
**Plastiques — Copolymères
éthylène/acétate de vinyle (EVAC)
thermoplastiques — Dosage de
l'acétate de vinyle**

*Plastics — Ethylene/vinyl acetate copolymer (EVAC) thermoplastics
— Determination of vinyl acetate content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8985:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aeeead8-1fa4-40ee-bdc0-d8df2b483c86/iso-8985-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aeeead8-1fa4-40ee-bdc0-d8df2b483c86/iso-8985-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8985:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aeeead8-1fa4-40ee-bdc0-d8df2b483c86/iso-8985-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthodes de référence	1
4.1 Méthode de référence 1: Hydrolyse et titrage en retour	1
4.1.1 Principe	1
4.1.2 Réactifs	2
4.1.3 Appareillage	2
4.1.4 Mode opératoire	3
4.1.5 Expression des résultats	3
4.1.6 Rapport d'essai	4
4.2 Méthode de référence 2: Saponification et titrage potentiométrique	4
4.2.1 Principe	4
4.2.2 Réactifs	4
4.2.3 Appareillage	4
4.2.4 Mode opératoire	5
4.2.5 Expression des résultats	6
4.2.6 Rapport d'essai	6
4.3 Méthode de référence 3: Mesure de l'oxygène	6
4.3.1 Principe	6
4.3.2 Appareillage	6
4.3.3 Mode opératoire	7
4.3.4 Échantillonnage	11
4.3.5 Étalonnage	11
4.3.6 Calcul de la teneur en acétate de vinyle	12
4.3.7 Rapport d'essai	12
5 Exemples de méthodes d'essai	12
5.1 Méthode par spectrométrie infrarouge	12
5.1.1 Principe	12
5.1.2 Appareillage et matériaux	12
5.1.3 Mode opératoire	13
5.1.4 Expression des résultats	15
5.1.5 Rapport d'essai	16
5.2 Méthode acidimétrique	16
5.2.1 Principe	16
5.2.2 Réactifs et matériaux	16
5.2.3 Appareillage	16
5.2.4 Mode opératoire	17
5.2.5 Expression des résultats	18
5.2.6 Rapport d'essai	18
5.3 Méthode iodométrique	19
5.3.1 Principe	19
5.3.2 Réactifs	19
5.3.3 Appareillage	19
5.3.4 Mode opératoire	19
5.3.5 Expression des résultats	20
5.3.6 Rapport d'essai	20
5.4 Méthode thermogravimétrique	20
5.4.1 Principe	20
5.4.2 Appareillage	21
5.4.3 Éprouvettes	21
5.4.4 Étalonnage	21

5.4.5	Mode opératoire.....	21
5.4.6	Rapport d'essai.....	22
Bibliographie	23

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8985:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aeeead8-1fa4-40ee-bdc0-d8df2b483c86/iso-8985-2022>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques*, en collaboration avec le Comité Européen de Normalisation (CEN), comité technique CEN/TC 249, *Plastiques*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8985:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les références normatives ont été mises à jour avec leur dernière version;
- l'article concernant les termes et définitions obligatoires a été ajouté (voir [Article 3](#));
- une «méthode d'essai thermogravimétrique» a été ajoutée;
- le spectromètre infrarouge a été remplacé par le spectromètre infrarouge de Fourier;
- l'exemple du spectre infrarouge a été modifié, passant de la transmission à l'absorbance;
- l'exemple de courbe d'étalonnage a été modifié.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Plastiques — Copolymères éthylène/acétate de vinyle (EVAC) thermoplastiques — Dosage de l'acétate de vinyle

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire, le cas échéant. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité éventuels qui sont liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux catégories de méthodes pour le dosage de l'acétate de vinyle (VAC) dans les copolymères éthylène/acétate de vinyle (EVAC) en vue de leur désignation conformément à l'ISO 21301-1. Une catégorie est dite «méthodes de référence», l'autre «méthode d'essai».

Les «méthodes de référence» sont utilisées pour l'étalonnage de la méthode utilisée pour le dosage de l'acétate de vinyle dans les copolymères éthylène/acétate de vinyle.

Les «méthodes d'essai» sont d'autres méthodes qui peuvent être utilisées pour la détermination si elles sont étalonnées à l'aide de l'une des méthodes de référence décrites à l'[Article 4](#) et si elles montrent une certaine répétabilité admissible.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 472, *Plastiques — Vocabulaire*

ISO 4799, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*

ISO 11358-1:2014, *Plastiques — Thermogravimétrie (TG) des polymères — Partie 1: Principes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 472 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

4 Méthodes de référence

4.1 Méthode de référence 1: Hydrolyse et titrage en retour

4.1.1 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans du xylène et les groupes acétate sont hydrolysés par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium. Un excès d'acide sulfurique ou chlorhydrique est ajouté. L'acide

est titré en retour avec une solution titrée d'hydroxyde de sodium en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

4.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1.2.1 Xylène.

4.1.2.2 Acide sulfurique, solution à environ 5 g/l, ou acide chlorhydrique, solution à environ 3,7 g/l.

4.1.2.3 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique à environ 5,6 g/l.

Dissoudre 5,6 g d'hydroxyde de potassium (KOH) solide dans 500 ml d'éthanol, compléter à 1 000 ml, laisser déposer jusqu'au lendemain et décantier la partie limpide de la solution.

4.1.2.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.1.2.5 Phénolphtaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,7 g de phénolphtaléine dans 100 ml d'éthanol.

4.1.3 Appareillage

Appareillage courant de laboratoire, plus ce qui suit:

4.1.3.1 Burette, de 50 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de sodium ([4.1.2.4](#)).

4.1.3.2 Pipette, de 30 ml de capacité, pour la solution acide ([4.1.2.2](#)).

4.1.3.3 Pipette, de 25 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de potassium ([4.1.2.3](#)).

4.1.3.4 Tube à essais, de 50 ml de capacité, pour le xylène ([4.1.2.1](#)).

4.1.3.5 Fiole, de 300 ml de capacité, munie d'un bouchon.

4.1.3.6 Bouteille compte-gouttes, pour la solution d'indicateur à la phénolphtaléine ([4.1.2.5](#)).

4.1.3.7 Réfrigérant à reflux, d'au moins 500 mm de longueur, conforme à l'ISO 4799.

4.1.3.8 Appareil de chauffage, bain de sable, bain d'huile ou enveloppe chauffante, réglable à 200 °C.

4.1.3.9 Balance analytique, avec une exactitude de 0,1 mg.

4.1.4 Mode opératoire

4.1.4.1 Détermination

4.1.4.1.1 Dans la fiole (4.1.3.5), peser, à 0,1 mg près, une quantité de copolymère sec comme indiqué dans le [Tableau 1](#). La masse de chaque particule de l'échantillon doit être inférieure à environ 0,05 g.

Tableau 1 — Guide concernant la masse d'échantillon à utiliser

Teneur présumée en acétate de vinyle $w(\text{VAC})$ %	Masse approximative de la prise d'essai g
$w(\text{VAC}) \leq 10$	1
$10 < w(\text{VAC}) \leq 20$	0,5
$20 < w(\text{VAC}) \leq 40$	0,3
$40 < w(\text{VAC})$	0,2

Lors de l'analyse d'un échantillon inconnu, réaliser d'abord un essai préliminaire dans des conditions valables pour un copolymère contenant 20 % à 40 % de VAC.

4.1.4.1.2 Ajouter 50 ml de xylène (4.1.2.1) au contenu de la fiole et 25 ml d'hydroxyde de potassium (4.1.2.3) à l'aide de la pipette (4.1.3.3). Chauffer la fiole surmontée du réfrigérant à reflux (4.1.3.7) pendant 2 h à l'aide de l'appareil de chauffage. Après hydrolyse, retirer la fiole de l'appareil de chauffage et laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 30 ml d'acide sulfurique ou chlorhydrique (4.1.2.2) à l'aide de la pipette (4.1.3.2), boucher la fiole et agiter vigoureusement. Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphaléine (4.1.2.5) et titrer l'excès d'acide, tout en agitant, avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.1.2.4).

ISO 8985:2022

4.1.4.2 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

4.1.5 Expression des résultats

4.1.5.1 La teneur en acétate de vinyle, $w(\text{VAC})$, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$w(\text{VAC}) = \frac{0,08\ 609 \times (V_1 - V_2) \times c_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

V_1 est le volume, en ml, de solution d'hydroxyde de sodium utilisé pour la détermination;

V_2 est le volume, en ml, de solution d'hydroxyde de sodium utilisé pour l'essai à blanc;

c_1 est la concentration réelle, exprimée en mol/l, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour le titrage;

m est la masse, en g, de la prise d'essai (voir 4.1.4.1.1);

0,08 609 est la masse molaire de l'acétate de vinyle, en kg/mol.

4.1.5.2 Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 %, les rejeter et recommencer la détermination. Consigner la moyenne arithmétique des deux déterminations.

4.1.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence au présent document (à savoir l'ISO 8985:2022) et à la méthode utilisée;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- c) le résultat, exprimé conformément à [4.1.5.2](#).

4.2 Méthode de référence 2: Saponification et titrage potentiométrique

4.2.1 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans un mélange de xylène et d'hexan-1-ol et les groupes acétate sont hydrolysés par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium. De l'acétone est ajoutée pour éviter la précipitation de copolymère. L'excès d'alcali est titré avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, à l'aide d'un titrimètre potentiométrique.

4.2.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.2.2.1 Xylène.

4.2.2.2 Hexan-1-ol.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1aecead8-1fa4-40ee-bdc0-d8df2b483c86/iso-8985-2022>

4.2.2.3 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique à environ 28 g/l.

4.2.2.4 Acétone.

4.2.2.5 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,3 \text{ mol/l}$.

4.2.2.6 Chlorure de lithium, solution éthanolique à 40 g/l.

4.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, plus ce qui suit:

4.2.3.1 Titrimètre potentiométrique, équipé d'une burette de 10 ml de capacité graduée tous les 0,02 ml, d'un millivoltmètre ou autre type de voltmètre approprié, d'une électrode de verre pour la mesure et d'une électrode de référence argent/chlorure d'argent, d'un pont de liaison et d'un bécher rempli de solution éthanolique de chlorure de lithium ([4.2.2.6](#)). D'autres types de titrimètres potentiométriques peuvent être utilisés.

4.2.3.2 Tube à essais, de 50 ml de capacité, pour le xylène ([4.2.2.1](#)) et l'acétone ([4.2.2.4](#)).

4.2.3.3 Burette, de 5 ml de capacité, pour la solution d'hydroxyde de potassium ([4.2.2.3](#)).

4.2.3.4 Pipette, de 10 ml de capacité, pour l'hexan-1-ol ([4.2.2.2](#)).

4.2.3.5 Fiole, de 100 ml de capacité.

4.2.3.6 Réfrigérant à reflux, d'au moins 300 mm de longueur, conforme à l'ISO 4799.

4.2.3.7 Appareil de chauffage, bain de sable, bain d'huile ou enveloppe chauffante, réglable à environ 200 °C.

4.2.3.8 Balance analytique, avec une exactitude de 0,1 mg.

4.2.3.9 Agitateur magnétique.

4.2.4 Mode opératoire

4.2.4.1 Détermination

4.2.4.1.1 Dans la fiole, peser, à 0,1 mg près, une quantité de copolymère sec comme indiqué dans le [Tableau 2](#). La masse de chaque particule de l'échantillon doit être inférieure à environ 0,05 g.

Tableau 2 — Guide concernant la masse de l'échantillon à utiliser

Teneur présumée en acétate de vinyle $w(\text{VAC})$ %	Masse approximative de la prise d'essai g
$w(\text{VAC}) \leq 2$	1
$2 < w(\text{VAC}) \leq 5$	0,5
$5 < w(\text{VAC}) \leq 30$	0,2
$30 < w(\text{VAC})$	0,1

Lors de l'analyse d'un échantillon inconnu, réaliser d'abord un essai préliminaire dans des conditions valables pour un copolymère contenant 5 % à 30 % d'acétate de vinyle.

4.2.4.1.2 Ajouter 25 ml de xylène ([4.2.2.1](#)) au contenu de la fiole et 10 ml d'hexan-1-ol ([4.2.2.2](#)) et 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium ([4.2.2.3](#)). Chauffer la fiole surmontée du réfrigérant à reflux ([4.2.3.6](#)) pendant 30 min à l'aide de l'appareil de chauffage ([4.2.3.7](#)) réglé à la température d'ébullition.

4.2.4.1.3 Après 30 min, retirer la fiole de l'appareil de chauffage et laisser refroidir pendant 5 min à 6 min; introduire alors 35 ml d'acétone ([4.2.2.4](#)) par le haut du réfrigérant. Retirer le réfrigérant et placer la fiole (si elle est conique) sur l'agitateur magnétique ([4.2.3.9](#)); autrement, transférer d'abord la solution dans un bécher.

4.2.4.1.4 Plonger l'électrode de verre (voir [4.2.3.1](#)) et l'une des extrémités du pont de liaison dans la fiole ou le bécher. Plonger l'autre extrémité du pont de liaison et l'électrode de référence argent/chlorure d'argent (voir [4.2.3.1](#)) dans le bécher rempli de solution éthanolique de chlorure de lithium ([4.2.2.6](#)).

4.2.4.1.5 Réaliser le titrage potentiométrique sans délai, en ajoutant la solution titrée d'acide chlorhydrique ([4.2.2.5](#)) jusqu'à la première décroissance de potentiel, tout en agitant. À l'approche du point de fin de titrage, verser la solution d'acide par fractions de 0,04 ml à 0,06 ml.

4.2.4.1.6 Lorsque le point de fin de titrage est atteint, lire la tension, en millivolts, sur le titrimètre ainsi que le volume de solution d'acide ajouté.

Le point de fin de titrage est le point auquel la plus grande variation du potentiel a lieu lors de l'ajout d'un volume donné de solution de titrage. Dans le cas de deux fortes valeurs similaires de la variation,

retenir la première valeur comme point de fin de titrage. Celui-ci peut également être déterminé graphiquement.

4.2.4.2 Essai à blanc

Réaliser un essai à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai. Établir la courbe de titrage. Retenir la valeur moyenne du pic sur la courbe de titrage comme point de fin de titrage.

4.2.5 Expression des résultats

4.2.5.1 La teneur en acétate de vinyle, $w(\text{VAC})$, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$w(\text{VAC}) = \frac{0,08\ 609 \times (V_3 - V_4) \times c_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

où

V_3 est le volume, en ml, de solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc;

V_4 est le volume, en ml, de solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination;

c_2 est la concentration réelle, exprimée en mol/l, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage;

m est la masse, en g, de la prise d'essai (voir [4.2.4.1.2](#)).

4.2.5.2 Réaliser deux déterminations. Si les résultats diffèrent de plus de 1 %, les rejeter et recommencer la détermination. Consigner la moyenne arithmétique des deux déterminations.

4.2.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence au présent document (à savoir l'ISO 8985:2022) et à la méthode utilisée;
- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- le résultat, exprimé conformément à [4.2.5.2](#).

4.3 Méthode de référence 3: Mesure de l'oxygène

4.3.1 Principe

La détermination de la teneur en oxygène est réalisée en utilisant l'une des méthodes traditionnelles d'analyse organique élémentaire. Par conséquent, l'une des trois méthodes indiquées dans le [Tableau 3](#) s'applique.

4.3.2 Appareillage

Tout appareillage (commercial ou autre) peut être utilisé, à condition qu'il réponde aux exigences suivantes:

Plage de détection: 0,2 %

Dispersion: 0,2 % absolue ou 10 % relative si $O_2 < 1$ %