
**Plastiques (résines de polyesters) et
peintures et vernis (liants) — Détermination
de l'indice d'acide partiel et de l'indice
d'acide total**

*Plastics (polyester resins) and paints and varnishes (binders) —
Determination of partial acid value and total acid value*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2114:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2114:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	3
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire	4
8 Calculs et expression des résultats	6
9 Fidélité	7
10 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Contrôle de la concentration de la solution titrée d'hydroxyde de potassium	9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2114:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente/du présent Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 2114 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2114:1996), ainsi que l'ISO 3682:1996, dont elle constitue une révision technique.

[ISO 2114:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb496a97-d2b1-4bbd-971d-6447f4028cd8/iso-2114-2000>

Plastiques (résines de polyesters) et peintures et vernis (liants) — Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination de l'indice d'acide partiel (méthode A) et/ou l'indice d'acide total (méthode B) des résines de polyesters et des liants pour peintures et vernis.

Elle n'est pas applicable aux résines phénoliques.

Elle est destinée à fournir des données, tant dans le domaine du contrôle qualité pour l'acceptation ou rejet de tels produits, (domaines de tolérances en fonction des spécifications), qu'en contrôle ou en recherche-développement pour suivre l'achèvement de la réaction de polycondensation de la résine.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 3251:1993, *Peintures et vernis — Détermination de l'extrait sec des peintures, des vernis et des liants pour peintures et vernis.*

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

ISO 6353-2:1983, *Réactifs pour analyse chimique — Partie 2: Spécifications — Première série.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

indice d'acide

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser 1 g d'échantillon dans les conditions de l'essai

3.2

indice d'acide partiel

indice d'acide correspondant à la neutralisation de tous les groupes carboxyles, acides libres et moitié des anhydrides libres, contenus dans la résine

3.3 indice d'acide total

indice d'acide correspondant à la neutralisation de tous les groupes carboxyles terminaux, acides libres et la totalité des anhydrides libres, contenus dans la résine

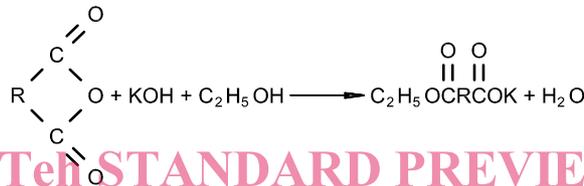
4 Principe

4.1 Généralités

Les acides/anhydrides libres contenus dans la prise d'essai sont titrés en présence d'une solution d'hydroxyde de potassium, soit par potentiométrie soit à l'aide d'indicateur coloré.

4.2 Méthode A

Une quantité de résine, de masse connue, est dissoute dans un mélange de solvants. La solution de résine est titrée potentiométriquement (voir note 1) à l'aide d'une solution alcoolique titrée d'hydroxyde de potassium dans de l'éthanol suivant la réaction chimique suivante:



iTech STANDARD PREVIEW
(standards.itech.ai)

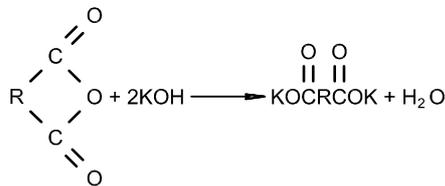
La quantité d'hydroxyde de potassium, exprimée en milligrammes, utilisée pour neutraliser 1 g de résine, est ensuite calculée.

ISO 2114:2000

La méthode A convient particulièrement aux liants pour peintures et vernis (en général contenant peu d'anhydrides libres), mais elle convient également aux résines de polyester non saturé.

4.3 Méthode B

Une quantité de résine, de masse connue, est dissoute dans un mélange de solvants incluant l'eau. Attendre 20 min que les anhydrides libres soient hydrolysés avant de titrer potentiométriquement (voir note 1) la solution de résine, à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de potassium dans de l'éthanol et suivant la réaction chimique suivante:



La quantité d'hydroxyde de potassium, exprimée en milligrammes, utilisée pour neutraliser 1 g de résine, est ensuite calculée.

La méthode B est utilisée en particulier pour les résines de polyester non saturé qui ont des quantités importantes d'anhydrides libres.

NOTE 1 L'utilisation d'indicateurs colorés pour le titrage est une alternative optionnelle pour les deux méthodes.

NOTE 2 Pour le titrage d'une résine de polyester non saturé pure maléique, il est préférable d'utiliser une solution normalisée méthanolique d'hydroxyde de potassium.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, conformes aux prescriptions de l'ISO 6353-2 et de l'eau de qualité au moins 3 selon ISO 3696.

5.1 Solvant pour la méthode A: mélange solvant contenant en volume, 2 parties de toluène (5.7) et 1 partie d'éthanol (5.5).

Avant l'utilisation, neutraliser le mélange de solvant avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) à l'aide de phénolphthaléine comme indicateur, si la détermination doit être effectuée par titrage potentiométrique (voir 7.2.2) ou, si la détermination doit être effectuée avec un indicateur (voir 7.2.3), en utilisant le même indicateur.

5.2 Solvant pour méthode B: mélange solvant contenant 400 ml de pyridine (5.8), 750 ml de méthyléthylcétone (5.9) et 50 ml d'eau.

5.3 Hydroxyde de potassium, solution titrée à 0,1 mol/l dans l'éthanol (5.5) ou dans le méthanol (5.6), exempt de carbonate.

Vérifier la concentration de la solution au jour d'utilisation (voir annexe A).

Dans le cas où plus de 25 ml de solution titrante serait nécessaire avec la solution à 0,1 mol/l, utiliser une solution à 0,5 mol/l pour éviter les erreurs additionnelles dues au nouveau remplissage de la burette (6.3).

5.4 Acétone, contenant moins de 0,3 %, en masse, d'eau.

5.5 Éthanol, anhydre, contenant moins de 0,2 %, en masse, d'eau.

5.6 Méthanol, anhydre, de pureté au moins égale à 99,8 %, en masse.

5.7 Toluène, anhydre, contenant moins de 0,005 %, en masse, d'eau.

5.8 Pyridine, contenant moins de 0,05 %, en masse, d'eau.

AVERTISSEMENT — La pyridine est un composé toxique et inflammable. Prière de prendre les précautions nécessaires lors de sa manipulation: éviter tout contact avec la peau et les yeux et l'utiliser dans une aire très bien ventilée afin de ne pas la respirer.

5.9 Méthyléthylcétone, contenant moins de 0,01 %, en masse, d'eau.

5.10 Indicateurs colorés (pour alternative facultative).

5.10.1 Bleu de thymol, solution à 0,1 % dans l'éthanol (5.5).

5.10.2 Phénolphthaléine, solution à 0,1 % dans l'éthanol (5.5).

6 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire et:

6.1 Fioles coniques, à col large, de 100 ml et 250 ml de capacités.

6.2 Fiole conique, à col étroit bouché émeri, de 250 ml de capacité.

6.3 Burette, de 25 ml de capacité (graduée par divisions de 0,05 ml) conforme aux exigences de l'ISO 385-1.

6.4 Agitateur magnétique.

6.5 **Pipettes**, de 25 ml et 50 ml de capacités.

6.6 **Pipettes automatiques**, de 25 ml, 50 ml et 60 ml de capacités.

6.7 **Balance de précision**, à 1 mg près.

6.8 **Appareillage de titrage potentiométrique**, comprenant un potentiomètre approprié équipé d'un système électrode de verre/électrode de référence et d'un dispositif de titrage.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

La masse de la prise d'essai doit être conforme au Tableau 1.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice d'acide attendu mg KOH/g	Masse approximative de la prise d'essai g
0 à 5	≥ 16
> 5 à 10	8
> 10 à 25	4
> 25 à 50	2
> 50 à 100	1
> 100	0,7

7.2 Méthode A

7.2.1 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations.

7.2.2 Titrage potentiométrique

Peser chaque prise d'essai à 0,001 g près dans une fiole conique à col large de 250 ml (6.1) (masse m_1). Ajouter 50 ml du mélange solvant (5.1) à l'aide d'une pipette (6.5) et mélanger jusqu'à dissolution complète de la résine.

Dans le cas d'une dissolution incomplète après 5 min, préparer une nouvelle prise d'essai en la dissolvant dans 50 ml de mélange solvant (5.1) auquel on aura ajouté 25 ml d'acétone anhydre (5.4).

Mettre la fiole conique sur l'appareillage de titrage (voir 6.8) et ajuster sa position pour que l'électrode soit bien immergée. Titrer potentiométriquement avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) en utilisant une burette (6.3). Noter le volume (V_1) de la solution de KOH utilisée pour atteindre le point d'équivalence (le point d'inflexion de la courbe de titrage).

Faire un essai à blanc identique en utilisant 50 ml du mélange solvant (5.1) et si nécessaire, 25 ml d'acétone anhydre (5.4). Noter le volume (V_2) de la solution de KOH (5.3) exprimé en millilitres. Si la neutralisation du mélange solvant est correctement réalisée, le résultat de l'essai à blanc sera égal à zéro.

7.2.3 Titration colorimétrique

Une méthode alternative utilisant un indicateur coloré au lieu d'un appareil de titrage potentiométrique peut être conduite comme suit.

Ajouter au moins 3 gouttes de la solution de phénolphthaléine (5.10.2) afin de dissoudre la prise d'essai. Titrer à l'aide de la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) avec la burette (6.3), jusqu'au moment où la coloration rose apparaît et reste stable au moins 10 s, en maintenant l'agitation. Dans les cas où il ne sera pas obtenu de changement de coloration durable, changer d'indicateur. Utiliser, par exemple, 5 gouttes de bleu de bromothymol (5.10.1) (le point d'équivalence est obtenu au moment où la coloration passe du jaune au bleu et demeure stable pendant 20 s à 30 s). Noter le volume (V_1) de la solution de KOH utilisée, exprimé en millilitres.

Faire un essai à blanc en utilisant 50 ml du mélange solvant (5.1) et si nécessaire, 25 ml d'acétone anhydre (5.4). Ajouter la même quantité de solution d'indicateur. Titrer jusqu'au même point d'équivalence que celui obtenu lorsque la résine était présente. Noter le volume (V_2) de la solution de KOH utilisée, exprimé en millilitres. Si la neutralisation du mélange solvant est correctement réalisée, le résultat de l'essai à blanc sera égal à zéro (utiliser le même indicateur pour préneutraliser le solvant et pour réaliser l'essai).

7.3 Méthode B

7.3.1 Nombre de déterminations

Effectuer deux déterminations.

7.3.2 Titration potentiométrique

Peser la prise d'essai à 0,001 g près dans la fiole conique à col étroit (6.2) (masse m_2). Ajouter 60 ml du mélange solvant (5.2) à l'aide d'une pipette (6.6). Boucher la fiole et la placer sur l'agitateur magnétique (6.4). Agiter jusqu'à dissolution complète de la résine et continuer l'agitation pendant 20 min pour que les fonctions anhydride soient hydrolysées. Lorsqu'il est nécessaire d'obtenir une dissolution complète, chauffer la fiole munie d'un condenseur dans un bain-marie, puis refroidir à température ambiante.

Mettre la fiole conique sur l'appareillage de titrage (voir 6.8) et ajuster sa position pour que l'électrode soit bien immergée. Titrer potentiométriquement avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) en utilisant une burette (6.3). Noter le volume (V_3) de la solution de KOH utilisée pour atteindre le point d'équivalence (le point d'inflexion de la courbe de titrage).

Faire un essai à blanc identique en utilisant 60 ml du mélange solvant. Noter le volume (V_4) de la solution de KOH utilisée, exprimé en millilitres. Si la neutralisation du mélange solvant est correctement réalisée, le résultat de l'essai à blanc sera égal à zéro.

7.3.3 Titration colorimétrique

Une méthode alternative utilisant un indicateur coloré peut être conduite comme suit.

Ajouter au moins 5 gouttes de la solution de phénolphthaléine (5.10.2) afin de dissoudre la prise d'essai. Titrer à l'aide de la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) avec la burette (6.3), jusqu'au moment où la coloration rose apparaît et reste stable pendant 20 s à 30 s, tout en maintenant l'agitation. Noter le volume (V_3) de la solution de KOH utilisée, exprimé en millilitres.

Faire un essai à blanc identique en utilisant 60 ml du mélange solvant (5.1) et en ajoutant au moins 5 gouttes de phénolphthaléine. Titrer jusqu'au même point d'équivalence que celui obtenu lorsque la résine était présente. Noter le volume (V_4) de la solution de KOH utilisée, exprimé en millilitres. Si la neutralisation du mélange solvant est correctement réalisée, le résultat de l'essai à blanc sera égal à zéro (utiliser le même indicateur pour neutraliser le solvant et pour réaliser l'essai).