

6.

# NORME INTERNATIONALE 2554

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

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

*Plastics — Unsaturated polyester resins — Determination of hydroxyl value*

Première édition — 1974-06-01

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

[ISO 2554:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33f630bc-fca4-4afc-9841-57138cc0b7f3/iso-2554-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33f630bc-fca4-4afc-9841-57138cc0b7f3/iso-2554-1974>

CDU 678.674 : 541.64 : 543.241

Réf. N° : ISO 2554-1974 (F)

**Descripteurs** : matière plastique, polyester, chaîne non saturée, analyse chimique, indice hydroxyle, détermination.

Prix basé sur 2 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2554 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 61, ~~Matières Plastiques~~, et soumise aux Comités Membres en septembre 1971.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Belgique	Italie	Suisse
Brésil	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
Finlande	Pologne	U.R.S.S.
France	Portugal	U.S.A.

ISO 2554:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33f630bc-fca4-4afc-9841-57138cc07f8c/iso-2554-1974>

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

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

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode pour déterminer l'indice d'hydroxyle des résines de polyesters non saturés.

Cette méthode détermine en fait 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 du produit pour calculer l'indice d'hydroxyle.

NOTE — L'indice d'hydroxyle de résines de polyesters saturés (par exemple les résines 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 RÉFÉRENCE

ISO 2114, *Matières plastiques — Résines de polyesters non saturés — Détermination de l'indice d'acide.*

## 3 DÉFINITION

**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.

## 4 PRINCIPE

L'acétylation des groupes hydroxyles par l'anhydride acétique est réalisée en solution d'acétate d'éthyle en présence d'acide toluène-4-sulfonique comme catalyseur. L'excès d'anhydride acétique est hydrolysé par un mélange de pyridine et d'eau et l'acide acétique résultant est titré par une solution volumétrique méthanolique titrée d'hydroxyde de potassium.

Au cours de ce titrage, les groupes acides 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 déterminé séparément.

## 5 RÉACTIFS

**5.1 Anhydride acétique**, solution acétylante, environ 1 M, 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. Quand la dissolution est totale, ajouter lentement, en agitant, 12 ml d'anhydride acétique fraîchement distillé et conserver en atmosphère sèche.

**5.2 Acétate d'éthyle**, anhydre.

**5.3 Pyridine/eau**, mélange à 3 + 2 (V/V).

Mélanger 3 volumes de pyridine, pure pour analyse, à 2 volumes d'eau.

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

**5.5 Indicateur mixte**, solution.

Mélanger 3 volumes 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 titrée 0,5 N dans le méthanol.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Fiole conique**, à bouchon rodé, capacité 250 ml.

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

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

**6.4 Bain d'eau**, réglable à  $50 \pm 1$  °C.

**6.5 Pipette**, capacité 10 ml (pour la solution acétylante).

**6.6** Si besoin est : **Dispositif de titrage potentiométrique.**

## 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 millimoles OH (masse en grammes de la prise = 280/indice d'hydroxyle).

NOTE — Si l'on ne connaît pas la valeur approximative de l'indice d'hydroxyle, faire des essais préliminaires pour la déterminer.

Ajouter exactement 10 ml de 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).

NOTE — Dans le cas exceptionnel où la dissolution à chaud n'est pas complète, rajouter 5 ou 10 ml de solution acétylante.

Mettre la fiole conique dans le bain d'eau à  $50 \pm 1$  °C, en ayant soin de ne l'enfoncer que de 10 mm environ, et l'y maintenir durant 45 min.

NOTE — 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 distillée. 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'incoloré; noter le volume  $V_1$ , en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium utilisé. Ajouter une nouvelle goutte de solution d'hydroxyde de potassium: la couleur de l'indicateur doit virer au bleu. Si ce n'est pas le cas, noter l'indication de la burette et ajouter une nouvelle goutte d'indicateur mixte; continuer 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.

Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions, mais sans la prise d'essai et noter le volume  $V_2$  en millilitres de solution d'hydroxyde de potassium utilisé.

Faire deux essais au moins. Les résultats de ces deux essais ne devraient pas différer de plus de 2 unités d'indice. Si tel n'est pas le cas, continuer des essais jusqu'à ce que deux essais consécutifs répondent à cette condition.

NOTE — Il est possible, à titre de variante, en particulier pour les produits fortement colorés, de remplacer le titrage en présence d'indicateur par un titrage potentiométrique. Utiliser une électrode

de référence au calomel à pont de solution méthanolique saturée de chlorure de potassium et une électrode en verre reliées à un pH-mètre ou millivoltmètre.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Pour chacun des deux résultats obtenus, calculer l'indice d'hydroxyle à l'aide de la formule

$$\frac{(V_2 - V_1) \times N \times 56,1}{m} + I_a$$

où

$I_a$  est l'indice d'acide<sup>1)</sup>.

$V_1$  est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé dans l'essai;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisé dans l'essai à blanc;

$N$  est le titre en normalité, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium (normalement 0,5 N);

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

Calculer la moyenne des deux valeurs obtenues et l'arrondir à l'unité la plus proche.

NOTE — La valeur de  $(V_2 - V_1)$  peut être positive ou négative.

## 9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme Internationale;
- résultats individuels et leur moyenne;
- toute observation particulière relevée au cours de la détermination;
- tous détails opératoires non prévus dans la présente Norme Internationale, ainsi que tous incidents susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

1) Déterminer l'indice d'acide, selon l'ISO 2114 qui correspond au dosage de la moitié seulement des anhydrides libres.

Cependant, l'erreur faite est très faible dans le cas des résines anhydride maléique/acide hexachloro-endométhylène-tétrahydrophthalique ou anhydride maléique/acide tétrahydrophthalique. Elle est un peu plus forte dans le cas des résines anhydride maléique/acide orthophthalique.



61

INTERNATIONAL STANDARD ISO 2554-1974 (E)/ERRATUM

Published 1980-10-15

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION · МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ · ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**iTeh STANDARD PREVIEW**

**Plastics – Unsaturated polyester resins – Determination of hydroxyl value**

(standards.iteh.ai)

**ERRATUM**

ISO 2554:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33f630bc-fca4-4afc-9841-57138cc0b7f3/iso-2554-1974>

*Outside front cover :*

Replace the first element of the French sub-title by :

*"Plastiques"*.

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

ISO 2554:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/33f630bc-fca4-4afc-9841-57138cc0b7f3/iso-2554-1974>