
**Plastiques — Résines époxydes et matières
apparentées — Dosage du chlore
saponifiable total**

*Plastics — Epoxy resins and related materials — Determination of total
saponifiable chlorine*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13651:1996

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-
e14fcdcad534/iso-13651-1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996)



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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 13651 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13651:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996>

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@isocs.iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Plastiques – Résines époxydes et matières apparentées – Dosage du chlore saponifiable total

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du chlore saponifiable total contenu dans les résines époxydes et matières apparentées.

La quantité de chlore déterminée par la méthode, appelée teneur en chlore saponifiable total, comprend le chlore organique saponifiable et le chlore inorganique.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

(standards.iteh.ai)

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

[ISO 13651:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996>

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 teneur en chlore saponifiable total: Rapport de la masse de tout le chlore organique saponifiable et inorganique contenu dans une prise d'essai de résine époxyde ou de matière apparentée, à la masse de la prise d'essai.

NOTE 1 La «teneur en chlore inorganique» est définie dans ISO 11376:—¹⁾, *Plastiques — Résines époxydes et esters glycidiques — Dosage du chlore inorganique.*

4 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans l'éther monobutylique du diéthylèneglycol et la solution est saponifiée avec une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium par chauffage à reflux. La teneur en chlore saponifiable total est déterminée ensuite par titrage potentiométrique de la solution avec une solution de nitrate d'argent.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 telle que définie dans l'ISO 3696.

1) À publier.

5.1 Éther monobutylique du diéthylèneglycol.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution à 1 mol/l dans le propanediol-1,2.

Dissoudre 56 g d'hydroxyde de potassium dans du propanediol-1,2, compléter à 1 litre avec du propanediol-1,2 et mélanger.

5.3 Acide acétique cristallisable.

5.4 Acétone.

5.5 Nitrate d'argent, solution aqueuse titrée à 0,1 mol/l.

5.5.1 Préparation

Dissoudre 17,0 g de nitrate d'argent dans de l'eau et diluer à 1 litre.

5.5.2 Étalonnage

Peser, à 0,1 mg près, 5,845 g de chlorure de sodium préalablement séché à une température de 500 °C à 600 °C, le dissoudre dans de l'eau et compléter à 1 litre pour conduire à une solution à 0,1 mol/l. Prélever, à l'aide d'une pipette, 5 ml de solution de chlorure de sodium et les verser dans un bécher de 200 ml (6.12). Ajouter 100 ml d'acétone (5.4) et 2 ml d'acide acétique cristallisable (5.3). Titrer par potentiométrie la solution avec la solution de nitrate d'argent préparée en 5.5.1.

Effectuer un essai à blanc de la même façon.

5.5.3 Calcul de la concentration

Calculer la concentration c , en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent à l'aide de l'équation suivante, en exprimant le résultat avec quatre décimales:

$$c = \frac{5 \times m}{58,45 \times (V_1 - V_0)}$$

où

m est la masse, en grammes, de chlorure de sodium prélevée;

V_1 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent utilisé pour le titrage;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent utilisé pour l'essai à blanc.

5.6 Nitrate d'argent, solution aqueuse titrée à 0,01 mol/l.

5.6.1 Préparation

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

5.6.2 Titration

Peser, à 0,1 mg près, 0,584 g de chlorure de sodium préalablement séché à une température de 500 °C à 600 °C, le dissoudre dans de l'eau et compléter à 1 litre pour conduire à une solution à 0,01 mol/l. Prélever, à l'aide d'une pipette, 5 ml de solution de chlorure de sodium et les verser dans un bécher de 200 ml (6.12). Ajouter 100 ml d'acétone (5.4) et 2 ml d'acide acétique cristallisable (5.3). Titrer par potentiométrie la solution avec la solution de nitrate d'argent préparée en 5.6.1.

Effectuer un essai à blanc de la même façon.

Calculer la concentration c , en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent à l'aide de l'équation donné en 5.5.3, en exprimant le résultat avec quatre décimales.

6 Appareillage

6.1 Appareillage de titrage potentiométrique, comprenant un potentiomètre approprié, équipé d'une électrode d'argent et d'une électrode au chlorure d'argent ou au sulfate de mercure, avec son dispositif de titrage.

6.2 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

6.3 Agitateur magnétique, muni d'un barreau revêtu de polytétrafluoroéthylène.

6.4 Fiole jaugée, de 1 litre de capacité.

6.5 Plaque chauffante ou **bain d'huile**, à même de chauffer à plus de 200 °C.

6.6 Fiole conique, de 200 ml de capacité, munie d'un bouchon en verre rodé.

6.7 Réfrigérant à reflux.

6.8 Éprouvette graduée, de 50 ml de capacité.

6.9 Pipette, de 5 ml de capacité.

6.10 Creuset en porcelaine. iTeh STANDARD PREVIEW

6.11 Four électrique, à même de chauffer à une température de 500 °C à 600 °C. (standards.iteh.ai)

6.12 Bécher, de 200 ml de capacité.

ISO 13651:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996>

7 Mode opératoire

7.1 Dans une fiole conique de 200 ml (6.6), peser, à 0,1 mg près,

— une prise d'essai correspondant à une quantité de chlore de 0,5 mg à 1,5 mg, si la teneur présumée en chlore saponifiable total est inférieure à 1 %;

ou

— une prise d'essai correspondant à une quantité de chlore de 5 mg à 15 mg, si la teneur présumée en chlore saponifiable total est supérieure à 1 %.

7.2 Ajouter 25 ml d'éther monobutylique du diéthylèneglycol (5.1) et dissoudre la prise d'essai.

7.3 Ajouter 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium à 1 mol/l dans le propanediol-1,2 (5.2). Chauffer à reflux la solution sur une plaque chauffante ou dans un bain d'huile (6.5) pendant 10 min en agitant.

7.4 Laisser refroidir et verser, par la partie supérieure du réfrigérant à reflux (6.7), 5 ml d'acétone (5.4).

7.5 Transvaser le contenu de la fiole conique dans un bécher de 200 ml (6.12). Rincer trois fois l'intérieur de la fiole avec un volume total de 50 ml d'acide acétique cristallisable (5.3) que l'on recueille à chaque fois dans le bécher.

7.6 Plonger les électrodes (voir 6.1) dans la solution. À l'aide de l'agitateur magnétique (6.3), agiter vigoureusement en évitant toute éclaboussure à l'extérieur du bécher.

7.7 Effectuer le titrage par potentiométrie avec

— la solution de nitrate d'argent à 0,01 mol/l (5.6), si la teneur présumée en chlore saponifiable total est inférieure à 1 %;

ou

— la solution de nitrate d'argent à 0,1 mol/l (5.5), si la teneur présumée en chlore saponifiable total est supérieure à 1 %.

7.8 Effectuer un essai à blanc de la même façon.**8 Expression des résultats**

Calculer la teneur en chlore saponifiable total $w(\text{Cl})$ de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme (parties par million en masse), à l'aide de l'équation suivante, en exprimant le résultat avec trois décimales:

$$w(\text{Cl}) = \frac{35,45 \times c \times (V_1 - V_0) \times 1\,000}{m}$$

où

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent utilisée (5.5 ou 5.6);

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

V_1 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (5.5 ou 5.6) utilisé pour le titrage de la prise d'essai;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (5.5 ou 5.6) utilisé pour l'essai à blanc.

9 Fidélité

La fidélité de cette méthode d'essai a été déterminée conformément à l'ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires* (annulée à l'heure actuelle), suite à un essai circulaire organisé au Japon (1992-1993).

La répétabilité et la reproductibilité calculées à l'issue de l'essai circulaire ont été les suivantes:

Type de résine époxyde	Répétabilité		Reproductibilité		Teneur moyenne en chlore saponifiable total
	s_r	r	s_R	R	
BPA	32	90	46	129	1 497
ECN	28	78	37	104	1 071

BPA est une résine époxyde liquide à base de bisphénol A;

ECN est une résine époxyde solide à base de novolaque *o*-crésol;

s_r est l'écart-type de répétabilité (intralaboratoire);

r est la limite de répétabilité (en valeur absolue);

s_r est l'écart-type de reproductibilité (interlaboratoire);

R est la limite de reproductibilité (en valeur absolue).

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) résultats d'essai;
- d) date de l'essai;
- e) toute autre information nécessaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13651:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13651:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7392c0e-a930-46c8-bb35-e14fcdcad534/iso-13651-1996>

ICS 83.80.10

Descripteurs: plastique, résine époxy, composé époxy, analyse chimique, dosage, matière saponifiable, chlore, méthode potentiométrique.

Prix basé sur 5 pages
