

61

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
3001

Troisième  
~~Deuxième~~ édition  
1997-03-01

---

---

**Plastiques — Compositions époxydiques —  
Détermination de l'équivalent époxyde**

*Plastics — Epoxy compounds — Determination of epoxy equivalent*

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

ISO 3001:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>



Numéro de référence  
ISO 3001:1997(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 3001 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 3001:1978), dont elle constitue une révision mineure (rédactionnelle).

L'annexe A fait partie intégrante de la présente Norme internationale.

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

[ISO 3001:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

© 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 – Compositions époxydiques – Détermination de l'équivalent époxyde

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de l'équivalent époxyde et est applicable à toutes les compositions époxydiques, y compris les époxyamines pour lesquelles il est nécessaire d'apporter la modification spécifiée dans l'annexe A.

## 2 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

**2.1 équivalent époxyde:** Masse de substance, en grammes, qui contient 1 mol de groupe époxyde.

## 3 Principe

Les groupes époxydes présents dans une composition époxydique sont mis à réagir avec le bromure d'hydrogène naissant, produit par l'action d'une solution d'acide perchlorique à 0,1 mol/l sur le bromure de tétraéthylammonium. Le point de fin de réaction est déterminé en utilisant le violet cristal comme indicateur ou une méthode potentiométrique.

ISO 3001:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0b6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

## 4 Réactifs

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

**4.1 Acide acétique,** cristallisable.

**4.2 Anhydride acétique,** de pureté  $\geq 96$  %.

**4.3 Chloroforme.**

**4.4 Hydrogénéphthalate de potassium.**

**4.5 Violet cristal,** solution d'indicateur.

Dissoudre 100 mg de violet cristal dans 100 ml d'acide acétique (4.1).

**4.6 Acide perchlorique,** solution titrée à 0,1 mol/l.

**AVERTISSEMENT — L'acide perchlorique peut provoquer des explosions. Il est recommandé de porter des lunettes de protection et, éventuellement, d'utiliser un écran transparent de sécurité.**

### 4.6.1 Préparation

À 8,5 ml d'acide perchlorique à 70% (*m/m*), ajouter 300 ml d'acide acétique (4.1), puis 20 ml d'anhydride acétique (4.2). Compléter à 1 litre avec de l'acide acétique et bien mélanger.

#### 4.6.2 Étalonnage

Étalonner cette solution en la titrant, en présence de 4 à 6 gouttes de la solution d'indicateur au violet cristal (4.5), avec une solution préparée en dissolvant 200 mg d'hydrogénéphthalate de potassium (4.4) dans 50 ml d'acide acétique (4.1) (au préalable, si nécessaire, sécher l'hydrogénéphthalate de potassium durant 2 h à 120 °C). Titrer jusqu'à obtention d'une coloration verte persistante. Noter la température  $t_s$  de la solution titrée d'acide perchlorique.

#### 4.6.3 Calcul de la concentration

Calculer la concentration  $c$ , en moles par litre, de la solution d'acide perchlorique à l'aide de l'équation

$$c = \frac{m}{V \times 0,20422}$$

où

$m$  est la masse, en grammes, d'hydrogénéphthalate de potassium utilisée;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique préparée en 4.6.1 utilisé pour le titrage.

#### 4.7 Bromure de tétraéthylammonium, solution.

Dissoudre 100 g de bromure de tétraéthylammonium dans 400 ml d'acide acétique (4.1). Ajouter quelques gouttes de la solution d'indicateur au violet cristal (4.5). S'il se produit un virage, ramener la solution à la couleur initiale au moyen de la solution d'acide perchlorique (4.6).

Dans les cas particuliers de compositions époxydiques à faible réactivité, il peut être avantageux de substituer à ce réactif l'iodure de tétrabutylammonium, soit directement à l'état solide, soit en solution à 10 % dans le chloroforme, en se protégeant de la lumière dans toute la mesure du possible. Les solutions chloroformiques d'iodure de tétrabutylammonium sont instables et doivent être préparées avant chaque titrage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

### 5 Appareillage

- 5.1 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg.
- 5.2 **Fliale conique**, munie d'un bouchon en verre rodé, de 100 ml ou 200 ml de capacité.
- 5.3 **Microburette**, à réservoir fermé, ou **burette à piston**, de 10 ml de capacité.
- 5.4 **Agitateur magnétique**, muni d'un barreau aimanté enrobé de produit inattaquable (par exemple PTFE).
- 5.5 **Thermomètre**, étalonné pour permettre de mesurer la température à  $\pm 0,1$  °C.
- 5.6 **Pipette**, de 10 ml de capacité.

### 6 Mode opératoire

Dans la fliale conique, peser à 0,2 mg près, une prise d'essai contenant 0,6 mmol à 0,9 mmol d'époxyde (ce qui correspond à une masse comprise entre  $0,6 \times EE$  mg et  $0,9 \times EE$  mg,  $EE$  étant la valeur présumée de l'équivalent époxyde).

Ajouter 10 ml de chloroforme (4.3), puis dissoudre la prise d'essai par agitation et, si nécessaire, avec un léger chauffage.

Laisser refroidir à température ambiante, ajouter à la solution 20 ml d'acide acétique (4.1), puis, à l'aide de la pipette (5.6), 10 ml de la solution de bromure de tétraéthylammonium ou d'iodure de tétrabutylammonium (4.7) et 4 à 6 gouttes de la solution d'indicateur au violet cristal (4.5).

Titrer aussitôt, sous agitation magnétique, avec la solution d'acide perchlorique (4.6) jusqu'à obtention d'une coloration verte persistante.

Noter la température  $t$  de la solution d'acide perchlorique.

Presque simultanément, effectuer un essai à blanc en omettant la prise d'essai.

## 7 Expression des résultats

Calculer l'équivalent époxyde EE, en grammes par mole, à l'aide de l'équation

$$EE = \frac{1\,000 \times m}{(V_1 - V_0) \left(1 - \frac{t - t_s}{1\,000}\right) \times c}$$

où

- $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- $V_0$  est le volume, en millilitres, de solution d'acide perchlorique (4.6) utilisé pour l'essai à blanc;
- $V_1$  est le volume, en millilitres, de solution d'acide perchlorique (4.6) utilisé pour la détermination;
- $t$  est la température, en degrés Celsius, de la solution d'acide perchlorique (4.6), lors de la détermination et de l'essai à blanc;
- $t_s$  est la température, en degrés Celsius, de la solution d'acide perchlorique (4.6), lors de son étalonnage;
- $c$  est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution titrés d'acide perchlorique (4.6), déterminée lors de son étalonnage.

## NOTES

1 L'utilisation d'un facteur de correction s'impose du fait du fort coefficient de dilatation de la solution d'acide perchlorique ( $1,07 \times 10^{-3} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ), ce qui correspond à une variation de volume de 0,1 % par degré Celsius. L'emploi de ce facteur peut être évité en travaillant dans une salle thermorégularisée.

2 Le résultat est parfois exprimé sous forme d'indice d'époxyde, en moles d'époxyde par kilogramme, calculé de la façon suivante:

$$\text{Indice d'époxyde} = \frac{1\,000}{EE}$$

## 8 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.

## 9 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) mention de l'utilisation d'iodure de tétrabutylammonium au lieu du bromure de tétraéthylammonium;
- d) résultat de la détermination, exprimé comme indiqué dans l'article 7;
- e) toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats;
- f) date de l'essai.

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

ISO 3001:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

## Annexe A (normative)

### Modification pour application aux époxyamines

#### A.1 Généralités

Il a été montré que les valeurs d'équivalent époxyde, déterminées sur des résines d'époxydes contenant de groupes «azote» (cas des époxyamines) en utilisant la méthode prescrite dans le corps de la présente Norme internationale, sont trop faibles. Cela est dû à la réaction entre l'acide perchlorique et l'azote sous forme de fonction amine, qui conduit à la formation d'un sel.

En tenant compte de l'acide perchlorique utilisé pour la formation du sel, la méthode peut également être utilisée pour la détermination de l'équivalent époxyde des époxyamines.

#### A.2 Principe

L'azote, sous forme de fonction amine, de l'époxyamine est déterminé par titrage avec une solution titrée d'acide perchlorique à 0,1 mol/l. La valeur du second essai à blanc ainsi obtenue est utilisée comme terme correctif pour le calcul de l'équivalent époxyde comme décrit dans l'article A.4.

#### A.3 Mode opératoire

Déterminer la valeur du second essai à blanc en suivant le mode opératoire prescrit dans l'article 6, mais sans ajouter la solution de bromure de tétraéthylammonium ou d'iodure de tétrabutylammonium (4.7).

[ISO 3001:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

#### A.4 Expression des résultats

Calculer l'équivalent époxyde EE de l'époxyamine, en grammes par mole, à l'aide de l'équation

$$EE = \frac{1\,000 \times m}{\left( V_1 - V_0 - V_2 \frac{m}{m_1} \right) \left( 1 - \frac{t - t_s}{1\,000} \right) \times c}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour le second essai à blanc;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de solution d'acide perchlorique (4.6) utilisé pour le second essai à blanc;

les autres symboles ont les mêmes significations que dans l'article 7.

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

ISO 3001:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bf6a32a-e3cf-4017-91ad-b8b89322f6f5/iso-3001-1997>

---

---

**ICS 83.080.10**

**Descripteurs:** plastique, résine thermodurcissable, composé époxy, analyse chimique, dosage, équivalent époxy, méthode volumétrique.

Prix basé sur 4 pages

---

---