

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
1599

Deuxième édition  
1990-12-01



**Plastiques — Acétate de cellulose —  
Détermination de la perte de viscosité au  
moulage**

iTeh STANDARD PREVIEW

*(Plastics — Cellulose acetate — Determination of viscosity loss on  
moulding)*  
(standards.iteh.ai)

ISO 1599:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b09adc-b47e-4afc-bf84-a522ff52c24a/iso-1599-1990>



Numéro de référence  
ISO 1599:1990(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 1599 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1599:1975), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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 — Détermination de la perte de viscosité au moulage

**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 une méthode pour la 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.

La méthode est applicable aux acétates de cellulose qui ne contiennent pas d'additifs, charges, etc., susceptibles de perturber la détermination de la viscosité.

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

## 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<sup>1)</sup>, *Plastiques — Acétate de cellulose non plastifié — Détermination de l'humidité.*

ISO 1157:1990, *Plastiques — Acétate de cellulose en solution diluée — Détermination de l'indice de viscosité et du rapport de viscosité.*

## 3 Principe

L'acétate de cellulose, plastifié avec du phtalate de diméthyle, est moulé dans des conditions prescrites de température, de pression et de temps. Après refroidissement, l'objet moulé est broyé. Le rapport de viscosité du broyat de l'acétate de cellulose moulé et de celui de l'acétate de cellulose initial sont déterminés conformément à l'ISO 1157. La perte de viscosité en pourcentage est calculée à partir des valeurs de viscosité avant et après moulage.

NOTE 1 L'acétate de cellulose moulé contenant du phtalate de diméthyle, celui-ci est également présent dans les solutions préparées pour le mesurage de la viscosité; la solution d'acétate de cellulose initial n'en contient pas. Toutefois, la concentration de phtalate de diméthyle dans la solution dont on mesure la viscosité est trop faible pour avoir un effet significatif sur la viscosité.

1) À publier.

## 4 Réactifs

Au cours de l'essai, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

**4.1 Phtalate de diméthyle**,  $d_{20}^{20}$  1,191 à 1,195, pureté supérieure à 99 % ( $m/m$ ).

**4.2 Solvants pour la détermination du rapport de viscosité**, prescrits dans l'ISO 1157.

**4.3 Propanol-2.**

**PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ** — Le propanol-2 est très inflammable. Conserver le récipient bien fermé et à l'écart de toute source d'ignition — Ne pas fumer.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Presse hydraulique**, 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 eau.

**5.2 Moule** (la figure 1 montre un type de moule approprié), ayant des surfaces polies relativement planes et parallèles, permettant de réaliser des objets moulés d'épaisseur comprise entre 1,5 mm et 5 mm. Une épaisseur particulière entre ces valeurs peut être prescrite.

**5.3 Appareillage pour la détermination du rapport de viscosité**, prescrit dans l'ISO 1157.

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

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

## 6 Échantillon pour essai

**6.1** Si l'on opère conformément à 7.1.1 (première méthode pour incorporer le plastifiant), 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, en évitant un échauffement excessif au cours de cette opération.

Si l'on opère conformément à 7.1.2 (seconde méthode pour incorporer le plastifiant), il n'est pas nécessaire de broyer l'acétate de cellulose.

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

## 7 Mode opératoire

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

### 7.1.1 Première méthode

Dans un flacon en verre, peser, à 0,5 g près, une quantité de l'échantillon pour essai correspondant à 100 g d'acétate de cellulose sec. Dans un autre flacon en verre, peser, à 0,5 g près, 45 g de phtalate de diméthyle (4.1). Ajouter lentement le phtalate de diméthyle à l'acétate de cellulose, en agitant constamment. Continuer à agiter durant au moins 5 min après l'adjonction de la totalité du phtalate de diméthyle. Poursuivre l'essai conformément à 7.2 à 7.8.

### 7.1.2 Seconde méthode

Dans un flacon en verre de 2 litres, peser, à 1 g près, 200 g de l'échantillon pour essai. Le taux d'humidité de l'échantillon doit être inférieur à 0,5 %; sinon, il y a risque de formation de bulles au cours du moulage. Ajouter approximativement la moitié du mélange suivant:

- phtalate de diméthyle (4.1): 75 ml ± 0,5 ml (90 g ± 0,6 g);
- propanol-2 (4.3): 400 ml ± 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 tr/min et 70 tr/min. Après 2 h d'agitation, tapoter le récipient avec la paume de la main afin de détacher la poudre qui a pu adhérer aux parois. Replacer sur l'agitateur et agiter durant encore 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 dans l'étuve (5.5) thermorégularisée à 60 °C ± 2 °C et l'y maintenir durant 3 h 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 min 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 former 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 conformément à 7.2 à 7.8.

**7.2** Chauffer le mélange obtenu durant 2 h dans l'étuve (5.5) thermorégularisée à  $70\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , afin d'éliminer l'humidité et de compléter l'absorption de plastifiant.

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

**7.4** Relâcher la pression et refroidir immédiatement l'objet moulé jusqu'à ce qu'il soit suffisamment rigide pour être éjecté sans subir de déformation. La vitesse de refroidissement doit être telle que, 2 min après le début du refroidissement, la température soit inférieure d'au moins  $30\text{ °C}$  à la température de moulage.

**7.5** Broyer l'acétate de cellulose moulé en grains de dimensions inférieures à  $0,9\text{ mm}$  en évitant un échauffement excessif et le sécher durant 2 h dans l'étuve (5.5) thermorégularisée à  $70\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

**7.6** Comme prescrit dans l'ISO 1157, préparer une solution à l'aide d'un mélange de dichlorométhane et de méthanol mais avec  $0,725\text{ g}$  de broyat sec (c'est-à-dire  $0,500\text{ g}$  d'acétate de cellulose) pour  $100\text{ ml}$  de solution, et déterminer le rapport de viscosité.

**7.7** Déterminer le rapport de viscosité d'une solution à  $5\text{ g}$  d'acétate de cellulose initial par litre conformément à l'ISO 1157.

**7.8** Effectuer deux déterminations complètes conformément à 7.1 à 7.7. Si les résultats des deux déterminations diffèrent de plus de  $10\%$  de leur valeur moyenne, effectuer deux déterminations supplémentaires.

## 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

$$100 \times \frac{\eta_{r,a} - \eta_{r,b}}{\eta_{r,a}}$$

où

$\eta_{r,a}$  est le rapport de viscosité de l'acétate de cellulose initial;

$\eta_{r,b}$  est le rapport de viscosité de l'acétate de cellulose après moulage.

**NOTE 2** 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

$t_a$  est le temps d'écoulement, en secondes, de la solution d'acétate de cellulose initial;

$t_b$  est le temps d'écoulement, en secondes, de la solution d'acétate de cellulose moulé.

**8.2** Le résultat est la moyenne de deux déterminations acceptables (voir 7.8).

## 9 Fidélité

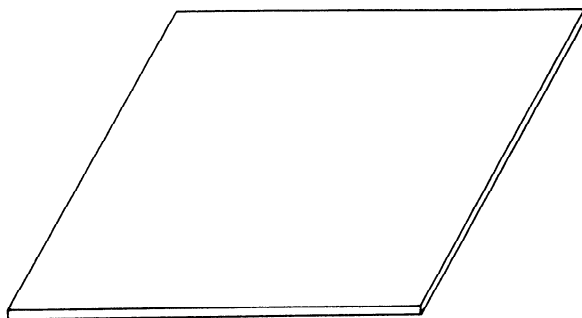
La fidélité de cette méthode n'est pas connue, car des données d'essais interlaboratoires ne sont pas disponibles. Cette méthode peut ne pas être convenable pour l'utilisation dans les spécifications ou dans le cas de résultats contestés, jusqu'à ce que ces données soient disponibles.

## 10 Rapport d'essai

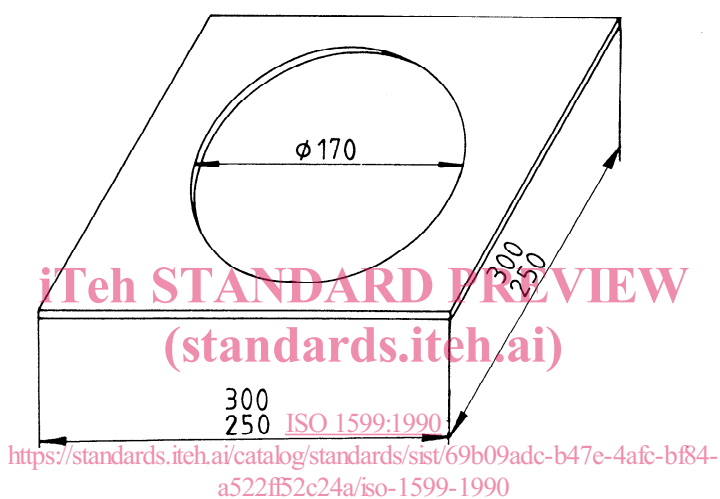
Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète du produit soumis à l'essai, comprenant le type, le numéro de code du fabricant, la provenance, le nom commercial, etc.;
- perte de viscosité au moulage (voir 8.2);
- date de l'essai.

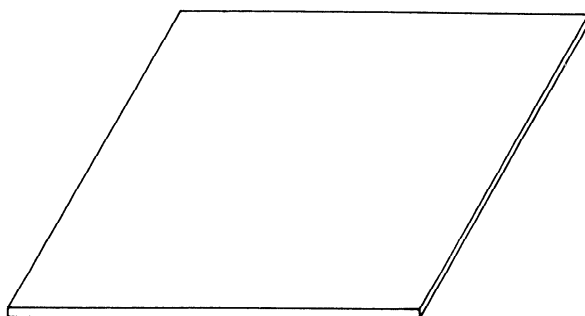
Dimensions en millimètres



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



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



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

**Figure 1** — Moule approprié (voir 5.2)

Page blanche

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

ISO 1599:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b09adc-b47e-4afc-bf84-a522ff52c24a/iso-1599-1990>

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

ISO 1599:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69b09adc-b47e-4afc-bf84-a522ff52c24a/iso-1599-1990>

---

---

**CDU 678.544.4:532.13**

**Descripteurs:** plastique, dérivé de cellulose, acétate de cellulose, essai, détermination, viscosité, moulage des plastiques.

Prix basé sur 4 pages

---

---