

# NORME INTERNATIONALE



# 412

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

## Essence de térébenthine et essences de bois pour peintures et vernis

*Gum spirit of turpentine and wood turpentine for paints and varnishes*

Première édition – 1976-07-15

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 412:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d55624c9-d84d-4538-519-c80e39898618/iso-412-1976>

À 20 mm  
BUDAPEST – sept. 1987  
(Résolution no 12 de l'ISO/TC 35)

CDU 667.629.2.062.224 : 668.445.4

Réf. n° : ISO 412-1976 (F)

**Descripteurs** : peinture, vernis, essence de térébenthine, spécification de matière, essai, matériel d'essai, propriété physique, polymérisation, propriété optique, indice d'acide, distillation, évaporation.

Prix basé sur 6 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. 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.

La Norme Internationale ISO 412 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux Comités Membres en janvier 1975.

(standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Iran	<a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d55624c9-d84d-4538-b3f9-c80e39928018/iso-412-1976">ISO 412:1976</a>
Allemagne	Irlande	Roumanie
Autriche	Israël	Suède
Brésil	Mexique	Suisse
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Turquie
Finlande	Pays-Bas	Royaume-Uni
France	Pologne	Yougoslavie
Inde	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Cette Norme Internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 412-1965, dont elle constitue une révision technique.

# Essence de térébenthine et essences de bois pour peintures et vernis

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes de l'essence de térébenthine et des essences de bois pour utilisation dans les peintures, vernis et produits assimilés.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO/R 649, *Aréomètres à masse volumique d'usage général.*

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

ISO 1516, *Peintures et vernis — Détermination des catégories de danger par le point d'éclair — Méthode en vase clos.*

ISO 3405, *Produits pétroliers — Détermination des caractéristiques de distillation.*

ISO 3680, *Peintures et vernis — Essai rapide pour la détermination des catégories de danger par le point d'éclair.*

## 3 DÉFINITIONS

**3.1 essence de térébenthine :** Produit obtenu à partir des oléorésines de pins par distillation à température inférieure à 180 °C ou par un autre mode de fractionnement n'altérant pas les constituants terpéniques de ces oléorésines.

Il est d'usage loyal et constant de gemmer uniquement certaines variétés de pins vivants en vue de la fabrication de l'essence de térébenthine.

L'essence de térébenthine est composée d'un mélange de terpènes, ne contenant qu'une faible proportion de sesquiterpènes, et de produits oxygénés.

Elle peut contenir de petites quantités de colophane et d'huile de colophane provenant de sa fabrication, ainsi que des produits d'oxydation dus à son vieillissement, à condition que ces produits soient en proportion suffisamment limitée pour que ses caractéristiques restent à l'intérieur des valeurs limites indiquées dans le tableau, notamment pour sa densité, son résidu d'évaporation et son indice d'acide.

Aucune autre impureté ne peut être admise.

**3.2 essences de bois :** Huiles volatiles constituées essentiellement de divers hydrocarbures terpéniques de la formule générale  $C_{10}H_{16}$ , obtenues à partir de bois de pin.

Trois types d'essence de bois sont actuellement reconnus :

**3.2.1 essence de bois distillée à la vapeur :** Essence de bois obtenue à partir de l'oléorésine du bois provenant des racines ou de l'abattage du pin, soit par extraction directe par la vapeur du bois mécaniquement désintégré, soit par extraction à la vapeur de l'oléorésine obtenue par extraction par solvant.

**3.2.2 essence de bois, dite «au sulfate» :** Essence de bois récupérée pendant la conversion du bois en pâte à papier, par le procédé au sulfate.

**3.2.3 essence de bois par distillation destructive; essence en brut :** Essence de bois obtenue par fractionnement de certaines huiles récupérées en condensant les vapeurs formées au cours de la distillation destructive du bois de pin.

Les essences en brut ont généralement une couleur noirâtre et contiennent des acides, phénols et matières goudronnées. Elles doivent subir une distillation de raffinage avant utilisation. Elles se distinguent immédiatement des autres essences de bois par leur odeur et leur couleur.

## 4 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

L'essence de térébenthine et les essences de bois doivent avoir les caractéristiques énumérées dans le tableau.

## 5 ÉCHANTILLONNAGE

Un échantillon représentatif du produit doit être prélevé conformément aux spécifications de l'ISO 842.

TABLEAU – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Spécification				Méthode d'essai
	Essence de térébenthine	Distillée à la vapeur	«Au sulfate»	Par distillation destructive	
Origine botanique	Peut être déterminée au moment de la vente				—
Apparence	Claire, exempte d'eau et de toute matière solide en suspension				—
Couleur	Normale, ou plus claire, ou conforme à celle de l'échantillon agréé				Chapitre 6
Odeur	Douce et caractéristique, ou conforme à celle de l'échantillon agréé			Caractéristique, ou conforme à celle de l'échantillon agréé	
Densité relative $d_4^{23}$ ( $d_4^{20}$ ) ( $d_4^{27}$ )	0,853 à 0,868 (0,855 à 0,870) (0,849 à 0,864)		0,858 à 0,868 (0,860 à 0,870) (0,854 à 0,864)	0,848 à 0,863 (0,850 à 0,865) (0,844 à 0,859)	Chapitre 7
Indice de réfraction $n_D^{23}$ ( $n_D^{20}$ ) ( $n_D^{27}$ )	1,464 à 1,477 (1,465 à 1,478) (1,462 à 1,475)			1,462 à 1,482 (1,463 à 1,483) (1,460 à 1,480)	Chapitre 8
Distillation 152 °C 170 °C, % (V/V)	ISO 412:1976 <a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d55624c9-d84d-4538-b319-c80e39898618/iso-412-1976">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d55624c9-d84d-4538-b319-c80e39898618/iso-412-1976</a> 0 min. 90			0 min. 60	Chapitre 9 et ISO 3405
Résidu d'évaporation, % (m/m)	max. 2,5				Chapitre 10
Résidu d'oxydation nitrique, ou Résidu de polymérisation sulfurique, % (V/V)	Nul ou tout au plus une mince pellicule non mesurable				Chapitre 11
	max. 12		max. 16		
Indice d'acide	max. 1				Chapitre 12
Point d'éclair, °C	min. 32				ISO 1516 ou ISO 3680

## MÉTHODES D'ESSAI

Au cours des analyses, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

## 6 COULEUR

Comparer la couleur d'une essence à celle d'un échantillon agréé selon une méthode ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

## 7 DENSITÉ RELATIVE

## 7.1 Appareillage

Densimètre, gradué de 0,001 en 0,001 et pouvant fournir des mesures pour les densités relatives comprises entre 0,840 et 0,870, conforme à l'ISO/R 649.

## 7.2 Mode opératoire

Mesurer la densité relative à 23 °C (sauf spécification ou accord contraire, par exemple 20 °C, ou 27 °C pour les pays tropicaux).

Si ce n'est pas possible, mesurer la densité relative à une température aussi voisine que possible de cette température.

Mesurer la température de l'échantillon immédiatement après avoir lu la densité relative sur le densimètre.

### 7.3 Expression des résultats

La densité relative  $d_4^{t_1}$  à la température spécifiée  $t_1$  °C est donnée par la formule

$$d_4^{t_1} = d_4^t + 0,000\ 82 (t - t_1)$$

où  $d_4^t$  est la lecture sur le densimètre effectuée à une température de  $t$  °C.

## 8 INDICE DE RÉFRACTION

### 8.1 Mode opératoire

Mesurer l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre<sup>1)</sup> permettant de connaître la température de la prise d'essai à 0,2 °C près et donnant l'indice de réfraction<sup>2)</sup> avec une précision de 0,000 1.

Il est recommandé d'utiliser un thermostat de précision<sup>3)</sup> permettant de bien régler la température de l'eau circulant dans l'enceinte thermostatique du réfractomètre à 0,1 °C près.

### 8.2 Expression des résultats

L'indice de réfraction  $n_D^{t_1}$  à la température spécifiée  $t_1$  °C est donné par la formule

$$n_D^{t_1} = n_D^t + 0,000\ 45 (t - t_1)$$

où  $n_D^t$  est l'indice de réfraction déterminé à une température de  $t$  °C.

## 9 DISTILLATION

### 9.1 Appareillage

**9.1.1 Appareillage**, tel qu'il est spécifié dans l'ISO 3405.

**9.1.2 Thermomètre basse température**, tel qu'il est spécifié en 4.8 de l'ISO 3405.

### 9.2 Préparation de l'appareillage

Voir ISO 3405, chapitre 6.

### 9.3 Mode opératoire

Procéder conformément aux spécifications de l'ISO 3405, paragraphes 7.1 à 7.3, puis procéder comme suit :

Noter la température lorsque le niveau du liquide dans

l'éprouvette atteint 90 ml<sup>4)</sup>. À ce moment, arrêter la distillation.

### 9.4 Expression des résultats

Corriger les températures obtenues, si nécessaire, pour l'écart trouvé au cours de l'étalonnage (voir ISO 3405). Calculer les températures corrigées, ramenées à la pression atmosphérique normale de 101,3 kPa (1 013 mbar), en ajoutant algébriquement à la température obtenue la correction, en degrés Celsius, donnée par l'une des formules suivantes :

$$0,004\ 27(101,3 - p_1) \text{ ou } 0,042\ 7(1\ 013 - p_2)$$

où

$p_1$  est la pression atmosphérique, en kilopascals;

$p_2$  est la pression atmosphérique, en millibars.

Noter les quantités distillées à 152 °C et à 170 °C. Noter les températures calculées pour le point initial de distillation et pour le volume condensé de 90 %<sup>5)</sup>

NOTE — Si l'essence donne la valeur limite 152 °C ou 170 °C pour l'une des températures (corrigées), il est recommandé d'effectuer une seconde distillation afin de vérifier cette valeur.

ITeCh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 10 RÉSIDU D'ÉVAPORATION

### 10.1 Appareillage

**10.1.1 Capsule cylindrique en verre**, à fond plat, de diamètre 75 mm et de profondeur 25 mm.

**10.1.2 Étuve** (de préférence chauffée électriquement), pouvant être maintenue à une température de  $100 \pm 2$  °C.

### 10.2 Mode opératoire

Peser la capsule (10.1.1) à 0,1 mg près. Ajouter 10 ml d'essence et peser la capsule avec la prise d'essai à 10 mg près. Faire évaporer sur un bain d'eau bouillante durant 2 h. Après évaporation, placer la capsule, durant 2 h, dans l'étuve (10.1.2) convenablement ventilée et thermorégulée à  $100 \pm 2$  °C.

Après refroidissement dans un dessiccateur, peser la capsule avec le résidu à 0,1 mg près.

1) Le réfractomètre d'Abbe, par exemple.

2) Bien que les spécifications de l'indice de réfraction ne soient données qu'avec trois chiffres décimaux, il est utile de connaître avec précision la valeur de l'indice de réfraction de l'essence de térébenthine.

3) Un thermostat du type Höppler, par exemple.

4) Pour une essence de bois par distillation destructive, 60 ml.

5) Pour une essence de bois par distillation destructive, la température pour le volume condensé de 60 %.

### 10.3 Expression des résultats

Le résidu d'évaporation est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule avec la prise d'essai;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule avec le résidu d'évaporation.

## 11 RÉSIDU D'OXYDATION NITRIQUE OU RÉSIDU DE POLYMÉRISATION SULFURIQUE

La détermination du résidu d'oxydation nitrique peut être remplacée par celle du résidu de polymérisation sulfurique. Ces deux déterminations ont pour but de vérifier l'absence d'hydrocarbures paraffiniques et d'hydrocarbures benzéniques, qui sont parfois ajoutés à l'essence de térébenthine.

### 11.1 Résidu d'oxydation nitrique

#### 11.1.1 Réactifs

##### 11.1.1.1 Chlorure de calcium, anhydre.

##### 11.1.1.2 Oxyde d'éthyle.

##### 11.1.1.3 Acide nitrique, concentré fumant, $\rho \geq 1,48$ g/ml.

##### 11.1.1.4 Acide nitrique, concentré non fumant, $\rho$ 1,36 g/ml.

##### 11.1.1.5 Hydroxyde de potassium, solution préparée comme suit :

Dissoudre 50 g d'hydroxyde de potassium dans 500 ml d'eau et 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

#### 11.1.2 Appareillage

**Appareil de Marcusson et de Winterfeld** (voir figure 1), composé d'un ballon de 100 ml muni d'un long col gradué en dixièmes de millilitre, sur 10 ml. Le ballon est fermé par un col rodé portant une ampoule à décanter, jaugée à 10 ml et terminée par une tige étroite. Un petit ajutage ouvert, soudé en haut du col, permet le dégagement des vapeurs nitreuses.

#### 11.1.3 Mode opératoire

**ATTENTION** — En effectuant cet essai, il est essentiel de rester maître de la température de la réaction. Sinon, une explosion peut se produire.

Opérer de préférence sous une hotte.

**11.1.3.1** Introduire 30 ml d'acide nitrique concentré fumant (11.1.1.3) dans le ballon de 100 ml (voir 11.1.2), et refroidir à  $-10^\circ\text{C}$  en le mettant dans un mélange de glace et de sel marin. Verser alors l'échantillon d'essence dans l'ampoule à décanter dont le robinet est fermé, jusqu'au trait repère indiquant 10 ml, puis le faire couler goutte à goutte, très lentement, dans le ballon, en agitant constamment. L'écoulement de l'essence dans le ballon doit durer 30 min au moins. Si la réaction a tendance à s'emballer, ralentir l'addition d'essence.

Lorsque toute l'essence aura été ajoutée, laisser reposer le ballon durant 15 min dans le mélange réfrigérant, puis enlever l'ampoule à décanter et ajouter au contenu du ballon, maintenu à  $-10^\circ\text{C}$ , de l'acide nitrique concentré non fumant (11.1.1.4), préalablement refroidi, afin d'amener le niveau du liquide dans la partie graduée du col.

Si l'essence ne contient pas d'hydrocarbures paraffiniques, on n'observe qu'une mince pellicule brune à la surface du liquide. Dans le cas contraire, les hydrocarbures paraffiniques inattaqués forment une couche surnageante, incolore ou légèrement jaune, dont le volume peut être lu.

**11.1.3.2** Vider le contenu du ballon dans une ampoule à décanter de 100 ml. Après décantation du résidu d'oxydation, s'il existe, évacuer la couche inférieure dans un ballon de 500 ml contenant 150 ml d'eau distillée. Cette dilution produit un fort échauffement et une décantation de matières résineuses ou huileuses.

**11.1.3.3** Laver à l'eau les hydrocarbures paraffiniques restés éventuellement dans l'ampoule à décanter. Éventuellement, on peut déterminer leurs constantes physiques pour les identifier.

**11.1.3.4** Maintenir le ballon de 500 ml durant 15 min au bain-marie, sous une hotte, pour dissoudre complètement les produits d'oxydation terpéniques.

Si des gouttelettes huileuses de couleur rouge-brun continuent à surnager ou à flotter sur le liquide, il y a présomption de présence d'hydrocarbures benzéniques, qui ont été transformés en dérivés nitrés.

Après refroidissement, extraire ces dérivés nitrés, dans une ampoule à décanter, par 100 ml d'oxyde d'éthyle (11.1.1.2). Après évacuation de la couche aqueuse, laver à l'eau la couche étherée pour éliminer l'acide retenu, puis laver avec la solution d'hydroxyde de potassium (11.1.1.5) et enfin une deuxième fois à l'eau. Sécher la solution étherée sur du chlorure de calcium anhydre (11.1.1.1), filtrer et distiller. Peser le résidu après un court chauffage au bain-marie.

### 11.2 Résidu de polymérisation sulfurique

#### 11.2.1 Réactif

**Acide sulfurique**, à 98,5 % (m/m).

Dimensions en millimètres

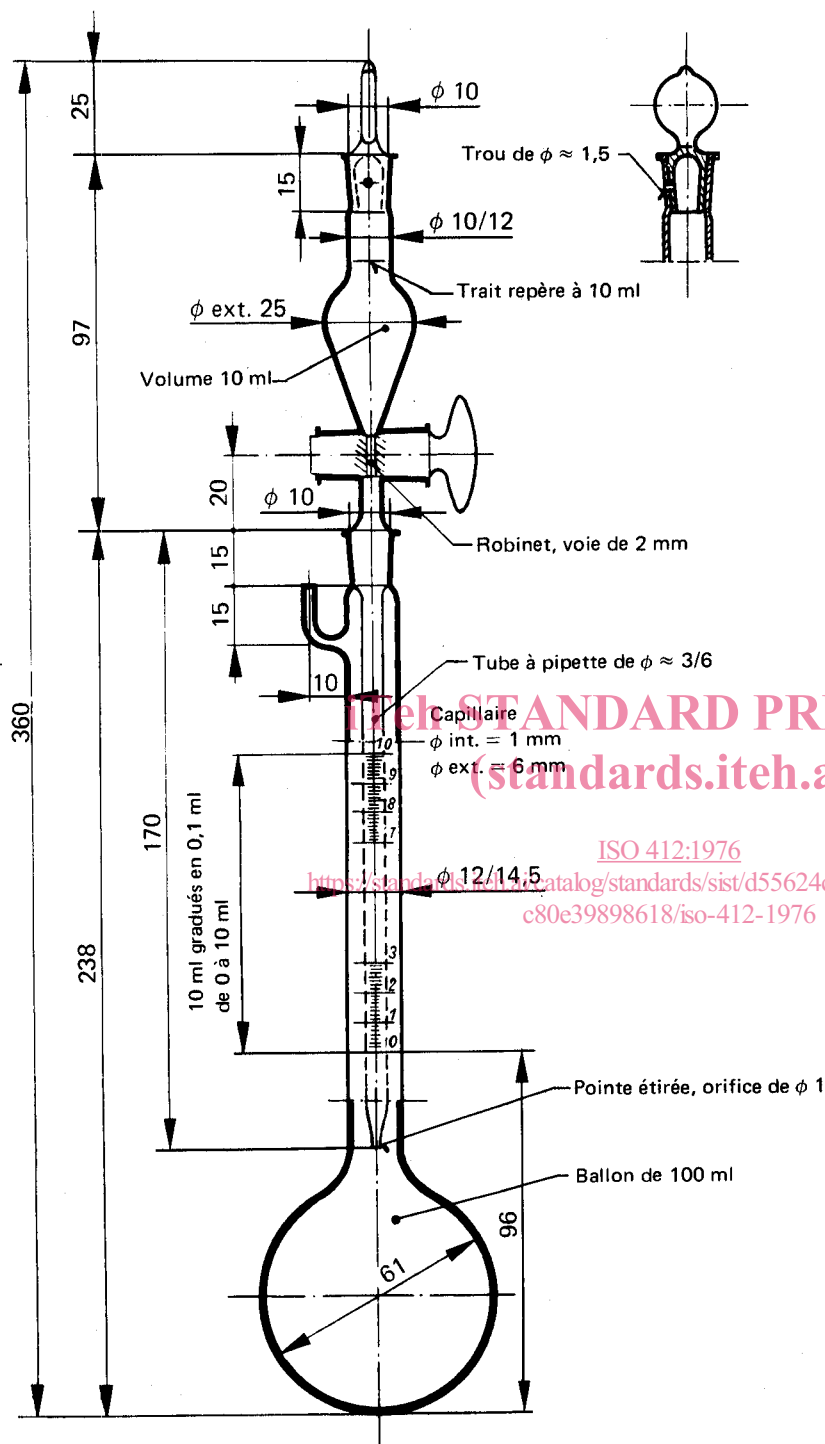


FIGURE 1 – Appareil de Marcusson et de Winterfeld

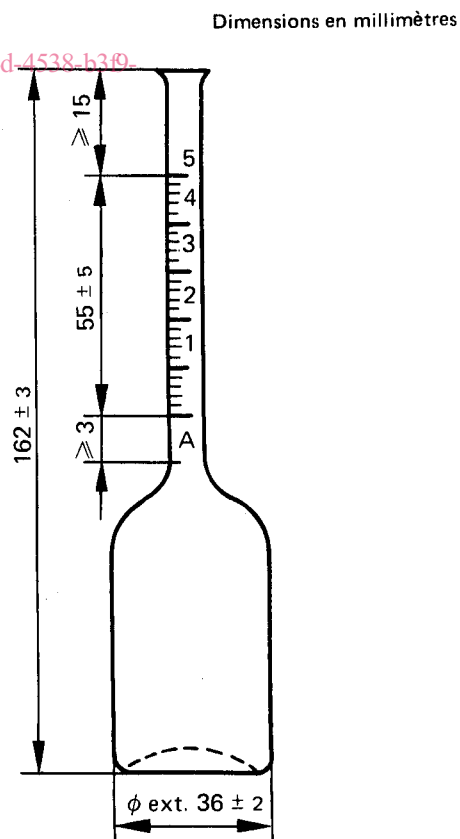


FIGURE 2 – Flacon pour l'essai de polymérisation sulfurique  
(La graduation du flacon est effectuée à 20 °C)

11.2.2 Appareillage

11.2.2.1 Flacon, de capacité 45 ml, muni d'un col gradué jusqu'à 5 ml (voir figure 2).

11.2.2.2 Burette.

11.2.3 Mode opératoire

Verser 20 ml d'acide sulfurique (11.2.1) dans le flacon de 45 ml (11.2.2.1) qui est immergé dans de l'eau glacée. Ajouter lentement, goutte à goutte, à l'aide de la burette (11.2.2.2), 5 ml d'essence. Secouer fréquemment le flacon et prendre des précautions pour empêcher la température de dépasser 60 °C. Quand la température du mélange ne s'élève plus, agiter vigoureusement le flacon, l'immerger dans un bain-marie et chauffer entre 60 et 65 °C durant 10 min; mélanger soigneusement le contenu du flacon en le secouant vigoureusement cinq ou six fois durant cette période.

Laisser refroidir ensuite le flacon à la température ambiante et ajouter une quantité suffisante d'acide sulfurique (11.2.1) pour amener le résidu non polymérisé dans la partie graduée du col du flacon, la surface de séparation de ce résidu et du mélange sulfurique devant se trouver au zéro de la graduation ou légèrement au-dessus.

Laisser reposer durant la nuit le flacon bouché (on peut également centrifuger) et lire le volume du résidu non polymérisé, en millilitres.

11.2.4 Expression des résultats

Le résidu de polymérisation est donné, en pourcentage en volume, par la formule

$$\frac{5 - V}{5} \times 100$$

où V est le volume, en millilitres, du résidu non polymérisé.

12 INDICE D'ACIDE

12.1 Réactifs

12.1.1 Éthanol, à 95 % (V/V), neutre à la solution de phénolphtaléine (12.1.3).

12.1.2 Hydroxyde de potassium, solution titrée 0,1 M dans l'éthanol à 95 % (V/V).

12.1.3 Phénolphtaléine, solution 1 % (m/m) dans l'éthanol à 95 % (V/V).

12.2 Prise d'essai

À l'aide d'une pipette, prélever une prise d'essai de 10 ml d'essence, et l'introduire dans une fiole conique, de 100 ml, préalablement tarée.

Déterminer la masse de cette prise d'essai à 0,1 mg près.

12.3 Mode opératoire

Ajouter, dans la fiole conique, 20 ml d'éthanol (12.1.1) et quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (12.1.3).

Titrer à froid, avec la solution titrée éthanolique d'hydroxyde de potassium (12.1.2) placée dans une burette, jusqu'à coloration rose.

12.4 Expression des résultats

L'indice d'acide est donné par la formule

$$56,1 \times \frac{T V}{m}$$

où T est le titre, en moles par litre, de la solution titrée éthanolique d'hydroxyde de potassium (12.1.2);

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée éthanolique d'hydroxyde de potassium (12.1.2) utilisé;

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

13 PROCÈS-VERBAL DES ESSAIS

Le procès-verbal des essais doit contenir au moins les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme Internationale, ou d'une norme nationale correspondante;
- b) type et identification du produit essayé;
- c) résultats des essais, et si le produit essayé est conforme ou non aux limites de la spécification appropriée;
- d) compte rendu de toute modification, après accord ou autrement, des modes opératoires spécifiés;
- e) date des essais.





Publié 1976-09-15

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

Essence de térébenthine et essences de bois pour peintures et vernis

## ERRATUM

Page 6

Dans le paragraphe 11.2.4, la formule doit être :

$$\frac{5 - V}{5} \times 100$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/412-1976-09-15/iso-412-1976-09-15  
Essence de térébenthine et essences de bois pour peintures et vernis