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

Plastics — Epoxy compounds — Determination of epoxy equivalent

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3001:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999>



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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3001:1997), dont elle constitue une révision technique.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3001:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999>

© ISO 1999

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 iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Plastiques — Compositions époxydiques — Détermination de l'équivalent époxy

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie 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 Définitions

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

2.1

équivalent époxy

quantité de résine, exprimée en grammes, qui contient une mole de groupe époxy

2.2

indice d'époxy

nombre de moles de groupes époxy par kilogramme de résine

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999>

3 Principe

Les groupes époxy d'une prise d'essai réagissent avec du bromure d'hydrogène naissant, produit par action d'une solution titrée d'acide perchlorique à 0,1 mol/l sur le bromure de tétraéthylammonium. La fin de la réaction est mise en évidence en utilisant soit le violet cristal comme indicateur, soit une méthode potentiométrique.

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 minimale 96 %.

4.3 Chloroforme.

4.4 Hydrogénophthalate 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.

4.6.1 Préparation

Ajouter 8,5 ml de solution d'acide perchlorique à 70 % (*m/m*), à une solution constituée par mélange de 500 ml d'acide acétique (4.1) et de 30 ml d'anhydride acétique (4.2). Compléter à 1 000 ml une fiole jaugée avec l'acide acétique et bien mélanger.

4.6.2 Étalonnage

AVERTISSEMENT — Porter des lunettes de protection et, éventuellement, utiliser un écran transparent de sécurité.

Étalonner cette solution en la titrant par rapport à une solution à 200 mg d'hydrogénophthalate de potassium (4.4) — préalablement séché, si nécessaire, durant 2 h à 120 °C — dans 20 ml d'acide acétique (4.1) et 10 ml de chloroforme (4.3), en présence de violet cristal (4.5) comme indicateur ou en utilisant un appareil de titrage potentiométrique (5.1).

Effectuer la détermination du point final en présence de 4 à 6 gouttes de la solution d'indicateur au violet cristal, en titrant jusqu'à l'obtention d'une coloration verte persistante ou en utilisant un appareil de titration potentiométrique (5.1). Si l'on adopte une méthode potentiométrique pour déterminer l'équivalent époxy, il est nécessaire de suivre la même méthode pour étalonner l'acide perchlorique. Noter la température t_s de la solution titrée.

4.6.3 Calcul de la concentration

Calculer la concentration c , en moles par litres, de la solution d'acide perchlorique (4.6.1) avec quatre décimales, à l'aide de l'équation

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0,204\ 22}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

[ISO 3001:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-100000000000/iso-3001-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-100000000000/iso-3001-1999)

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

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (4.6.1), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (4.6.1), utilisé pour la détermination.

4.7 Bromure de tétraéthylammonium, solution de réactif.

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 changement de couleur, la ramener à la couleur initiale (bleu-vert) au moyen de la solution titrée d'acide perchlorique (4.6).

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

5 Appareillage

5.1 Appareil de titration potentiométrique, équipé d'un système électrode d'argent/électrode au chlorure d'argent (ou au sulfate de mercure).

5.2 Balance, précise à 0,1 mg.

5.3 Fiole conique, de 100 ml ou 200 ml de capacité, à col et bouchon en verre rodés.

5.4 Microburette, à réservoir fermé, ou **burette à piston**, de 10 ml de capacité.

- 5.5 Appareillage en verre**, muni de rodages, les mises à l'air étant protégées de l'humidité par des tubes à chlorure de calcium.
- 5.6 Agitateur électromagnétique**, avec barreau enrobé de polytétrafluoroéthylène.
- 5.7 Thermomètre**, gradué pour permettre de mesurer la température à $\pm 0,1$ °C.
- 5.8 Pipette**, de 10 ml de capacité.
- 5.9 Fiole jaugée**, de 1 000 ml de capacité.
- 5.10 Éprouvettes graduées**, de 50 ml et 500 ml de capacité respective.

6 Mode opératoire

6.1 Dans la fiole conique, peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai contenant 0,6 mmol d'époxy à 0,9 mmol d'époxy (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 époxy).

6.2 Ajouter 10 ml de chloroforme (4.3), puis dissoudre la substance par agitation (5.6) et, éventuellement, avec un léger chauffage.

Laisser refroidir à température ambiante, ajouter à la solution 20 ml d'acide acétique (4.1) puis, à la pipette (5.8), 10 ml de la solution de bromure de tétraéthylammonium (4.7).

Dans le cas de résine époxy de haute masse moléculaire, accroître le volume de chloroforme jusqu'à 30 ml.

6.3 Pour la méthode par indicateur coloré, ajouter 4 à 6 gouttes de la solution d'indicateur au violet cristal (4.5) et titrer, sous agitation magnétique, à l'aide de la solution d'acide perchlorique (4.6).

Conduire le titrage jusqu'à obtention d'une coloration verte persistante.

6.4 Pour la méthode potentiométrique, disposer le système d'électrodes dans la solution à titrer. Adapter la vitesse de l'agitateur magnétique pour assurer une bonne agitation du milieu sans éclabousser. Titrer aussitôt à l'aide de la solution d'acide perchlorique (4.6).

6.5 Noter la température t de la solution d'acide perchlorique afin de prendre en compte la dilatation volumique d'origine thermique de la solution.

6.6 Effectuer presque simultanément un essai à blanc, suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais en omettant la prise d'essai.

7 Expression des résultats

Calculer l'équivalent époxy, EE, en grammes par mole, avec trois décimales, à l'aide de l'équation

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

où

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

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide perchlorique (4.6), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la 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, en moles par litre, de la solution d'acide perchlorique (4.6) (normalement 0,1 mol/l), déterminée lors de son étalonnage.

NOTE 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 chambre thermorégularisée.

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

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

8 Fidélité

La fidélité de cette méthode a été déterminée conformément à l'ISO 5725, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*, lors d'un essai interlaboratoire organisé au Japon en 1996.

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité, pour les résines époxy liquides et solides de type Bisphénol A, sont indiquées comme suit:

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Résines époxy liquides de type Bisphénol A

Méthode de titrage	Répétabilité		Reproductibilité		EE valeur moyenne
	s_r	r	s_R	R	
Potentiométrique	0,61	1,72	1,22	3,41	187,0
Indicateur coloré	0,68	1,91	1,04	2,91	188,2

Résines époxy solides de type Bisphénol A

Méthode de titrage	Répétabilité		Reproductibilité		EE valeur moyenne
	s_r	r	s_R	R	
Potentiométrique	0,87	2,43	6,68	18,71	916,3
Indicateur coloré	2,94	8,24	8,01	22,44	919,2

où

- s_r est l'écart-type pour un laboratoire participant à l'essai;
- r est la répétabilité (valeur absolue);
- s_R est l'écart-type pour l'ensemble des laboratoires qui ont participé à l'essai;
- R est la reproductibilité (valeur absolue).

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) le réactif utilisé, dans le cas où il est autre que le bromure de tétraéthylammonium;
- d) le résultat de l'essai, ainsi que la forme sous laquelle il est exprimé;
- e) compte rendu des opérations non prévues dans la présente Norme internationale et susceptibles d'avoir eu une répercussion sur le résultat;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3001:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999>

Annexe A (normative)

Modification pour application aux époxyamines

A.1 Domaine d'application

Il a été montré que les valeurs d'équivalent époxy, déterminées sur des résines époxy contenant des groupes «azote» (cas des époxyamines) conformément à la méthode spécifiée dans le corps de la présente Norme internationale, sont trop faibles. Cela est dû à l'action de l'acide perchlorique sur 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 présente Norme internationale peut également être utilisée pour la détermination de l'équivalent époxy des époxyamines.

A.2 Principe

L'azote, sous forme de fonction amine, d'une prise d'essai de l'époxyamine à étudier, est titré 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 époxy conformément à l'article A.4.

A.3 Mode opératoire

[ISO 3001:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9c03776e0120/iso-3001-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9c03776e0120/iso-3001-1999)

Déterminer la valeur du second essai à blanc conformément à l'article 6 de la présente Norme internationale, mais sans ajouter la solution de bromure de tétraéthylammonium (4.7).

A.4 Expression des résultats

Calculer l'équivalent époxy, EE, des époxyamines, en grammes par mole, à l'aide de l'équation

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

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 la 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 de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3001:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6e479674-6d4c-4761-b105-9d688b8cd9ea/iso-3001-1999>