

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1597

Deuxième édition
1994-10-15

**Plastiques — Acétate de cellulose non
plastifié — Détermination du titre en acide
acétique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Plastics — Unplasticized cellulose acetate — Determination of acetic acid
yield*

[ISO 1597:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2f3c9c-54e4-4783-868f-e769a000b4be/iso-1597-1994)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2f3c9c-54e4-4783-868f-
e769a000b4be/iso-1597-1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2f3c9c-54e4-4783-868f-e769a000b4be/iso-1597-1994)



Numéro de référence
ISO 1597:1994(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1597 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 1597:1975), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 1994

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

Imprimé en Suisse

Plastiques — Acétate de cellulose non plastifié — Détermination du titre en acide acétique

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut comporter des matériaux, des opérations et un équipement à risques. Elle n'a pas pour but de répondre à tous les problèmes de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur qui applique la présente Norme internationale de consulter et d'établir les mesures appropriées de sécurité et de santé et de déterminer l'applicabilité de leurs limites avant sa mise en œuvre.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination du titre en acide acétique de l'acétate de cellulose non plastifié.

Les méthodes sont applicables à l'acétate de cellulose non plastifié et exempt d'additifs, charges, colorants et autres produits pouvant affecter les résultats de l'essai. Lorsque de tels produits sont présents, ils doivent être éliminés par une méthode faisant l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

Les méthodes conviennent à l'acétate de cellulose ayant un titre quelconque en acide acétique.

La méthode A est applicable à l'acétate de cellulose en poudre fine. La méthode B est applicable à l'acétate de cellulose sous n'importe quelle forme physique (poudre, grains, flocons, etc.).

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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 585:1990, *Plastiques — Acétate de cellulose non plastifié — Détermination de l'humidité.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 titre en acide acétique: 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

4.1 Méthode A

Une prise d'essai d'acétate de cellulose en poudre fine est mise en contact avec un mélange d'acétone et d'hydroxyde de sodium en solution aqueuse.

La quantité d'alcali consommée pour l'hydrolyse de l'acétate de cellulose est alors déterminée par titrage.

4.2 Méthode B

Une prise d'essai d'acétate de cellulose est dissoute dans du diméthylsulfoxyde et une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium est ajoutée.

La quantité d'alcali consommée pour l'hydrolyse de l'acétate de cellulose est alors déterminée par titrage.

Lors de l'application de la méthode B, des précautions doivent être prises pour éviter tout contact direct du diméthylsulfoxyde, qui est toxique, avec la peau.

5 Méthode A

5.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée (5.1.1).

5.1.1 Eau distillée, fraîchement bouillie pour éliminer le dioxyde de carbone, et refroidie.

5.1.2 Acétone.

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — L'acétone est très inflammable. Conserver le récipient dans un endroit bien ventilé et à l'écart de toute source d'ignition — Ne pas fumer. Éviter l'accumulation de charges électrostatiques.

5.1.3 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0,5 \text{ mol/l}$.

5.1.4 Hydroxyde de sodium, solution, $c(\text{NaOH}) \approx 1 \text{ mol/l}$.

5.1.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$, exempte de carbonate.

5.1.6 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol.

Pour avoir une valeur positive de titrage en retour lors de l'essai à blanc, vérifier que la concentration de l'acide sulfurique (5.1.3) est plus grande que la moitié de celle de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.4).

5.2 Appareillage

5.2.1 Flacons en verre, de 250 ml de capacité, munis chacun d'un bouchon rodé en verre.

5.2.2 Burettes, de 50 ml de capacité, graduées en 0,1 ml.

5.2.3 Balance analytique, précise à 1 mg.

5.3 Échantillon pour essai

5.3.1 L'échantillon d'acétate de cellulose doit être sous forme de poudre passant entièrement au tamis de 710 μm d'ouverture de maille (voir ISO 565); il doit être broyé si nécessaire.

5.3.2 L'humidité de l'échantillon doit être déterminée conformément à l'ISO 585.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Effectuer deux essais et deux essais à blanc pour chaque détermination.

5.4.2 Peser, à 1 mg près, $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de l'échantillon pour essai, dans un flacon de 250 ml (5.2.1). Pour les essais à blanc, préparer également des flacons témoins contenant seulement 65 ml d'acétone (5.1.2) et procéder comme indiqué en 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 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 quitte le support.

5.4.5 Laisser le flacon et son contenu reposer durant 30 min, puis agiter durant 3 h ou laisser reposer durant toute une nuit.

5.4.6 Tout en tournant, ajouter lentement 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium à environ 1 mol/l (5.1.4), puis agiter durant 3 h.

5.4.7 Laver le bouchon avec de l'eau distillée (5.1.1), et ajouter celle-ci au contenu du flacon, soit un total d'environ 50 ml. Ajouter 25 ml de la solution d'acide sulfurique (5.1.3) et environ 0,5 ml de la 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 la solution titrée 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 à 25 µmol/l.

6.1.2 Acide sulfurique, solution, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0,25 \text{ mol/l}$.

6.1.3 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$, exempte de carbonate.

6.1.4 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans l'éthanol.

6.2 Appareillage

6.2.1 Flacons en verre, de 250 ml, munis chacun d'un bouchon rodé en verre.

6.2.2 Burettes, de 50 ml de capacité, graduées en 0,1 ml.

6.2.3 Éprouvette, de 50 ml, graduée en millilitres.

6.2.4 Bain thermorégularisé, réglable à $80 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.

6.2.5 Balance analytique, précise à 1 mg.

6.2.6 Agitateur à secousses convenable.

6.3 Échantillon 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 à l'ISO 585.

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Effectuer deux essais et deux essais à blanc pour chaque détermination.

6.4.2 Peser, à 1 mg près, $1,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ de l'échantillon pour essai, dans un flacon de 250 ml (6.2.1) contenant 50 ml de diméthylsulfoxyde (6.1.1), mesurés à l'aide de l'éprouvette graduée (6.2.3). Pour les essais à blanc, préparer également des flacons témoins contenant seulement 50 ml de diméthylsulfoxyde et procéder comme indiqué en 6.4.4, 6.4.6 et 6.4.7.

6.4.3 Placer les flacons dans le bain thermorégularisé (6.2.4) réglé à $80 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ et les agiter le plus souvent possible jusqu'à dissolution complète de la prise d'essai. Retirer les flacons du bain et les laisser refroidir à température ambiante.

6.4.4 Ajouter, à l'aide d'une burette (6.2.2), 47 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (6.1.3) au contenu de chaque flacon.

Pour garantir une précipitation fine, ajouter la solution d'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.

NOTE 1 On ajoute 47 ml plutôt que 50 ml pour garantir une valeur positive pour le titrage en retour lors des essais à blanc.

6.4.5 Placer les flacons pour une durée de 3 h 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 lavé cols et bouchons, ajouter 50 ml de la solution d'acide sulfurique (6.1.2) au contenu de chaque flacon. Remettre les flacons pour une durée d'une demi-heure sur l'agitateur à secousses.

6.4.7 Titrer l'excès d'acide sulfurique avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (6.1.3), en présence de phénolphtaléine (6.1.4). Agiter vigoureusement pour maintenir la cellulose en suspension lors du titrage.

7 Expression des résultats

7.1 Le titre en acide acétique, exprimé en grammes d'acide acétique pour 100 g d'acétate de cellulose sec, est donné par la formule

$$\frac{6c(V_1 - V_2)}{m}$$

où

- c* est la concentration réelle, exprimée en moles de NaOH par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1.5 ou 6.1.3) utilisée;
- V*₁ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1.5 ou 6.1.3), utilisé pour le titrage de la solution d'essai;
- V*₂ est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de sodium (5.1.5 ou 6.1.3), utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;
- m* est la masse, en grammes, d'acétate de cellulose sec présent dans la prise d'essai, calculée à partir de la masse de la prise d'essai et de son taux d'humidité déterminée conformément à l'ISO 585;
- G* est la masse, en milligrammes, d'acide acétique correspondant à 1,00 ml de solution d'hydroxyde de sodium, *c*(NaOH) = 0,100 mol/l.

7.2 Le résultat est la moyenne de deux déterminations (soit quatre essais et quatre essais à blanc); il doit être exprimé avec une décimale.

8 Fidélité

La fidélité des deux méthodes est identique et correspond à 0,2 % de la valeur moyenne obtenue.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification complète du produit soumis à l'essai, comprenant le type, le numéro de code du fabricant, la provenance, le nom commercial, etc.;
- méthode utilisée (A ou B);
- traitement éventuel appliqué à l'échantillon avant l'essai;
- titre en acide acétique (voir 7.2);
- date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1597:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2f3c9c-54e4-4783-868f-e769a000b4be/iso-1597-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1597:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/be2f3c9c-54e4-4783-868fe769a000b4be/iso-1597-1994>

ICS 83.080.20

Descripteurs: plastique, acétate de cellulose, acétate de cellulose non plastifié, analyse chimique, dosage, acide acétique, méthode volumétrique.

Prix basé sur 4 pages
