

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7327

Première édition
1994-07-01

**Plastiques — Durcisseurs et accélérateurs
pour résines époxydes — Détermination
de l'acide libre dans l'acide-anhydride**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Plastics — Hardeners and accelerators for epoxide resins —
Determination of free acid in acid anhydride*

ISO 7327:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 7327:1994(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 7327 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

© 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 — Durcisseurs et accélérateurs pour résines époxydes — Détermination de l'acide libre dans l'acide-anhydride

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'acide libre dans les durcisseurs acide-anhydride pour résines époxydes.

NOTE 1 La méthode convient à la plupart des anhydrides, à l'exception des anhydrides polyester et oligomériques qui peuvent donner des résultats trop dispersés.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

3 Principe

On fait réagir une petite quantité d'acide libre présent dans une prise d'essai de durcisseur ou accélérateur acide-anhydride avec de la rhodamine 6G pour obtenir une coloration rose de la solution d'essai. L'absorbance de la solution de dosage est mesurée à l'aide d'un spectromètre réglé à une longueur d'onde aux environs de 510 nm, et la teneur en acide libre est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage.

4 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 Butanone-2 (méthyléthylcétone), déshydratée de la façon suivante.

Mettre 100 g du contenu d'un tamis moléculaire 4A dans 1 litre de butanone-2. Laisser reposer durant 24 h, puis décanté de sorte qu'il n'y ait aucune particule du tamis moléculaire 4A.

Déterminer la teneur en eau en utilisant un appareil de Karl Fischer (voir ISO 760). Ne pas utiliser de butanone-2 contenant plus de 20 ppm d'eau.

4.2 Toluène, déshydraté de façon suivante.

Mettre 100 g du contenu d'un tamis moléculaire 4A dans 1 litre de toluène. Laisser reposer durant 24 h, puis décanté de sorte qu'il n'y ait aucune particule du tamis moléculaire 4A.

Déterminer la teneur en eau en utilisant un appareil de Karl Fischer (voir ISO 760). Ne pas utiliser de toluène contenant plus de 20 ppm d'eau.

4.3 Solution de rhodamine 6G.

4.3.1 Préparation

Mélanger 20 mg de rhodamine 6G dans 10 ml de solution tampon préparée en dissolvant 0,1 g de phosphate trisodique (Na_3PO_4) dans 10 ml d'eau.

Verser la solution dans une ampoule à décanté de 500 ml et ajouter 200 ml de toluène (4.2). Secouer

légèrement la solution jusqu'à ce que la couche de toluène devienne brun jaunâtre.

Après avoir laissé reposer durant 1 h, filtrer la phase organique sur un papier filtre dans une bouteille ambrée. Ajouter des lamelles de sodium métallique (grains découpés avec un scalpel) dans le filtrat et laisser reposer durant 12 h.

Avant utilisation, vérifier que la teneur en eau de la solution est inférieure à 20 ppm et que son absorbance à blanc est comprise entre 0,30 et 0,50.

4.3.2 Détermination de l'absorbance à blanc

Déterminer l'absorbance à blanc de la solution de rhodamine 6G (4.3.1) de la façon suivante.

Introduire, à l'aide d'une pipette (5.5), 2 ml de la solution de rhodamine 6G dans une fiole jaugée à 10 ml (5.4) et diluer jusqu'au trait repère avec un mélange solvant formé de 95 volumes de toluène (4.2) et de 5 volumes de butanone-2 (4.1). Mesurer l'absorbance de cette solution conformément à 6.3.2.

4.4 Échantillon étalon d'acide libre.

Faire bouillir 10 g d'acide-anhydride avec 60 ml d'eau durant 3 h et laisser refroidir. Filtrer et rincer à l'eau, puis sécher.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Balance, précise à 0,1 mg.

5.2 Spectromètre, équipé de cuves de 10 mm d'épaisseur.

5.3 Fiole conique, de 50 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

5.4 Fioles jaugées, de 10 ml, 50 ml et 100 ml de capacité respective, munies de bouchons en verre rodés.

5.5 Pipettes, de 1 ml, 1,5 ml, 2 ml, 2,5 ml et 10 ml de capacité respective.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de la solution d'essai

Peser, à 0,1 mg près, 0,2 g de l'échantillon et le verser dans la fiole conique de 50 ml (5.3), ajouter

30 ml d'un mélange solvant formé de 95 volumes de toluène (4.2) et de 5 volumes de butanone-2 (4.1) et dissoudre à température ambiante. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4) et diluer jusqu'au trait repère avec le mélange solvant déshydraté prescrit ci-dessus. (La concentration de la solution d'essai ainsi obtenue est comprise entre 10^{-4} mol et 10^{-5} mol d'acide libre par litre.)

6.2 Étalonnage

Introduire 20 mg de l'échantillon étalon d'acide libre (4.4) dans une fiole jaugée de 100 ml (5.4) et ajouter 50 ml de la butanone-2 (4.1). Dissoudre totalement à température ambiante. Diluer ensuite jusqu'au trait repère avec du toluène (4.2).

Prélever, à l'aide d'une pipette (5.5), 10 ml de cette solution, les introduire dans une autre fiole jaugée de 100 ml (5.4) et diluer jusqu'au trait repère avec du toluène (4.2). (La concentration de la solution étalon ainsi obtenue est de 20 mg d'acide libre par litre.)

Prélever respectivement, à l'aide de pipettes (5.5), 1 ml, 1,5 ml, 2 ml et 2,5 ml de la solution étalon d'acide libre préparée comme indiqué ci-dessus, former le composé absorbant conformément à 6.3.1 et mesurer l'absorbance de chaque solution d'étalonnage ainsi obtenue conformément à 6.3.2.

Sur un graphique, reporter chaque absorbance, corrigée de l'absorbance à blanc déterminée en 4.3.2, sur l'axe des ordonnées, et la masse correspondante, en microgrammes, d'acide libre contenue dans 10 ml de chacune des solutions d'étalonnage sur l'axe des abscisses. Tracer alors la courbe d'étalonnage en la faisant passer par l'origine.

6.3 Dosage

6.3.1 Formation du composé absorbant

Prélever, à l'aide d'une pipette (5.5), 2 ml de la solution de rhodamine 6G (4.3), les introduire dans une fiole jaugée de 10 ml (5.4) et ajouter 1 ml à 5 ml de la solution d'essai (voir 6.1). La solution de rhodamine 6G réagit immédiatement avec l'acide libre pour donner une coloration rose. Diluer ensuite jusqu'au trait repère avec le mélange solvant déshydraté prescrit en 6.1.

Le volume de solution d'essai à ajouter doit être ajusté pour obtenir la coloration rose. L'intensité de la couleur ne doit pas dépasser celle de la solution d'étalonnage la plus foncée.

6.3.2 Mesurage spectrométrique

Mesurer l'absorbance de la solution de dosage obtenue en 6.3.1 à l'aide du spectromètre (5.2) réglé à une longueur d'onde de $510 \text{ nm} \pm 10 \text{ nm}$, dans une cuve de 10 mm d'épaisseur, après avoir ajusté l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au toluène (4.2). Étant donné que l'absorbance de la solution varie en fonction du temps, mesurer l'absorbance dans les 5 min qui suivent la formation du composé absorbant.

Soustraire l'absorbance à blanc déterminée en 4.3.2 de celle de la solution de dosage et lire sur la courbe d'étalonnage obtenue en 6.2 la masse correspondante d'acide libre contenue dans 10 ml de la solution de dosage préparée en 6.3.1.

7 Expression des résultats

La teneur en acide libre dans l'acide-anhydride, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times r_D \times 10^{-1}}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai (voir 6.1);

m_1 est la masse, en microgrammes, d'acide libre trouvée dans 10 ml de la solution de dosage, lue sur la courbe d'étalonnage (voir 6.2);

r_D est le taux de dilution, c'est-à-dire le quotient de 50 par le volume, en millilitres, de la solution d'essai ajouté en 6.3.1.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- teneur en eau des solvants utilisés;
- résultats de l'essai et mode d'expression employé.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7327:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7327:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7327:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7327:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cbdf78a1-9b5c-4822-8926-78bc56b7c52f/iso-7327-1994>

ICS 83.080.10

Descripteurs: plastique, résine époxy, durcisseur de résine, anhydride, analyse chimique, dosage, acide.

Prix basé sur 3 pages
