

TC 35

NORME INTERNATIONALE **ISO** 4629



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

Liants pour peintures ^{et vernis} – Détermination de l'indice d'hydroxyle – Méthode titrimétrique

Paint media – Determination of hydroxyl value – Titrimetric method

Binders for paints and varnishes

Première édition – 1978-11-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-f66c860e5fd/iso-4629-1978>

Pour future révision

CDU 667.621 : 543.854

Réf. n° : ISO 4629-1978 (F)

Descripteurs : peinture, liant, analyse chimique, dosage, indice d'hydroxyle, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages

ISO 4629-1978 (F)

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 4629 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1976.

(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Portugal
Allemagne, R.F.	Irlande	Roumanie
Australie	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Brésil	Mexique	Suisse
Canada	Norvège	Tchécoslovaquie
Chili	Nouvelle-Zélande	Turquie
Corée, Rép. de	Pérou	Yougoslavie
France	Pologne	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas



2/5

NORME INTERNATIONALE ISO 4629-1978 (F)/ERRATUM

Publié 1979-11-15

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

Liants pour peintures – Détermination de l'indice d'hydroxyle – Méthode titrimétrique

ERRATUM

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Page 1

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-fb6cf860e5fd/iso-4629-1978>

Paragraphe 5.6.2 : Lire la formule de la façon suivante :

$$\left\langle T = \frac{m}{V} \times \frac{1\,000}{204,22} \right\rangle$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-f66cf860e5fd/iso-4629-1978>

Liants pour peintures – Détermination de l'indice d'hydroxyle – Méthode titrimétrique

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de dosage des groupes hydroxyles libres dans les liants pour peintures. Les groupes hydroxyles peuvent être présents sous forme d'alcools polyvalents, d'esters partiels, de groupes terminaux de polyesters ou d'acides gras hydroxylés.

La méthode n'est pas applicable aux résines comportant à la fois des groupes hydroxyles et des groupes époxydes, car ces derniers peuvent également être attaqués et compris dans le résultat. Elle n'est pas non plus applicable au nitrate de cellulose et aux résines phénoliques.

NOTE – Si seul l'indice d'hydroxyle du liant doit être déterminé, il est nécessaire de tenir compte de la possibilité que d'autres constituants du milieu de suspension peuvent contenir des groupes hydroxyles.

2 RÉFÉRENCES

ISO 648, *Verrerie de laboratoire – Pipettes à un trait.*

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis – Échantillonnage.*

ISO 3682, *Liants pour peintures – Détermination de l'indice d'acide – Méthode titrimétrique.*

3 DÉFINITION

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

indice d'hydroxyle : Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium correspondant aux groupes hydroxyles contenus dans 1 g de produit.

4 PRINCIPE

Acétylation par l'anhydride acétique des groupes hydroxyles contenus dans une prise d'essai, hydrolyse de l'excès d'anhydride acétique et titrage de l'acide acétique formé par une solution d'hydroxyde de potassium, en présence d'un indicateur coloré ou par potentiométrie.

5 RÉACTIFS

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

5.1 **Hydrogénophthalate de potassium** [C₆H₄(COO)₂HK].

5.2 **Acétate d'éthyle**, anhydre.

5.3 **Toluène-butanol**, mélange 1 + 2 en volume.

Neutraliser ce mélange avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.6), en présence soit de la solution de phénolphaléine (5.7), soit de la solution d'indicateur mixte (5.8), soit par potentiométrie.

5.4 **Pyridine-eau**, mélange 3 + 1 en volume.

5.5 **Réactif acétylant**

Dissoudre 4,0 g d'acide *p*-toluène sulfonique monohydraté (CH₃C₆H₄SO₃H·H₂O) dans 100 ml de l'acétate d'éthyle (5.2), de préférence au moyen d'un agitateur magnétique.

À cette solution, ajouter, lentement et en agitant, 33 ml d'anhydride acétique distillé. S'assurer que le titrage de 5 ml de ce réactif nécessite un volume compris entre 40 et 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

5.6 **Hydroxyde de potassium**, solution méthanolique titrée 0,5 N.

5.6.1 **Préparation**

Peser, à 0,001 g près, 28,05 g d'hydroxyde de potassium, dissoudre dans la quantité minimale d'eau dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au trait repère avec du méthanol et homogénéiser.

5.6.2 **Étalonnage**

Peser, à 0,000 1 g près, dans une fiole conique de 250 ml, 2,5 g de l'hydrogénophthalate de potassium (5.1) préalablement séché à 120 °C durant 2 h et refroidi dans un dessiccateur. Ajouter 150 ml d'eau fraîchement bouillie puis refroidie, et mélanger jusqu'à dissolution.

Titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.6.1), en utilisant la solution de phénolphaléine (5.7) comme indicateur.

La normalité exacte, *T*, en moles d'ions OH⁻ par litre, de la solution est donnée par la formule

$$T = \frac{1\ 000}{204,22} \times V$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium, utilisé pour le titrage;

m est la masse, en grammes, d'hydrogénophthalate de potassium prélevé;

204,22 est la masse moléculaire relative de l'hydrogénophthalate de potassium.

5.7 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V), ou

5.8 Indicateur mixte, solution.

Mélanger 3 volumes d'une solution éthanolique de bleu de thymol à 1 g/l avec 1 volume d'une solution éthanolique de rouge de crésol à 1 g/l.

6 APPAREILLAGE

6.1 Fiole conique à col rodé, de capacité 250 ml environ.

6.2 Réfrigérant à reflux, avec joint en verre rodé, adaptable à la fiole conique (6.1).

6.3 Microburette, ou **pipette** conforme à l'ISO 648, classe A, de capacité 5 ml, pour le réactif acétylant (5.5).

NOTE — La pipette ne doit pas être une pipette à aspiration buccale en raison de la nature corrosive du réactif.

6.4 Burette, de capacité 50 ml, pour la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

6.5 Bain d'huile, ou **bain de sable**, ou autre dispositif de chauffage convenable, réglable à 50 ± 1 °C.

6.6 Si nécessaire, **appareil de titrage potentiométrique**, équipé d'une électrode en verre et d'une électrode de référence.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, conformément à la méthode spécifiée dans l'ISO 842.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Prise d'essai

Choisir la masse de la prise d'essai telle que 5 à 6 mmol de groupes hydroxyles soient présents; cela correspond à une masse, en grammes, de

$$280$$

Indice d'hydroxyle présumé

Cependant, ne pas utiliser une prise d'essai de plus de 10 g.

Peser, à 0,001 g près, la prise d'essai appropriée dans la fiole conique (6.1).

8.2 Détermination

Ajouter 5 ml de l'acétate d'éthyle (5.2) au contenu de la fiole conique et agiter, si nécessaire en tiédissant légèrement, jusqu'à dissolution de la prise d'essai (8.1).

Laisser refroidir à la température ambiante, ajouter $5,00 \pm 0,02$ ml (voir 9.1) du réactif acétylant (5.5) au

moyen de la microburette ou de la pipette (6.3), et adapter le réfrigérant (6.2) sur la fiole conique.

Chauffer la fiole dans le bain (6.5) réglé à 50 ± 1 °C, durant 20 min, en agitant toutes les 5 min.

Refroidir le contenu de la fiole à la température ambiante, retirer le réfrigérant, ajouter 2 ml d'eau, replacer le réfrigérant et agiter la fiole énergiquement. Ajouter 10 ml du mélange pyridine-eau (5.4) par le haut du réfrigérant pour rincer ce dernier. Mélanger le contenu de la fiole et laisser reposer durant 5 min à la température ambiante. Ajouter 30 ml du mélange toluène-butanol (5.3) par le haut du réfrigérant, retirer le réfrigérant et utiliser de nouveau 30 ml du mélange toluène-butanol pour rincer les joints en verre du réfrigérant et de la fiole.

Titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.6), soit

— en présence d'un indicateur coloré (voir 9.2) : quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (5.7) ou de l'indicateur mixte (5.8), soit

— en déterminant le point final par potentiométrie (voir 9.3), en utilisant l'appareil (6.6).

8.3 Essai à blanc

Effectuer, en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant $5,00 \pm 0,02$ ml du réactif acétylant (5.5), mais en omettant la prise d'essai.

9 REMARQUES

9.1 La tolérance de 0,02 ml sur le volume de réactif acétylant est nécessaire pour obtenir la précision requise du résultat de l'essai.

9.2 Les changements de couleurs sont les suivants :

- phénolphtaléine : incolore (acide)/rouge (alcalin);
- indicateur mixte : jaune (acide)/bleu (alcalin).

9.3 Pour le titrage potentiométrique, utiliser des électrodes en verre ayant un temps de réponse convenable.

Le titrage potentiométrique est préférable dans le cas d'indices d'hydroxyle inférieurs à 10, ou dans le cas de solutions de couleur foncée.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Calcul

L'indice d'hydroxyle est donné, en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de produit, par la formule

$$\frac{(V_0 - V_1) \times T \times 56,1}{m_0} + IA$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6), utilisé pour l'essai à blanc (8.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6), utilisé pour la détermination (8.2);

T est la normalité exacte de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6);

IA est l'indice d'acide, en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de produit, de l'échantillon, déterminé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3682;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1).

10.2 Fidélité

En préparation.

11 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) une référence à la présente Norme internationale ou à une norme nationale correspondante;
- c) le mode de titrage : potentiométrique ou en présence d'indicateur;
- d) l'indice d'hydroxyle, exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de produit (mg KOH/g);
- e) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-f66cf860e5fd/iso-4629-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-f66cf860e5fd/iso-4629-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac8fb455-c5b5-4c82-90b3-f66cf860e5fd/iso-4629-1978>