
**Liants pour peintures et vernis —
Détermination du point de
ramollissement —**

**Partie 2:
Méthode de la coupe et de la bille**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Binders for paints and varnishes — Determination of softening point —
Part 2: Cup-and-ball method*

ISO 4625-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>



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 4625-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>

© ISO 2004

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

Version française parue en 2005

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions.....	1
4 Principe.....	1
5 Appareillage	2
6 Étalonnage de l'appareillage à l'aide d'un étalon primaire.....	3
7 Vérification des instruments de l'appareillage à l'aide d'un étalon secondaire.....	4
8 Remplissage des coupes de résine	4
9 Mode opératoire	5
10 Expression des résultats	6
11 Fidélité et biais	6
12 Rapport d'essai	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4625-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>

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 4625-2 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'ASTM D01.34, *Naval Stores*. Elle a fait l'objet d'une harmonisation avec l'ASTM D 6090-99, *Standard Test Method for Softening Point of Resins (Mettler Cup and Ball Method)*.

L'ISO 4625 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement*:

— *Partie 1: Méthode de l'anneau et de la bille*

— *Partie 2: Méthode de la coupe et de la bille*

Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement —

Partie 2: Méthode de la coupe et de la bille

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4625 spécifie une méthode de détermination du point de ramollissement des résines (y compris la colophane) au moyen d'un appareil à coupe et à bille et peut, dans des conditions définies par l'utilisateur, fournir des résultats comparables à ceux obtenus avec la méthode de l'anneau et de la bille (ISO 4625-1).

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 4625-1, *Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement — Partie 1: Méthode de l'anneau et de la bille*

ISO 5725-1, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions*

3 Termes et définitions

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

3.1

point de ramollissement

température à laquelle un échantillon d'essai placé dans une coupe cylindrique munie au fond d'un orifice de 6,35 mm de diamètre, avec une bille en acier inoxydable de 8,7 mm de diamètre centrée au sommet de l'échantillon d'essai présent dans la coupe, et chauffé à vitesse constante dans l'air, s'affaisse sur une distance de 19 mm et interrompt un faisceau lumineux

4 Principe

En général, avec les matériaux des types mentionnés dans l'Article 1, le ramollissement ne se produit pas à une température définie. Lorsque la température s'élève, ces matériaux initialement peu fluides, cassants et excessivement épais prennent graduellement la forme de liquides plus mous et moins visqueux. Pour cette raison, la détermination du point de ramollissement doit être effectuée à l'aide d'une méthode fixée, parfaitement définie, pour que les résultats obtenus soient comparables.

Un échantillon d'essai, sur lequel est posée une bille, est placé dans une coupe et chauffé à une vitesse spécifiée. En ramollissant, l'échantillon d'essai est poussé vers le bas sous le poids de la bille. La température à laquelle l'échantillon d'essai s'est affaissé de 19 mm est appelée le point de ramollissement.

5 Appareillage

5.1 Appareil de détermination du point de ramollissement¹⁾, composé d'une unité de commande munie d'un indicateur de température numérique, d'une cellule de mesure, d'un ensemble à cartouche (coupe et partie supérieure) et des accessoires. L'unité de commande régule automatiquement la vitesse de chauffage de la cellule de mesure. Le point de ramollissement est indiqué sur l'afficheur, et le programme de chauffage s'arrête lorsque l'écoulement de l'échantillon d'essai déclenche un détecteur photoélectrique. Des détails supplémentaires sont donnés en 5.1.1 à 5.1.4.

5.1.1 Unité centrale, capable de réguler la vitesse de chauffage afin de fournir une montée en température linéaire continue allant de 25 °C à 375 °C.

5.1.2 Cellule de mesure, capable de chauffer l'ensemble coupe (5.1.3) à vitesse constante avec une exactitude de $\pm 0,2$ °C/min. Elle doit comporter une sonde capable de détecter le point de ramollissement avec une exactitude de 0,1 °C.

5.1.3 Ensemble coupe, réalisé en laiton chromé, constitué de la coupe elle-même et d'une partie supérieure, conforme aux dimensions indiquées à la Figure 1.

5.1.4 Bille, en acier inoxydable de diamètre 8,7 mm et de masse $(2,77 \pm 0,22)$ g.

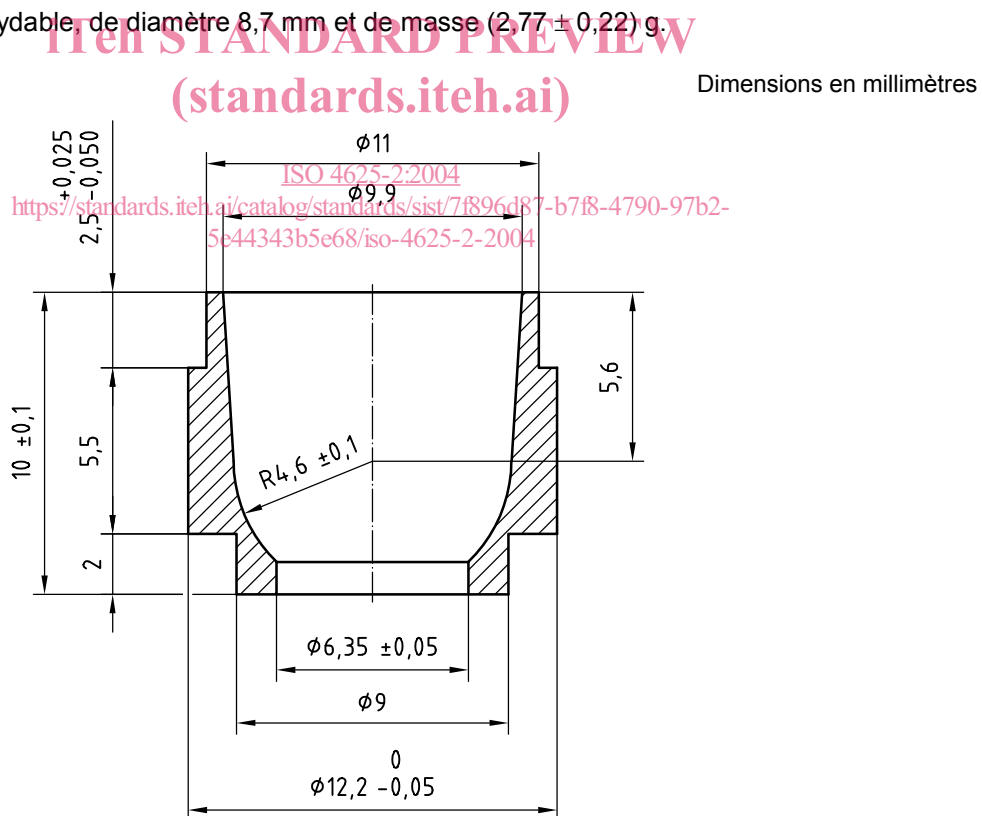


Figure 1 — Coupe

1) L'appareil est disponible dans le commerce. Pour tous détails, se renseigner auprès du Secrétariat de l'ISO/TC 35/SC 10.

6 Étalonnage de l'appareillage à l'aide d'un étalon primaire

6.1 Généralités

Cette étape, qui n'est requise qu'occasionnellement, est conçue pour établir que la température indiquée par l'instrument correspond à celle d'un étalon connu. Une coupe spéciale munie d'un orifice inférieur de 2,8 mm est utilisée à la place de celle spécifiée pour l'essai de la résine.

NOTE La bille en acier inoxydable n'est pas utilisée pendant l'étalonnage.

6.2 Réactifs

Pour l'étalonnage, utiliser soit un réactif analytique, soit de l'acide benzoïque de qualité étalon primaire. Ce dernier étant hygroscopique, le conserver dans un récipient hermétique et le remplacer par un produit neuf issu d'un stock nouvellement entamé si le point de ramollissement du matériau se situe en dehors de la plage attendue.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 Remplissage de la coupe

Placer la coupe sur une surface plane et propre et la remplir de cristaux d'acide benzoïque. Compacter le matériau à la main dans la coupe à l'aide d'une tige de 9,2 mm d'une cheville en bois ou équivalent. Remplir à nouveau et répéter l'étape de compactage jusqu'à ce que la coupe soit remplie d'acide benzoïque. Enlever les cristaux de l'extérieur de la coupe.

6.3.2 Chauffage

Préchauffer la cellule de mesure à $124 \pm 0,5$ °C et la maintenir à cette température. Placer l'ensemble à cartouche contenant l'acide benzoïque en position dans la cellule de mesure, en veillant à ce que les fentes pour le faisceau lumineux sont correctement positionnées. L'instrument étant réglé en mode point de goutte, lancer la méthode requise, laquelle inclut un temps d'attente de 30 s pour permettre l'établissement de l'équilibre de température entre la cellule de mesure et l'acide benzoïque suivi d'une rampe automatique de la température de 0,2 °C/min. La température augmentera régulièrement à la bonne vitesse jusqu'à ce que le point de goutte soit atteint, puis restera stable sur l'affichage.

6.3.3 Nettoyage

Retirer l'ensemble à cartouche immédiatement. Vérifier afin de déterminer que l'acide benzoïque a traversé le faisceau lumineux et qu'aucun prédéclenchement ne s'est produit. Si l'on suspecte un dysfonctionnement, répéter l'ensemble du mode opératoire. Inspecter l'appareillage soigneusement pour s'assurer de l'absence de résidus. Laver les éléments de la cartouche avec un solvant approprié pour éliminer les dernières traces de résidus.

6.3.4 Interprétation

Si le résultat obtenu n'est pas $(123,5 \pm 0,5)$ °C, répéter la détermination. Si la deuxième valeur reste en dehors de la plage acceptable, répéter la détermination en utilisant une nouvelle coupe d'acide benzoïque. Si les résultats restent en dehors de la plage acceptable, il est nécessaire de procéder au réétalonnage ou à la réparation de l'instrument. Consulter la notice d'emploi du fabricant.

7 Vérification des instruments de l'appareillage à l'aide d'un étalon secondaire

L'étalon primaire d'étalonnage, à savoir l'acide benzoïque, peut ne pas avoir un point de goutte similaire au point de ramollissement de la résine soumise à l'essai. Dans ce cas, il est souhaitable d'étalonner l'instrument en utilisant un étalon secondaire ayant un point de goutte similaire à celui de la résine soumise à l'essai. Une liste non exhaustive des matériaux utilisables comme étalons secondaires figure dans le Tableau 1. La conformité au point de goutte de l'acide benzoïque doit être démontrée avant d'utiliser un étalon secondaire.

Tableau 1 — Matériaux utilisables comme étalons secondaires pour la détermination du point de ramollissement par la méthode de la coupe et de la bille

Point de goutte approximatif °C	Matériau
60	Alcool stéarique
80	Carbonate de diphenyle
100	Acide phénoxyacétique 4- <i>tert</i> -Butylphénol Méthylurée
110	Acide <i>m</i> -toluïque Résorcine
120	Acide benzoïque
130	Méthyl 4-hydroxybenzoate Urée Benzamide Acide 1,10-Décanedicarboxylique
140	Diméthyltéraphthalate o-Toluamide

Suivre le même mode opératoire que celui décrit en 6.3.2 et 6.3.3 mais démarrer à environ 3 °C au-dessous du point de goutte réel de l'étalon secondaire.

8 Remplissage des coupes de résine

8.1 Préparation

Replier à l'horizontale le bord d'un vase à peser jetable en aluminium, exempté d'huile, et lui donner la forme d'un bec-verseur directement en face du bord. Peser 5 g à 10 g de résine dans le vase.

Placer le vase et la résine sur une plaque chauffante préchauffée, et recouvrir avec un bécher de 600 ml ou plus. Chauffer la résine jusqu'à ce qu'elle soit presque fondue.

Enlever le bécher de la plaque chauffante, saisir le bord avec une pince ou une pince à bec effilé, et remuer la résine avec un thermomètre de type sonde jusqu'à ce qu'elle soit entièrement fondue et homogène. Éviter d'entraîner de l'air dans la résine en fusion. La température de la résine ne doit pas être plus de 60 °C au-dessus du point de ramollissement attendu. Retirer le thermomètre et l'essuyer. Si la résine fume ou semble bouillir, répéter les étapes décrites ci-dessus en diminuant la température maximale de 10 °C par rapport à l'essai précédent.

8.2 Remplissage

Disposer deux coupes, petit orifice vers le bas, sur un morceau de feuille d'aluminium placé sur une surface plane et lisse.

Saisissant le bord du vase avec une pince ou une pince à bec effilé, verser la résine fondue dans chacune des coupes. Remplir les coupes jusqu'au bord.

Laisser refroidir la résine pendant au moins 10 min. Sur chaque coupe, éliminer l'excès de résine en coupant proprement à l'aide d'un couteau ou d'une spatule légèrement chauffée, ou bien saisir la coupe avec une pince et tirer la face supérieure rapidement et fermement sur la surface d'une plaque chauffante chauffée. Ne pas effectuer une détermination sur de la résine renfermant des bulles d'air.

Assembler la cartouche en plaçant la coupe sur le collecteur puis la partie supérieure sur la coupe. Placer la bille soigneusement sur le sommet de la coupe.

S'assurer de l'absence totale de résine sur l'extérieur de la coupe, l'intérieur de l'enveloppe, ou le manchon collecteur. Ces composants doivent rester propres pendant la détermination. Essuyer l'ensemble avant de l'insérer dans la cellule de mesure.

9 Mode opératoire

Le mode opératoire décrit sert à déterminer le point de ramollissement des résines par la méthode de la coupe et de la bille. La vitesse de chauffage est généralement déterminée par l'utilisateur. Les vitesses de chauffage allant de 1,0 °C/min à 2,5 °C/min sont des vitesses types pour les résines. Si une corrélation est souhaitée entre le point de ramollissement par la méthode de la coupe et de la bille et le point de ramollissement par la méthode de l'anneau et de la bille décrite dans l'ISO 4625-1, une vitesse de chauffage spécifique à cette corrélation doit être déterminée pour chaque type de résine.

ISO 4625-2:2004

NOTE Pour faciliter la comparaison interlaboratoire des résultats obtenus pour le point de ramollissement par la méthode de la coupe et de la bille, un ensemble de conditions de référence est donné ci-après:

Coupe: 6,35 mm de diamètre

Vitesse de chauffage: 1,6 °C/min

Température de démarrage: 20 °C au-dessous du point de ramollissement attendu de la résine

Prérégler la température de démarrage de l'unité centrale entre 20 °C et 25 °C au-dessous du point de ramollissement attendu de la résine, et maintenir cette température pendant quelques minutes. Monter la cartouche avec la bille en acier inoxydable bien centrée au sommet de la résine. Placer l'ensemble à cartouche dans la cellule de mesure, en veillant à ce que les fentes pour le faisceau lumineux soient correctement positionnées. L'instrument étant en mode point de ramollissement, lancer la détermination, qui inclut un temps d'attente de 30 s pour permettre l'établissement de l'équilibre de température entre la cellule de mesure et la résine suivi d'une montée automatique de la température à la vitesse spécifiée en degrés Celsius par minute. Le chauffage sera maintenu à cette vitesse jusqu'à ce que le point de goutte soit atteint, après quoi une température stable sera indiquée sur l'affichage. Enregistrer cette température comme étant le point de ramollissement de la résine.

Retirer l'ensemble à cartouche dès la fin de l'essai. Vérifier afin de s'assurer que la résine a traversé le faisceau lumineux et qu'aucun prédéclenchement ne s'est produit. Si l'on suspecte un dysfonctionnement, rejeter le résultat et répéter la détermination. Inspecter l'appareillage soigneusement pour s'assurer de l'absence totale de résidus.

Nettoyer la coupe et la bille en les trempant dans un solvant approprié.

Lors du nettoyage de la coupe, des précautions doivent être prises afin de ne pas rayer ou modifier les dimensions de l'orifice de la coupe.