
Norme internationale



6744

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

Liants pour peintures et vernis — Résines alkydes — Méthodes générales d'essai

Binders for paints and varnishes — Alkyd resins — General methods of test

Première édition — 1984-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0886960-35d6-471b-8463-f203dd7830f7/iso-6744-1984>

CDU 667.621.63 : 543

Réf. n° : ISO 6744-1984 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, liant, résine alkyde, essai.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW

La Norme internationale ISO 6744 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35.
Peintures et vernis.

[ISO 6744:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0886960-35d6-471b-8463-f203dd7830f7/iso-6744-1984>

Liants pour peintures et vernis — Résines alkydes — Méthodes générales d'essai

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des méthodes générales d'essai des résines alkydes pour utilisation dans les peintures, vernis et produits assimilés. Elle est également applicable aux solutions et préparations similaires obtenues à partir de résines alkydes et prévues pour être utilisées comme liant pour peintures et vernis. Les méthodes d'essai à appliquer à une résine alkyde particulière doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

La méthode décrite dans l'annexe A est uniquement applicable aux résines alkydes contenant de l'acide *o*-phtalique comme polyacide. Les méthodes décrites dans les annexes A, B et C ne sont pas applicables aux résines alkydes modifiées (3.2) ni aux résines contenant de l'acide benzoïque.

2 Références

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis — Echantillonnage.*

ISO 1523, *Peintures, vernis, produits pétroliers et assimilés — Détermination du point d'éclair — Méthode à l'équilibre en vase clos.*

ISO 2431, *Peintures et vernis — Détermination du temps d'écoulement au moyen de coupes d'écoulement.*

ISO 3104, *Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents — Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.*

ISO 3219, *Plastiques — Polymères à l'état liquide ou en émulsion ou dispersion — Détermination de la viscosité au moyen d'un viscosimètre rotatif à gradient de vitesse de cisaillement défini.*

ISO 3251, *Liants pour peintures — Détermination des matières volatiles et non volatiles.*

ISO 3679, *Peintures et vernis, produits pétroliers et assimilés — Détermination du point d'éclair — Méthode rapide à l'équilibre.*

ISO 3681, *Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice de saponification — Méthode titrimétrique.*

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

ISO 3696, *Eau à usage de laboratoire — Spécifications.*¹⁾

ISO 4629, *Liants pour peintures — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Méthode titrimétrique.*

ISO 4630, *Liants pour peintures et vernis — Estimation de la couleur des liquides non opaques à l'aide de l'échelle de couleur Gardner.*

ISO 6271, *Liquides clairs — Évaluation de la couleur au moyen de l'échelle de platine-cobalt.*

3 Définitions

3.1 résine alkyde: Résine synthétique résultant de la polycondensation entre polyacides et acides gras (ou huiles) avec des polyols.

3.2 résine alkyde modifiée: Résine alkyde, modifiée afin d'obtenir certaines propriétés spécifiques, par exemple par des acides résiniques, des résines phénoliques, du vinyl-toluène, du styrène, des isocyanates, des polyamides, des composés époxydes, acryliques ou de silicone.

NOTE — Une résine alkyde, à base d'acides gras d'huile de tall ne contenant pas plus de 4 % d'acides résiniques, est considérée comme une « résine alkyde » et non pas comme une « résine alkyde modifiée ».

4 Classification

Les résines alkydes sont classées selon les groupes suivants:

- suivant la teneur en acides gras ou en huile:

Résines alkydes courtes en huile:	inférieure à environ 40 % *
Résines alkydes moyennes en huile:	entre environ 40 % et 60 % *
Résines alkydes longues en huile:	supérieure à environ 60 % *
- suivant la teneur en acide dibasique (voir annexe A);
- suivant le composant de modification (voir 3.2).

1) Actuellement au stade de projet.

* Teneur en huile calculée selon la fraction de triglycéride présente dans les matières non volatiles.

5 Échantillonnage

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

6 Méthodes d'essai

Tableau – Caractéristiques et méthodes d'essai

Caractéristique	Méthode d'essai
Couleur	ISO 6271 (Échelle platine-cobalt) ISO 4630 (Échelle de couleur Gardner)
Temps d'écoulement ¹⁾	ISO 2431
Viscosité	ISO 3219 ou ISO 3104 ou autres méthodes agréées
Matières non volatiles ¹⁾	ISO 3251
Point d'éclair ¹⁾	ISO 1523 ISO 3679
Indice d'acide	ISO 3682 ²⁾
Indice d'hydroxyle	ISO 4629 ²⁾
Teneur en anhydride phtalique	Annexe A ³⁾
Matières insaponifiables	Annexe B ³⁾
Teneur en acides gras	Annexe C ³⁾⁴⁾

1) Pour les solutions de résine alkyde uniquement.

2) Les indices d'acide et d'hydroxyle doivent être calculés sur la base des matières non volatiles de la résine en solution.

3) Ces méthodes ne sont pas applicables aux résines alkydes qui contiennent de l'acide benzoïque et des polyacides autres que l'acide *o*-phtalique, ou qui sont modifiées par des composés tels que acides résiniques, vinyl-toluène, styrène, isocyanates, composés acryliques, époxydiques ou de silicone. Les méthodes générales d'essai à spécifier pour ces résines alkydes modifiées exclues feront l'objet d'une Norme internationale ultérieure.

4) Les acides résiniques, composants des acides gras de l'huile de tall, seront trouvés avec les acides gras. Le calcul de ces acides résiniques en tant que partie des acides gras doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

7 Procès-verbal d'essai

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

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 6744);
- c) les résultats des essais et les méthodes utilisées;
- d) tout écart, par accord ou autrement, aux modes opératoires spécifiés;
- e) les dates des essais.

ISO 6744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0886960-35d6-471b-8463-f203dd7830f7/iso-6744-1984>

Annexe A

Détermination de la teneur en anhydride phtalique

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Principe

Saponification de la prise d'essai avec une solution d'hydroxyde de potassium. Filtration du précipité de phtalate de potassium, suivi d'un séchage et d'une pesée. Réservation du filtrat pour les déterminations suivantes des teneurs en matières insaponifiables et acides gras.

A.2 Réactifs

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

A.2.1 Toluène.

A.2.2 Mélange de solvants, constitué d'une partie en volume de toluène et d'une partie en volume d'éthanol absolu. En variante, un mélange constitué d'une partie en volume d'oxyde diéthylique et d'une partie en volume d'éthanol absolu peut être utilisé.

A.2.3 Hydroxyde de potassium, solution à environ 28 g/l dans de l'éthanol absolu, claire et exempte de sédiments.

A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

A.3.1 Fiole conique, d'environ 250 ml de capacité, munie d'un joint en verre rodé.

A.3.2 Réfrigérant à reflux, muni de joints rodés en verre, adaptable à la fiole conique (A.3.1) et au tube desséchant (A.3.3).

A.3.3 Tube desséchant, rempli de chlorure de calcium anhydre et adaptable au réfrigérant à reflux (A.3.2).

A.3.4 Plaque chauffante, munie d'un agitateur magnétique.

A.3.5 Creuset filtrant, à plaque en verre fritté, de 30 mm de diamètre et de 15 à 40 μm de diamètre de pores.

A.3.6 Dessiccateur, contenant de l'acide sulfurique concentré comme agent desséchant.

A.3.7 Vase à peser.

A.3.8 Étuve à dessiccation, réglable à environ 140 °C.

A.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

A.4.1 Prise d'essai

Dans la fiole conique (A.3.1), peser, à 1 mg près, une masse (m_0) de résine ou de résine en solution ne contenant pas plus de 2 g d'acides gras (voir annexe C).

NOTE — La masse de résine à prélever sera normalement de 3 à 5 g.

A.4.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (A.4.1) dans 10 ml de toluène (A.2.1). Ajouter 100 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (A.2.3), adapter le réfrigérant à reflux (A.3.2) à la fiole conique (A.3.1) et adapter le tube desséchant (A.3.3) au réfrigérant. Chauffer jusqu'à ébullition le contenu de la fiole et maintenir l'ébullition sous reflux durant 2 h, en agitant (voir la note). Laisser refroidir la fiole jusqu'à la température ambiante, rincer le réfrigérant avec un peu de solvant et filtrer la solution dans le creuset filtrant à plaque en verre fritté (A.3.5) pesé. Conserver le filtrat pour la détermination de la teneur en matières insaponifiables selon l'annexe B. Laver, aussi rapidement que possible, le précipité de phtalate de potassium plusieurs fois avec le mélange de solvants (A.2.2). S'assurer que le précipité reste toujours recouvert par le mélange de solvants et qu'il s'assèche rapidement seulement après le dernier lavage. Ensuite, il est avantageux de mettre le précipité dans une étuve réglée à environ 100 °C et de l'y laisser séjourner 1 à 2 min pour faciliter l'évaporation des solvants. Sécher le précipité dans le dessiccateur (A.3.6) sous vide jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 % de la valeur la plus basse. Peser le précipité à 1 mg près (m_1).

Étant donné que le précipité est hygroscopique, transférer immédiatement après séchage le creuset et le précipité dans le vase à peser (A.3.7). Couvrir le vase à peser et peser le précipité à 1 mg près. Sécher le précipité dans l'étuve à dessiccation (A.3.8), réglée à environ 140 °C, jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 %, calculée sur la base de la valeur la plus basse. Peser le résidu à 1 mg près (m_2).

NOTE — La saponification est normalement complète après 2 h. L'aboutissement de la saponification peut être vérifié en déterminant l'indice de saponification dans les conditions les plus sévères, obtenues soit par une durée de saponification plus grande, soit avec une solution d'hydroxyde de potassium plus concentrée, soit encore en utilisant comme solvant un alcool à plus haut point d'ébullition. (Voir ISO 3681.)

A.5 Expression des résultats

Calculer la teneur en anhydride phtalique à l'aide des équations

$$c_p = \frac{m_1 \times 51,4}{m_0} \quad \dots \quad (1)$$

et

$$c_p = \frac{m_2 \times 61,1}{m_0} \quad \dots \quad (2)$$

où

c_p est la teneur en anhydride phtalique, exprimée en pourcentage en masse;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir note 2);

m_1 est la masse, en grammes, du précipité après séchage sous vide à la température ambiante (mono-éthanolate de phtalate de potassium);

m_2 est la masse, en grammes, du résidu après séchage à 140 °C (phtalate de potassium exempt d'éthanol);

51,4 est le facteur de conversion de la masse de mono-éthanolate de phtalate de potassium à celle d'anhydride phtalique;

61,1 est le facteur de conversion de la masse de phtalate de potassium anhydre à celle d'anhydride phtalique.

NOTES

1 Si la différence entre les résultats calculés à partir de ces deux équations est supérieure en valeur absolue à 2 %, la méthode décrite dans la présente annexe n'est pas appropriée à la résine alkyde essayée (voir note 3 du tableau).

2 La teneur en anhydride phtalique doit être calculée sur la base de la résine ou, pour les résines en solution, sur la base de la teneur en matières non volatiles de la solution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0886960-35d6-471b-8463-f203dd7830f7/iso-6744-1984>

Annexe B

Détermination de la teneur en matières insaponifiables

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

B.1 Réactifs

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

B.1.1 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes, additionné d'un cristal d'hydroquinone (pour la méthode à l'oxyde diéthylique décrite en B.3.1).

B.1.2 Pétrole léger, dont l'intervalle de distillation est compris entre 30 et 50 °C (pour la méthode au pétrole léger décrite en B.3.2).

NOTE — Dans certains pays, ce réactif est appelé « éther de pétrole 30/50 °C ».

B.1.3 Hydroxyde de potassium, solution aqueuse à 56 g/l.

B.1.4 Acétone.

B.1.5 Éthanol, à 95 % (V/V).

B.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

B.2.1 Ampoules à décanter, de 250 ml de capacité.

B.2.2 Appareil à distillation, évaporateur rotatif ou bain d'eau.

B.2.3 Étuve à dessiccation, réglable à environ 105 °C.

B.3 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

NOTE — En utilisant la méthode à l'oxyde diéthylique (B.3.1), une émulsion difficilement séparable peut se former. Dans ce cas, de l'éthanol, de la solution saturée de chlorure de sodium ou quelques gouttes d'acide minéral dilué peuvent être ajoutées pour casser l'émulsion. Dans certains cas, il peut également être avantageux d'utiliser la méthode au pétrole léger (B.3.2) au lieu de la méthode à l'oxyde diéthylique.

B.3.1 Méthode à l'oxyde diéthylique

Distiller sous vide ou évaporer le solvant du filtrat obtenu selon le chapitre A.4. Dissoudre le résidu dans 25 ml d'éthanol (B.1.5) et 50 ml d'eau, et transvaser dans une ampoule à décanter (B.2.1). Rincer le récipient avec 50 ml d'oxyde diéthylique (B.1.1) et recueillir les solutions de lavage dans l'ampoule à décanter.

Boucher l'ampoule à décanter, agiter et laisser les phases se séparer. Soutirer la phase aqueuse inférieure en la recueillant dans une deuxième ampoule à décanter (B.2.1) et conserver l'autre phase dans la première ampoule à décanter. Poursuivre l'extraction de la phase aqueuse avec deux volumes successifs de 50 ml d'oxyde diéthylique. Réunir tous les extraits d'oxyde diéthylique dans la première ampoule à décanter et conserver la phase aqueuse pour la détermination de la teneur en acides gras selon l'annexe C.

Laver les extraits réunis d'oxyde diéthylique avec des volumes de 25 ml d'eau jusqu'à ce que le pH des produits de lavage soit neutre. Ajouter les produits de lavage à la phase aqueuse obtenue comme décrit précédemment. Évaporer l'oxyde diéthylique en utilisant tout appareillage convenable (B.2.2), soit sous atmosphère inerte en utilisant l'appareil à distiller ou l'évaporateur rotatif, soit au bain d'eau en observant toutes les précautions de sécurité nécessaires. Si nécessaire, éliminer l'eau présente par addition d'acétone (B.1.4) et évaporation comme décrit précédemment.

Sécher le résidu dans l'étuve à dessiccation (B.2.3), réglée à environ 105 °C, jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 %, calculée sur la base de la valeur la plus basse. Peser le résidu à 1 mg près (m_3).

B.3.2 Méthode au pétrole léger

Distiller sous vide ou évaporer le solvant du filtrat obtenu selon le chapitre A.4. Transvaser le résidu avec environ 100 ml d'eau dans une ampoule à décanter (B.2.1) et ajouter 50 ml de pétrole léger (B.1.2). Rincer le récipient avec 50 ml de pétrole léger et recueillir les solutions de lavage dans l'ampoule à décanter.

Boucher l'ampoule à décanter, agiter et laisser les phases se séparer. Soutirer la phase aqueuse inférieure en la recueillant dans une deuxième ampoule à décanter (B.2.1) et conserver l'autre phase dans la première ampoule à décanter. Poursuivre l'extraction de la phase aqueuse avec deux volumes successifs de 50 ml de pétrole léger. Réunir tous les extraits de pétrole léger dans la première ampoule à décanter et conserver la phase aqueuse pour la détermination de la teneur en acides gras selon l'annexe C.

Ajouter les extraits réunis de pétrole léger avec un mélange formé de 15 ml d'éthanol (B.1.5), de 15 ml d'eau et de 0,5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (B.1.3), laisser les phases se séparer et soutirer la phase aqueuse inférieure en la recueillant. Laver les extraits de pétrole léger avec des volumes de 25 ml d'eau jusqu'à ce que le pH des produits de lavage soit neutre. Ajouter toutes les solutions aqueuses de lavage à la phase aqueuse obtenue comme décrit précédemment. Évaporer le pétrole léger en utilisant tout appareillage convenable (B.2.2) et éliminer l'eau du résidu par addition d'acétone (B.1.4) et évaporation comme décrit précédemment.

Sécher le résidu dans l'étuve à dessiccation (B.2.3), réglée à environ 105 °C, jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 %, calculée sur la base de la valeur la plus basse. Peser le résidu à 1 mg près (m_3).

B.4 Expression des résultats

Calculer la teneur des matières insaponifiables à l'aide de l'équation

$$U = \frac{m_3}{m_0} \times 100 \quad \dots (3)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.4.1);

m_3 est la masse, en grammes, du résidu;

U est la teneur en matières insaponifiables, exprimée en pourcentage en masse.

NOTE — La teneur en matières insaponifiables doit être calculée sur la base de la résine ou, pour les résines en solution, sur la base de la teneur en matières non volatiles de la solution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6744:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c0886960-35d6-471b-8463-f203dd7830f7/iso-6744-1984>

Annexe C

Détermination de la teneur en acides gras

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

C.1 Réactifs

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

C.1.1 Oxyde diéthylique, exempt de peroxydes, additionné d'un cristal d'hydroquinone.

C.1.2 Acétone.

C.1.3 Acide chlorhydrique, à environ 73 g de HCl par litre.

C.1.4 Nitrate d'argent, solution à environ 10 g/l.

C.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

C.2.1 Ampoule à décanter, de 250 ml de capacité.

C.2.2 Appareil à distillation, évaporateur rotatif ou bain d'eau.

C.2.3 Étuve à dessiccation à vide, réglable à environ 60 °C.

C.3 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

Si la méthode à l'oxyde diéthylique a été utilisée pour déterminer la teneur en matières insaponifiables, transvaser quantitativement la solution aqueuse obtenue selon B.3.1 dans l'ampoule à décanter (C.2.1).

Si la méthode au pétrole léger a été utilisée pour déterminer la teneur en matières insaponifiables, évaporer la solution aqueuse éthanolique, obtenue après la séparation des matières

insaponifiables, en même temps que l'eau alcaline de lavage, jusqu'à élimination complète de l'alcool. Transvaser ensuite avec de l'eau dans l'ampoule à décanter (C.2.1).

Acidifier la solution avec l'acide chlorhydrique (C.1.3) et extraire trois fois, en ajoutant à chaque fois 50 ml d'oxyde diéthylique (C.1.1).

Laver les extraits réunis d'acide diéthylique avec de l'eau jusqu'à ce qu'on ne puisse plus mettre en évidence les ions chlorures avec la solution de nitrate d'argent (C.1.4). Évaporer l'oxyde diéthylique en utilisant tout appareillage convenable (C.2.2), soit sous atmosphère inerte en utilisant l'appareil à distiller ou l'évaporateur rotatif, soit au bain d'eau en observant toutes les précautions de sécurité nécessaires. Si nécessaire, éliminer l'eau présente par addition d'acétone (C.1.2) et évaporation comme décrit précédemment.

Sécher le résidu dans l'étuve à dessiccation à vide (C.2.3), réglée à environ 60 °C, jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées consécutives ne dépasse pas 0,1 %, calculée sur la base de la valeur la plus basse. Peser le résidu à 1 mg près (m_4).

C.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en acides gras à l'aide de l'équation

$$F = \frac{m_4}{m_0} \times 100 \quad \dots (4)$$

où

F est la teneur en acides gras, exprimée en pourcentage en masse;

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.4.1);

m_4 est la masse, en grammes, du résidu.

NOTE — La teneur en acides gras doit être calculée sur la base de la résine ou, pour les résines en solution, sur la base de la teneur en matières non volatiles de la solution.