

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9020

Première édition
1994-02-15

**Liants pour peintures et vernis —
Détermination de la teneur en
formaldéhyde libre dans les résines
aminoplastes — Méthode titrimétrique au
sulfite de sodium**

iTeh STANDARDS PREVIEW
(standards.itih.ai)

<https://standards.itih.ai/standards/iso/9020>
ISO 9020:1994
Binders for paints and varnishes — Determination of free-formaldehyde content of amino resins — Sodium sulfite titrimetric method



Numéro de référence
ISO 9020:1994(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 9020 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 première édition incorpore le Rectificatif technique 1 (publié en anglais seulement).

© ISO 1994

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

Version française tirée en 1996

Imprimé en Suisse

Liants pour peintures et vernis — Détermination de la teneur en formaldéhyde libre dans les résines aminoplastes — Méthode titrimétrique au sulfite de sodium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour la détermination de la teneur en formaldéhyde libre dans les résines aminoplastes. Elle est applicable aux résines résultant de la polycondensation de l'urée et de la mélamine avec le formaldéhyde et aux résines furaniques résultant de la polycondensation de l'alcool furfurylique avec le formaldéhyde sans autre modification.

La méthode n'est pas applicable aux résines furaniques modifiées par des résines phénoliques.

ISO 9020:1994

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc4f83edab9/iso-9020-1994>

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.*

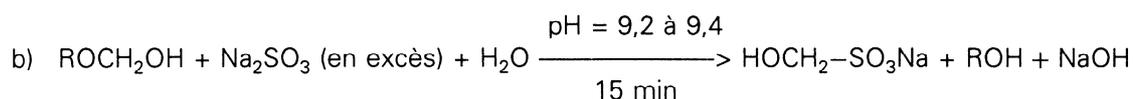
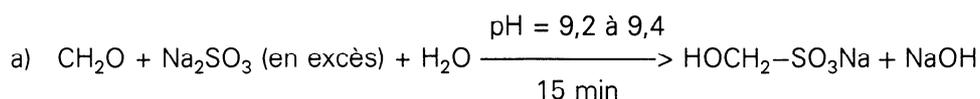
ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

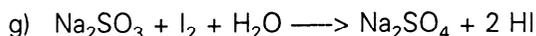
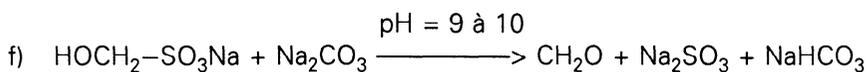
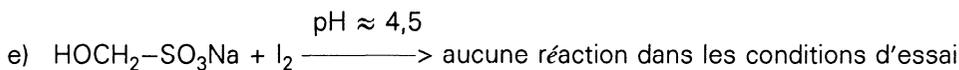
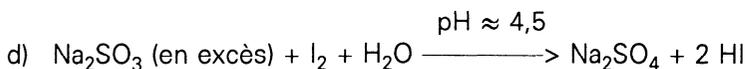
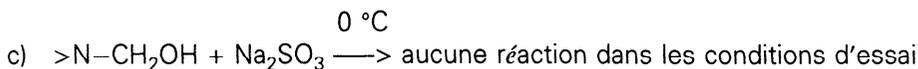
ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

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

3 Principe

La méthode est basée sur les réactions suivantes:





Le formaldéhyde libre et les hémiacétals d'alcool et de formaldéhyde présents dans une prise d'essai réagissent avec un excès d'une solution de sulfite de sodium à une température de 0 °C et formation de sulfonate d'hydroxyméthane. L'excès de sulfite de sodium est titré avec une solution d'iode. Le sulfonate d'hydroxyméthane est décomposé par une solution de carbonate de sodium et le sulfite de sodium libéré est titré avec une solution d'iode.

4 Réactifs et produits

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

4.1 Sulfite de sodium, solution, $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 1 \text{ mol/l}$.

4.2 Acide acétique, $c(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1 \text{ mol/l}$.

ISO 9020:1994

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc483edab9/iso-9020-1994)

4.3 Carbonate de sodium, solution, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \approx 100 \text{ g/l}$.

[2dc483edab9/iso-9020-1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc483edab9/iso-9020-1994)

4.4 Solution tampon.

Dissoudre 12,37 g d'acide borique dans de l'eau dans une fiole jaugée à un trait d'une capacité de 1 000 ml, ajouter 100 ml d'une solution d'hydroxyde de sodium à 1 mol/l, compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

Refroidir la solution à 0 °C avant l'utilisation.

4.5 Iode, solution titrée, $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$, c'est-à-dire 12,690 g/l.

Si nécessaire, étalonner la solution par rapport à une solution étalon de référence de thiosulfate de sodium, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.

4.6 Dichlorométhane, neutre (pH = 7).

Refroidir le dichlorométhane à 0 °C avant l'utilisation.

4.7 Amidon, dissous dans l'eau chaude pour obtenir une solution à 10 g/l, ou **amidon en poudre** soluble dans l'eau froide (l'amidon Zulkovsky est approprié).

4.8 Eau contenant de la glace, préparée avec de l'eau d'au moins qualité 3 conforme à l'ISO 3696.

4.9 Glace, finement pilée, préparée avec de l'eau d'au moins qualité 3 conforme à l'ISO 3696.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, verrerie de laboratoire conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1 (burettes) ou de l'ISO 648 (pipettes), et

5.1 Mixeur à grande vitesse.

5.2 Agitateur magnétique.

5.3 Bain de glace.

5.4 Burettes ou, de préférence, **microburettes**, d'une capacité appropriée.

5.5 Pipettes, de 10 ml et 25 ml de capacité respective.

6 Échantillonnage

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

7 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

7.1 Prise d'essai

Choisir, dans le tableau 1, la masse appropriée de la prise d'essai à prélever. S'il est impossible de prévoir la teneur en formaldéhyde, prélever une prise d'essai d'environ 1 g et effectuer une détermination préliminaire.

Peser, à 0,001 g près, la prise d'essai dans un bêcher de 600 ml de capacité.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Teneur attendue en formaldéhyde libre % (m/m)	Masse approximative de la prise d'essai g
jusqu'à 0,5	3,0
entre 0,5 et 1	1,5
entre 1 et 2	1,0
entre 2 et 3	0,5
entre 3 et 5	0,25

7.2 Détermination

S'assurer que la température du contenu du bêcher est maintenue à 0 °C pendant toute la durée de la détermination. Si nécessaire, ajouter un peu de glace finement pilée (4.9) au mélange.

Dans le cas de produits solubles dans l'eau, dissoudre la prise d'essai immédiatement dans un mélange contenant 150 ml d'eau contenant de la glace (4.8), environ 10 g de glace finement pilée (4.9) et 25 ml de la solution tampon (4.4). Dans le cas des produits qui ne donnent pas de solutions claires avec de l'eau, dissoudre la prise d'essai immédiatement dans 150 ml de dichlorométhane (4.6). Ajouter ensuite un mélange contenant 150 ml d'eau contenant de la glace, environ 20 g de glace finement pilée (4.9) et 25 ml de la solution tampon (4.4) et émulsifier à l'aide du mixeur à grande vitesse (5.1) pendant 10 s. Enlever le mixeur et le rincer avec un peu d'eau (4.8) pour éliminer le liquide adhérent. Recueillir les eaux de rinçage dans la solution d'essai.

Mettre le bécher dans le bain de glace (5.3) et agiter le contenu du bécher à l'aide de l'agitateur magnétique (5.2). Tout en agitant, ajouter, à l'aide d'une burette (5.4), 2 ml de la solution de sulfite de sodium (4.1). Continuer d'agiter pendant 15 min et ajouter 10 ml d'acide acétique (4.2) et soit 50 mg de poudre d'amidon, soit 3 ou 4 gouttes de la solution d'amidon (4.7). Titrer avec la solution d'iode (4.5) jusqu'à l'obtention d'une coloration bleu grisâtre ou violette, qui reste stable pendant au moins 10 s. Puis, ajouter 30 ml de la solution de carbonate de sodium (4.3). Titrer le sulfite de sodium libéré avec la solution d'iode jusqu'à l'obtention d'une coloration bleue, qui reste stable pendant au moins 1 min. Noter le volume V de la solution d'iode nécessaire au titrage du sulfite de sodium libéré.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer la teneur en formaldéhyde libre, $w(\text{CH}_2\text{O}$, libre), exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w(\text{CH}_2\text{O}, \text{ libre}) = \frac{V \times 1,5 \times 0,1 \times f}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution d'iode (4.5) utilisée;

f est un facteur d'ajustement pour prendre en compte toute différence de concentration de la solution d'iode (4.5) avant l'étalonnage, $c(\text{I}_2)$ nominale, et après l'étalonnage, $c(\text{I}_2)$ réelle, donné par l'équation

$$f = \frac{c(\text{I}_2)\text{réelle}}{c(\text{I}_2)\text{nominale}}$$

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

1,5 est la masse, en milligrammes, de formaldéhyde correspondant à 1,00 ml de solution d'iode, $c(\text{I}_2) = 0,05 \text{ mol/l}$;

0,1 est le facteur de conversion nécessaire pour convertir les milligrammes en grammes et pour exprimer w en pourcentage.

Recommencer l'essai décrit dans l'article 7 si la différence entre les deux résultats dépasse la valeur indiquée en 8.2.1.

Calculer la moyenne des deux résultats valides et noter le résultat à 0,1 % (m/m) près.

8.2 Fidélité

8.2.1 Limite de répétabilité (r)

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue 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 normalisée, est

0,06 % (m/m) (valeur absolue) pour les produits dont la teneur en formaldéhyde libre est inférieure ou égale à 1 % (m/m);

6 % (valeur relative) pour les produits dont la teneur en formaldéhyde libre est supérieure à 1 % (m/m).

8.2.2 Limite de reproductibilité (*R*)

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

0,1 % (*m/m*) (valeur absolue) pour les produits dont la teneur en formaldéhyde libre est inférieure ou égale à 1 % (*m/m*);

10 % (valeur relative) pour les produits dont la teneur en formaldéhyde libre est supérieure à 1 % (*m/m*).

9 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) la référence à la présente Norme internationale (ISO 9020);
- c) le résultat de l'essai (valeur moyenne), comme indiqué dans l'article 8;
- d) tout écart à la méthode d'essai prescrite;
- e) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9020:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc4f83edab9/iso-9020-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc4f83edab9/iso-9020-1994>

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9020:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a14b891e-adb8-4d85-b466-2dc4f83edab9/iso-9020-1994>

ICS 87.060.20

Descripteurs: peinture, vernis, liant, résine thermodurcissable, aminoplaste, analyse chimique, dosage, formaldéhyde, méthode volumétrique.

Prix basé sur 4 pages
