

---

**NORME INTERNATIONALE**



**4583**

---

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

---

**Plastiques — Résines d'époxydes et matières apparentées —  
Dosage du chlore facilement saponifiable**

*Plastics — Epoxide resins and related materials — Determination of easily saponifiable chlorine*

Première édition — 1978-09-15 **ITeH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4583:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9fc180ba-1dbc-406a-ab66-b72050779f4/iso-4583-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9fc180ba-1dbc-406a-ab66-b72050779f4/iso-4583-1978>

---

CDU 678.686 : 678.012 : 546.13

Réf. n° : ISO 4583-1978 (F)

**Descripteurs** : matière plastique, résine époxy, analyse chimique, dosage, chlore.

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 4583 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Australie	Inde	Portugal
Autriche	Iran	Roumanie
Belgique	Israël	Royaume-Uni
Brésil	Italie	Suisse
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Mexique	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Finlande	Pays-Bas	U.S.A.
France	Pologne	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Plastiques — Résines d'époxydes et matières apparentées — Dosage du chlore facilement saponifiable

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du chlore facilement saponifiable dans les résines d'époxydes (voir 6.1), les esters glycidiques et le chloro-1 époxy-2,3 propane (épichlorhydrine) (6.2). Les valeurs ainsi déterminées sont caractéristiques de la concentration en chlore facilement saponifiable des groupes chlorhydriques contenus dans ces produits.

NOTE — Pour les besoins du contrôle de la qualité, un temps plus court de reflux de 30 min est admis s'il a été démontré qu'il donne des résultats analogues. Cela doit être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO 4573, *Plastiques — Résines d'époxydes et esters glycidiques — Dosage du chlore inorganique — Méthode potentiométrique directe.*

## 3 PRINCIPE

Réaction d'une prise d'essai avec une solution d'hydroxyde de sodium dans le butoxy-2 éthanol durant 2 h à la température ambiante pour les résines d'époxydes, ou avec une solution méthanolique d'hydroxyde de sodium à 50 °C pour les esters glycidiques et le chloro-1 époxy-2,3 propane. Acidification du mélange et détermination de la quantité d'ions chlorure résultant de la saponification par titrage potentiométrique au moyen d'une solution titrée de nitrate d'argent. Il faut effectuer une correction pour la teneur en «chlore inorganique» de l'échantillon et qui sera déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4573.

## 4 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue (sauf indication contraire), et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 **Acide acétique** cristallisable,  $\rho$  1,05 g/ml.

4.2 **Butoxy-2 éthanol** (éther monobutylique de l'éthylène-glycol), de qualité technique (utilisé seulement pour le dosage des résines d'époxydes).

**AVERTISSEMENT** — Le butoxy-2 éthanol est toxique. Éviter toute inhalation de vapeurs et le contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte aspirante ou dans un lieu bien ventilé. Le seuil de toxicité est 50 ppm.

Purifier ce produit de la façon suivante :

Ajouter 15 g d'hydroxyde de sodium à 1 litre de butoxy-2 éthanol technique et chauffer à reflux durant 4 h. Distiller le butoxy-2 éthanol à raison de 5 ml/min, en recueillant la fraction qui distille au-dessus de 165 °C. Rejeter la dernière fraction de 100 ml. Conserver le butoxy-2 éthanol sous azote et dans une bouteille teintée, stockée à l'abri de la lumière.

4.3 **Butanone** (Méthyléthylcétone).

4.4 **Hydroxyde de sodium**, solution à 120 g/l dans le butoxy-2 éthanol (pour résines d'époxydes). Pour les esters glycidiques et le chloro-1 époxy-2,3 propane, remplacer le butoxy-2 éthanol par du méthanol.

Dissoudre 120 g d'hydroxyde de sodium dans 75 ml d'eau, refroidir et compléter à 1 litre avec le butoxy-2 éthanol (4.2).

4.5 **Acide chlorhydrique**, solution à 0,4 % (m/m).

Diluer 9 ml d'acide chlorhydrique concentré,  $\rho$  1,19 g/ml environ, avec de l'eau et compléter à 1 litre.

4.6 **Nitrate d'argent**, solution titrée 0,01 N.

### 4.6.1 Préparation

Dissoudre 1,70 g de nitrate d'argent dans de l'eau et compléter à 1 litre.

#### 4.6.2 *Étalonnage*

Peser, à 0,1 mg près, 20 à 25 mg de chlorure de sodium préalablement séché à 120 °C. Transférer dans une fiole conique de 250 ml et dissoudre dans 50 ml d'eau. Titrer avec la solution de nitrate d'argent (4.6.1) selon 6.1.4.

#### 4.6.3 *Calcul du titre*

Le titre, *T*, exprimé en normalité, est donné par la formule

$$T = \frac{m}{58,45 V}$$

où

*m* est la masse, en milligrammes, de chlorure de sodium utilisée;

*V* est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.6.1), utilisé pour le titrage.

#### 4.6.4 *Stockage*

Conserver la solution dans l'obscurité.

### 5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Microburette**, de capacité 10 ml, graduée tous les 0,02 ml et munie d'un tube capillaire, de longueur 120 mm environ, monté au-dessous de son robinet.

**5.2 Agitateur électromagnétique.**

**5.3 pH-mètre-millivoltmètre**, de préférence du type à compensation, muni d'une électrode en verre et d'une électrode en argent.

**5.4 Bécher de titrage**, de capacité 400 ml.

### 6 MODE OPÉRATOIRE

#### 6.1 Résines d'époxydes

**6.1.1** Dans le bécher (5.4), peser une prise d'essai ne contenant pas plus de 1,78 mg de chlore facilement saponifiable. Ajouter, au moyen, d'une pipette, 25 ml du butoxy-2 éthanol (4.2) et dissoudre la prise d'essai au moyen de l'agitateur électromagnétique (5.2), en chauffant si nécessaire. Refroidir la solution à la température ambiante et rajouter, au moyen d'une pipette, 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.4). Bien mélanger, couvrir le bécher et laisser le mélange réagir durant 2 h à la température ambiante.

**6.1.2** Tout en agitant, rajouter, au moyen d'une pipette, 100 ml de la butanone (4.3) et 25 ml de l'acide acétique (4.1) dans le mélange réactionnel. Agiter durant quelques minutes supplémentaires jusqu'à ce que le précipité formé lors de l'addition de l'acide acétique soit dissous.

**6.1.3** Avant chaque titrage, laver l'électrode en verre (voir 5.3) à la butanone puis à l'eau, plonger l'électrode dans de l'acide chlorhydrique (4.5) et l'y laisser séjourner durant au moins 10 min, rincer de nouveau à l'eau puis à la butanone. Avant chaque titrage, polir l'électrode en argent à la toile abrasive fine (par exemple : grosseur de grain P 120\*) jusqu'à l'obtention d'une surface polie et propre, et rincer à l'eau. (Voir note 1.)

#### NOTES

1 L'observation de ces indications concernant la préparation des électrodes est capitale; faute de quoi, leur réponse ne serait pas correcte lors du titrage. Toutefois, dans la pratique, pour des mesurages fréquents sur des produits de même type, il peut être procédé à une seule préparation des électrodes par jour.

2 Il est important d'effectuer le titrage aussi rapidement que possible après l'addition de l'acide acétique; sans quoi, les valeurs obtenues seraient inférieures au résultat réel.

**6.1.4** Mettre en place les électrodes et la microburette (5.2) contenant la solution de nitrate d'argent (4.6) et immerger l'extrémité du tuyau d'amenée de la microburette sur 10 mm environ dans le liquide. Agiter de façon continue au cours du dosage. Ajouter la solution de nitrate d'argent avec précaution et attendre, après chaque ajout, que le potentiel se soit stabilisé à un niveau constant.

Noter le niveau de la microburette, ainsi que la valeur du potentiel correspondant, et reporter ces valeurs sur un graphique. Lorsque, pour chaque ajout de solution de nitrate d'argent, la variation de potentiel reste faible, il convient d'ajouter la solution de nitrate d'argent par fractions plus importantes (jusqu'à 0,5 ml). Lorsque la variation de potentiel dépasse 10 mV par 0,5 ml, il convient de passer à des fractions de 0,1 ml. Arrêter le titrage à 0,5 ml environ après le point d'inflexion.

NOTE — Si le titrage nécessite moins de 1 ml de solution de nitrate d'argent (et donc aussi pour l'essai à blanc), répéter l'essai en ajoutant une quantité mesurée avec précision de 1 ml d'une solution de chlorure de potassium 0,01 N à la solution (et donc aussi à la solution de l'essai à blanc), avant le titrage. Titrer immédiatement après l'addition de la solution de chlorure de potassium.

**6.1.5** Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour le dosage, mais en omettant la prise d'essai.

\* Désignation de la classification FEPA (Fédération européenne des producteurs d'abrasifs).

6.1.6 Déterminer la teneur en «chlore inorganique» de l'échantillon selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4573.

## 6.2 Esters glycidiques et chloro-1 époxy-2,3 propane

**AVERTISSEMENT** — Le chloro-1 époxy-2,3 propane est très toxique et inflammable, et sa toxicité est cumulative. Éviter toute inhalation de vapeurs et le contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte aspirante ou dans un lieu bien ventilé. Le chloro-1 époxy-2,3 propane peut réagir d'une façon explosive avec l'acide sulfurique concentré, les hydroxydes alcalins concentrés, les halogénures métalliques anhydres tels que les chlorures d'étain(IV) et de fer(III). Porter des lunettes de sécurité et entourer le dispositif d'essai d'un écran de protection. Le seuil de toxicité est 5 ppm.

6.2.1 Dans le bécher (5.4), peser une prise d'essai ne contenant pas plus de 1,78 mg de chlore facilement saponifiable. Ajouter, au moyen d'une pipette, 25 ml de la solution méthanolique d'hydroxyde de sodium (4.4) et dissoudre la prise d'essai au moyen de l'agitateur électromagnétique (5.2). Couvrir le bécher et laisser le mélange réagir durant 2 h à 50 °C.

6.2.2 Effectuer les opérations décrites de 6.1.2 à 6.1.6.

## 7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La teneur en chlore facilement saponifiable de l'échantillon, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{35,5 T (V_1 - V_0)}{10 m_0} - \frac{C}{10\ 000}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.6), utilisé pour l'essai à blanc (voir 6.1.5);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.6), utilisé pour le titrage de la prise d'essai (voir 6.1.4);

$T$  est la normalité de la solution de nitrate d'argent (4.6), calculée selon 4.6.3;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 6.1.1 ou 6.2.1);

$C$  est la teneur en «chlore inorganique», exprimée en milligrammes par kilogramme (parties par million en masse) (voir 6.1.6).

7.2 Si nécessaire, le taux de pureté des échantillons de chloro-1 époxy-2,3 propane, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{92,5 T (V_1 - V_0)}{10 m_0} - \frac{92,5 C}{35,5 \times 10^4}$$

où les symboles ont la même signification qu'en 7.1.

ITEH STANDARD PREVIEW

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- la référence de la présente Norme internationale;
- l'identification complète du matériau soumis à l'essai;
- la teneur en «chlore inorganique», déterminée selon l'ISO 4573;
- le résultat de l'essai, ainsi que la forme sous laquelle il est exprimé.

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

ISO 4583:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9fc180ba-1dbc-406a-ab66-b72050779f4/iso-4583-1978>

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

ISO 4583:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9fc180ba-1dbc-406a-ab66-b72050779f4/iso-4583-1978>

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

ISO 4583:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9fc180ba-1dbc-406a-ab66-b72050779f4/iso-4583-1978>