
Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total

Plastics — Unsaturated polyester resins — Determination of partial acid value and total acid value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2114:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>



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 2114 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 2114:1974), dont elle constitue une révision technique (voir l'introduction pour avoir des détails).

iTeh STANDARD PREVIEW
(Standard (Ch))
ISO 2114:1996
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>

© ISO 1996

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

Imprimé en Suisse

Introduction

La présente Norme internationale a été développée pour les résines de polyesters non saturés et prescrit les méthodes applicables à la détermination des indices d'acide: indice d'acide total et indice d'acide partiel.

L'édition précédente déterminait seulement l'indice d'acide partiel, qui correspond à la neutralisation de seulement la moitié de l'anhydride libre présent. Pour les résines à base d'anhydride maléique et d'acide tétrahydrophthalique, l'erreur est très petite. Néanmoins, pour les résines à base d'anhydride maléique et d'acide orthophthalique, ou d'anhydride maléique et d'acide tétrabromophthalique, l'erreur est significative. Par conséquent, la présente édition englobe des méthodes pour la détermination à la fois de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total, utilisant les réactions chimiques données ci-dessous:

iTeh STANDARD PREVIEW

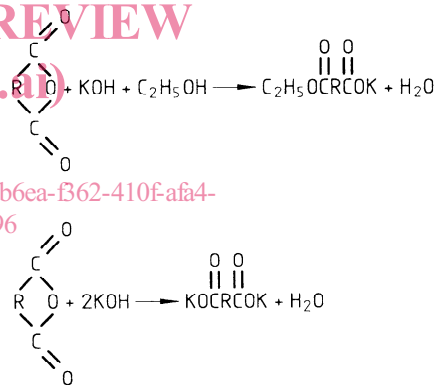
(standards.iteh.ai)

Méthode A

ISO 2114:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>

Méthode B



Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2114:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>

Plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination de l'indice d'acide partiel (méthode A) et pour la détermination de l'indice d'acide total (méthode B) des résines de polyesters non saturés.

Elle est prévue pour fournir des valeurs, tant dans le domaine du contrôle qualité (domaines de tolérances en fonction des spécifications), qu'en recherche-développement pour contrôler l'achèvement de la réaction de polycondensation.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, 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 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 Définitions

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

3.1 indice d'acide: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser 1 g de résine de polyester non saturé dans les conditions d'essai.

3.2 indice d'acide partiel: Indice d'acide correspondant à la neutralisation de tous les groupes carboxylés terminaux et acides libres, et de la moitié des groupes anhydride libre, contenus dans une résine de polyester non saturé.

3.3 indice d'acide total: Indice d'acide correspondant à la neutralisation de tous les groupes carboxylés terminaux et acides libres, et de tous les groupes anhydride libre, contenus dans une résine de polyester non saturé.

4 Principe

4.1 Méthode A

Une quantité de résine, de masse connue, est dissoute dans un mélange solvant. La solution de résine est titrée par potentiométrie (voir note 1) avec une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol. L'indice d'acide partiel est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser 1 g de résine.

4.2 Méthode B

Une quantité de résine, de masse connue, est dissoute dans un mélange solvant incluant l'eau. Les groupes anhydride sont soumis à l'hydrolyse pendant 20 min avant le titrage par potentiométrie (voir note 1) avec une solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol. L'indice d'acide total est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser 1 g de résine.

NOTES

- 1 Un titrage utilisant un indicateur coloré est une variante optionnelle pour les deux méthodes.
- 2 Pour le titrage d'une résine de polyester maléique pure, il est préférable d'utiliser une solution titrée d'hydroxyde de potassium dans le méthanol.

5 Réactifs

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

5.2 Solvant pour la 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), exempte de carbonate.

Vérifier la concentration de cette solution le jour de son utilisation.

5.4 Acétone, contenant moins de 0,3 % (*m/m*) d'eau.

5.5 Éthanol, contenant moins de 0,2 % (*m/m*) d'eau.

5.6 Méthanol, de pureté au moins égale à 99,8 % (*m/m*).

5.7 Toluène, contenant moins de 0,005 % (*m/m*) d'eau.

5.8 Pyridine, contenant moins de 0,05 % (*m/m*) d'eau.

5.9 Méthyléthylcétone, contenant moins de 0,01 % (*m/m*) d'eau.

5.10 Indicateurs colorés (en option):

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

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

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Fiole conique, à col large, de 250 ml de capacité.

6.2 Fiole conique, à col étroit et munie d'un bouchon en verre rodé, de 250 ml de capacité.

6.3 Burette, de 25 ml de capacité, graduée tous les 0,05 ml.

6.4 Agitateur magnétique.

6.5 Pipettes automatiques, de 25 ml, 50 ml et 60 ml de capacité respective.

6.6 Balance analytique, précise à 1 mg.

6.7 Appareil de titrage potentiométrique, comprenant un potentiomètre approprié équipé d'une électrode combinée verre/électrode de référence et d'une unité de titrage.

7 Mode opératoire

7.1 Méthode A

7.1.1 Effectuer au moins deux déterminations. Utiliser des prises d'essai de 0,5 g à 3,0 g, selon l'indice d'acide présumé (plus l'indice d'acide présumé est élevé, plus la masse de la prise d'essai est faible).

7.1.2 Peser la prise d'essai à 1 mg près (masse m_1) dans la fiole conique à col large de 250 ml (6.1).

Ajouter 50 ml de mélange solvant (5.1) à l'aide d'une pipette (voir 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, mais la dissoudre dans 50 ml de mélange de solvant (5.1) auquel on aura ajouté 25 ml d'acétone (5.4).

7.1.3 Mettre la fiole conique sur l'unité de titrage (voir 6.7), ajuster sa position pour que l'électrode soit bien immergée et titrer par potentiométrie avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) contenue dans la burette (6.3) (voir 7.1.4 pour une variante utilisant un indicateur coloré). Noter le volume (V_1), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

Effectuer un essai à blanc de la même façon, en utilisant 50 ml de mélange solvant et, si nécessaire, 25 ml d'acétone.

Noter le volume (V_2), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

7.1.4 En variante, un indicateur coloré peut être utilisé à la place de l'appareil de titrage potentiométrique, comme suit:

Ajouter au moins 5 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de thymol (5.10.1) à la prise d'essai dissoute.

Titre avec la solution d'hydroxyde de potassium contenue dans la burette, jusqu'à ce que la coloration demeure bleue pendant 20 s à 30 s. Noter le volume (V_1), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

Effectuer un essai à blanc de la même façon, en utilisant 50 ml de mélange solvant et, si nécessaire, 25 ml d'acétone. Ajouter au moins 5 gouttes d'indicateur au bleu de thymol. Titrer jusqu'au même point de fin de titrage que celui atteint en présence de résine. Noter le volume (V_2), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

7.2 Méthode B

7.2.1 Effectuer au moins deux déterminations. Utiliser des prises d'essai d'environ 0,5 g à 3 g, selon l'indice d'acide présumé (plus l'indice d'acide présumé est élevé, plus la masse de la prise d'essai est faible).

7.2.2 Peser la prise d'essai à 1 mg près (masse m_2) dans la fiole conique à col étroit de 250 ml (6.2). Ajouter 60 ml de mélange solvant (5.2) à l'aide d'une pipette (voir 6.5). Boucher la fiole et la placer sur l'agitateur magnétique (6.4). Remuer jusqu'à dissolution complète de la résine et continuer à remuer durant 20 min afin de parfaire l'hydrolyse des groupes anhydride. Chauffer la fiole surmontée d'un réfrigérant dans un bain-marie, puis refroidir à température ambiante.

7.2.3 Mettre la fiole conique sur unité de titrage (voir 6.7), ajuster sa position pour que l'électrode soit bien immergée et titrer par potentiométrie avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.3) contenue dans la burette (6.3) (voir 7.2.4 pour une variante utilisant un indicateur coloré). Noter le volume (V_3), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

Effectuer un essai à blanc de la même façon, en utilisant 60 ml de mélange solvant. Noter le volume (V_4), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

7.2.4 En variante, un indicateur coloré peut être utilisé à la place de l'appareil de titrage potentiométrique, comme suit:

Ajouter au moins 5 gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine (5.10.2) à la prise d'essai dissoute. Titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium contenue dans la burette, tout en remuant, jusqu'à ce que la coloration demeure rose pendant 20 s à 30 s. Noter le volume (V_3), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

Effectuer un essai à blanc de la même façon, en utilisant 60 ml de mélange solvant et ajouter au moins 5 gouttes d'indicateur à la phénolphthaléine. Titrer jusqu'au même point de fin de titrage que celui atteint en présence de résine. Noter le volume (V_4), en millilitres, de solution de KOH utilisé.

8 Calculs et expression des résultats

8.1 Calculs

8.1.1 Méthode A

Pour chaque détermination, calculer l'indice d'acide partiel IA_P à l'aide de l'équation

$$IA_P = \frac{56,1 \times (V_1 - V_2) \times c}{m_1}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de KOH (5.3) nécessaire pour neutraliser la solution de résine;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de KOH (5.3) nécessaire pour l'essai à blanc;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de KOH (5.3).

8.1.2 Méthode B

Pour chaque détermination, calculer l'indice d'acide total IA_T à l'aide de l'équation

$$IA_T = \frac{56,1 \times (V_3 - V_4) \times c}{m_2}$$

où

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de KOH (5.3) nécessaire pour neutraliser la solution de résine;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution de KOH (5.3) nécessaire pour l'essai à blanc;

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de KOH (5.3).

8.2 Expression des résultats

Prendre comme résultat la moyenne d'au moins deux déterminations qui ne diffèrent pas de plus de 2 %.

9 Fidélité

À la suite d'un essai interlaboratoire organisé en France en 1995, la fidélité de ces méthodes (pour un intervalle de confiance de 95 %) est la suivante:

$$15 < \text{indice d'acide} < 25 \quad s_r = 0,23 \quad r = 0,6 \\ s_R = 0,74 \quad R = 2$$

s_r Écart-type intralaboratoire

s_R Écart-type interlaboratoire

r Limite de répétabilité (valeur absolue)

R Limite de reproductibilité (valeur absolue)

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 du produit soumis à l'essai (comprenant type, origine, référence commerciale, forme dans laquelle il a été fourni, etc.);
- c) type de titrage effectué (potentiométrie ou indicateur coloré);
- d) résultats individuels et leur moyenne;
- e) lieu et date de l'essai;
- f) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale et tout incident susceptible d'avoir eu une répercussion sur les résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2114:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2114:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4f25b6ea-f362-410f-afa4-3ddcb0e5f428/iso-2114-1996>