

---

---

**Plastiques — Résines époxydes —  
Détermination de la teneur en 1,2-glycol**

*Plastics — Epoxy resins — Determination of 1,2-glycol content*

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

[ISO 21048:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 21048:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004>

© ISO 2004

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 21048 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
ISO 21048:2004  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004>

## Introduction

La production des résines époxydes à base d'épichlorohydrine peut induire la formation d'impuretés contenant du glycol-1,2. Étant donné que ces impuretés pourraient amoindrir les propriétés finales du matériau telles que son aptitude à l'isolation électrique, principalement en raison des caractéristiques hydrophiles du glycol-1,2, il est nécessaire d'en contrôler le niveau. De plus, en cas d'utilisation d'adjuvants de réticulation tels que les amines et les anhydrides acides, ces impuretés sont susceptibles d'altérer la vitesse de réaction de polymérisation. Ainsi, il est important de déterminer quantitativement la teneur en glycol-1,2 dans les résines époxydes, pour la fabrication de la résine tout comme pour l'utilisation par le client.

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

[ISO 21048:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004>

# Plastiques — Résines époxydes — Détermination de la teneur en 1,2-glycol

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en glycol-1,2 dans les résines époxydes.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 5725-2, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### glycol-1,2

groupe glycol-1,2 contenu dans les résines époxydes dont la teneur est exprimée en moles par kilogramme de résine époxyde

NOTE 1 Cet élément est chimiquement équivalent à deux groupes OH.

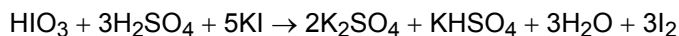
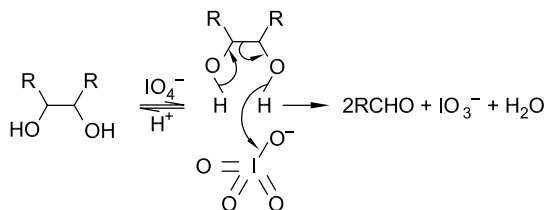
NOTE 2 D'autres noms possibles sont groupe OH vicinal, groupe 1,2-dihydroxyle, groupe  $\alpha$ -glycol.

## 4 Principe

Le glycol-1,2 est déterminé à partir des réactions suivantes:

Le glycol-1,2 est oxydé en composés aldéhydes par un excès d'acide orthopériodique (réaction 1), puis de l'iodure de potassium est ajouté au mélange réactionnel en présence d'acide sulfurique (réaction 2). L'iodure ainsi obtenu est titré avec la solution normalisée de thiosulfate de sodium (réaction 3) et la teneur en glycol-1,2 est déterminée à partir de la consommation de thiosulfate de sodium.

Réaction 1



5 Réactifs

Utiliser des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 (comme définie dans l'ISO 3696) ou meilleure.

5.1 Chloroforme.

**AVERTISSEMENT** — Le chloroforme est toxique. Éviter d'inhaler ses vapeurs. Empêcher tout contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte de laboratoire ou dans une zone bien ventilée. La valeur limite est de 10 µg/g.

5.2 Méthanol.

**AVERTISSEMENT** — Le méthanol est toxique. Éviter d'inhaler ses vapeurs. Empêcher tout contact avec la peau et les yeux. Travailler sous une hotte de laboratoire ou dans une zone bien ventilée. La valeur limite est de 200 µg/g.

5.3 Hydroxyde de benzyl triméthyl ammonium, solution à 40 % (en masse) dans le méthanol.

5.4 Acide acétique.

5.5 Acide orthopériodique.

5.6 Solution d'acide orthopériodique, à 0,2 mol/l.

5.6.1 Préparation

Peser 2,70 g à 2,75 g d'acide orthopériodique dans un becher de 500 ml (6.7) et mettre en solution dans 450 ml de méthanol (5.2) en mélangeant avec un agitateur magnétique (6.2). Plonger l'électrode à pH (6.3) dans la solution. Neutraliser la solution en ajustant le pH à 7,0, en ajoutant progressivement la solution d'hydroxyde de benzyl triméthyl ammonium (5.3) sous agitation. Ajouter 15 ml d'acide acétique (5.4) et 5 ml d'eau en utilisant une éprouvette graduée en verre de 20 ml (6.8) et compléter à 500 ml avec du méthanol au moyen d'une fiole jaugée (6.9).

5.7 Acide sulfurique, solution à 10 % en masse.

Ajouter 10 g d'acide sulfurique goutte à goutte dans 90 g d'eau sous agitation.

5.8 Iodure de potassium, solution à 20 % en masse.

Dissoudre 20 g d'iodure de potassium dans 80 g d'eau.

**5.9 Carbonate de sodium anhydre.****5.10 Thiosulfate de sodium, solution à 0,1 mol/l.****5.10.1 Préparation**

Peser 26,0 g de thiosulfate de sodium pentahydraté et 0,20 g de carbonate de sodium anhydre (5.9). Mettre en solution dans 1 litre d'eau exempte d'oxygène dissous et stocker dans un récipient étanche à l'air. Utiliser après avoir laissé reposer pendant 2 jours.

**5.10.2 Étalonnage**

Chauffer la quantité requise d'iodure de potassium (matériau de référence pour analyse volumétrique) à 130 °C pendant environ 2 h, puis laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser une prise d'essai de 0,9 g à 1,1 g à 0,1 mg près de KIO<sub>3</sub> séché et l'introduire dans une fiole jaugée de 250 ml (6.9), dissoudre dans de l'eau puis compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Avec une pipette, verser 25 ml de cette solution dans une fiole conique de 300 ml (6.5). Ajouter également 2 g d'iodure de potassium et 2 ml d'acide sulfurique (1 + 1). Boucher la fiole immédiatement, agiter doucement et laisser reposer pendant 5 min dans l'obscurité. Comme indicateur, ajouter 0,5 ml de la solution d'amidon (5.11) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 mol/l (5.10). Rajouter 0,5 ml de la solution d'amidon à l'approche du point final. Continuer de titrer jusqu'au moment où la coloration bleue de la solution disparaît.

Séparément, mesurer 25 ml d'eau (à la pipette) et 2 g d'iodure de potassium dans une fiole conique de 300 ml (6.5). Ajouter ensuite 2 ml d'acide sulfurique (1 + 1), boucher immédiatement et remuer doucement, puis laisser reposer 5 min dans l'obscurité. Effectuer le titrage à blanc suivant le même mode opératoire et utiliser le résultat pour corriger le volume nécessaire pour le titrage.

**5.10.3 Calcul de la concentration**

Calculer la concentration à partir de l'équation suivante:

$$c = \frac{a \times p}{0,003\,566\,7 \times (V_2 - V_1) \times 10\,000} \quad (1)$$

où

- $c$  est la concentration de la solution de thiosulfate de sodium, exprimée en moles par litre;
- $a$  est la masse d'iodure de potassium, exprimée en grammes;
- $p$  est la pureté du iodure de potassium, exprimée en pourcentage;
- 0,003 566 7 est la masse d'iodure de potassium équivalant à 1 ml de solution de thiosulfate de sodium à 0,1 mol/l;
- $V_1$  est le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors du titrage, exprimé en millilitres;
- $V_2$  est le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors du titrage du blanc, exprimé en millilitres.

**5.11 Solution d'amidon, solution à 1 % (en masse).**

Dissoudre 1 g d'amidon soluble dans l'eau dans 99 g d'eau chaude.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et ce qui suit:

- 6.1 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.
- 6.2 **Agitateur magnétique**, avec barreau revêtu de polytétrafluoroéthylène.
- 6.3 **pH-mètre**, précis à 0,1 unité de pH et préalablement étalonné, comprenant une électrode combinée verre et électrode de référence.
- 6.4 **Burette**, de 50 ml de capacité.
- 6.5 **Fiole conique**, de 300 ml de capacité, avec bouchon rodé en verre.
- 6.6 **Pipettes**, de 5 ml, de 20 ml et de 25 ml de capacité.
- 6.7 **Becher**, de 500 ml de capacité.
- 6.8 **Éprouvettes graduées en verre**, de 20 ml et de 100 ml de capacité.
- 6.9 **Fioles jaugées**, de 250 ml et de 500 ml de capacité.

## 7 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW

- 7.1 Choisir la masse de la prise d'essai suivant la teneur escomptée de glycol-1,2 voir (Tableau 1).

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Teneur en glycol-1,2, $w$ mol/kg	Masse de la prise d'essai g
$w < 0,01$	10
$0,01 \leq w < 0,05$	8
$0,05 \leq w < 0,1$	4
$0,1 \leq w < 0,2$	2
$0,2 \leq w$	1

7.2 Peser à 0,1 mg près la prise d'essai dans une fiole conique de 300 ml (6.5). Ajouter 25 ml de chloroforme (5.1) et chauffer le mélange pour obtenir une solution limpide, puis refroidir jusqu'à température ambiante.

7.3 Ajouter à la pipette 25 ml de solution d'acide orthopériodique à 0,2 mol/l (5.6) dans la fiole conique. Mouiller un bouchon rodé en verre avec de l'eau et fermer hermétiquement la fiole conique avec le bouchon. Bien mélanger et laisser reposer le mélange réactionnel pendant 2 h à la température ambiante.

7.4 Ajouter 100 ml d'eau froide dans la fiole conique et remettre le bouchon en verre. Agiter vigoureusement au moyen de l'agitateur magnétique pendant 30 s.

7.5 Laver l'intérieur de la fiole et le bouchon en verre avec une petite quantité d'eau. Ajouter à la pipette 5 ml de solution d'acide sulfurique à 10 % (5.7).

7.6 Ajouter à la pipette 20 ml de solution d'iodure de potassium à 20 % (5.8).



**7.7** Bien mélanger pendant 30 s à l'aide de l'agitateur magnétique. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1 mol/l (5.10) sous agitation. Ajouter comme indicateur environ 1 ml de solution d'amidon (5.11) au moment où la solution prend une teinte jaune pâle, ce qui indique que le point final est proche.

**7.8** Poursuivre le titrage jusqu'au moment de la disparition de la coloration bleue de la solution.

**7.9** Effectuer un essai à blanc selon le même mode opératoire et en utilisant les mêmes réactifs, mais sans la prise d'essai.

## 8 Expression des résultats

Calculer la teneur en glycol-1,2 de l'échantillon à partir de l'équation suivante:

$$w = \frac{(V_2 - V_1) \times c}{2m_0} \quad (2)$$

où

$w$  est la teneur en glycol-1,2 de l'échantillon, exprimée en moles par kilogramme;

$m_0$  est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes;

$V_1$  est le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors du titrage de la prise d'essai, exprimé en millilitres;

$V_2$  est le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé lors de l'essai à blanc, exprimé en millilitres;

$c$  est la concentration de la solution de thiosulfate de sodium, exprimée en moles par litre.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36140ad8-d8f2-40e2-ba3d-d560e1177c0e/iso-21048-2004>

## 9 Fidélité

Les données relatives à l'exactitude ont été déterminées à partir d'essais croisés organisés au Japon en janvier 2000 avec la participation de huit laboratoires. Trois résines époxydes du commerce de différentes teneurs en glycol-1,2 ont été évaluées et les résultats ont été analysés conformément à l'ISO 5725-2.