
NORME INTERNATIONALE 3001

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

Plastiques — Compositions époxydiques — Détermination de l'équivalent époxyde

Plastics — Epoxide compounds — Determination of epoxide equivalent

Deuxième édition — 1978-09-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3001:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fe50c2/iso-3001-1978>

CDU 678.686

Réf. n° : ISO 3001-1978 (F)

Descripteurs : matière plastique, analyse chimique, dosage, composé époxy, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'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 3001 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*. La première édition (ISO 3001-1975) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne	France	Roumanie
Australie	Hongrie	Suède
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Israël	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Japon	Turquie
Canada	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	U.S.A.

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

[ISO 3001:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978>
Royaume-Uni

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 3001-1975, incorpore le projet d'Additif 1, qui figure actuellement en annexe et a été soumis aux comités membres en janvier 1977.

Ce projet d'additif a été approuvé par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Allemagne	France	Roumanie
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Iran	Tchécoslovaquie
Brésil	Israël	Turquie
Bulgarie	Italie	U.S.A.
Canada	Mexique	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Pologne	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvé pour des raisons techniques :

Pays-Bas
Royaume-Uni

Plastiques — Compositions époxydiques — Détermination de l'équivalent époxyde

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de 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.

2 DÉFINITION

équivalent époxyde : Quantité de substance, exprimée en grammes, qui contient une mole de groupe époxyde.

3 PRINCIPE

Réaction, sur les groupes époxydes, du bromure d'hydrogène naissant, produit par action d'une solution titrée d'acide perchlorique 0,1 N sur le bromure de tétraéthylammonium. Détermination de la fin de la réaction en utilisant le violet cristal comme indicateur. Pour les produits fortement colorés, la fin de la réaction peut être déterminée selon une méthode potentiométrique.

4 RÉACTIFS

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

4.1 Acide acétique.

4.2 Anhydride acétique.

4.3 Chloroforme.

4.4 Hydrogénophthalate de potassium.

4.5 Violet cristal, solution indicatrice.

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

4.6 Acide perchlorique, solution titrée 0,1 N.

4.6.1 Préparation

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

4.6.2 Étalonnage

Étalonner cette solution en la titrant par rapport à une solution à 200,0 mg de l'hydrogénophthalate de potassium (4.4) dans 50 ml de l'acide acétique (4.1), en présence du violet cristal (4.5) comme indicateur.

(Au préalable, si nécessaire, sécher l'hydrogénophthalate de potassium durant 2 h à 120 °C.) Effectuer la détermination du point final en présence de 4 à 6 gouttes de la solution indicatrice de violet cristal (voir notes), en titrant jusqu'à l'obtention d'une coloration verte persistante. Noter la température, t_s , de la solution titrée.

4.6.3 Calcul du titre

La normalité, T , de la solution d'acide perchlorique est donnée par la formule

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

où

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

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

NOTES

1 Si l'on adopte une méthode potentiométrique pour déterminer l'équivalent époxyde, il est nécessaire de suivre la même méthode pour étalonner l'acide perchlorique.

2 Il est recommandé de porter des lunettes de protection et, éventuellement, d'utiliser un écran transparent de sécurité.

4.7 Bromure de tétraéthylammonium, solution réactive.

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

NOTE — Dans les cas particuliers d'époxydes à faible réactivité, il peut être avantageux de substituer à ce réactif l'iodure de tétra-butylammonium, 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 tétra-butylammonium sont instables et doivent être préparées avant chaque titrage.

5 APPAREILLAGE

5.1 **Balance**, précise à 0,1 mg.

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

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

5.4 **Appareillage en verre**, muni de rodages, les mises à l'air étant protégées de l'humidité par des tubes à chlorure de calcium.

5.5 **Agitateur électromagnétique**, avec barreau enrobé de polytétrafluoréthylène.

5.6 **Thermomètre**, gradué pour permettre de mesurer la température à $\pm 0,1$ °C.

5.7 **Pipette**, de capacité 10 ml.

6 MODE OPÉRATOIRE

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

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

Laisser refroidir à la température ambiante, ajouter à la solution 20 ml de l'acide acétique (4.1), puis, à la pipette (5.7), 10 ml de la solution réactive (4.7), ainsi que 4 à 6 gouttes de la solution indicatrice de violet cristal (4.5).

Titre aussitôt, sous agitation magnétique, avec la solution d'acide perchlorique (4.6), jusqu'à l'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

L'équivalent époxyde, EE, est donné, en grammes par mole, par la formule

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

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;

T est la normalité de la solution (4.6) (normalement 0,1 N), 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 thermostabilisée.

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

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

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- l'identification de l'échantillon;
- l'équivalent époxyde;
- le réactif utilisé, dans le cas où il est autre que le bromure de tétraéthylammonium;
- toute autre condition pouvant avoir affecté le résultat.

ANNEXE

MODIFICATION POUR APPLICATION AUX ÉPOXYAMINES

A.1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Il a été montré que les valeurs d'équivalent époxyde, déterminées sur des résines d'époxydes contenant des groupes «azote» (cas des époxyamines) selon 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 norme peut également être utilisée pour la détermination de l'équivalent époxyde des époxyamines.

A.2 PRINCIPE

Titration de l'azote, sous forme de fonction amine, de l'époxyamine avec une solution titrée d'acide perchlorique 0,1 N. La valeur du second essai à blanc ainsi obtenue est utilisée comme terme correctif pour le calcul de l'équivalent époxyde selon le chapitre A.4 de la présente annexe.

A.3 MODE OPÉRATOIRE

Déterminer la valeur du second essai à blanc selon le chapitre 6 de la présente Norme internationale, mais sans ajouter la solution de bromure de tétraéthylammonium (4.7).

A.4 EXPRESSION DES RÉSULTATS

L'équivalent époxyde, EE, des époxyamines est donné, en grammes par mole, par la formule

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

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 la même signification que dans le chapitre 7 de la présente Norme internationale.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3001:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3001:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3001:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/611fe748-63e9-4320-9407-3e3fd8fc50c2/iso-3001-1978>