

---

# Norme internationale



# 4625

---

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

---

## **Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement — Méthode de l’anneau et de la bille**

*Binders for paints and varnishes — Determination of softening point — Ring-and-ball method*

**Première édition — 1980-03-01**

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

[ISO 4625:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84c5885c-2107-40d6-851b-9f6a888fd8f/iso-4625-1980>

---

**CDU 667.621.63 : 536.421.2**

**Réf. n° : ISO 4625-1980 (F)**

**Descripteurs** : peinture, liant, essai de ramollissement, point de ramollissement.

Prix basé sur 7 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 4625 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1977.

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

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Bésil	Israël	Suisse
Bulgarie	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre du pays suivant ne l'a désapprouvée.

# Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement — Méthode de l'anneau et de la bille

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du point de ramollissement des résines (y compris la colophane) et des produits assimilés, au moyen d'un appareil à anneaux et à billes.

## 2 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

**point de ramollissement** : Température à laquelle un disque de l'échantillon, maintenu dans un anneau horizontal, tombe d'une distance de 25 mm sous le poids d'une bille en acier, lorsque l'éprouvette est chauffée à une vitesse déterminée dans un bain d'eau ou de glycérol ou d'huile de paraffine.

## 3 Principe

En général, avec les produits de ce type, le ramollissement ne se produit pas à une température définie. Lorsque la température s'élève, ces produits passent graduellement et imperceptiblement de produits peu fluides, cassants ou excessivement épais, à des liquides plus mous et moins visqueux. Pour cette raison, la détermination du point de ramollissement doit être effectuée à l'aide d'une méthode fixée, arbitraire et parfaitement définie, pour que les résultats obtenus soient comparables.

## 4 Appareillage

**4.1 Anneaux à épaulement**, en laiton, conformes aux dimensions indiquées à la figure 1b). Lorsque la méthode de la poudre pour la préparation de l'échantillon est utilisée, l'anneau peut être en acier de façon à diminuer la possibilité de sa déformation lors de l'opération de compactage.

**4.2 Billes en acier**, de diamètre 9,5 mm et de masse  $3,50 \pm 0,05$  g.

**4.3 Guide de centrage de la bille**, en laiton, permettant le

centrage de la bille et ayant la forme et les dimensions générales données à la figure 1d); son utilisation est facultative.

**4.4 Récipient**, en verre pouvant être chauffé, de diamètre minimal 85 mm et de profondeur minimale 125 mm depuis l'évasement jusqu'au fond du récipient (un béccher forme basse de capacité 800 ml, en verre résistant à la chaleur, correspond à ces spécifications).

**4.5 Thermomètres** (voir spécifications dans l'annexe).

**4.5.1 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement bas.**

**4.5.2 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement haut.**

### 4.6 Support pour anneau et thermomètre

Toute méthode convenable pour maintenir l'anneau et le thermomètre peut être utilisée, à condition que ce support corresponde aux spécifications suivantes :

**4.6.1 Les anneaux (4.1) doivent être maintenus dans une position sensiblement horizontale.**

**4.6.2 La partie inférieure de l'anneau doit être à 25 mm de la plaque horizontale située en dessous de lui; la surface inférieure de la plaque horizontale doit être à une distance comprise entre 13 et 19 mm au-dessus du fond du récipient (4.4) et la hauteur du liquide dans le récipient ne doit pas être inférieure à 100 mm.**

**4.6.3 Le thermomètre (4.5.1) ou (4.5.2) doit être suspendu de telle manière que la base inférieure du réservoir soit au niveau de la partie inférieure de l'anneau et à 13 mm au maximum de l'anneau mais ne le touchant pas. Pour des travaux de référence, ne pas utiliser plus de deux anneaux.**

**4.7 Agitateur mécanique**, à deux pales, mû par un moteur, fixé à l'extrémité d'un arbre strictement vertical de manière à assurer une répartition uniforme de la chaleur [voir figure 1e) pour les dimensions]. La direction de rotation de l'arbre doit agiter le liquide vers le haut. La fréquence de rotation doit être comprise entre 500 et 700 r/min.

## 4.8 Appareillage pour la préparation de l'éprouvette

### 4.8.1 Pour la méthode de la poudre (5.1)

4.8.1.1 Tamis, de 63 µm et 315 µm d'ouverture de maille.

4.8.1.2 Mortier en porcelaine.

4.8.1.3 Mortier et pilon, en acier, avec manchon, bouton mobile et support d'anneau, le tout conforme aux dimensions indiquées à la figure 2.

4.8.1.4 Marteau, en matériau doux (par exemple, métal anti-friction ou caoutchouc chargé de plomb), de masse 1 kg environ.

*En variante :*

4.8.1.5 Presse hydraulique, pouvant maintenir des pressions soutenues jusqu'à 55 kPa.

### 4.8.2 Pour la méthode par moulage (5.2)

4.8.2.1 Plaque chauffante, à trois possibilités de chauffage, de 200 mm, 1 000 W, avec un transformateur réglable.

4.8.2.2 Plaques en aluminium ou en acier, de dimensions 100 mm × 150 mm × 1,6 mm.

4.8.2.3 Spatule, de 200 mm, à lame plate et dure.

4.8.2.4 Pinces.

### 4.8.3 Pour la méthode par coulage (5.3)

4.8.3.1 Récipient, dans lequel l'échantillon peut être fondu.

4.8.3.2 Couteau ou spatule.

4.8.3.3 Plaque en cuivre ou en aluminium, sur laquelle les anneaux remplis peuvent être placés.

4.8.3.4 Étuve, plaque chauffante, bain de sable ou bain d'huile.

## 5 Échantillonnage et préparation de l'éprouvette

### 5.1 Méthode de la poudre ou par compactage

#### 5.1.1 Domaine d'application

Cette méthode est applicable aux résines et à tous les autres produits qui ne peuvent pas être fondus ou versés sans modifier leur point de ramollissement.

### 5.1.2 Choix de l'échantillon

Choisir un échantillon représentatif du produit à essayer. L'échantillon doit être constitué de morceaux fraîchement coupés, sans surfaces oxydées. Pour des échantillons reçus sous forme de petits morceaux, racler la couche superficielle des morceaux immédiatement avant utilisation, en évitant d'introduire des produits finement divisés ou de la poussière.

#### 5.1.3 Mode opératoire

Diviser les morceaux jusqu'à obtenir des particules de 3 mm au maximum. Mélanger soigneusement le produit et le réduire jusqu'à ce qu'une quantité suffisante (environ 50 à 75 g) ait été obtenue pour la pulvérisation. Pulvériser l'échantillon réduit dans le mortier en porcelaine (4.8.1.2), ou par tout autre moyen convenable, et le fractionner en le tamisant sur les tamis (4.8.1.1) de 63 µm et 315 µm. Utiliser immédiatement, pour la préparation de l'éprouvette, le produit passant au tamis de 315 µm et retenu par le tamis de 63 µm.

Assembler l'un des anneaux (4.1) avec le support d'anneau, le mortier, le bouton mobile et le manchon (4.8.1.3), comme indiqué à la figure 2. Prendre soin de s'assurer que l'anneau est correctement centré et ajusté dans l'ouverture du manchon. Verser le produit en poudre dans le manchon, jusqu'à ce qu'il soit à environ 13 mm au-dessus de la partie supérieure de l'anneau (approximativement 3 g sont nécessaires).

Placer le pilon dans le manchon et compacter la poudre en frappant sèchement le pilon 50 à 60 fois avec le marteau (4.8.1.4), ou en appliquant une pression de 48 à 51 kPa avec la presse (4.8.1.5) et en maintenant cette pression durant 3 à 5 min. Enlever l'anneau du mortier et du manchon. Si le matériau colle, le fond du mortier et le manchon peuvent être couverts de feuille d'aluminium. Un excès de produit doit rester sur la surface supérieure de l'anneau. Racler cet excès soigneusement, jusqu'à ce que la partie supérieure de l'éprouvette soit au même niveau que l'anneau. Si les surfaces supérieure et inférieure de l'éprouvette dans l'anneau ne sont ni lisses ni à niveau avec l'anneau, éliminer l'éprouvette et refaire l'opération de compactage, en utilisant un anneau propre et de la poudre fraîche.

## 5.2 Méthode par moulage

### 5.2.1 Domaine d'application

Cette méthode est applicable aux résines, à l'exception de la colophane, et à tous les autres produits qui sont sensibles à la chaleur et qui ne peuvent pas être fondus ou versés sans modifier leur point de ramollissement.

### 5.2.2 Choix de l'échantillon

Choisir un échantillon représentatif du produit à essayer. L'échantillon doit être constitué de morceaux fraîchement coupés, sans surfaces oxydées. Pour des échantillons reçus sous forme de petits morceaux, racler la couche superficielle immédiatement avant utilisation, en évitant d'introduire des produits finement divisés ou de la poussière, et broyer ensuite en petits morceaux dans un mortier.

### 5.2.3 Mode opératoire

Régler la plaque chauffante (4.8.2.1) à la faible allure de chauffe et la laisser atteindre la température. Placer l'un des anneaux à épaulement (4.1), la partie inférieure vers le bas, à une extrémité d'une plaque en aluminium ou en acier (4.8.2.2) et placer ensuite cet assemblage sur la plaque chauffante. Placer 10 à 15 g de la résine broyée sur la plaque métallique, de façon à former une couche d'épaisseur 6 mm environ et de diamètre 8 mm environ. La résine en contact avec la plaque métallique commencera rapidement à se ramollir. À l'aide de la spatule (4.8.2.3), racler et pétrir la masse entière jusqu'à ce qu'elle soit molle et plastique, en utilisant une seconde spatule si nécessaire (voir note).

Finalement, rassembler toute la résine sur la spatule, retirer la plaque métallique de la plaque chauffante avec les pinces (4.8.2.4) et presser rapidement la résine dans l'anneau à épaulement, en appliquant une pression sur le haut de la spatule. Laisser refroidir un peu l'assemblage, puis tapoter légèrement la plaque et la spatule pour libérer l'anneau. Enlever l'excès de résine sur la périphérie de l'anneau. Afin de pouvoir enlever l'excès de résine de la partie supérieure, saisir l'anneau avec les pinces et passer la partie supérieure rapidement et fermement sur la surface d'une plaque en métal (4.8.2.2) chauffée.

NOTE — En général, cette opération ne nécessite pas plus de 5 min. Une exposition excessive à une température élevée entraînera des modifications de l'échantillon, provoquant une élévation du point de ramollissement.

## 5.3 Méthode par coulage

### 5.3.1 Domaine d'application

La présente méthode n'est applicable qu'à la colophane.

### 5.3.2 Choix de l'échantillon

Choisir un échantillon représentatif du produit à essayer. L'échantillon doit être constitué de morceaux fraîchement coupés, sans surfaces oxydées. Pour des échantillons reçus sous forme de petits morceaux, racler la couche superficielle des morceaux immédiatement avant utilisation, en évitant d'introduire des produits finement divisés ou de la poussière.

### 5.3.3 Mode opératoire

Prendre une quantité de l'échantillon environ double de la quantité nécessaire pour remplir le nombre désiré d'anneaux (4.1), mais en aucun cas inférieure à 40 g. La faire fondre immédiatement dans un récipient propre (4.8.3.1), en utilisant une étuve, une plaque chauffante, un bain de sable ou un bain d'huile (4.8.3.4), pour empêcher les surchauffes locales. Prendre soin d'éviter l'incorporation de bulles d'air dans le produit, qui ne doit pas être chauffé au-dessus de la température nécessaire pour le verser facilement. Le temps s'écoulant entre le début du chauffage et la coulée de l'échantillon ne doit pas dépasser 15 min.

Immédiatement avant leur remplissage, chauffer les anneaux à une température voisine de celle à laquelle le produit doit être versé. Lors du remplissage des anneaux, ceux-ci doivent être placés sur la plaque en cuivre ou en aluminium (4.8.3.3). Verser

l'échantillon dans les anneaux de façon à laisser un excès lors du refroidissement. Après une période de refroidissement de 30 min au minimum, détacher proprement l'excès du produit à l'aide d'un couteau ou d'une spatule (4.8.3.2) légèrement chauffé(e). Dans le cas où l'essai est renouvelé, utiliser un récipient propre et une nouvelle quantité de l'échantillon.

## 6 Mode opératoire

NOTE — Si le matériau est partiellement soluble dans l'eau (6.1) ou le glycérol (6.2), une huile de paraffine à point d'ébullition élevé peut être utilisée. Dans ce cas, la température doit être élevée de 1 °C/min.

### 6.1 Cas des produits ayant un point de ramollissement inférieur ou égal à 80 °C

#### 6.1.1 Assemblage de l'appareillage

Remplir le récipient en verre (4.4) jusqu'à une hauteur comprise entre 100 et 108 mm, avec de l'eau distillée, à 5 °C, fraîchement bouillie. Pour les résines (y compris la colophane), utiliser de l'eau qui a été refroidie à une température inférieure d'au moins 45 °C au point de ramollissement présumé, mais en aucun cas inférieure à 5 °C. (Voir aussi note en 6.)

Placer l'axe de la tige de l'agitateur (4.7) près de la paroi arrière du récipient, les pales ne touchant pas la paroi et leur partie inférieure étant à 19 mm au-dessus de la partie supérieure des anneaux (4.1). À moins que le guide de centrage (4.3) de la bille (4.2) ne soit utilisé, faire une légère indentation au centre de l'éprouvette, en enfonçant une bille ou une baguette arrondie, légèrement chauffée dans le cas de produits durs, à cet endroit du produit. suspendre les anneaux contenant les éprouvettes dans l'eau, pour que leur surface inférieure soit à 25 mm au-dessus de la surface supérieure de la plaque horizontale inférieure [voir figure 1a)], celle-ci étant à une distance comprise entre 13 mm au minimum et 19 mm au maximum au-dessus du fond du récipient en verre.

Placer les billes (4.2) dans l'eau, mais pas sur les éprouvettes. suspendre le thermomètre pour point de ramollissement bas (4.5.1) de manière que la base de son réservoir soit au niveau de la partie inférieure des anneaux et à 13 mm au maximum des anneaux mais ne les touchant pas. Maintenir la température initiale de l'eau durant 15 min. À l'aide des pinces (4.8.2.4), placer les billes au centre de la partie supérieure du produit dans les anneaux.

Commencer l'agitation, à l'aide de l'agitateur (4.7), et la poursuivre à une fréquence comprise entre 500 et 700 r/min jusqu'à la fin de la détermination.

#### 6.1.2 Chauffage

Chauffer de manière que la température de l'eau s'élève de 5 °C/min. Éviter les courants d'air, en utilisant des moyens de protection, si nécessaire. (Voir aussi note en 6.)

La vitesse de montée de la température doit être uniforme et ne doit pas être prise en moyenne sur la durée de l'essai. La variation maximale autorisée pour chaque période de 1 min après les premières 3 min doit être de 0,5 °C. Éliminer tous les essais pour lesquels la vitesse de montée de la température dépasse ces limites.

### 6.1.3 Détermination du point de ramollissement

Noter comme point de ramollissement la température du thermomètre au moment où l'éprouvette touche la plaque horizontale inférieure [voir figure 1a)]. Ne faire aucune correction pour la colonne émergente du thermomètre.

### 6.2 Cas des produits ayant un point de ramollissement supérieur à 80 °C

Utiliser le mode opératoire décrit en 6.1, mais en remplissant le bain de glycérol et en utilisant le thermomètre pour point de ramollissement haut (4.5.2). Utiliser du glycérol qui a été refroidi à une température inférieure d'au moins 45 °C au point de ramollissement présumé, mais en aucun cas inférieure à 32 °C. (Voir aussi note en 6.)

## 7 Précautions

7.1 Le moteur de l'agitateur doit être monté de telle façon qu'aucune vibration créée par sa rotation ne soit transmise directement au support de l'éprouvette.

7.2 L'utilisation d'eau distillée fraîchement bouillie est essentielle, sinon des bulles d'air peuvent se former sur l'éprouvette et affecter le résultat. Il est absolument essentiel de respecter scrupuleusement la vitesse de chauffage prescrite pour obtenir une bonne reproductibilité des résultats.

## 8 Expression des résultats

Calculer la moyenne de deux déterminations et arrondir au 0,2 °C le plus proche.

## 9 Fidélité

### 9.1 Répétabilité (*r*)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur un même produit, par un même opérateur dans un même laboratoire, en employant le même appareillage dans un court intervalle de temps et en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 1 °C.

### 9.2 Reproductibilité (*R*)

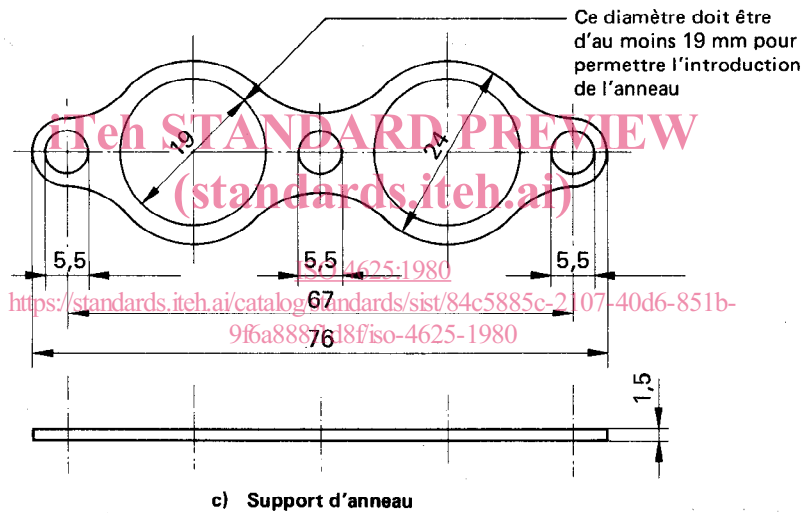
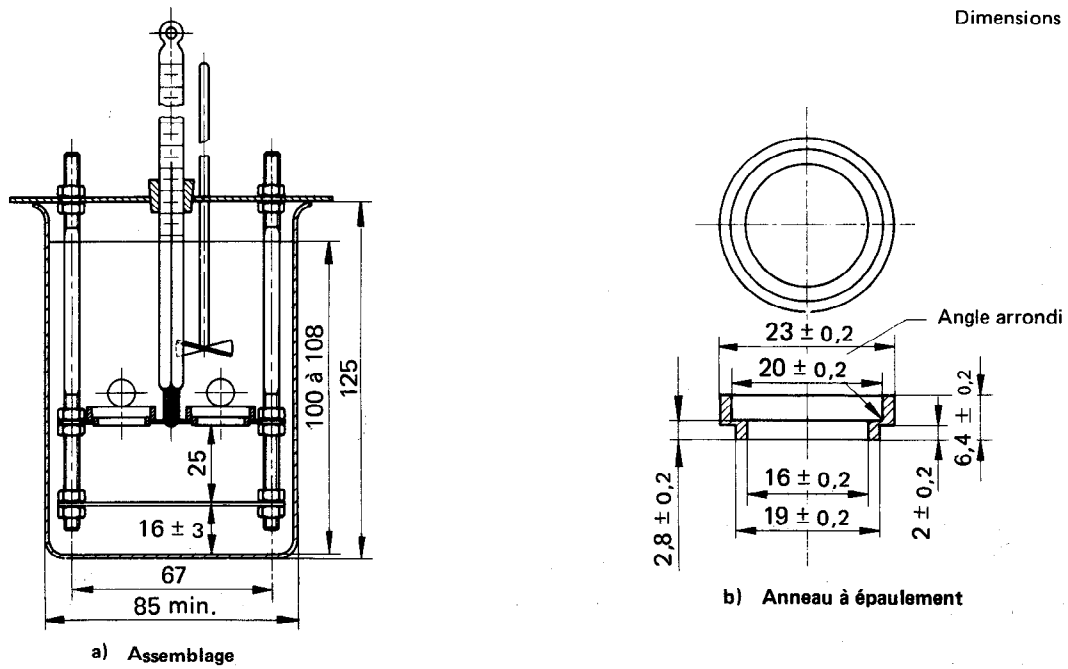
La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur un produit identique, par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 2 °C.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence de la présente Norme internationale;
- c) pour les produits dont le point de ramollissement est aux environs de 80 °C, si l'eau ou le glycérol a été utilisé, car un bain de glycérol donne des résultats légèrement plus élevés qu'un bain d'eau, ou si une huile de paraffine d'un trajet d'ébullition élevé a été utilisée;
- d) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- e) le résultat de l'essai;
- f) la date de l'essai.

Dimensions en millimètres



Diamètre intérieur d'au moins 23 mm pour pouvoir glisser sur l'anneau

Ce diamètre doit être légèrement (environ 0,05 mm) supérieur à 9,5 mm pour pouvoir placer et centrer la bille en acier

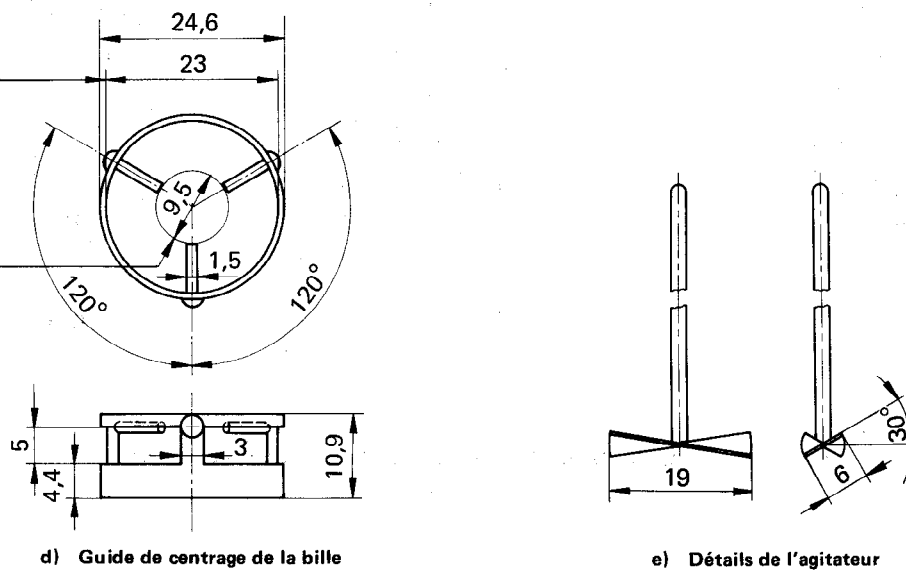
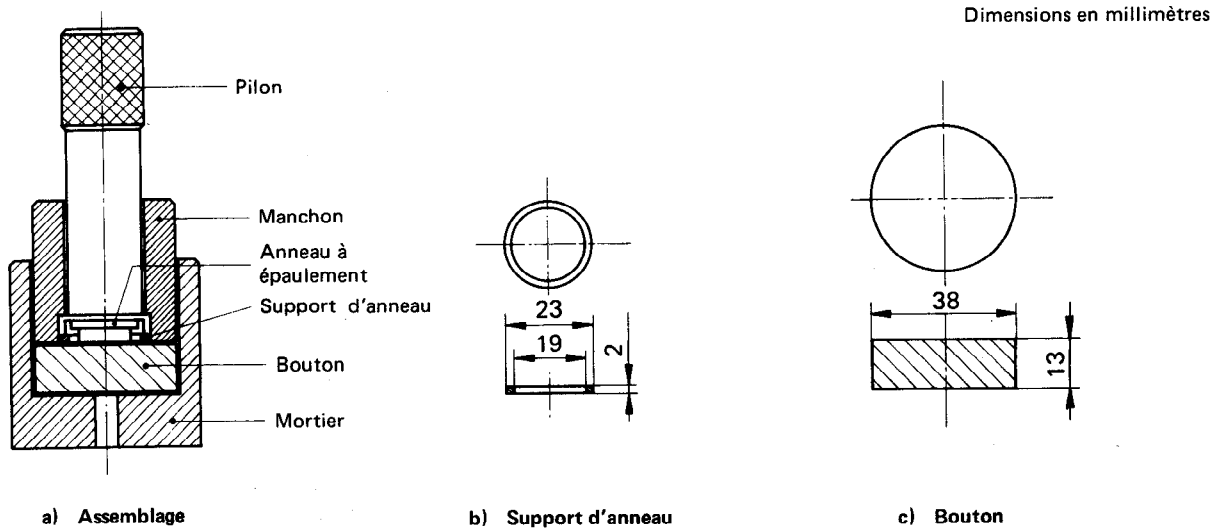


Figure 1 — Assemblage et composants de l'appareillage à deux anneaux



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

ISO 4625:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/84c5885c-2107-40d6-851b-9ff8889b481/iso-4625-1980>

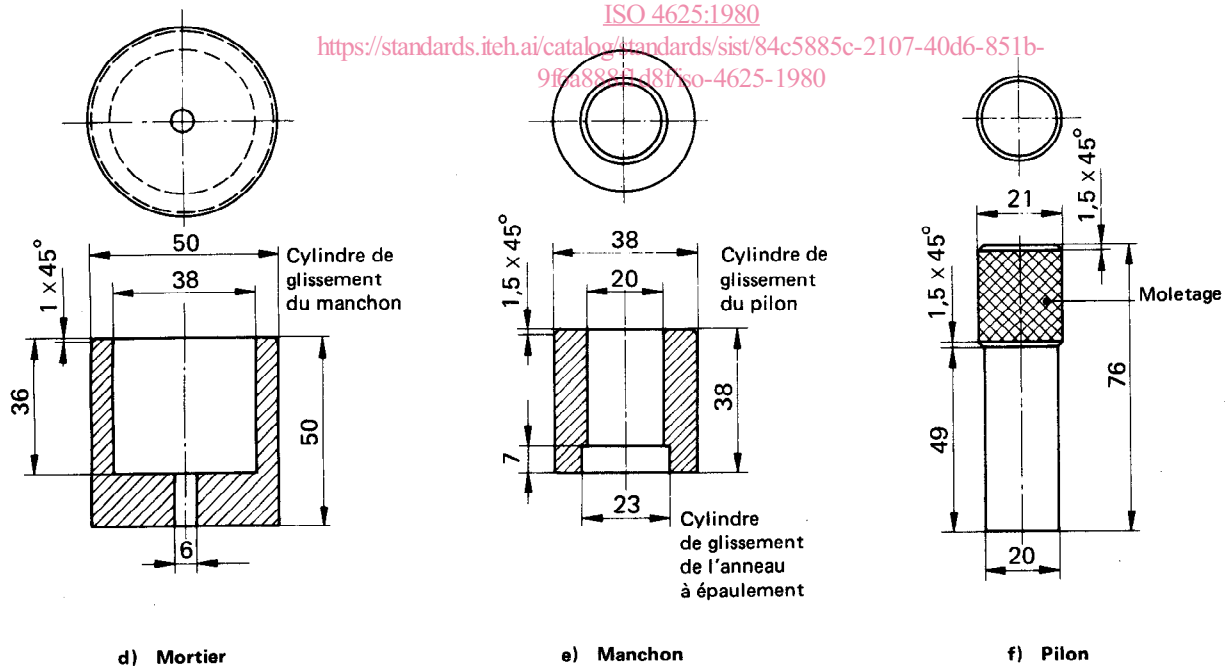


Figure 2 — Assemblage et composants du mortier avec pilon



## Annexe

## Spécifications concernant les thermomètres pour haut et bas point de ramollissement

Caractéristique	Bas	Haut
Étendue de l'échelle, °C	de - 2 à 80	de 30 à 200
Immersion	totale	totale
Subdivisions, °C	0,2	0,5
Trait plus long tous les	1 °C	1 °C
Chiffraison tous les	2 °C	5 °C
Erreur de l'échelle admissible, max. °C	0,2	0,3
Chambre d'expansion permettant un chauffage jusqu'à, °C	130	250
Longueur totale, mm	397 ± 5	397 ± 5
Diamètre extérieur de la tige, mm	de 6 à 7	de 6 à 7
Longueur du réservoir, mm	de 9 à 14	de 9 à 14
Diamètre extérieur du réservoir	de 4,5 à 5,1	de 4,5 à 5,1
Distance, mm de l'extrémité inférieure du réservoir au trait repère	75 0 °C	75 30 °C
Distance, mm du fond du réservoir au trait repère	333 à 354 80 °C	333 à 354 200 °C

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 4625:1980  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/04e5085e-2107-40d6-851b-9f6a888f1d8f/iso-4625-1980>