

---

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 1599



---

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

---

## **Matières plastiques — Acétate de cellulose — Perte de viscosité au moulage**

*Plastics — Cellulose acetate — Determination of viscosity loss on moulding*

Première édition — 1975-06-15

---

CDU 678.544.4 : 532.13

Réf. n° : ISO 1599-1975 (F)

**Descripteurs** : matière plastique, résine de cellulose, acétate de cellulose, essai, essai physique, moulage, viscosité.

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 61 a examiné la Recommandation ISO/R 1599 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1599-1970 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1599 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France \*

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1599 en Norme Internationale :

Canada

---

\* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

# Matières plastiques — Acétate de cellulose — Perte de viscosité au moulage

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la diminution de viscosité qui se produit lors du moulage de l'acétate de cellulose. Cette perte de viscosité au moulage est due à une dépolymérisation de l'acétate de cellulose, et augmente généralement la fragilité de l'objet moulé.

Cette méthode s'applique aux acétates de cellulose qui ne contiennent pas d'adjuvants, charges, etc. susceptibles de perturber la détermination de la viscosité.

Elle s'applique aux acétates de cellulose ayant un titre en acide acétique supérieur à 50 %.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO/R 585, *Matières plastiques — Détermination de l'humidité de l'acétate de cellulose non plastifié.*

ISO 1157, *Matières plastiques — Acétate de cellulose en solution diluée — Détermination de l'indice et du rapport de viscosité.*

## 3 PRINCIPE

Moulage de l'acétate de cellulose, plastifié avec du phtalate de diméthyle, dans des conditions spécifiées de température, de pression et de temps. Broyage du moulage après refroidissement. Détermination du rapport de viscosité de l'acétate de cellulose moulé et de celui de l'acétate de cellulose initial, selon les prescriptions de l'ISO 1157. La perte de viscosité en pourcentage est calculée à partir des valeurs de viscosité avant et après moulage.

NOTE — L'acétate de cellulose moulé contenant du phtalate de diméthyle, celui-ci est également présent dans les solutions préparées pour la mesure de viscosité. La solution d'acétate de cellulose initial n'en contient pas. Toutefois, la concentration en phtalate dans la solution dont on mesure la viscosité est trop faible pour avoir un effet significatif sur la viscosité.

## 4 RÉACTIFS

**4.1 Phtalate de diméthyle**, pur pour analyse, ayant une densité relative (20 °C/20 °C) comprise entre 1,191 et 1,195, et de pureté supérieure à 99 % (m/m).

**4.2 Réactifs** nécessaires pour la détermination du rapport de viscosité selon les prescriptions de l'ISO 1157.

**4.3 Propanol-2.**

## 5 APPAREILLAGE

**5.1 Presse de moulage par compression**, permettant d'assurer une pression d'au moins 8 MN/m<sup>2</sup> sur la surface de moulage, avec appareil de chauffage à 200 °C et dispositif de refroidissement à l'eau.

**5.2 Moule** (la figure montre un moule de type convenable), permettant de réaliser des moulages d'épaisseur comprise entre 1,5 et 5 mm. Une épaisseur particulière entre ces valeurs peut être spécifiée.

**5.3 Appareillage pour la détermination du rapport de viscosité**, selon les prescriptions de l'ISO 1157.

**5.4 Broyeur électrique**, en acier inoxydable.

**5.5 Étuve**, thermorégularisée à 60 ± 2 °C ou 70 ± 2 °C.

## 6 ÉCHANTILLON

**6.1** Si l'on opère selon 7.1.1 (première méthode), l'échantillon d'acétate de cellulose doit être sous forme de poudre passant entièrement au tamis d'ouverture de maille 710 µm; il doit être broyé, si nécessaire, en évitant un échauffement excessif au cours de l'opération.

Si l'on opère selon 7.1.2 (seconde méthode), il n'est pas nécessaire de broyer l'acétate de cellulose.

**6.2** L'humidité de l'échantillon doit être déterminée selon les prescriptions de l'ISO/R 585.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

**7.1** L'une ou l'autre des méthodes décrites ci-dessous peuvent être utilisées pour l'incorporation du plastifiant.

### 7.1.1 Première méthode

Peser, à ± 0,5 g près, dans un flacon en verre, une prise d'échantillon correspondant à 100 g d'acétate de cellulose

sec. Peser, à  $\pm 0,5$  g près, dans un autre flacon, 45 g de phtalate diméthylrique. Ajouter lentement le phtalate à l'acétate de cellulose, en agitant constamment. Continuer à agiter durant au moins 5 min après l'adjonction de la totalité du phtalate diméthylrique. Poursuivre l'essai selon 7.2 à 7.8.

### 7.1.2 Seconde méthode

Placer 200 g, pesés avec une précision de  $\pm 1$  g, d'acétate de cellulose dans un flacon en verre de 2 l. La teneur en eau du produit doit être inférieure à 0,5 %; sinon, il y a risque de formation de bulles au cours du moulage. Ajouter la moitié environ du mélange suivant :

- phtalate de diméthyle :  $75 \pm 0,5$  ml ( $90 \pm 0,6$  g);
- propanol-2 :  $400 \pm 0,5$  ml.

Homogénéiser en mélangeant rapidement à l'aide d'une baguette en verre. Ajouter le reste du mélange plastifiant-solvant, mélanger à nouveau, fermer le flacon et le placer immédiatement sur un agitateur à rouleaux tournant entre 50 et 70 tr/min. Après 2 h d'agitation, frapper le récipient avec la paume de la main afin de détacher la poudre qui a pu adhérer aux parois. Replacer sur l'agitateur durant 4 h.

Verser le produit dans une capsule en porcelaine, recouvrir d'une feuille de papier filtre et laisser reposer à l'air libre et à la température ambiante durant toute la nuit. Placer la capsule durant 3 h dans une étuve à  $60 \pm 2$  °C, afin d'éliminer une partie du solvant. Après ce délai, remettre le produit dans le flacon d'origine, préalablement nettoyé. L'homogénéiser par un brassage rapide, durant 1 ou 2 min, à l'aide d'un agitateur à tige muni d'un couteau et tournant à 10 000 tr/min. (Cette opération a pour but de détruire tout agglomérat qui a pu se produire au cours du passage à l'étuve.) Boucher le flacon et laisser reposer à nouveau à la température ambiante durant environ 20 h. Poursuivre l'essai selon 7.2 à 7.8.

**7.2** Chauffer le mélange obtenu durant 2 h à  $70 \pm 2$  °C, afin d'éliminer l'humidité et de compléter l'absorption de plastifiant.

**7.3** Placer une quantité convenable de mélange chauffé dans le moule (5.2) porté à la température de  $200 \pm 2$  °C. Appliquer durant 2 min une pression assurant seulement le contact, puis la pression totale (au moins 8 MN/m<sup>2</sup> sur la surface du moulage) pendant une durée de  $10 \pm 0,5$  min pour un moulage de 1,5 mm d'épaisseur. Cette durée doit être augmentée de 0,5 min pour chaque tranche de 0,5 mm au-dessus de 1,5 mm d'épaisseur.

**7.4** Refroidir immédiatement le moulage jusqu'à ce qu'il soit suffisamment rigide pour être éjecté. La vitesse de refroidissement doit être telle que 2 min après le début du refroidissement, la température soit inférieure d'au moins 30 °C à la température du moulage.

**7.5** Broyer l'acétate de cellulose moulé en grains de dimensions inférieures à 0,9 mm en évitant un échauffement excessif et le sécher durant 2 h à  $70 \pm 2$  °C.

**7.6** Préparer, comme indiqué dans l'ISO 1157, une solution à l'aide d'un mélange de dichlorométhane et de méthanol mais avec 0,725 g de matière (c'est-à-dire, 0,500 g d'acétate de cellulose) pour 100 ml de solution, et déterminer le rapport de viscosité.

**7.7** Déterminer le rapport de viscosité d'une solution à 5 g/l d'acétate de cellulose initial, selon les prescriptions de l'ISO 1157.

**7.8** Effectuer deux déterminations complètes comme indiqué de 7.1 à 7.7. Si les résultats des deux déterminations diffèrent de plus de 10 % de leur valeur moyenne, deux déterminations supplémentaires doivent être effectuées.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

**8.1** La perte de viscosité au moulage, exprimée en pourcentage du rapport de viscosité de l'acétate de cellulose initial, est donnée par la formule

$$100 \times \frac{A - B}{A}$$

où

*A* est le rapport de viscosité de l'acétate de cellulose initial;

*B* est le rapport de viscosité de l'acétate de cellulose après moulage.

NOTE — Si le même viscosimètre est utilisé pour les deux déterminations, il suffit de mesurer le temps d'écoulement de chaque solution. La perte de viscosité est alors donnée par la formule

$$100 \times \frac{t_a - t_b}{t_a}$$

où

*t<sub>a</sub>* est le temps d'écoulement de la solution d'acétate de cellulose initial, en secondes;

*t<sub>b</sub>* est le temps d'écoulement de la solution d'acétate de cellulose moulé, en secondes.

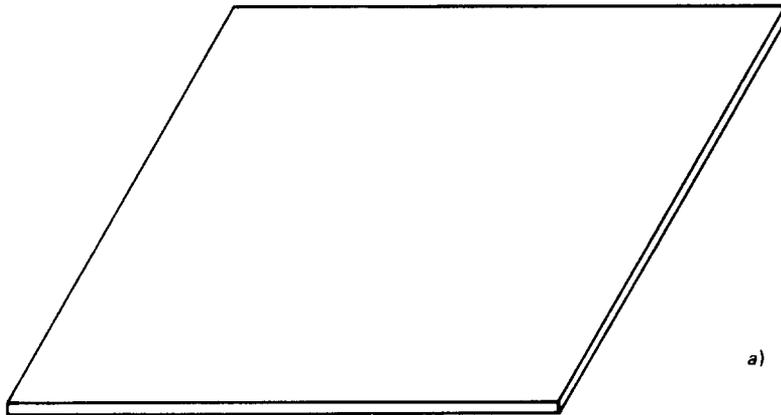
**8.2** La perte de viscosité est la moyenne de deux déterminations.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

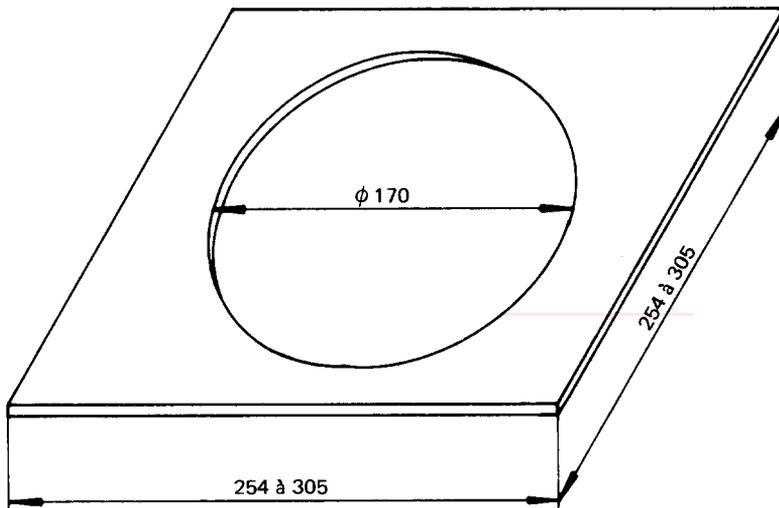
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) la référence à la présente Norme Internationale ou à une norme nationale équivalente;
- b) les indications nécessaires à l'identification complète du produit soumis à l'essai, telles que type, numéro de code du fabricant, provenance, nom commercial, etc.;
- c) la perte de viscosité au moulage;
- d) la date de l'essai.

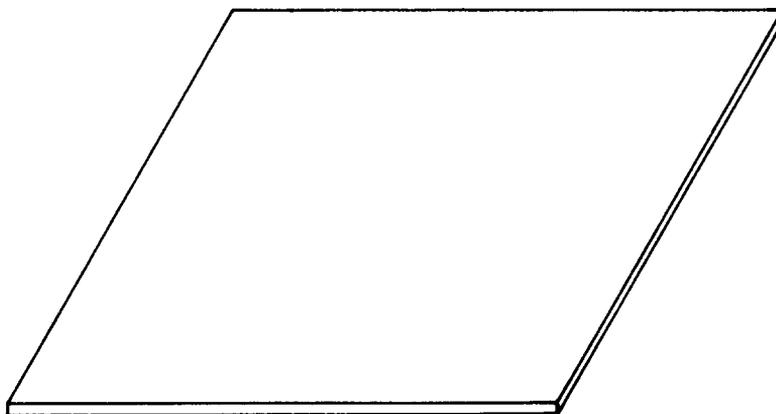
Dimensions en millimètres



- a) Plateau supérieur en acier inoxydable ou en acier nickelé, de 1,5 mm d'épaisseur, dont la face inférieure est polie



- b) Plateau central en acier inoxydable de 1,5 à 5 mm d'épaisseur



- c) Plateau inférieur en acier inoxydable ou en acier nickelé, de 1,5 mm d'épaisseur, dont la face supérieure est polie

FIGURE – Moule (voir 5.2)

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

ISO 1599:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc730348-a603-4052-9dc0-359d9ce612e4/iso-1599-1975>

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

ISO 1599:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc730348-a603-4052-9dc0-359d9ce612e4/iso-1599-1975>