
**Peintures, vernis et plastiques —
Détermination de l'extrait sec**

*Paints, varnishes and plastics — Determination of non-volatile-matter
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3251:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-
1553b7c6c205/iso-3251-2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3251:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003>

© ISO 2003

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Appareillage	2
5 Échantillonnage	3
6 Mode opératoire	3
7 Conditions d'essai supplémentaires	4
8 Expression des résultats	6
9 Fidélité	6
10 Rapport d'essai	7

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3251:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 3251 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*, en collaboration avec l'ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères* et l'ISO/TC 61, *Plastiques*, sous-comité SC 9, *Matériaux thermoplastiques* et sous-comité SC 12, *Matériaux thermodurcissables*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3251:1993), de même que l'ISO 1625:1998 et l'ISO 8618:1995. Au cours de la révision et de la combinaison de ces Normes internationales, les modes opératoires utilisés pour déterminer l'extrait sec des dispersions polymères et des résines phénoliques liquides ont été intégrés dans l'ISO 3251. La durée de chauffage, la température et la masse de la prise d'essai utilisées pour les différents types de produits n'ont pas été modifiées.

Peintures, vernis et plastiques — Détermination de l'extrait sec

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'extrait sec en masse des peintures, des vernis, des liants pour peintures et vernis, des dispersions de polymères et des résines de condensation, comme les résines phénoliques (résols, novolacs en solution, etc.).

La méthode est également applicable aux formulations en dispersion contenant des charges, des pigments ou d'autres additifs (par exemple des épaississeurs et des agents filmogènes). Pour que la méthode soit applicable aux dispersions polymères non plastifiées et aux latex de caoutchouc, l'extrait sec (essentiellement constitué du matériau polymère et de faibles quantités d'additifs tels que des émulsifiants, des colloïdes de protection, des stabilisateurs, des solvants ajoutés tels que des agents filmogènes et — particulièrement dans le cas des latex de caoutchouc concentrés — des agents de préservation) doit être chimiquement stable dans les conditions d'essai. Dans le cas d'échantillons plastifiés, le résidu inclut, par définition, le plastifiant.

NOTE 1 L'extrait sec d'un produit n'est pas une quantité absolue, mais dépend de la température et de la durée de chauffage utilisée pour l'essai. Par conséquent, avec cette méthode, on ne peut obtenir que des valeurs relatives et non exactes pour l'extrait sec en raison de la rétention du solvant, de la décomposition thermique et de l'évaporation des constituants de faible masse moléculaire. La méthode est donc d'abord prévue pour les essais sur divers lots d'un même type de produit.

NOTE 2 Cette méthode convient pour les latex de caoutchouc synthétique, à condition que la durée de chauffage soit considérée comme appropriée (l'ISO 124 spécifie de chauffer jusqu'à ce que la perte de masse d'une prise d'essai de 2 g après des chauffages successifs soit inférieure à 0,5 mg).

NOTE 3 Les méthodes internes de détermination de l'extrait sec comprennent souvent une étape de séchage aux rayonnements infrarouges ou micro-ondes. Ces méthodes n'étant pas applicables à tous les cas, leur normalisation n'est pas possible. Certaines compositions de polymères ont tendance à se décomposer pendant ce traitement, ce qui fausse donc les résultats.

L'ISO 3233:1998, *Peintures et vernis — Détermination du pourcentage en volume de matières non volatiles par mesurage de la masse volumique d'un revêtement sec*, spécifie une méthode d'essai pour la détermination du volume de l'extrait sec des peintures, des vernis et des produits assimilés.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

ISO 124, *Latex de caoutchouc — Détermination des matières solides totales*

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*

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

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

extrait sec

pourcentage de résidu, en masse, obtenu par évaporation dans les conditions prescrites

4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et ce qui suit:

4.1 Pour les peintures, les vernis, les liants pour peintures et vernis et les dispersions de polymères:

Capsule à fond plat, en métal ou en verre, de (75 ± 5) mm de diamètre et d'au moins 5 mm de hauteur de bord.

Des capsules de diamètres différents peuvent être utilisées après accord entre les parties. Le diamètre de capsule ayant fait l'objet d'un accord doit être respecté à $\pm 5\%$.

NOTE 1 Pour les latex de caoutchouc, il est recommandé d'utiliser des récipients sans rebord avec couvercle.

NOTE 2 Dans le cas de dispersions de polymères ou de latex très visqueux, il est recommandé d'utiliser des feuilles d'aluminium d'environ 0,1 mm d'épaisseur, découpées en rectangles d'environ (70 ± 10) mm \times (120 ± 10) mm qui peuvent être pliées en deux et permettre ainsi l'étalement du liquide visqueux par pression légère des deux moitiés l'une contre l'autre.

(standards.iteh.ai)

4.2 Pour les résines de réticulation liquides (résines phénoliques):

Capsule à fond plat, en métal ou en verre, de (75 ± 1) mm de diamètre intérieur à la base et d'au moins 5 mm de hauteur de bord.

Des capsules d'autres diamètres peuvent être utilisées à condition de choisir une masse de prise d'essai m , en grammes, calculée à partir de l'équation suivante.

$$m = 3 \times \left(\frac{d}{75} \right)^2 \quad (1)$$

où

d est le diamètre, en millimètres, de la base de la capsule;

3 est la masse nominale de la prise d'essai (3 g);

75 est le diamètre nominal de la capsule (75 mm).

4.3 **Étuve à air**, permettant de réaliser l'essai dans des conditions de sécurité en maintenant la température spécifiée ou convenue (voir l'Article 7) à $\pm 2^\circ\text{C}$ (pour des températures allant jusqu'à 150°C) ou à $\pm 3,5^\circ\text{C}$ (pour des températures comprises entre 150°C et 200°C). L'étuve doit être dotée d'une ventilation forcée; pour les résines phénoliques, il est possible d'utiliser une étuve à convection naturelle comportant une grille métallique perforée au tiers de la hauteur de l'étuve.

AVERTISSEMENT — Pour des raisons de protection contre l'explosion ou l'incendie, il convient de manipuler avec précaution les produits contenant des substances inflammables volatiles et de respecter la réglementation nationale.

Pour certaines applications, il peut être préférable de procéder au séchage sous vide. Dans ce cas, les conditions doivent faire l'objet d'un accord, ou bien la méthode spécifiée dans l'ISO 124 doit être appliquée. Pour les essais d'arbitrage, les parties en cause doivent utiliser des étuves de même type.

4.4 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

4.5 Dessiccateur, contenant un agent desséchant approprié, par exemple du gel de silice déshydraté, imprégné de chlorure de cobalt.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif de peintures, de vernis et de liants pour peintures et vernis, comme décrit dans l'ISO 15528. Prélever un échantillon représentatif de dispersions de polymères et de latex de caoutchouc, comme décrit dans l'ISO 123.

Examiner et préparer les échantillons de peintures et de vernis pour l'essai, selon l'ISO 1513.

6 Mode opératoire

Effectuer deux déterminations.

Dégraissier et nettoyer une capsule (4.1 ou 4.2).

Pour une meilleure fidélité, il est recommandé de sécher la capsule dans l'étuve (4.3) à la température spécifiée ou convenue, pendant la durée spécifiée ou convenue (voir l'Article 7) et de la conserver dans le dessiccateur (4.5) jusqu'à utilisation.

Déterminer la masse de la capsule propre et sèche (m_0) à 1 mg près. Peser, à 1 mg près, une prise d'essai (voir l'Article 7) contenue dans la capsule (m_1), et la répartir uniformément. Dans le cas de produits très visqueux (viscosité ≥ 500 mPa·s pour un gradient de cisaillement de 100 s^{-1} ou un temps d'écoulement de $t \geq 74$ s, la mesure étant effectuée avec une coupe d'écoulement de 6 mm, conformément à l'ISO 2431, ou formant des peaux, répartir uniformément la prise d'essai avec un fil en métal goudronné (par exemple un trombone recourbé et non enduit), si nécessaire après avoir ajouté 2 ml d'un solvant compatible.

Les résines de condensation utilisées pour les peintures et les vernis et autres applications courantes (abrasifs, garnitures de friction, liants de fonderie ou matières à mouler, par exemple) nécessitent que la masse des prises d'essai soit plus importante, car, pour les essais, les matériaux utilisés pour ces applications doivent être plus épais, pour que les monomères des résines de condensation puissent réagir pendant le processus de réticulation. Pour les essais comparatifs, l'épaisseur de la couche de prise d'essai dans la capsule doit être constante. Le diamètre des capsules doit donc être de (75 ± 1) mm; dans le cas contraire, la formule donnée en 4.2 doit être utilisée.

NOTE 1 La teneur en extrait sec d'une prise d'essai dépend largement de la qualité et de la durée de répartition de la prise d'essai dans la capsule. Si une prise d'essai est mal répartie, par exemple en raison d'une viscosité élevée, la teneur apparente en extrait sec sera plus élevée.

Pour une meilleure fidélité lors des essais de peintures, de vernis et de liants pour peintures et vernis, il est recommandé de toujours ajouter 2 ml d'un solvant approprié très volatil.

Il est également recommandé de couvrir la capsule pendant la pesée.

Dans le cas de produits très volatils, il est recommandé de mettre une prise de l'échantillon bien mélangé dans un flacon bouché, ou dans une pipette à peser ou une seringue de 10 ml sans aiguille. Ensuite, la prise d'essai est pesée par différence à 1 mg près dans la capsule et répartie uniformément sur le fond de la capsule.

En cas d'ajout de solvant, il est recommandé de laisser la capsule contenant la prise d'essai séjourner à la température ambiante pendant 10 min à 15 min.

Les systèmes contenant de l'eau, tels que les dispersions polymères et les latex de caoutchouc, provoquent des éclaboussures lorsqu'ils sont chauffés, en raison de la formation d'une peau à la surface, qui peut être liée à la température, à la circulation d'air dans l'étuve et éventuellement à l'humidité relative. Dans ce cas, l'épaisseur de la couche de matériau dans la capsule doit donc être aussi faible que possible.

Après avoir effectué la pesée et ajouté le solvant, transférer la capsule dans l'étuve à air, après l'avoir portée à la température spécifiée ou convenue (voir l'Article 7). Laisser la capsule dans l'étuve pendant la durée de chauffage spécifiée ou convenue (voir l'Article 7).

Au terme de la durée de chauffage, placer la capsule dans le dessiccateur et la laisser refroidir à température ambiante, ou la laisser à refroidir dans une atmosphère exempte de poussière.

NOTE 2 Le fait de ne pas utiliser de dessiccateur peut avoir une incidence sur la fidélité de la méthode.

Peser la capsule et le résidu (m_2), à 1 mg près.

7 Conditions d'essai supplémentaires

Pour toute application particulière de la méthode d'essai spécifiée dans la présente Norme internationale, des précisions supplémentaires peuvent s'avérer nécessaires.

Pour que la méthode puisse être appliquée, les paramètres d'essai suivants doivent être spécifiés, comme il convient:

- ITeH STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)
- a) la température d'essai (voir Tableaux 1 et 2);
 - b) la durée de chauffage (voir Tableaux 1 et 2);
 - c) la masse de la prise d'essai (voir Tableaux 1 et 2).
- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52c96dd6-dd6c-4d00-bd7b-1553b7c6c205/iso-3251-2003>

Tableau 1 — Conditions d'essai pour les peintures, les vernis, les liants pour peintures et vernis et les résines phénoliques liquides

Durée de chauffage min	Température de réglage °C	Masse de la prise d'essai g	Exemples de classes de produits
20	200	1 ± 0,1 ^a	Résines en poudre
60	80	1 ± 0,1 ^a	Nitrate de cellulose, laques de nitrate de cellulose, résines polyisocyanate ^b
60	105	1 ± 0,1 ^a	Dérivés de cellulose, peintures et laques à base de cellulose, peintures séchant à l'air, résines polyisocyanate ^b
60	125	1 ± 0,1 ^a	Résines synthétiques (y compris les résines polyisocyanate ^b), peintures séchées au four, résines acrylate (conditions préconisées)
60	150	1 ± 0,1 ^a	Couches primaires séchées au four, résines acrylate
30	180	1 ± 0,1 ^a	Peintures pour électrodéposition
60	135 ^c	3 ± 0,5	Résines phénoliques liquides

^a Les parties peuvent convenir d'utiliser des prises d'essai de masse différente de 1 g. Dans ce cas, il est recommandé de ne pas dépasser (2 ± 0,2) g. Pour les résines contenant des solvants dont le point d'ébullition est compris entre 160 °C et 200 °C, une température de 160 °C est recommandée pour l'étuve. Pour les solvants dont le point d'ébullition est encore plus élevé, les conditions doivent faire l'objet d'un accord entre les parties.

^b Les conditions d'essai dépendront du type de résine polyisocyanate à soumettre à l'essai.

^c Une autre température d'essai peut être utilisée. Les autres températures de réglage recommandées sont 120 °C et 150 °C.

Tableau 2 — Conditions d'essai pour les dispersions de polymères

Durée de chauffage min	Température de réglage °C	Masse de la prise d'essai g	Méthode ^a
120	80	1 ± 0,2 ^b	A
60	105	1 ± 0,2 ^b	B
60	125	1 ± 0,2 ^b	C
30	140	1 ± 0,2 ^b	D

^a Les conditions utilisées dépendront du type de dispersion de polymère ou de latex soumis à l'essai et devront faire l'objet d'un accord entre les parties.

^b Les parties peuvent convenir d'utiliser des prises d'essai de masse différente de 1 g. Cependant, la masse de la prise d'essai ne doit pas être supérieure à 2,5 g.

Il est également possible d'utiliser des prises d'essai de 0,2 g à 0,4 g, pesées à 0,1 mg près. Dans ce cas, la durée de chauffage peut être réduite, à condition qu'il ait été démontré (par des mesurages sur le type de dispersion soumis à l'essai) que l'on obtient les mêmes résultats qu'avec les conditions données dans le présent tableau.