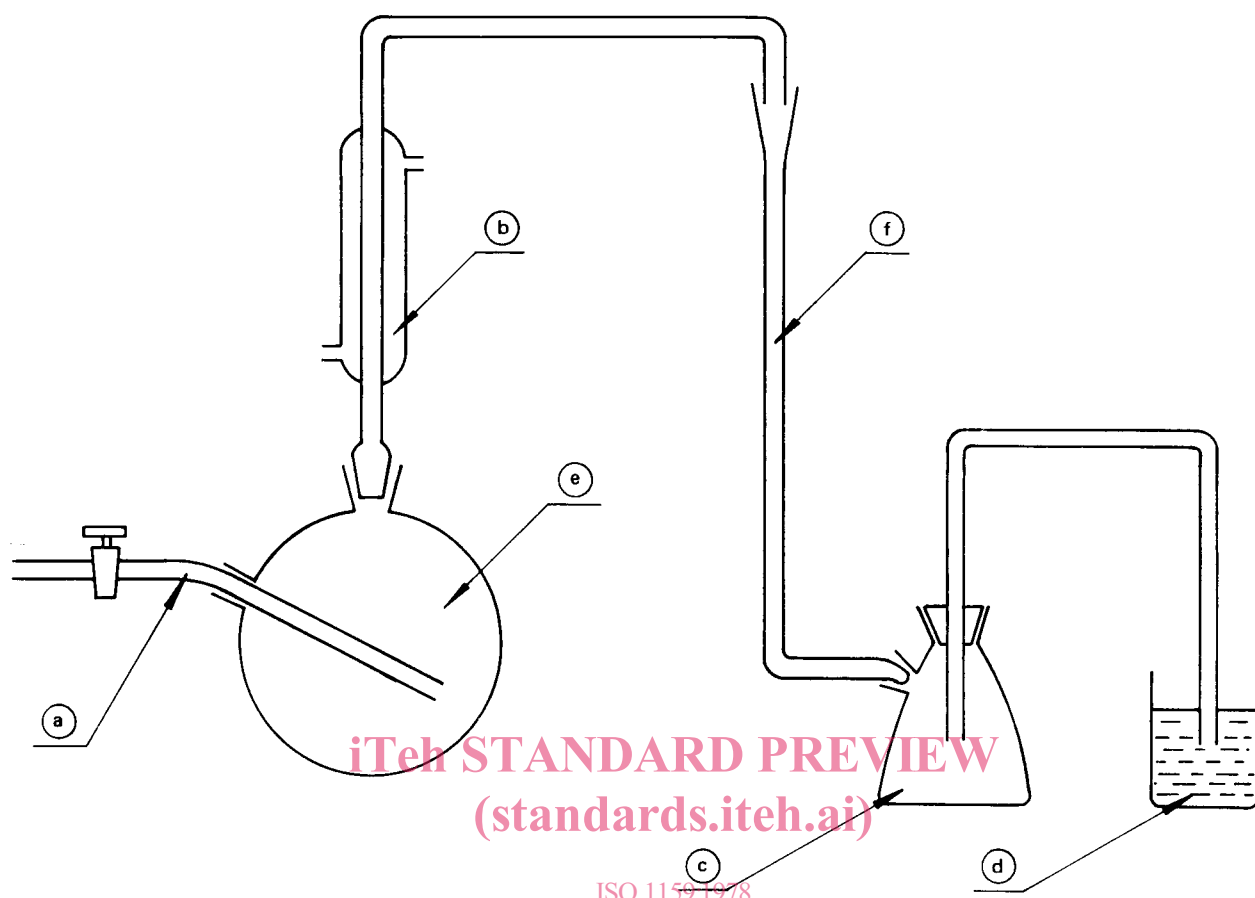
**7.4** Le titrage potentiométrique peut être remplacé par un titrage visuel, légèrement moins précis, selon la méthode de Mohr. Dans ce cas, filtrer la solution non acidifiée sur un filtre en verre fritté. Laver le précipité et le filtre jusqu'à ce que la réaction avec le nitrate d'argent soit négative. Si la solution à titrer (qui est jaune) vire au vert par addition de 1 ml de la solution de chromate de potassium (3.11), utilisé comme indicateur, faire disparaître cette coloration par addition de quelques gouttes d'acide sulfurique 0,1 N (3.3) jusqu'à ce que revienne la coloration jaune.

Lorsque le titrage visuel est utilisé, les temps indiqués pour l'hydrolyse doivent être soigneusement respectés, des durées plus longues conduisant à une coloration sombre des solutions qui rend difficile le titrage visuel. De telles solutions de couleur foncée peuvent toutefois être convenablement titrées par la méthode potentiométrique.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit faire référence à la présente Norme internationale et mentionner les indications suivantes :

- a) la référence de la méthode employée;
- b) l'identification complète de l'échantillon;
- c) les résultats exprimés en pourcentage d'acétate de vinyle dans l'échantillon.



- |                          |  |
|--------------------------|--|
| (a) Arrivée d'azote      | (d) Joint liquide                        |
| (b) Réfrigérant à reflux | (e) Ballon à distillation à deux goulots |
| (c) Flacon de garde      | (f) Tube                                 |

FIGURE – Appareillage pour la purification du tétrahydrofurane

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

ISO 1159:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f554a32-0a7f-4b4f-9f57-20c997e65f79/iso-1159-1978>

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

ISO 1159:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f554a32-0a7f-4b4f-9f57-20c997e65f79/iso-1159-1978>