
**Peintures et vernis — Détermination
des solvants dans des peintures
diluables à l'eau — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Paints and varnishes — Determination of solvents in water-thinnable
coating materials — Gas-chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22518:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-e3cbcb2def40/iso-22518-2019)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-
e3cbcb2def40/iso-22518-2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-e3cbcb2def40/iso-22518-2019)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22518:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-e3cbb2def40/iso-22518-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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 Unités	1
5 Principe	1
6 Appareillage	2
6.1 Chromatographe en phase gazeuse.....	2
6.1.1 Généralités.....	2
6.1.2 Système d'injection des échantillons.....	2
6.1.3 Four.....	2
6.1.4 Détecteur.....	2
6.1.5 Colonne de séparation capillaire.....	3
6.1.6 Seringue d'injection.....	3
6.2 Acquisition des données.....	3
6.3 Récipient pour échantillon.....	3
7 Réactifs	3
7.1 Gaz.....	3
7.2 Étalon interne.....	3
7.3 Substances d'étalonnage.....	4
7.4 Diluants.....	4
8 Échantillonnage	4
9 Choix du système d'injection des échantillons	4
10 Mode opératoire	4
10.1 Conditions de la chromatographie en phase gazeuse.....	4
10.1.1 Généralités.....	4
10.1.2 Exemple de chromatographie en phase gazeuse avec injection à chaud d'un produit de peinture diluable à l'eau.....	4
10.1.3 Chromatographie en phase gazeuse avec injection à froid d'un produit de peinture diluable à l'eau (exemple).....	6
10.2 Volume d'injection.....	7
10.3 Étalonnage.....	7
10.4 Préparation et analyse des échantillons.....	8
11 Expression des résultats	8
12 Fidélité	8
12.1 Généralités.....	8
12.2 Répétabilité.....	9
12.3 Reproductibilité.....	10
13 Rapport d'essai	10
Bibliographie	11

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Peintures et vernis — Détermination des solvants dans des peintures diluables à l'eau — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse des solvants présents dans les solutions de liant, les émulsions, les dispersions, ainsi que les peintures et vernis diluables à l'eau.

Avec la fidélité indiquée à l'[Article 13](#), il est possible de déterminer de manière quantitative les constituants d'une concentration supérieure à 0,02 % (en fraction massique).

La méthode définie dans le présent document ne s'applique pas à la mesure de la teneur en composés organiques volatils (COV) et en composés organiques semi-volatils (COSV).

NOTE Pour la quantification des COV et des COSV, voir l'ISO 11890-2^[2].

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-c5c6b2dc140/iso-22518-2019>

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 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes :

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Unités

Les résultats analytiques sont exprimés sous forme de fraction massique, en pourcentage.

5 Principe

Une fois l'échantillon préparé, les constituants de l'échantillon d'essai sont séparés par chromatographie en phase gazeuse. Il est possible d'utiliser un système d'injection à chaud ou à froid, en fonction du type de produit. Une fois les constituants identifiés, ils sont quantifiés à partir des aires des pics selon la méthode de l'étalon interne.

6 Appareillage

6.1 Chromatographe en phase gazeuse

6.1.1 Généralités

Le chromatographe en phase gazeuse doit pouvoir être utilisé avec des colonnes de séparation capillaires et respecter les conditions énoncées en [6.1.2](#) à [6.1.4](#).

Toutes les pièces instrumentales entrant en contact avec l'échantillon d'essai doivent être constituées d'un matériau, par exemple le verre, résistant à l'échantillon et ne modifiant pas chimiquement ce dernier.

6.1.2 Système d'injection des échantillons

6.1.2.1 Système d'injection à chaud

L'instrument doit être équipé d'un bloc d'injection à température variable muni d'un diviseur d'échantillon. La température d'injection doit pouvoir être réglée avec une exactitude de 1 K. Le rapport de division doit être ajustable et doit pouvoir être suivi dans le temps. L'insert du diviseur d'échantillon doit contenir de la laine de verre silanisée pour retenir les constituants non volatils. Il doit être nettoyé et rempli avec de la laine de verre neuve, ou bien remplacé, au besoin, pour éviter toute erreur liée à la présence de résidus de liant ou de pigment (adsorption de solvants par exemple). La survenue d'une adsorption est révélée par l'apparition de traînées de pics, en particulier avec les constituants faiblement volatils.

6.1.2.2 Système d'injection à froid

Le système d'injection à froid doit être équipé d'une programmation en température assurant un chauffage de la température ambiante à 300 °C, et l'injecteur du diviseur d'échantillon doit être constitué d'un matériau tel que le verre. Il doit comporter un remplissage en laine de verre silanisée et doit être traité comme indiqué en [6.1.2.1](#). Dans ce cas également le rapport de division doit être ajustable et doit pouvoir être suivi.

6.1.2.3 Système d'injection automatique des échantillons

La fidélité de la méthode augmente si les systèmes d'injection, notamment le système d'injection à chaud, sont couplés à un injecteur automatique. En cas d'utilisation d'un injecteur automatique, suivre les instructions du fabricant.

6.1.3 Four

Le four doit pouvoir être chauffé entre 40 °C et 300 °C de manière isotherme et avec une régulation de température programmée. La température du four doit pouvoir être réglée à 1 K près. La température finale du programme de températures ne doit pas dépasser la température de fonctionnement maximale de la colonne de séparation (se reporter aux instructions du fabricant).

6.1.4 Détecteur

Utiliser un détecteur à ionisation de flamme (FID) pouvant fonctionner jusqu'à une température de 300 °C. Pour éviter toute condensation, la température du détecteur doit être supérieure d'au moins 10 K à la température maximale du four. L'alimentation en gaz du détecteur, le volume d'injection, le rapport de division et le réglage du gain doivent être optimisés de façon à ce que les signaux (aires des pics) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance présente.

Si les constituants séparés sont identifiés à l'aide d'un spectromètre de masse, d'un détecteur discriminatoire de masse ou d'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier

(spectromètre FT-IR), ces instruments doivent être couplés au chromatographe en phase gazeuse et utilisés conformément aux instructions du fabricant.

6.1.5 Colonne de séparation capillaire

La colonne de séparation capillaire doit être constituée de verre ou de silice fondue. Pour obtenir des chromatogrammes globaux, utiliser des colonnes de séparation capillaires (par exemple de 50 m de longueur et de 0,2 mm de diamètre intérieur) recouvertes d'un film de polydiméthylsiloxane ou de poly(éthylène glycol) de 0,2 µm d'épaisseur. La phase stationnaire et la longueur de la colonne doivent être adaptées pour répondre aux besoins de chaque séparation (voir des exemples en [10.1](#)). La résolution, R , des pics à séparer doit être d'au moins 1,5.

6.1.6 Seringue d'injection

La seringue d'injection doit avoir une capacité comprise entre 0,5 µl et 10 µl et doit être munie de divisions tous les 0,1 µl.

6.2 Acquisition des données

Les signaux du détecteur sont enregistrés au moyen d'un système d'acquisition de données électronique. Les paramètres d'intégration durant l'étalonnage et l'analyse doivent être identiques.

6.3 Récipient pour échantillon

Un récipient pour échantillon adapté est constitué d'un matériau chimiquement inerte, par exemple du verre, qui peut être scellé avec, par exemple, une membrane en caoutchouc recouverte de polytétrafluoroéthylène (PTFE). Le récipient doit être rempli à environ 90 % de sa capacité.

7 Réactifs

ISO 22518:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05d3fb8c-be22-4d0a-a2d7-e3c9cb2def40/iso-22518-2019>

7.1 Gaz

7.1.1 Gaz vecteur, hélium, azote ou hydrogène sec exempt d'oxygène, d'une pureté d'au moins 99,996 % (en fraction volumique).

7.1.2 Gaz du détecteur, hydrogène d'une pureté d'au moins 99,999 % (en fraction volumique) et air (synthétique) exempt de composés organiques.

7.1.3 Gaz auxiliaire, azote ou hélium d'une qualité identique à celle du gaz vecteur.

Des filtres appropriés doivent être installés dans la tubulure de raccordement du chromatographe en phase gazeuse pour adsorber les impuretés résiduelles (voir les instructions d'utilisation du chromatographe en phase gazeuse).

7.2 Étalon interne

L'étalon interne doit être un solvant qui peut être complètement séparé des autres constituants, par exemple de l'isobutanol (n° CAS 78-83-1¹⁾) ou de l'éther diméthylglycol de diéthylène glycol (n° CAS 111-96-6). L'étalon interne doit être inerte vis-à-vis des constituants de l'échantillon, stable sur la plage de température requise, et de pureté connue.

1) N° CAS: numéro de registre du Chemical Abstracts Service (CAS).

7.3 Substances d'étalonnage

Le solvant utilisé pour l'étalonnage doit avoir une pureté d'au moins 99 % (en fraction massique) ou doit avoir une pureté connue.

7.4 Diluants

Les diluants organiques tels que le méthanol (n° CAS 67-56-1) ou le tétrahydrofurane (n° CAS 109-99-9) conviennent à la dilution de l'échantillon. Les diluants doivent avoir une pureté d'au moins 99 % (en fraction massique) ou doivent avoir une pureté connue, et ne doivent contenir aucune substance interférant avec la détermination, par exemple en causant le chevauchement de certains pics du chromatogramme.

8 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif, comme indiqué dans l'ISO 15528.

9 Choix du système d'injection des échantillons

Le choix d'une injection à chaud ou à froid dépend du type de produit soumis à essai. Il est nécessaire d'utiliser le système d'injection à froid pour les produits qui relarguent à haute température des substances interférant avec la détermination.

La survenue de réactions de clivage ou de décomposition peut être indiquée par des modifications du chromatogramme (par exemple l'apparition de pics étrangers ou l'augmentation/diminution de la taille des pics) à diverses températures de l'injecteur d'échantillon.

Les deux systèmes d'injection d'échantillon ont été étudiés dans des essais interlaboratoires qui ont permis d'observer les points suivants.

Le système d'injection à chaud inclut l'ensemble des constituants volatils, des solvants et des produits de clivage des liants et des additifs. Les produits de clivage des liants ou des additifs qui sont identiques au constituant d'un solvant peuvent être séparés par un système d'injection à froid, car ils éluent plus tard du fait de l'augmentation programmée de la température du bloc d'injection (voir la [Figure 2](#)).

10 Mode opératoire

10.1 Conditions de la chromatographie en phase gazeuse

10.1.1 Généralités

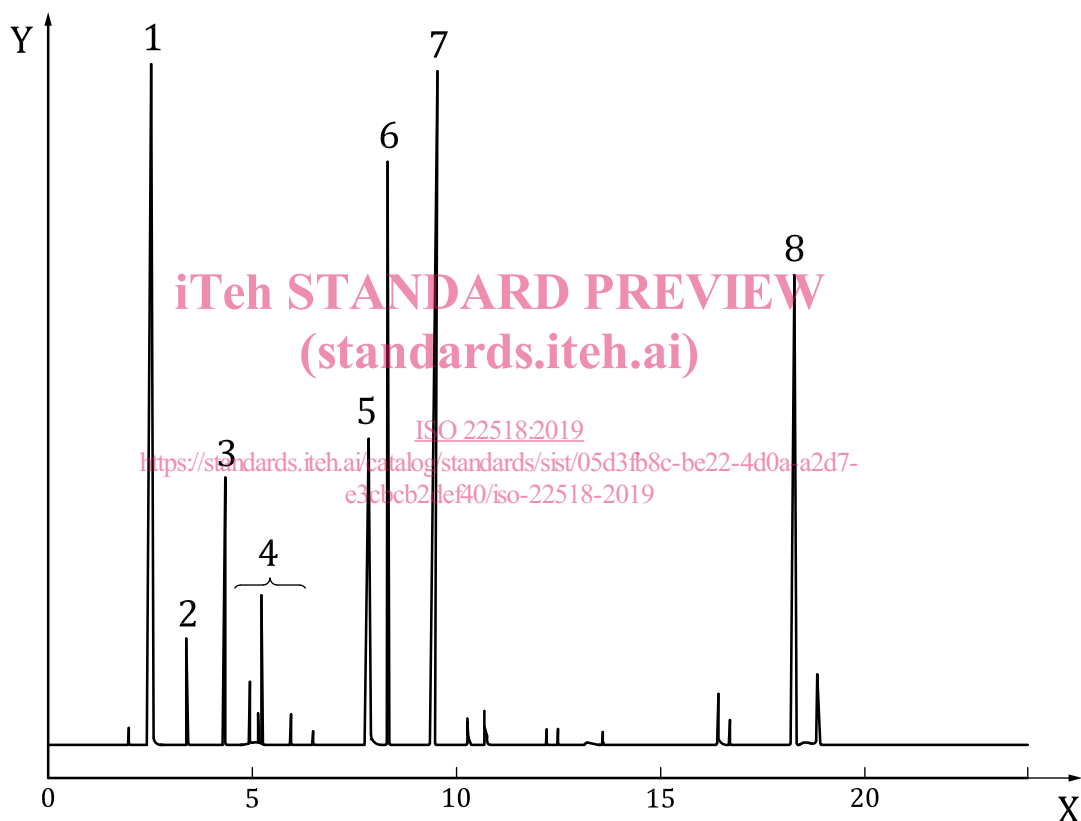
Les conditions utilisées pour la chromatographie en phase gazeuse dépendent du produit à analyser et doivent être optimisées à chaque fois à l'aide d'un mélange de solvants connu. [10.1.2](#) et [10.1.3](#) fournissent des exemples de conditions à appliquer avec une injection à chaud et une injection à froid, respectivement.

10.1.2 Exemple de chromatographie en phase gazeuse avec injection à chaud d'un produit de peinture diluable à l'eau

Température de l'injecteur:	250 °C
Rapport de division:	1/40
Volume d'injection:	0,5 µl, injection automatique
Programme de températures du four:	température initiale: 70 °C

	durée du palier isotherme:	3 min
	rampe de chauffage:	10 K/min
	température finale:	200 °C
	durée du palier isotherme:	25 min
Température du détecteur:		260 °C
Gaz vecteur:		hélium, pression au niveau de l'injecteur de la colonne 100 kPa
Colonne de séparation:		recouverte de poly(éthylène glycol), épaisseur du film 0,2 µm, longueur 25 m, diamètre intérieur 0,2 mm

Un chromatogramme en phase gazeuse correspondant est donné à la [Figure 1](#).



Légende

- X temps de rétention, en minutes
 Y hauteur du pic
- 1 diluant (tétrahydrofurane)
 - 2 méthylisobutylcétone(MIBK)
 - 3 2-méthyl-1-propanol
 - 4 éthylbenzène et isomères du xylène
 - 5 produit de clivage du liant
 - 6 éther diméthylque du diéthylène glycol (étalon interne)
 - 7 éther de l'éthylène glycol
 - 8 1-phénoxypropan-2-ol

Figure 1 — Chromatogramme en phase gazeuse d'un produit de peinture A diluable à l'eau — Injection à chaud