

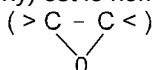
PEINTURES ET RESINES - DETERMINATION DE L'EQUIVALENT D'EPOXY

Page 1/3

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

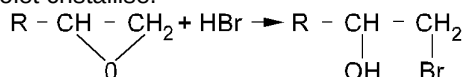
La présente méthode a pour but de décrire le mode opératoire permettant de déterminer l'équivalent époxyde dans les résines époxydes. L'indice d'époxyde (ou d'époxy) est le nombre de groupements époxy



présents dans 100 g de résine. L'équivalent époxyde est la masse de résine renfermant 1 groupe époxy.

2.PRINCIPE

En présence d'acide acétique, l'acide bromhydrique réagit quantitativement avec l'oxygène oxirane. La fin de réaction est décelée par virage du violet cristallisé.



3.APPAREILLAGE

- Burette : l'embout de la burette utilisée pour le dosage sera muni d'un bouchon de caoutchouc s'adaptant exactement sur l'erlen dans lequel a été dissoute la résine. Le bouchon sera percé d'un second petit trou permettant le passage de l'air.
- Agitateur magnétique et barreau aimanté.

4.REACTIFS

- Acide acétique glacial pour analyses.
- Chlorobenzène pour analyses.
- Mélange 50 - 50 chloroforme - chlorobenzène.
- Indicateur coloré : violet cristallisé à 0,1 % dans le chlorobenzène.
- Carbonate de sodium anhydre (séché à 120 °C jusqu'à poids constant).
- Acide Bromhydrique N/10 pour analyses.

5.PREPARATION DE LA SOLUTION D'HBR ET DETERMINATION DU TITRE

Dissoudre environ 8 ml d'HBr dans 500 ml d'acide acétique glacial.

Pour déterminer le titre de cette solution, peser exactement environ 0,05 g de carbonate de sodium anhydre. Les dissoudre dans 10 ml d'acide acétique. Ajouter 5 gouttes de violet cristallisé. Titrer sous agitation, avec la solution d'acide bromhydrique préparée, jusqu'à coloration verte.

Le titre de la solution en normalisé N/10 est déterminé par l'équation suivante :

$$N = \frac{P \times 18,87}{V}$$

où : P = masse de carbonate de sodium en g.
V = nombre de ml d'HBr utilisés.

6.MODE OPERATOIRE

- Peser environ exactement 0,5 g de résine dans un erlen propre et sec.
Utiliser un erlen de 50 ml pour les résines de faibles poids moléculaires (liquides) et un erlen de 100 ml pour les résines de hauts poids moléculaires (solides).
- Dissoudre l'échantillon dans un solvant à la température ambiante.
Utiliser 10 ml de chlorobenzène pour les résines liquides et 25 ml du mélange chloroforme - chlorobenzène pour les résines solides. Mettre dans l'erlen un barreau aimanté, et le placer ensuite sur un agitateur magnétique.
- Lorsque la résine est totalement dissoute, ajouter 5 gouttes de violet cristallisé et placer l'erlen sous la burette.
Titrer sous agitation, avec la solution d'acide bromhydrique jusqu'à coloration verte. Lorsque la coloration violette commence à disparaître, ajouter HBr lentement afin que la réaction puisse se faire.

7.EXPRESSION DES RESULTATS

L'équivalent Epoxy est donné par la formule :

$$\text{Eq.Ep.} = \frac{W \times 100}{N \times V}$$

où : W = masse de la résine en g.
N = titre de HBr en normalité N/10.
V = nombre de ml de HBr utilisés.

L'indice Epoxy est donné par le rapport :

$$I \text{ Ep} = \frac{100}{\text{Eq.Ep.}} = \frac{VN}{W}$$

8.REMARQUES

Les résines très colorées donnent des solutions jaunâtres dans le mélange chlorobenzène - chloroforme. Ainsi le virage du violet cristallisé ne donne pas une solution verte, mais jaune vert. Au cas où le virage serait trop difficile à voir, on peut faire un dosage potentiométrique. Cette méthode peut éventuellement être applicable aux résines époxy modifiées sous réserve de vérification.

9.PRECISION

La différence entre deux résultats obtenus pour le même échantillon est approximativement 0,7 %. Deux valeurs de l'équivalent époxy seront douteuses si elles diffèrent de plus de 2 %.

10.PROCES-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit indiquer outre les résultats obtenus et les conditions de l'essai, les détails opératoires non prévus dans la méthode ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.