
Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de l'indice d'hydroxyle

Plastics — Unsaturated polyester resins — Determination of hydroxyl value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2554:1997](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8f483d-b485-4c7e-ba33-63de0f47084a/iso-2554-1997>



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 2554 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 2554:1974), dont elle constitue une révision mineure (rédactionnelle).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2554:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8f483d-b485-4c7e-ba33-63de0f47084a/iso-2554-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8f483d-b485-4c7e-ba33-63de0f47084a/iso-2554-1997>

© ISO 1997

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Plastiques – Résines de polyesters non saturés – Détermination de l'indice d'hydroxyle

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'indice d'hydroxyle des résines de polyesters non saturés.

En fait, la méthode détermine la différence entre l'indice d'hydroxyle et l'indice d'acide; il est donc nécessaire d'avoir déterminé par ailleurs l'indice d'acide total du produit pour calculer l'indice d'hydroxyle.

NOTE 1 L'indice d'hydroxyle de résines de polyesters saturés (par exemple les résines de polyesters utilisées pour la fabrication des polyuréthanes et les plastifiants polymériques) et de certains types de résines alkydes, peut également être déterminé par cette méthode.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite à la référence qui en est faite, constituent des provisions 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 2114:1996, *Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 indice d'hydroxyle: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser l'acide acétique qui se combine par acétylation à 1 g de résine de polyester non saturé.

3.2 indice d'acide: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser 1 g de résine de polyester non saturé.

3.3 indice d'acide total: Indice d'acide correspondant à la neutralisation de tous les groupes terminaux carboxyles, ainsi que des acides libres et des anhydrides libres contenus dans un polyester.

4 Principe

Les groupes hydroxyles présents dans une résine sont acétylés par réaction d'une solution de résine dans l'acétate d'éthyle avec l'anhydride acétique, en présence d'acide toluène-4-sulfonique comme catalyseur. L'excès d'anhydride acétique est hydrolysé par un mélange de pyridine/eau et l'acide acétique résultant est titré avec une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium.

Au cours de ce titrage, les groupes acides libres et anhydrides libres qui existent dans la résine sont aussi neutralisés par l'hydroxyde de potassium.

L'indice d'hydroxyle est finalement calculé en tenant compte de la valeur de l'indice d'acide total déterminé séparément selon l'ISO 2114.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 conforme à l'ISO 3696.

5.1 Anhydride acétique, solution acétylante, à environ 1 mol/l dans l'acétate d'éthyle.

Dissoudre 1,4 g d'acide toluène-4-sulfonique pur et sec dans 111 ml d'acétate d'éthyle anhydre. Lorsque la dissolution est complète, ajouter lentement, en agitant, 12 ml d'anhydride acétique fraîchement distillé. Conserver cette solution en atmosphère sèche.

5.2 Acétate d'éthyle, anhydre.

5.3 Pyridine/eau, mélange 3+2 (V/V).

Mélanger 3 parties en volume de pyridine avec 2 parties en volume d'eau.

AVERTISSEMENT — La pyridine est toxique. Éviter toute inhalation de vapeurs et le contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte aspirante ou dans un lieu bien ventilé.

5.4 Butanol-1/toluène, mélange 2+1 (V/V).

Mélanger 2 parties en volume de butanol-1 avec 1 partie en volume de toluène.

5.5 Indicateur mixte, solution.

Mélanger 3 parties en volume d'une solution éthanolique de bleu de thymol à 0,1 % avec 1 volume d'une solution éthanolique de rouge de crésol à 0,1 %.

5.6 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique titrée à 0,5 mol/l.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Fiole conique, munie d'un bouchon en verre rodé, de 250 ml de capacité.

6.2 Agitateur magnétique, muni d'un barreau aimanté enrobé de produit inattaquable (par exemple PTFE).

6.3 Burette, de 50 ml de capacité, graduée en 0,05 ml.

6.4 Bain d'eau, thermorégulé à $50\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

6.5 Pipettes, de 5 ml et 10 ml de capacité respective (pour la solution acétylante).

6.6 Appareillage de titrage potentiométrique, équipé d'un système électrode de référence au calomel/électrode de verre et d'un dispositif de titrage.

6.7 Balance analytique, précise à 1 mg.

7 Mode opératoire

Dans la fiole conique de 250 ml (6.1), peser, à 1 mg près, une prise d'essai de la résine contenant environ 5 milliéquivalents OH (masse, en grammes, de la prise d'essai = 280 divisé par l'indice d'hydroxyle). Si l'on ne connaît pas la valeur approximative de l'indice d'hydroxyle, effectuer des essais préliminaires pour le déterminer.

Ajouter exactement 10 ml de la solution acétylante (5.1) et le barreau aimanté (voir 6.2). Fermer la fiole conique après avoir mouillé le bouchon d'acétate d'éthyle (5.2) et dissoudre la prise d'essai en utilisant l'agitateur magnétique (6.2). (Dans le cas exceptionnel où la dissolution à chaud n'est pas complète, rajouter 5 ml ou 10 ml de solution acétylante.)

Mettre la fiole conique dans le bain d'eau (6.4) à $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, en ayant soin de ne l'enfoncer que d'environ 10 mm, et l'y maintenir durant 45 min. (Cette durée peut être réduite, par exemple à 30 min ou moins, si des essais comparatifs ont montré que les résultats étaient équivalents.)

Retirer la fiole conique du bain, la refroidir, la placer sur l'agitateur magnétique et ajouter 2 ml d'eau. Lorsque la solution a été soigneusement agitée, introduire 10 ml du mélange pyridine/eau (5.3) et agiter durant 5 min.

Rincer le bouchon et les parois de la fiole conique avec 60 ml du mélange butanol-1/toluène (5.4) et ajouter 5 gouttes d'indicateur mixte (5.5).

Toujours sous agitation, titrer avec la solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (5.6). Lorsque le virage apparaît, ajouter à nouveau 1 ou 2 gouttes d'indicateur mixte. La solution passe du jaune à l'incolore; noter le volume V_1 , en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium utilisé. Ajouter une nouvelle goutte de solution d'hydroxyde de potassium: l'indicateur devrait virer au bleu. Si tel n'est pas le cas, noter l'indication de la burette et ajouter une nouvelle goutte d'indicateur mixte, en continuant de même jusqu'à obtention de la couleur bleue.

La valeur de V_1 à utiliser pour les calculs est celle notée avant la goutte qui a provoqué le virage au bleu.

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais sans la prise d'essai, et noter le volume V_0 , en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium utilisé.

Effectuer au moins deux déterminations. Les résultats des deux déterminations ne devraient pas différer de plus de 2 unités d'indice d'hydroxyle. Si tel n'est pas le cas, effectuer d'autres déterminations jusqu'à ce que les résultats de deux déterminations consécutives répondent à cette condition.

Une variante de cette méthode consiste à effectuer la détermination par titrage potentiométrique au lieu d'utiliser un indicateur coloré. Cette méthode, utilisable dans tous les cas, est recommandée en particulier pour les produits fortement colorés. Utiliser une électrode de référence au calomel à pont de solution méthanolique saturée de chlorure de potassium et une électrode de verre reliées à un pH-mètre ou millivoltmètre.

8 Expression des résultats

Pour chacune des deux déterminations, calculer l'indice d'hydroxyle IOH à l'aide de l'équation

$$\text{IOH} = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56,1}{m} + \text{IA}_T$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de potassium (5.6) utilisé pour la détermination;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de potassium (5.6) utilisé pour l'essai à blanc;

c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution méthanolique titrée d'hydroxyde de potassium utilisée;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

IA_T est l'indice d'acide total, déterminé conformément à l'ISO 2114.

NOTE 2 La valeur de $(V_0 - V_1)$ peut être positive ou négative.

Calculer la moyenne des deux valeurs obtenues et l'arrondir au nombre entier le plus proche.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car des données interlaboratoires ne sont pas disponibles. Dès que des données interlaboratoires auront été obtenues, une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) résultats individuels et leur moyenne;
- d) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- e) date et lieu de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2554:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8f483d-b485-4c7e-ba33-63de0f47084a/iso-2554-1997>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2554:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9e8f483d-b485-4c7e-ba33-63de0f47084a/iso-2554-1997>

ICS 83.080.10

Descripteurs: plastique, résine thermodurcissable, polyester, essai, essai chimique, détermination, indice d'hydroxyle.

Prix basé sur 4 pages
