

RESINES ACRYLIQUES INDICE D'ACIDE APPARENT INSTANTANE (PAR POTENTIOMETRIE)

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

AVANT-PROPOS

Cette méthode a été principalement mise au point pour déterminer l'indice d'acide apparent instantané des vernis de protection acryliques à l'état neuf et après vieillissement.

Elle s'applique également à des résines éventuellement modifiées non réticulées.

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination de l'indice d'acide des résines acryliques modifiées ou non. Elle s'applique aux liants acryliques isolés.

2.PRINCIPE

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 gramme de résine. Les anhydrides d'acide libres ne sont déterminés que partiellement. Une quantité connue de résine est solubilisée dans l'éthanol absolu (remarque 6.1.1) puis immédiatement dosée par potentiométrie avec une solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol absolu.

3.PRODUITS

- Ethanol absolu de qualité pour analyse.
- Hydroxyde de potassium, solution titrée 0,2 N dans l'éthanol absolu.
- Phénolphthaléine, solution à 1 % dans l'éthanol absolu (remarque 6.1.2).

4.APPAREILLAGE

- Entonnoirs coniques à 60°.
- Papiers filtres de qualité très rapide (par exemple WHATMAN N° 4).
- Evaporateur rotatif sous vide.
- Bêchers forme haute de 150 ml.
- Agitateur magnétique.
- Barreaux aimantés enrobés de téflon de 45 x 9 mm.
- Appareil de titrage potentiométrique avec électrode de verre combinée [et possibilité de déterminer la courbe correspondant à la première dérivation de la tension d'entrée en fonction du temps (permet un gain de temps important)].
- Etuve à vide à température contrôlée (facultatif).
- Extracteur de soxhlet complet de 500 ml.
- Balance de précision à 0,1 mg près.
- Dessiccateur.
- Plaque de verre de 20 x 20 mm.

5.ECHANTILLONNAGE

5.1.PRODUIT NEUF

La résine est déposée sur une plaque de verre. Elle est partiellement séparée de son solvant par évaporation sous vide à 60 °C puis séchée sous vide à 20 °C $\pm$ 3 °C ou à l'air ambiant et enfin placée dans un dessiccateur jusqu'à poids constant.

Nota : Dans le cas d'une résine chargée, il est nécessaire d'éliminer préalablement les charges par centrifugation selon la méthode d'essai D55 5104.

5.2.PRODUIT APRES VIEILLISSEMENT

5.2.1 Cas d'un échantillon déposé sur une grande surface. Le produit est recueilli sur un coton imbibé d'alcool éthylique puis extrait en soxhlet avec 300 ml d'alcool éthylique pendant 6 heures. La solution alcoolique est filtrée sur papier filtre de qualité très rapide puis traitée comme dans le cas précédent afin d'isoler la résine.

5.2.2 Cas d'un échantillon déposé sur une éprouvette de petite taille. La plaque est placée à 45° dans un cristalliseur et humectée d'alcool éthylique à l'aide d'un pinceau. On laisse l'imbibition s'effectuer et on récupère le produit en répétant l'opération à l'aide du pinceau en balayant la plaque de haut en bas.

6.MODE OPERATOIRE

Neutralisation du solvant : le solvant utilisé (éthanol) est neutralisé avec la solution d'hydroxyde de potassium alcoolique. Le titrage potentiométrique différentiel permet de s'arrêter exactement au point de neutralisation (point final).

Peser, à 0,001 g près, environ 1 g d'échantillon dans un bécher de 150 ml, ajouter 100 ml de solvant neutralisé, mettre sous agitation pendant 5 minutes et effectuer le dosage potentiométrique en utilisant la solution d'hydroxyde de potassium 0,2 N afin de déterminer le point final.

6.1.REMARQUES

6.1.1 Dans le cas où le produit est très peu soluble dans l'alcool éthylique, il est possible d'utiliser un autre solvant, par exemple mélange éthanol-toluène dans la proportion de 3 volumes d'éthanol pour 1 volume de toluène.

6.1.2 Il est souhaitable d'ajouter 3 gouttes d'indicateur coloré avant d'effectuer le dosage. Dans certains cas, (colmatage de l'électrode) l'indicateur permet de détecter une éventuelle anomalie.

6.1.3 Avant chaque dosage, l'électrode de verre doit être parfaitement nettoyée (phénomène de colmatage).

6.1.4 La "tombée de burette" doit être au moins égale à 5 ml ; dans le cas contraire, il est préférable d'effectuer le dosage avec une solution de titrage diluée, par exemple 0,1 N, voire même 0,05 N.

6.1.5 Ne pas effectuer de mesure sur une prise d'essai inférieure à 200 mg.