
**Liants pour peintures et vernis —
Colophane — Analyse par
chromatographie en phase gazeuse**

Binders for paints and varnishes — Gum rosin — Gas-chromatographic analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19334:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>



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 19334:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

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

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 19334 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 19334:2006) dont le Tableau 1 a fait l'objet d'une révision technique. Le nom *Pinus keyisia* a été corrigé et les données relatives à la composition de l'acide résinique du *Pinus yunnanensis* ont été ajoutées.

Introduction

Les colophanes sont des produits commerciaux importants, principalement composées d'acides résiniques, mais contenant aussi des produits neutres. Pour de nombreuses applications, il est nécessaire de connaître le niveau d'acide résinique individuel présent dans ces produits. L'utilité de la chromatographie en phase gazeuse a été démontrée pour ces dosages (voir l'ASTM D 509), et la chromatographie capillaire, spécifiée dans ces méthodes d'essai, est considérée comme la technique la plus efficace de chromatographie en phase gazeuse actuellement disponible.

En raison de la liaison hydrogène, les acides résiniques non modifiés ne peuvent être évaporés à la pression atmosphérique sans subir de décomposition. Il est donc nécessaire de convertir les acides libres en esters méthyliques plus stables et plus volatils, avant la séparation chromatographique.

La présente Norme internationale décrit une façon de préparer des esters méthyliques. La méthode classique emploie du diazométhane, produit toutefois dangereux et toxique, qui n'est plus l'agent privilégié.

L'hydroxyde de triméthylphénylammonium (TMPAH) et l'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH) sont des agents de méthylation satisfaisants car ils donnent des résultats très proches de ceux du diazométhane, mais sans les dangers associés au diazométhane.

Le *N,N*-diméthylformamide diméthyl acétal (DMF-DMA) donne des résultats comparables à ceux obtenus avec le TMPAH et le TMAH et est facile à utiliser en toute sécurité. Toutefois, le réactif étant sensible à l'humidité, il est nécessaire que les échantillons ne présentent pas une teneur élevée en eau.

La présente Norme internationale spécifie la méthode employant le TMAH.

[ISO 19334:2010](https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>

Liants pour peintures et vernis — Colophane — Analyse par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par chromatographie en phase gazeuse permettant de déterminer la quantité de certains acides résiniques dans la colophane par séparation par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire des esters méthyliques volatils de ces acides. Elle est essentiellement destinée à l'identification de la colophane des essences spécifiques de pins. Elle n'a pas été élaborée pour l'analyse quantitative de la colophane. Si de telles analyses sont nécessaires, il convient d'utiliser la méthode de l'étalon interne spécifiée dans l'ASTM D 5974.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

GB 8145, *Gum rosin — Test methods of rosin*

ASTM D 509, *Standard Test Methods of Sampling and Grading Rosin*

Naval Stores Act de 1923 (42 Stat 1435.7, USC 91-99) amendé en 1951

3 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif conformément aux modes opératoires spécifiés dans les normes GB 8145, ASTM D 509 ou dans le Naval Stores Act de 1923 (42 Stat 1435.7, USC 91-99) amendé en 1951.

NOTE Les échantillons de colophane issus de prélèvements récemment effectués au cœur d'une masse importante de résine permettent de garantir que les résultats ne sont pas faussés par l'oxydation à l'air de la colophane.

4 Appareillage

4.1 Chromatographe en phase gazeuse

Utiliser un appareil muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) pouvant fonctionner dans les conditions indiquées en 7.1.

4.2 Colonne

La colonne recommandée (colonne de référence) est une colonne BDS de silice fondue d'une longueur de 25 m, d'un diamètre intérieur de 0,32 mm et d'une épaisseur de film de 0,20 µm, donnant une séparation équivalente ou meilleure que celle qui est représentée aux Figures 1 à 3.

Si d'autres colonnes sont utilisées, les conditions opératoires doivent être choisies de sorte que la séparation obtenue soit équivalente ou meilleure que celle qui est représentée aux Figures 1 à 3.

5 Réactifs et matériaux

Il convient que des produits chimiques de qualité «réactifs» soient utilisés de préférence dans toutes les analyses. Si d'autres qualités sont utilisées, il doit d'abord être vérifié que le réactif concerné est d'une pureté suffisamment élevée pour permettre son utilisation sans amoindrir l'exactitude du dosage.

5.1 Hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH) en solution, à 24 % dans du méthanol, N° CAS 75-59-2.

5.2 Hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH) en solution, à 6 % dans du méthanol. Diluer 25 ml du réactif décrit en 5.1 avec 75 ml de méthanol.

5.3 Solution de phénolphtaléine, à 1 % (masse volumique) dans du méthanol.

5.4 Méthanol, anhydre.

5.5 Toluène (facultatif).

6 Préparation des esters méthyliques

Peser environ 50 mg d'un échantillon dans un flacon approprié et le dissoudre dans 0,5 ml à 3,0 ml de méthanol. Ajouter 2 à 3 gouttes de solution indicatrice de phénolphthaléine et titrer avec la solution à 6 % jusqu'à coloration rose (pH 7,8 à 8,1). Lorsque la solution est injectée dans le dispositif d'injection chauffé du chromatographe, les sels de tétraméthylammonium sont pyrolysés en esters méthyliques.

NOTE Pour la résine sous forme solide, il est possible d'ajouter au flacon 2 à 3 gouttes de toluène, avant l'ajout de TMAH, afin de faciliter la dissolution de l'échantillon.

7 Analyse chromatographique en phase gazeuse

7.1 Réglage du chromatographe en phase gazeuse (CG)

Régler le CG de sorte qu'il présente approximativement les conditions suivantes (voir également le dernier alinéa du présent paragraphe):

Température de la colonne:	195 °C, isotherme
Température du dispositif d'injection:	300 °C
Insert du dispositif d'injection:	diviseur en verre
Température du détecteur:	280 °C
Gaz vecteur:	hydrogène ou hélium
Débit linéaire:	40 cm/s
Rapport de division:	40 à 1
Détecteur:	FID
	hydrogène: 50 kPa
	air: 100 kPa

Ce sont les conditions caractéristiques de fonctionnement d'un appareil utilisant une colonne BDS. Les appareils particuliers utilisés doivent être réglés conformément aux instructions du fabricant afin d'optimiser leurs performances. Un réglage continu de la température et du débit de fonctionnement peut être nécessaire afin de maintenir une performance optimale de la colonne en raison du vieillissement.

7.2 Analyse

Injecter 0,5 µl à 1,0 µl de l'échantillon d'essai préparé à l'Article 6.

NOTE Il peut être nécessaire de diluer l'échantillon avec un solvant supplémentaire afin d'obtenir des injections qui ne surchargent pas la colonne ou le détecteur.

7.3 Calcul

Additionner toutes les aires de chacun des pics, excepté le pic du solvant, afin d'obtenir l'aire totale des pics.

Calculer le pourcentage relatif de chaque ester méthylique d'acide résinique présent, sans correction de la quantité de produits polymères présents, à l'aide de l'équation

$$\text{Acide résinique (\%)} = \frac{A \times 100}{A_{\text{Tot}}}$$

où

A est l'aire de pic de l'ester méthylique d'acide résinique déterminé;

A_{Tot} est la somme des aires de tous les pics d'ester méthylique d'acide résinique.

NOTE Voir les Figures 1 à 3 relatives aux chromatogrammes types de colophanes sélectionnées et voir le Tableau 1 relatif à leur composition, déterminée à partir de ces chromatogrammes et d'autres du même type.

8 Rapport d'essai

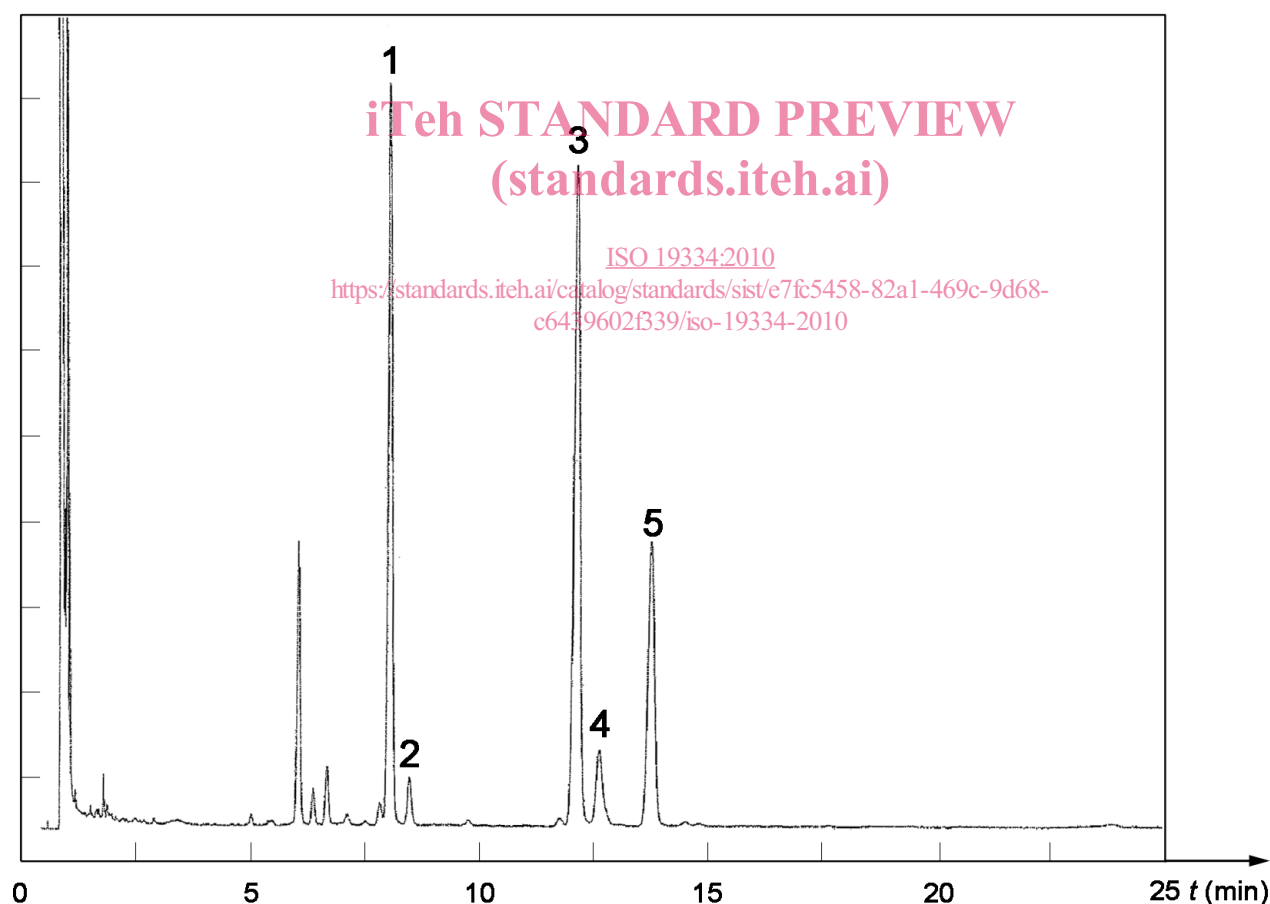
Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- tous les détails permettant l'identification du produit soumis à essai;
- la référence à la présente Norme internationale (ISO 19334:2010);
- le pourcentage de l'aire de chaque acide résinique à 0,1 % près;
- l'identité de la colophane par comparaison avec le Tableau 1 et les Figures 1 à 3;
- tout écart par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- la date de l'essai.

Tableau 1 — Teneur type en acides résiniques caractéristiques dans la colophane des essences de pins
(déterminée par la méthode de chromatographie en phase gazeuse spécifiée dans la présente Norme internationale)

Acide résinique	<i>Pinus massoniana</i>	<i>Pinus merkusii</i>	<i>Pinus elliotii</i>	<i>Pinus pinaster</i>	<i>Pinus caribaea</i>	<i>Pinus keyisia</i>	<i>Pinus yunnanensis</i>	Rétention relative
	%	%	%	%	%	%	%	
Commun	0	0	5	0	1	0	0	0,588
Palustrique	25	20	19	19	22	20	26	0,634
Isopimarique	2	15	17	5	8	4	6	0,664
Abiétique	35	35	23	38	35	41	31	0,967
Déhydroabiétique	4	5	5	6	7	4	5	1,000
Néoabiétique	16	5	20	16	17	18	22	1,092
Mercure	0	7	0	0	0	0	0	1,514

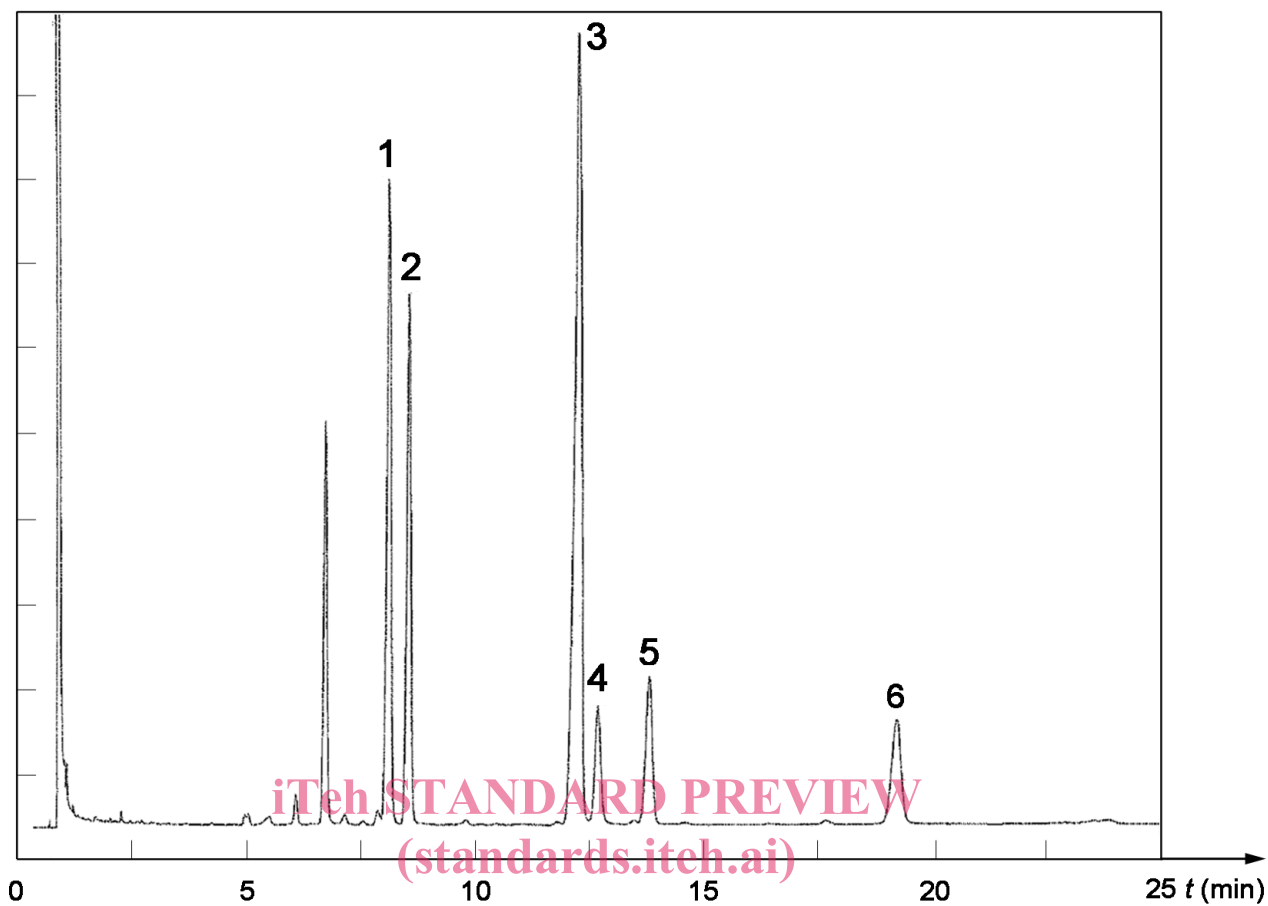
NOTE Chromatographie gaz-liquide (CGL) sur colonne capillaire. Pics identifiés élués sous forme d'esters méthyliques. Conversion des acides résiniques en dérivés méthyliques au moyen du mode opératoire utilisant l'hydroxyde de tétraméthylammonium (TMAH). Colonne: BDS de silice fondue, $l = 25$ m, $d = 0,32$ mm, épaisseur du film = $0,2 \mu\text{m}$, $T = 195$ °C (isotherme), gaz vecteur H_2 à 50 kPa.



Légende

- | | | | |
|---|--------------------|---|------------------------|
| 1 | acide palustrique | 4 | acide déhydroabiétique |
| 2 | acide isopimarique | 5 | acide néoabiétique |
| 3 | acide abiétique | | |

Figure 1 — Chromatogramme d'esters méthyliques d'acide résinique de la résine de *Pinus massoniana*



ISO 19334:2010

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/e7fc5458-82a1-469c-9d68-c6439602f339/iso-19334-2010>

Légende

- 1 acide palustrique
- 2 acide isopimarique
- 3 acide abiétique
- 4 acide déhydroabiétique
- 5 acide néoabiétique
- 6 acide de mercure

Figure 2 — Chromatogramme d'esters méthyliques d'acide résinique de la résine de *Pinus merkusii*