

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 4629-1

ISO/TC 35/SC 10

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2014-12-18

Vote clos le:
2015-05-18

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

Partie 1: Méthode titrimétrique sans catalyseur

*Binders for paints and varnishes — Determination of hydroxyl value — Titrimetric method —
Part 1: Titrimetric method without using a catalyst*

ICS: 87.060.20

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a04fdbco-ca99-4df3-ac24-b27ffac74cd/iso-4629-1-2016>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVER ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

TRAITEMENT PARRALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet a été élaboré dans le cadre de l'Organisation internationale de normalisation (ISO) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction de l'ISO**, tel que défini dans l'Accord de Vienne.

Le projet est par conséquent soumis en parallèle aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN pour enquête de cinq mois.

En cas d'acceptation de ce projet, un projet final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel au sein du CEN.

Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.



Numéro de référence
ISO/DIS 4629-1:2014(F)

© ISO 2014

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a04fdbco-ca99-4df3-ac24-b27ffac74cd/iso-4629-1-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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
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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
9 Expression des résultats	5
10 Fidélité	6
11 Rapport d'essai	6
Bibliographie	7

iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ac4fdbb0-ca99-4df3-ac24-b27ffac74cd/iso-4629-1-2016>

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 (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 4629-1 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*.

L'ISO 4629-1 annule et remplace l'ISO 4629:1996, qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes :

- a) la norme a été numérotée en tant qu'ISO 4629-1 ;
- b) la norme a fait l'objet d'une révision rédactionnelle et les références normatives ont été mises à jour ;
- c) la concentration de la solution de phénolphtaléine (indicateur) a été modifiée.

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*

Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Partie 1: Méthode titrimétrique sans catalyseur

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4629 prescrit une méthode titrimétrique pour le dosage des groupes hydroxyles libres dans les liants et solutions de liant pour peintures et vernis. Les groupes hydroxyles peuvent être présents sous forme d'alcools polyvalents, d'esters partiels, de groupes terminaux polyesters ou d'acides gras hydroxylés.

Cette méthode n'est pas applicable aux résines comportant à la fois des groupes hydroxyles et des groupes époxydes, car ces derniers peuvent également être compris dans le résultat. La méthode n'est pas non plus applicable au nitrate de cellulose et aux résines phénoliques.

NOTE 1 Si, dans le cas de solutions de liant, seul l'indice d'hydroxyle du liant doit être déterminé, il est nécessaire de tenir compte de la possibilité que d'autres constituants de la solution de liant puissent contenir des groupes hydroxyle.

NOTE 2 Une méthode pour la détermination de l'indice d'hydroxyle des résines époxydiques est décrite dans l'ISO 7142 [1].

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 385-1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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

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*

3 Termes et définitions

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

3.1

indice d'hydroxyle

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

4 Principe

Les groupes hydroxyles contenus dans une prise d'essai sont acétylés par l'anhydride acétique. L'excès d'anhydride acétique est hydrolysé et l'acide acétique formé est titré avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium, soit en présence d'un indicateur coloré, soit par potentiométrie.

NOTE Les amines primaires et secondaires, si elles sont présentes, seront aussi acétylées. Dans ce cas, il devra en être tenu compte lors du calcul de l'indice d'hydroxyle.

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 Hydrogénéophthalate de potassium $[C_6H_4(COOH)_2HK]$.

5.2 Acétate d'éthyle, anhydre.

5.3 Toluène/butanol, mélange 1 + 2 en volume.

5.4 Pyridine/eau, mélange 3 + 1 en volume.

5.5 Réactif acétylant.

Dissoudre 4,0 g d'acide p-toluène sulfonique monohydraté ($CH_3C_6H_4SO_3H \cdot H_2O$) dans 100 ml d'acétate d'éthyle (5.2), de préférence au moyen d'un agitateur magnétique.

À cette solution, ajouter lentement et en agitant, 33 ml d'anhydride acétique. S'assurer que le titrage de 5 ml de ce réactif nécessite un volume compris entre 40 ml et 50 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

5.6 Hydroxyde de potassium, solution méthanolique titrée, $c(KOH) \approx 0,5$ mol/l.

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

5.6.1 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.

5.6.2 Étalonnage

Peser, à 0,01 g près, dans une fiole conique de 250 ml, 2,5 g d'hydrogénéophthalate de potassium (5.1), 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 5.6.1, en utilisant la solution de phénolphaléine (5.7) 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 l'équation (1) :

$$c = \frac{m}{V} \cdot \frac{1000}{204,22} \quad (1)$$

où

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

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

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

5.7 Phénolphthaléine, solution à 5 g/l dans de l'éthanol à 95 % (en volume), du méthanol ou du propan-2-ol.

5.8 Indicateur mixte, solution.

Mélanger 3 parties en volume d'une solution éthanolique de bleu de thymol à 1 g/l avec 1 partie en volume d'une solution éthanolique de rouge de crésol à 1 g/l.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Fiole conique, à col rodé, d'une capacité d'environ 250 ml.

6.2 Réfrigérant à reflux, avec joint en verre rodé adaptable à la fiole conique (6.1).

6.3 Microburette ou **pipette** conforme aux prescriptions de l'ISO 648, classe A, d'une capacité de 5 ml, pour le réactif acétylant (5.5). Fiole conique de 100 ml à col rodé.

WARNING — Si une pipette est utilisée, il convient qu'il ne s'agisse pas d'une pipette à aspiration buccale en raison de la nature corrosive du réactif.

6.4 Burette, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, d'une capacité de 50 ml, pour la solution d'hydroxyde de potassium (5.6).

6.5 Appareil de chauffage, par exemple bain d'huile ou bain de sable, réglable à $(50 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

6.6 Appareil de titrage potentiométrique, muni d'une électrode en verre et d'une électrode de référence. L'emploi de cet appareil est une alternative optionnelle (voir 8.3).

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 double.

8.2 Prise d'essai

Par référence au Tableau 1, sélectionner la masse appropriée de la prise d'essai à prélever. Si l'indice d'hydroxyle ne peut pas être présumé, prélever une prise d'essai de 2,0 g et effectuer une détermination préliminaire.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice d'hydroxyle présumé mg KOH/g	Masse approximative de la prise d'essai g
40	7,0
50	5,6
60	4,7
70	4,0
80	3,5
90	3,1
100	2,8
140	2,0
180	1,6
200	1,4
250	1,1
280	1,0
350	0,8
400	0,7
500	0,6
1 000	0,3

Peser, à 1 mg près, la prise d'essai appropriée dans la fiole conique (6.1).

8.3 Détermination

Ajouter 5 ml d'acétate d'éthyle (5.2) au contenu de la fiole conique et agiter, si nécessaire en tiédissant légèrement, jusqu'à dissolution de la prise d'essai (8.1).

Si la prise d'essai n'est pas soluble dans l'acétate d'éthyle, un autre solvant peut être utilisé.

Laisser refroidir à la température ambiante, ajouter (5,00 ± 0,002) ml (voir NOTE 1) du réactif acétylant (5.5) au moyen de la microburette ou de la pipette (6.3), et adapter le réfrigérant à reflux (6.2) sur la fiole conique.

Chauffer la fiole dans l'appareil de chauffage (6.5), réglé à (50 ± 1) °C, durant 20 min, en agitant toutes les 5 min.

Refroidir le contenu de la fiole à la température ambiante, retirer le réfrigérant, ajouter 2 ml d'eau, remettre en place le réfrigérant et agiter la fiole énergiquement. Ajouter 10 ml du mélange pyridine/eau (5.4) par le haut du réfrigérant pour rincer ce dernier. Mélanger le contenu de la fiole et laisser reposer durant 5 min à température ambiante. Ajouter 30 ml du mélange toluène/butanol (5.3) par le haut du réfrigérant et utiliser de nouveau 30 ml du mélange toluène/butanol pour rincer le joint entre le réfrigérant et la fiole.

Titrer avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.6)

- soit en présence d'un indicateur coloré (voir NOTE 2) : quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (5.7) ou de l'indicateur mixte (5.8)
- soit en déterminant le point final par potentiométrie (voir NOTE 3) à l'aide de l'appareil de titrage potentiométrique (6.6).

NOTE 1 La tolérance de 0,2 ml sur le volume de réactif acétylant est nécessaire pour obtenir la précision requise du résultat d'essai.

NOTE 2 Les changements de couleur sont les suivants :

- phénolphthaléine : incolore (acide) / rouge (alcalin) ;
- indicateur mixte : jaune (acide) / bleu (alcalin).

NOTE 3 Le titrage potentiométrique est préférable dans le cas d'indices d'hydroxyle inférieurs à 10 ou dans le cas de solutions de couleur foncée.

8.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en employant $(5,00 \pm 0,02)$ ml du réactif acétylant (5.5), mais en omettant la prise d'essai.

8.5 Détermination de l'indice d'acide

Déterminer l'indice d'acide conformément à l'ISO 2144:2000, Méthode A.

9 Expression des résultats

Calculer l'indice d'hydroxyle, HV, exprimé en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de l'Équation 2 :

$$HV = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c \cdot 56,1}{m} + AV \quad (2)$$

où

V_0 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium (5.6) utilisé pour l'essai à blanc (8.4) ;

V_1 est le volume, en millilitres, de solution d'hydroxyde de potassium (5.6) utilisé pour la détermination (8.3) ;

c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.6) ;

56,1 est le facteur de conversion des millilitres d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, en milligrammes d'hydroxyde de potassium ;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.2) ;

AV est l'indice d'acide (8.5), en milligrammes de KOH par gramme de produit.

Si des amines primaires ou secondaires sont présentes, elles doivent être prises en compte dans le calcul de l'indice d'hydroxyle.