

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4629

Deuxième édition
1996-06-01

**Liants pour peintures et vernis —
Détermination de l'indice d'hydroxyle —
Méthode titrimétrique**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Binders for paints and varnishes — Determination of hydroxyl value —
Titrimetric method*

ISO 4629:1996

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-
ee3239cfc24/iso-4629-1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-ee3239cfc24/iso-4629-1996)



Numéro de référence
ISO 4629:1996(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 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 4629 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4629:1978), dont elle constitue une révision technique.

STANDARD PREVIEW
(standards.iten.ai)
ISO 4629:1996
<https://standards.itec.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-ee3239cfc24/iso-4629-1996>

© 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

Imprimé en Suisse

Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour le dosage des groupes hydroxyles libres dans les liants et solutions de liant pour peintures et vernis. Les groupes hydroxyles peuvent être présents sous forme d'alcools polyvalents, d'esters partiels, de groupes terminaux 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 compris dans le résultat. Elle n'est pas non plus applicable au nitrate de cellulose et aux résines phénoliques.

NOTES

1 Si, dans le cas de solutions de liant, seul l'indice d'hydroxyle du liant doit être déterminé, il est nécessaire de tenir compte de la possibilité que d'autres constituants de la solution de liant peuvent contenir des groupes hydroxyles.

2 Une méthode pour la détermination de l'indice d'hydroxyle des résines époxy est décrite dans l'ISO 7142:1984, *Liants pour peintures et vernis — Résines époxy — Méthodes générales d'essai*.

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 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*.

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipette à un trait*.

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*.

ISO 3682:1996, *Liants pour peintures — Détermination de l'indice d'acide — Méthode titrimétrique*.

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

3 Définition

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

3.1 indice d'hydroxyde: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) correspondant aux groupes hydroxyles qui ont été acétylés dans des conditions d'essai prescrites contenus dans 1 g de produit essayé.

4 Principe

Les groupes hydroxyles contenus dans une prise d'essai sont acétylés par l'anhydride acétique. L'excès d'anhydride acétique est hydrolysé et l'acide acétique formé est titré avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium, soit en présence d'un indicateur coloré, soit par potentiométrie.

NOTE 3 Les amines primaires et secondaires, si elles sont présentes seront aussi acétylées. Dans ce cas, il devra en être tenu compte lors du calcul de l'indice d'hydroxyle.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

5.1 Hydrogénéphthalate de potassium, [C₆H₄(COO)₂HK].

5.2 Acétate d'éthyle, anhydre.

5.3 Toluène/butanol, mélange 1 + 2 en volume.

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 ml et 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

5.6 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique titrée, *c*(KOH) ≈ 0,5 mol/l.

NOTE 4 L'éthanol peut aussi être utilisé si le produit à essayer est soluble dans l'éthanol.

5.6.1 Préparation

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

5.6.2 Étalonnage

Peser, à 0,01 g près, dans une fiole conique de 250 ml, 2,5 g de l'hydrogénéphthalate de potassium (5.1) préalablement séché à masse constante 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 préparée en 5.6.1, en utilisant la solution de phénolphthaléine (5.7) comme indicateur, jusqu'à ce que la coloration rouge persiste durant au moins 10 s.

Calculer la concentration réelle *c*, exprimée en moles d'ions hydroxyle (OH⁻) par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium à l'aide de l'équation

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

où

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

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

204,22 est la masse molaire, en grammes par mole, de l'hydrogénéphthalate de potassium.

5.7 Phénolphthaléine, solution à 10 g/l dans de l'éthanol à 95 % (V/V), le méthanol ou le propan-2-ol.

5.8 Indicateur mixte, solution.

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

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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 aux prescriptions de l'ISO 648, classe A, de capacité 5 ml, pour le réactif acétylant (5.5).

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

6.4 Burette, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, de capacité 50 ml, pour la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

6.5 Appareil de chauffage, par exemple bain d'huile ou bain de sable, réglable à (50 ± 1) °C.

6.6 Appareil de titrage potentiométrique, muni d'une électrode en verre et d'une électrode de référence. L'emploi de cet appareil est une alternative optionnelle (voir 8.2).

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842.

8 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

8.1 Prise d'essai

Par référence au tableau 1, sélectionner la masse appropriée de la prise d'essai à prélever. Si l'indice d'hydroxyle ne peut être présumé, prélever une prise d'essai de 2,0 g et effectuer une détermination préliminaire.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice d'hydroxyle présumé mg KOH/g	Masse approximative de la prise d'essai g
40	7,0
50	5,6
60	4,7
70	4,0
80	3,5
90	3,1
100	2,8
140	2,0
180	1,6
200	1,4
250	1,1
280	1,0
350	0,8
400	0,7
500	0,6
1 000	0,3

Peser, à 1 mg 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).

NOTE 5 Si la prise d'essai n'est pas soluble dans l'acétate d'éthyle, un autre solvant peut être utilisé.

Laisser refroidir à la température ambiante, ajouter (5,00 ± 0,02) ml (voir note 6) 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 dispositif chauffant (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 du réfrigérant et de la fiole.

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

- en présence d'un indicateur coloré (voir note 7): 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 note 8), en utilisant l'appareil (6.6).

NOTES

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

7 Les changements de couleurs sont les suivants:

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

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

8.3 Essai à blanc

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

8.4 Détermination de l'indice d'acide

Déterminer l'indice d'acide conformément à l'ISO 3682.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer l'indice d'hydroxyle HV, exprimé en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de l'équation

$$HV = \frac{(V_0 - V) \times c \times 56,1}{m} + AV$$

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);

- c* est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6);
- 56,1 est le facteur de conversion des millilitres d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, en milligrammes d'hydroxyde de potassium;
- m* est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1);
- AV est l'indice d'acide (8.4), en milligrammes de KOH par gramme de produit.

Si des amines primaires et secondaires sont présentes, elles doivent être prises en compte dans le calcul de l'indice d'hydroxyle.

Si deux déterminations (jumeaux) diffèrent de plus de 5 % (par rapport à la moyenne), répéter le mode opératoire prescrit dans l'article 8.

Noter comme résultat final la moyenne, arrondie à 1 mg KOH/g près, de deux résultats exploitables (répliques).

9.2 Fidélité

La fidélité de la méthode d'essai dépend de l'importance de l'indice d'hydroxyle.

Les données de fidélité suivantes ont été obtenues suite à des essais circulaires interlaboratoires.

Poly(éthylène-glycol) avec un indice d'hydroxyle d'environ 30 mg KOH/g:

- limite de répétabilité (*r*): 3,5 %
- limite de reproductibilité (*R*): 8,5 %

Triméthylpropane avec un indice d'hydroxyle d'environ 1 200 mg KOH/g:

- limite de répétabilité (*r*): 13 %
- limite de reproductibilité (*R*): 22 %

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes:

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification du produit essayé;
- b) une référence à la présente Norme internationale (ISO 4629);
- c) les résultats de l'essai, comme indiqué en 9.1;
- d) le mode de titrage: en présence d'indicateur coloré (phénolphthaléine ou indicateur mixte) ou potentiométrique;
- e) tout écart à la méthode d'essai prescrite;
- f) la date de l'essai.

ISO 4629:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-ee3239cfc24/iso-4629-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-ee3239cfcb24/iso-4629-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d98d9b-af04-4fd5-8193-ee3239cfc24/iso-4629-1996>

ICS 87.060.20

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

Prix basé sur 4 pages
