
**Liants pour peintures et vernis —
Détermination de l'indice
d'hydroxyle —**

**Partie 2:
Méthode titrimétrique utilisant un
catalyseur**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Binders for paints and varnishes — Determination of hydroxyl value —
Part 2: Titrimetric method using a catalyst*

ISO 4629-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Nombre de déterminations.....	3
8.2 Prise d'essai.....	3
8.3 Détermination.....	3
8.4 Essai à blanc.....	4
8.5 Détermination de l'indice d'acide.....	4
9 Expression des résultats	4
10 Fidélité	4
10.1 Répétabilité.....	4
10.2 Reproductibilité.....	5
11 Rapport d'essai	5
Bibliographie	6

ISO 4629-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-1538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-1538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

L'ISO 4629 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle*:

- *Partie 1: Méthode titrimétrique sans catalyseur*
- *Partie 2: Méthode titrimétrique utilisant un catalyseur*

Introduction

Il existe différentes méthodes normalisées permettant de déterminer l'indice d'hydroxyle des résines. La méthode classique utilisant la pyridine sans catalyseur est spécifiée dans l'ISO 4629-1. Les avantages de la méthode utilisant un catalyseur sont les suivants:

- les solvants utilisés sont moins dangereux pour la santé;
- la consommation de solvant est plus faible;
- la méthode est plus rapide en raison des temps de réaction plus courts;
- le point final du titrage est plus facile à observer;
- les polyols sont plus faciles à dissoudre.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4629-2:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4629-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>

Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle —

Partie 2: Méthode titrimétrique utilisant un catalyseur

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4629 spécifie une méthode titrimétrique permettant de déterminer l'indice d'hydroxyle des résines, des liants pour peintures et vernis, des alcools primaires, des glycols et des matières grasses. Son applicabilité pour les acides hydrocarboxyliques, les groupes hydroxyle phénoliques, les polyols tels que le triméthylpropane et les substances contenant des groupes aromatiques activés pour une acylation de Friedel-Crafts, doit être déterminée au cas par cas.

Dans les conditions appropriées, la méthode est également applicable pour déterminer l'indice d'hydroxyle de l'huile de ricin et de ses dérivés.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 660, *Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité*

ISO 2114:2000, *Plastiques (résines de polyesters) et peintures et vernis (liants) — Détermination de l'indice d'acide partiel et de l'indice d'acide total*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

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 donnés dans l'ISO 4618 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 indice d'hydroxyle

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) correspondant aux groupes hydroxyle qui ont été acétylés dans des conditions d'essai prescrites, contenus dans 1 g du produit soumis à l'essai

[SOURCE: ISO 4629-1:2016, 3.1]

4 Principe

Les groupes hydroxyle contenus dans les polyols sont acétylés par l'anhydride acétique. L'excès d'anhydride acétique est titré avec une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau au moins de qualité 3 selon l'ISO 3696.

5.1 N-méthylpyrrolidone (NMP).

NOTE Le groupe de travail de la commission des chimistes valide des méthodes utilisant des substances moins dangereuses telles que le dioxolane et autres hétérocycles.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique, $c = 0,5$ mol/l.

L'éthanol peut aussi être utilisé si le produit à soumettre à essai est soluble dans l'éthanol.

5.2.1 Préparation

Peser, à 0,05 g près, 28 g d'hydroxyde de potassium, dissoudre dans la quantité minimale d'eau dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter jusqu'au trait avec du méthanol et homogénéiser.

5.2.2 Étalonnage

Peser, à 0,01 g près, dans une fiole conique de 250 ml, 2,5 g d'hydrogénéphthalate de potassium, préalablement séché à masse constante à environ 120 °C et refroidi dans un dessiccateur. Ajouter 150 ml d'eau fraîchement bouillie puis refroidie, et mélanger jusqu'à dissolution.

Titre la solution d'hydroxyde de potassium préparée en 5.2.1, en utilisant la solution de phénolphtaléine comme indicateur, jusqu'à ce que la coloration rouge persiste durant au moins 10 s.

Calculer la concentration réelle, c , exprimée en moles d'ions hydroxyle (OH⁻) par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium, à l'aide de la [Formule \(1\)](#).

$$c = \frac{m}{V} \cdot \frac{1\,000}{204,22} \quad (1)$$

où

m est la masse, en grammes, d'hydrogénéphthalate de potassium prélevé;

V est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium, utilisé pour le titrage;

204,22 est la masse molaire relative, en grammes par mole, de l'hydrogénéphthalate de potassium.

5.3 Méthyléthylcétone (MEK).

5.4 Eau déminéralisée.

5.5 Réactif acétylant, préparer une solution d'anhydride acétique à 10 % dans du NMP ([5.1](#)).

5.6 Solution de catalyseur, préparer une solution de 4-N-diméthylaminopyridine à 1 % (en masse) dans du NMP ([5.1](#)).

5.7 Indicateur de solution, préparer une solution de thymolphtaléine à 1 % (en masse) ou de phénolphtaléine à 0,05 % (en masse) dans du NMP ([5.1](#)).

6 Appareillage

Matériel courant et verrerie de laboratoire, ainsi que ce qui suit.

- 6.1 Titrimètre automatique.
- 6.2 Balance analytique.
- 6.3 Fiole conique de 250 ml à col rodé.
- 6.4 Burette de 50 ml à piston motorisé.
- 6.5 Plaque chauffante.
- 6.6 Agitateur magnétique.

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit soumis à essai, conformément à l'ISO 15528.

8 Mode opératoire

8.1 Nombre de déterminations

Effectuer la détermination en triple en titrant l'échantillon par potentiométrie ou en utilisant un indicateur coloré.

ISO 4629-2:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/665c4acd-f538-47ae-8c58-cd7b9435a534/iso-4629-2-2016>

8.2 Prise d'essai

La masse initiale d'échantillon requise pour la détermination dépend de l'indice d'hydroxyle attendu et doit être calculée à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$m = \frac{300}{HV_e} \quad (2)$$

où

m est la masse initiale de l'échantillon, en grammes;

HV_e est l'indice d'hydroxyle attendu, en milligrammes de KOH par gramme de produit.

Peser, à 1 mg près, la prise d'essai appropriée dans la fiole conique de 250 ml ([6.3](#)).

8.3 Détermination

Ajouter 30 ml de la solution de catalyseur ([5.6](#)) et 10 ml de réactif acétylant ([5.5](#)). Fermer la fiole à l'aide d'un bouchon et dissoudre l'échantillon en agitant et, si nécessaire, en chauffant le mélange. Ensuite, tout en agitant continuellement sur l'agitateur magnétique ([6.6](#)), laisser la réaction se dérouler pendant au moins 15 min à température ambiante (23 ± 2) °C.

Tous les produits contenant des groupes OH secondaires nécessitent un temps de réaction d'au moins 60 min, et il s'avère que c'est également le cas pour les polyols contenant des groupes OH secondaires.

Arrêter la réaction en ajoutant 3 ml d'eau déminéralisée ([5.4](#)) et agiter pendant 12 min supplémentaires.