

---

---

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

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

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

[ISO 4583:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-  
6553358084c4/iso-4583-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998)



## 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 4583 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4583:1978), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1998

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@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 facilement saponifiable

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du chlore facilement saponifiable dans les résines époxydes (voir 7.1) et les esters de glycidyle (voir 7.2).

Les valeurs ainsi déterminées sont caractéristiques de la concentration de chlore facilement saponifiable des groupes chlorhydriques contenus dans ces produits.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

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

ISO 11376:1997, *Plastiques — Résines époxydes et esters glycidiques — Dosage du chlore inorganique.*

## 3 Définition

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

**chlore facilement saponifiable:** Quantité de chlore saponifiable par cette méthode d'essai. Il est constitué principalement par le chlore présent à l'état de 1,2-chlorhydrine qui résulte d'une déshydrochloruration incomplète.

La teneur en chlore aisément saponifiable est la masse de chlore saponifiable contenu dans une quantité donnée de la résine époxyde et/ou de l'ester de glycidyle.

## 4 Principe

Une prise d'essai est mise à réagir avec une solution d'hydroxyde de sodium pendant 2 h

à la température ambiante dans le butoxy-2 éthanol pour les résines époxydes;

à 50 °C dans le méthanol pour les esters de glycidyle.

Un temps de saponification plus court de 30 min est également possible (voir 7.1.1 et 7.2.1).

Le mélange est acidifié et la concentration d'ions chlorure résultant de la saponification est déterminée par titrage potentiométrique au moyen d'une solution titrée de nitrate d'argent. Une correction est faite pour la teneur en chlore inorganique de l'échantillon déterminée selon la méthode prescrite dans l'ISO 11376.

## 5 Réactifs

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

**5.1 Acide acétique**, cristallisable ( $\rho = 1,05$  g/ml).

**5.2 Butoxy-2 éthanol** (Éther monobutylique de l'éthylène-glycol), stocké à l'abri de la lumière dans un flacon teinté.

**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.

[ISO 4583:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998>

**5.3 Butanone-2** (Méthyléthylcétone).

**5.4 Méthanol.**

**AVERTISSEMENT** — Le méthanol 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.

**5.5 Hydroxyde de sodium**, solution à 120 g/l

dans le butoxy-2 éthanol pour les résines époxydes;

dans le méthanol pour les esters de glycidyle.

Dissoudre 120 g d'hydroxyde de sodium dans 75 ml d'eau et suffisamment de butoxy-2 éthanol (5.2) ou de méthanol (5.4) pour assurer une dissolution complète. Refroidir et compléter à 1 litre avec le même solvant organique.

**5.6 Chlorure de sodium.**

**5.7 Acétone.**

**5.8 Nitrate d'argent**, solution titrée à 0,01 mol/l.

#### 5.8.1 Préparation

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

#### 5.8.2 Étalonnage

Peser, à 0,1 mg près, 0,584 g de chlorure de sodium (5.6) préalablement séché dans le four (6.9) à 500 °C-600 °C et dissoudre dans 1 litre d'eau.

Introduire à la pipette 5 ml de la solution de chlorure de sodium dans le bécher de 200 ml (6.4). Ajouter 100 ml d'acétone (5.7) et 2 ml d'acide acétique (5.1). Titrer alors par potentiométrie avec la solution de nitrate d'argent (5.8).

Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions avec le solvant (5.7).

#### 5.8.3 Calcul de la concentration

La concentration  $c$  de la solution de nitrate d'argent, exprimée en moles par litre, est donnée par l'équation

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

où

$m$  est la masse, en grammes, de chlorure de sodium utilisée,

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.8) utilisé pour le titrage;

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.8) utilisé pour l'essai à blanc.

Arrondir le résultat à quatre chiffres significatifs.

#### 5.8.4 Stockage

Conserver la solution dans l'obscurité.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Appareil de titrage potentiométrique:** potentiomètre approprié, équipé d'une électrode combinée électrode de verre/électrode au chlorure d'argent, avec son dispositif de titrage et une microburette de 10 ml.

**6.2 Agitateur électromagnétique chauffant**, avec barreau enrobé de polytétrafluoroéthylène.

**6.3 Balance analytique**, précise au 0,1 mg.

**6.4 Bécher**, de capacité 200 ml.

**6.5 Fiole jaugée**, de capacité 1 litre.

- 6.6 Pipettes**, de capacités 2 ml, 5 ml et 25 ml.
- 6.7 Éprouvette graduée**, de capacité 100 ml.
- 6.8 Bain d'eau**, thermorégulé à 50 °C.
- 6.9 Four électrique**, à même de chauffer à 500 °C-600 °C.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Résines époxydes

**7.1.1** Dans le bécher (6.4), 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 (5.2) et dissoudre la prise d'essai au moyen de l'agitateur électromagnétique (6.2), 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 dans le butoxy-2 éthanol (voir 5.5). Bien mélanger, couvrir le bécher et laisser le mélange réagir durant 2 h à la température ambiante.

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

**7.1.2** Tout en agitant, rajouter 100 ml de la butanone-2 (5.3) et 25 ml de l'acide acétique (5.1) dans le mélange réactionnel. Agiter durant quelques minutes supplémentaires jusqu'à dissolution du précipité formé lors de l'addition de l'acide.

**7.1.3** Plonger les électrodes (voir 6.1) dans la solution d'essai et titrer par potentiométrie avec la solution de nitrate d'argent (5.8).

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.

**7.1.4** 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.

**7.1.5** 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, avant le titrage, une quantité mesurée avec précision de 1 ml d'une solution de chlorure de potassium à 0,01 mol/l à la solution (et donc aussi à la solution de l'essai à blanc). Titrer immédiatement après l'addition de la solution de chlorure de potassium.

**7.1.6** Déterminer la teneur en chlore inorganique de l'échantillon conformément à la méthode prescrite dans l'ISO 11376.

### 7.2 Esters de glycidyle

**7.2.1** Dans le bécher (6.4), 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 (voir 5.5) et dissoudre la prise d'essai au moyen de l'agitateur électromagnétique (6.2). Couvrir le bécher et laisser le mélange réagir durant 2 h dans le bain d'eau (6.8) à 50 °C.

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

**7.2.2** Effectuer les opérations décrites de 7.1.2 à 7.1.6.

## 8 Expression des résultats

La teneur en chlore facilement saponifiable  $W$  de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme (parties par million en masse), est donnée par l'équation

$$W = \frac{35,5 \times c \times (V_1 - V_2) \times 1000}{m_0} - I$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 7.1.1 ou 7.2.1);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.8) utilisé pour le titrage de la prise d'essai;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (5.8) utilisé pour l'essai à blanc;

$c$  est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent;

$I$  est la teneur en chlore inorganique, exprimée en milligrammes par kilogramme (parties par million en masse) (voir 7.1.6).

Arrondir le résultat à trois chiffres significatifs.

## 9 Fidélité

La fidélité de cette méthode n'est pas connue car aucune valeur issue d'essais interlaboratoires n'est disponible à ce jour. Des données issues d'essais interlaboratoires sont en passe d'être obtenues et une déclaration de fidélité sera ajoutée lors d'une prochaine révision.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24f1d5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998>

## 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 du matériau soumis à l'essai;
- c) teneur en chlore inorganique, déterminée conformément à l'ISO 11376;
- d) temps de saponification, s'il est plus court que 2 h;
- e) résultat de l'essai;
- f) date et lieu où l'essai a été effectué;
- g) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, par accord entre les parties intéressées ou pour toute autre raison, ainsi que de tout incident susceptible d'avoir eu une répercussion sur le résultat.

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

[ISO 4583:1998](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/24fd5e-9279-4447-8a20-6553358084c4/iso-4583-1998>

---

---

**ICS 83.080.10**

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

Prix basé sur 5 pages

---

---