

---

---

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW

*Binders for paints and varnishes — Determination of softening point —*

*(Part 1: Ring and ball method)*

ISO 4625-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>



**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 4625-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>

© 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Version française parue en 2005

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Échantillonnage et préparation des éprouvettes</b> .....	2
6 <b>Matériaux (liquides de bains de chauffage)</b> .....	3
7 <b>Méthode manuelle de l'anneau et de la bille</b> .....	4
8 <b>Méthode automatique de l'anneau et de la bille</b> .....	7
9 <b>Expression des résultats</b> .....	8
10 <b>Fidélité et biais</b> .....	8
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	10

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4625-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>

## 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 4625-1 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*.

Elle annule et remplace l'ISO 4625:1980, qui a fait l'objet d'une révision technique et rédactionnelle de façon à l'harmoniser avec l'ASTM E 28-99, *Standard Test Methods for Softening Point of Resins Derived from Naval Stores by Ring-and-Ball Apparatus*. Les principaux changements sont les suivants: ajout d'un mode opératoire automatique et répartition des valeurs du point de ramollissement en quatre plages: inférieure à 35 °C, de 35 °C à moins de 80 °C, de 80 °C à 150 °C et supérieure à 150 °C. La méthode par moulage utilisée pour préparer les éprouvettes a été supprimée.

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 1: Méthode de l'anneau et de la bille

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4625 spécifie des méthodes de détermination du point de ramollissement des résines (y compris la colophane) et des produits assimilés, au moyen de l'appareil à anneau et à bille.

Les méthodes manuelle et automatique sont toutes deux spécifiées.

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

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

CEI 60751, *Capteurs industriels à résistance thermoélectrique de platine*

ASTM E 691, *Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method*

### 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 disque de l'échantillon, maintenu dans un anneau horizontal, est poussé vers le bas sur une distance de 25,4 mm sous le poids d'une bille en acier lorsque le disque est chauffé à une vitesse déterminée dans un bain d'eau, de glycérol, d'huile de silicone, d'éthylène glycol/eau ou de glycérol/eau

### 4 Principe

En général, avec des produits 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.

Dans le cadre de ces méthodes d'essai, le point de ramollissement est défini comme étant la température à laquelle un disque de l'échantillon, maintenu dans un anneau horizontal, est poussé vers le bas sur une distance de 25,4 mm sous le poids d'une bille en acier lorsque le disque est chauffé à 5 °C/min dans un bain d'eau, de glycérol, d'huile de silicone, d'éthylène glycol/eau ou de glycérol/eau.

## 5 Échantillonnage et préparation des éprouvettes

### 5.1 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à l'essai, conformément à la description donnée dans l'ISO 15528.

Cet échantillon doit être constitué de morceaux fraîchement coupés, sans surfaces oxydées. Pour les échantillons reçus sous forme de petits morceaux, racler la surface superficielle immédiatement avant utilisation, en évitant d'introduire des produits finement divisés ou de la poussière.

### 5.2 Préparation des éprouvettes par la méthode par coulage

#### 5.2.1 Champ d'application

Ce mode de préparation convient pour les résines (y compris la colophane) et autres substances qui peuvent être chauffées et versées sans qu'il s'ensuive d'effet défavorable sur le point de ramollissement.

#### 5.2.2 Appareillage

**5.2.2.1 Récipient**, dans lequel on peut faire fondre l'échantillon.

**5.2.2.2 Couteau ou spatule.**

**5.2.2.3 Étuve, plaque chauffante, bain de sable ou bain d'huile.**

#### 5.2.3 Mode opératoire

Prélever une quantité d'échantillon (voir 5.1) au moins égale au double de la quantité nécessaire pour remplir le nombre voulu d'anneaux (7.1.1), en aucun cas inférieure à 40 g, et la faire fondre immédiatement dans un récipient propre (5.2.2.1) en utilisant une étuve, une plaque chauffante, un bain de sable ou un bain d'huile (5.2.2.3) pour empêcher toute surchauffe locale. Éviter d'incorporer des bulles d'air dans l'échantillon. Faire fondre l'échantillon complètement mais ne pas le faire chauffer au-dessus de la température minimale nécessaire pour le faire couler. Le laps de temps, séparant le début du chauffage de l'écoulement de l'échantillon, ne doit pas dépasser 15 min.

Pour les matériaux thermosensibles, maintenir en permanence inerte l'atmosphère à l'intérieur du récipient contenant l'échantillon avec de l'azote (N<sub>2</sub>), pendant la fusion.

Pour les matériaux qui ont tendance à se fissurer ou à présenter un retrait dans les anneaux lors du refroidissement, préchauffer les anneaux juste avant de les remplir environ jusqu'à la température à laquelle le produit sera versé. Lors du remplissage, les anneaux doivent reposer sur une surface métallique appropriée. Verser une quantité suffisante d'échantillon dans l'anneau de façon à obtenir un excès de produit au refroidissement. Laisser refroidir au moins 30 min et détacher l'excès de produit sur le bord de l'anneau. Pour retirer l'excès de produit de la partie supérieure, découper proprement l'excès du produit au moyen d'une spatule ou d'un couteau légèrement chauffé (5.2.2.2) ou saisir l'anneau à l'aide de pinces et frotter la surface supérieure de l'éprouvette rapidement et fermement contre la surface d'une plaque métallique chaude. Si la détermination est de nouveau effectuée, utiliser un récipient propre et une nouvelle quantité d'échantillon.

### 5.3 Préparation des éprouvettes à partir d'échantillons ayant un point de ramollissement bas (jusqu'à 35 °C)

#### 5.3.1 Appareillage

5.3.1.1 Feuille d'aluminium.

5.3.1.2 Glace sèche ou congélateur.

5.3.1.3 Couteau ou spatule.

#### 5.3.2 Mode opératoire

Prélever une quantité appropriée d'échantillon (voir 5.1). Placer l'un des anneaux (7.1.1) sur une feuille d'aluminium (5.3.1.1). Verser le produit à essayer dans l'anneau. Ensuite, disposer la feuille et l'anneau rempli sur de la glace sèche ou les mettre au congélateur (5.3.1.2) pour le refroidissement. Le produit situé dans l'anneau doit être exempt de bulles.

Après refroidissement, découper ou racler l'excès de produit en utilisant une spatule ou un couteau légèrement chaud (5.3.1.3) et faire glisser l'anneau doucement sur la feuille. Placer l'anneau sur le support (7.1.6) et immédiatement déterminer le point de ramollissement suivant la description donnée en 7.3.

## 6 Matériaux (liquides de bains de chauffage)

6.1 Eau distillée ou déionisée, fraîchement portée à ébullition, pour des points de ramollissement compris entre 35 °C et 80 °C.

Utiliser de l'eau fraîchement bouillie ayant été refroidie d'au moins 27 °C au-dessous du point de ramollissement présumé mais pas jusqu'à moins de +5 °C. L'utilisation d'eau fraîchement bouillie est essentielle sinon des bulles d'air pourraient se former sur l'éprouvette et influencer sur le résultat.

6.2 Glycérol, pour des points de ramollissement compris entre 80 °C et 150 °C, de qualité USP <sup>1)</sup> ou l'équivalent.

L'utilisation répétée de glycérol augmente la teneur en humidité dans le temps et peut influencer sur les résultats. Si l'on constate un changement d'aspect, il faut renouveler le glycérol.

Ne pas utiliser de glycérol pour des points de ramollissement supérieurs à 150 °C en raison du point éclair du glycérol à 160 °C.

6.3 Huile de silicone (polyméthylsiloxane), ayant une viscosité de 50 cSt, pour des points de ramollissement supérieurs à 80 °C.

L'huile de silicone doit rester stable jusqu'à une température d'au moins 200 °C, elle doit demeurer limpide dans cette plage de température, ne présenter aucune réactivité apparente avec l'éprouvette, être fortement hydrofuge et conserver une viscosité et une vitesse d'agitation uniformes dans cette plage de température.

Si l'on constate un changement d'aspect, il faut renouveler l'huile de silicone. Ne pas utiliser d'huile contenant des particules gélifiées car celles-ci seraient symptomatiques d'une dégradation.

6.4 Éthylène glycol, pour des points de ramollissement inférieurs à 35 °C.

Préparer un nouveau mélange 1 + 1 (en volume) d'eau distillée et d'éthylène glycol avant la détermination. Pour des points de ramollissement entre 0 °C et 35 °C, il est également possible d'utiliser un mélange 1 + 1 (en volume) de glycérol et d'eau.

1) U.S. Pharmacopeia (Pharmacopée des États-Unis).

## 7 Méthode manuelle de l'anneau et de la bille

### 7.1 Appareillage

**7.1.1 Anneaux à épaulement**, en laiton ou en acier, ayant les dimensions indiquées à la Figure 1a).

**7.1.2 Billes en acier**, de diamètre  $(9,53 \pm 0,1)$  mm et de masse  $(3,50 \pm 0,05)$  g.

**7.1.3 Guide de centrage de la bille** (facultatif), en laiton, ayant la forme et les dimensions indiquées à la Figure 1c).

**7.1.4 Bêcher en verre résistant à la chaleur**, de diamètre minimal 85 mm et de profondeur minimale 125 mm depuis l'évasement jusqu'au fond du récipient (un bêcher de forme basse et de 800 ml, en verre résistant à la chaleur, répond à cette exigence).

#### 7.1.5 Thermomètres.

**7.1.5.1 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement bas**, ayant une étendue de mesure comprise entre  $-2$  °C et  $+80$  °C.

**7.1.5.2 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement médians**, ayant une étendue de mesure comprise entre  $30$  °C et  $200$  °C.

**7.1.5.3 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement élevés**, ayant une étendue de mesure comprise entre  $-2$  °C et  $+300$  °C.

Une alternative aux trois thermomètres ci-dessus est possible.

**7.1.5.4 Thermomètre à résistance**, par exemple Pt100 conformément à la CEI 60751.

#### 7.1.6 Support pour anneau et thermomètre

Tout appareillage convenable peut être utilisé pour maintenir en place l'anneau et le thermomètre à condition qu'il satisfasse aux exigences suivantes:

**7.1.6.1** Les anneaux (7.1.1) doivent être maintenus en position horizontale.

**7.1.6.2** Lorsque l'on utilise l'appareillage représenté à la Figure 1d), la partie inférieure de chaque anneau doit être à 25 mm de la plaque horizontale située au-dessous de lui, la surface inférieure de la plaque horizontale doit être à une distance comprise entre 13 mm et 19 mm au-dessus du fond du bêcher (7.1.4) et la hauteur de liquide dans le bêcher ne doit pas être inférieure à 100 mm.

**7.1.6.3** Le thermomètre doit être suspendu de telle manière que la base inférieure du réservoir soit au niveau de la partie inférieure des anneaux et à 13 mm au maximum de chacun des anneaux mais ne les touchant pas. Pour des travaux de référence, ne pas utiliser plus de deux anneaux.

#### 7.1.7 Agitateur.

Le liquide du bain de chauffage (dans le bêcher) doit être agité à une vitesse suffisante pour garantir une répartition uniforme de la chaleur sans causer de mouvement latéral de la résine au fur et à mesure qu'elle se ramollit dans l'anneau. La vitesse d'agitation est généralement comprise entre 500 tr/min et 700 tr/min. Il est possible d'utiliser un agitateur mécanique mû par un moteur, monté de manière que les vibrations engendrées par sa rotation ne soient pas transmises directement au support de l'anneau, ou de placer un agitateur magnétique sous le bain.

**7.1.8 Dispositif de chauffage du liquide du bain**, pouvant conserver la vitesse de montée en température requise.

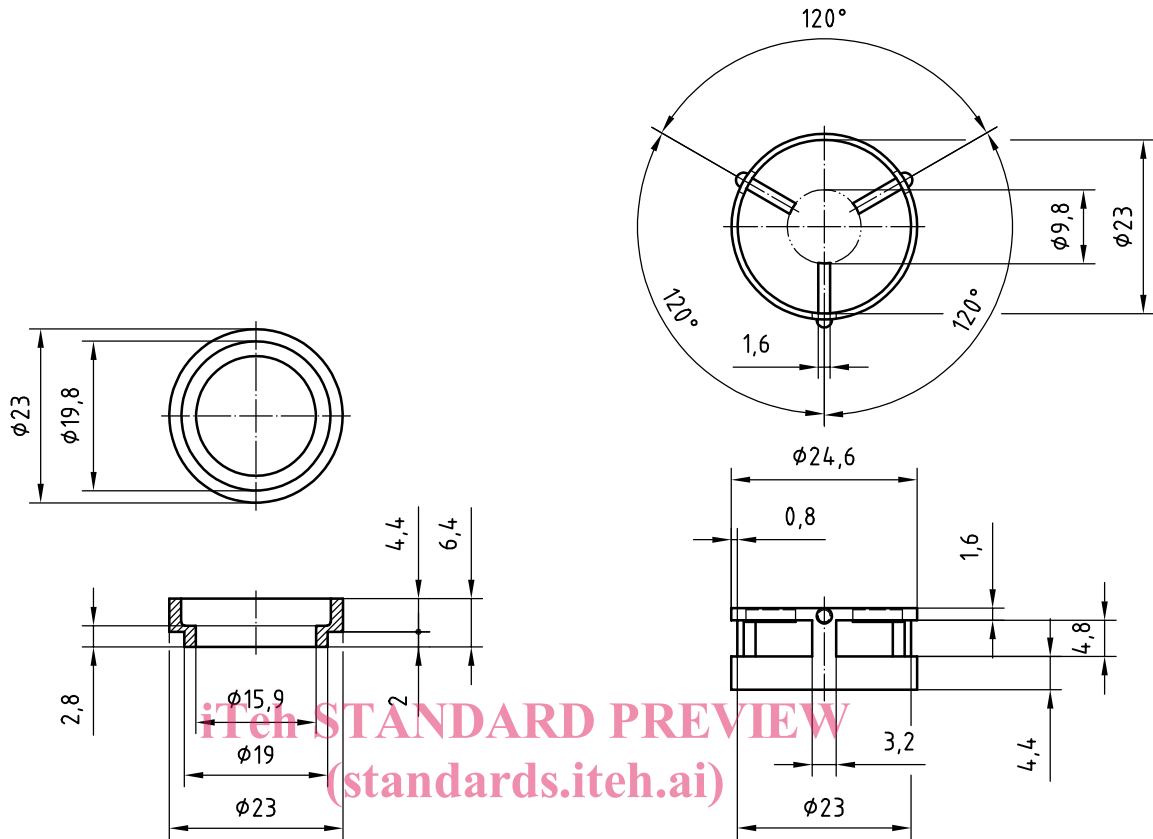
Il est possible d'utiliser un appareil qui élève la température et repère automatiquement le point de ramollissement.

## 7.2 Étalonnage

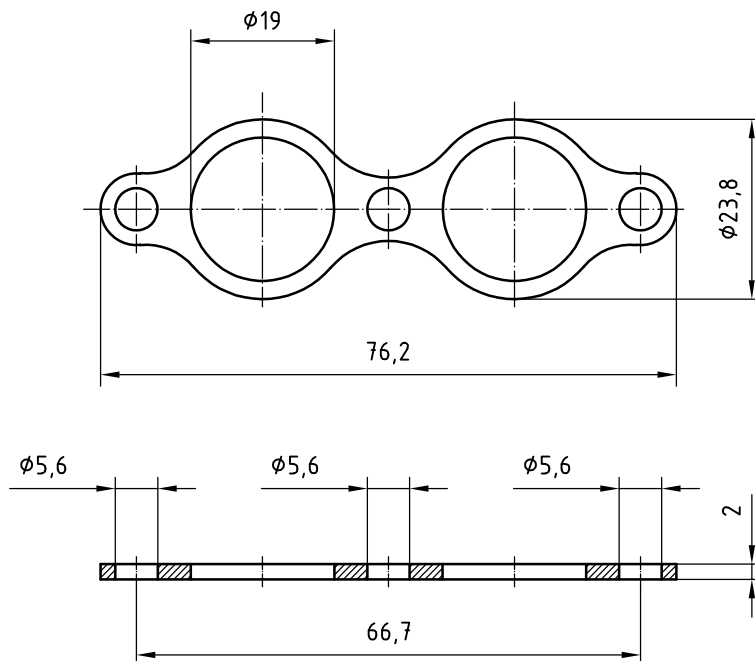
Un contrôle de l'étalonnage des dispositifs de commande de la température de l'appareillage servant à déterminer le point de ramollissement dans le cadre de la méthode manuelle de l'anneau et de la bille doit être réalisé régulièrement car la température doit être contrôlée avec exactitude.



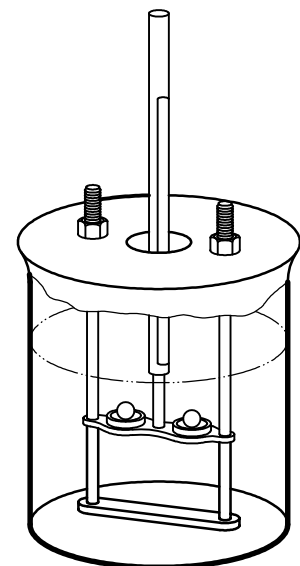
Dimensions en millimètres  
Toutes les tolérances sont de  $\pm 0,2$  mm



a) Anneau à épaulement b) Guide de centrage de la bille



c) Support d'anneau



d) Appareillage assemblé

Figure 1 — Appareillage utilisé pour déterminer manuellement le point de ramollissement