

TC 35/SC

ISO 4629-3:2018(F)

Deleted: Date: 2018-10

ISO/TC 35/WG 4

Deleted: /SC

Secrétariat: NEN

**Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Partie 3:
Méthode rapide**

Binders for paints and varnishes — Determination of hydroxyl value — Part 3: Rapid test

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4629-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018>

Sommaire

Page

Avant-propos3

Introduction.....4

1 **Domaine d'application**1

2 **Références normatives**.....1

3 **Termes et définitions**.....1

4 **Principe**2

5 **Réactifs**.....2

6 **Appareillage**2

7 **Échantillonnage**.....2

8 **Mode opératoire**2

9 **Expression des résultats**3

10 **Fidélité**3

11 **Rapport d'essai**.....3

Bibliographie.....5

[ISO 4629-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018>

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 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

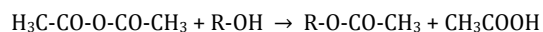
Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4629 peut être consultée sur le site de l'ISO.

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/members.html.

Introduction

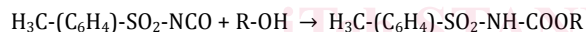
La méthode de détermination de l'indice d'hydroxyle la plus fréquemment décrite consiste à convertir l'échantillon avec de l'anhydride acétique dans de la pyridine, puis à titrer l'acide acétique libéré.



Cette méthode présente néanmoins les inconvénients suivants:

- l'échantillon est porté à ébullition sous reflux pendant 1 h;
- la méthode ne peut pas être automatisée;
- les petits indices d'hydroxyle ne peuvent pas être déterminés exactement;
- elle a recours à la pyridine nauséabonde et toxique.

Pour ces raisons, une méthode beaucoup plus simple a été sélectionnée pour l'automatisation. Les groupes hydroxyle (primaires et secondaires) sont convertis en groupes acide carbamique avec du toluène-4-sulfonyl-isocyanate.



Le carbamate peut ensuite être titré avec la base forte hydroxyde de tétrabutylammonium (TBAOH) en milieu non aqueux, c'est-à-dire dans un solvant organique.

[ISO 4629-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d28082a6-1048-4dcb-a912-0c1dae3e6bed/iso-4629-3-2018>

Liants pour peintures et vernis — Détermination de l'indice d'hydroxyle — Partie 3: Méthode rapide

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode titrimétrique pour le dosage des groupes hydroxyle libres dans les résines et liants pour peintures et vernis.

Cette méthode est principalement adaptée aux milieux neutres. Les produits acides donnent des valeurs plus élevées; les produits neutres donnent, par la neutralisation des acides carbamiques, des valeurs plus faibles. Pour ces produits, des essais préliminaires sont réalisés afin de garantir l'applicabilité de la méthode.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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*

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

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.

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/>

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 primaires et secondaires de l'échantillon sont convertis en groupes acide carbamique avec du toluène-4-sulfonyl-isocyanate. Le carbamate peut ensuite être titré avec la base forte hydroxyde de tétrabutylammonium (TBAOH) en milieu non aqueux, c'est-à-dire dans un solvant organique.

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 Solution d'hydroxyde tétrabutylammonium (TBAOH) dans de l'isopropanol ou du méthanol, $c(\text{TBAOH}) = 1,0 \text{ mol/l}$.

5.2 Solution de réaction.

Placer environ 250 ml d'acétonitrile dans une fiole jaugée de 500 ml et titrer avec 20 ml de toluène-4-sulfonyl-isocyanate. Compléter au trait repère avec de l'acétonitrile et bien mélanger. La solution de réaction a une durée de conservation d'environ 1 mois.

5.3 Acétonitrile, de qualité CLHP.

5.4 Toluène, qualité analytique.

6 Appareillage

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

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

6.2 Verre de montre.

6.3 Burette.

6.4 Appareil de titrage potentiométrique.

7 Échantillonnage

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

8 Mode opératoire

En fonction de l'indice d'hydroxyle attendu, peser 1 g à 15 g¹ du produit soumis à essai dans une fiole conique (6.1), dissoudre avec 3 ml de toluène et 7 ml d'acétonitrile et chauffer à 30 °C à 35 °C.

¹ La masse optimale de l'échantillon, en grammes, peut être calculée comme suit: $40/\text{indice d'hydroxyle attendu}$ (équation en valeur numérique).

Ajouter 10 ml de solution de réaction (5.2) et recouvrir la fiole avec le verre de montre (6.2). Laisser la réaction se dérouler pendant environ 5 min sous agitation modérée. Ajouter ensuite 1,5 ml d'eau distillée (pour hydrolyser l'excès de solution de réaction) et agiter pendant 3 min supplémentaires.

Ajouter 30 ml d'acétonitrile (5.3) et titrer le mélange avec la solution d'hydroxyde tétrabutylammonium (5.1) seulement après le deuxième point de changement.

Il convient que l'électrode soit immergée dans la solution immédiatement avant le mesurage. L'électrode et la burette doivent être rincées avec de l'acétone avant chaque utilisation.

Après chaque titrage, rincer l'électrode et la pointe de la burette avec de l'acétone, puis de l'eau distillée. Placer ensuite l'électrode dans de l'eau distillée pendant 1 min.

9 Expression des résultats

Calculer l'indice d'hydroxyle, HV, exprimé en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de la Formule (1):

$$HV = \frac{(V_2 - V_1) \cdot c \cdot 56,1}{m} \quad (1)$$

où

- V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde tétrabutylammonium (5.1) au premier point de changement;
- V_2 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde tétrabutylammonium (5.1) au deuxième point de changement;
- c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde tétrabutylammonium (5.1);
- 56,1 est le facteur de conversion des millilitres d'hydroxyde de potassium, $c(\text{KOH}) = 1 \text{ mol/l}$, en milligrammes d'hydroxyde de potassium;
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

10 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est disponible pour le moment.

11 Rapport d'essai

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

- a) tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;
- b) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 4629-3:2018;
- c) le résultat de l'essai, comme indiqué dans l'Article 9;
- d) tout écart (par accord ou autrement) par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- e) toute particularité (anomalie) observée au cours de l'essai;