
**Liants pour peintures et vernis —
Détermination de l'indice de
saponification — Méthode
titrimétrique**

*Binders for paints and varnishes — Determination of saponification
value — Titrimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3681:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-
2fb578a40d30/iso-3681-2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3681:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

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
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	2
7 Échantillonnage	3
8 Essai préliminaire	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Nombre de déterminations.....	3
9.2 Prise d'essai.....	3
9.3 Détermination.....	3
9.4 Essai à blanc.....	4
10 Expression des résultats	4
10.1 Calculs.....	4
10.2 Fidélité.....	4
11 Rapport d'essai	4
Annexe A (normative) Liants difficilement saponifiables — Détermination de l'indice de saponification	6

ISO 3681:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018>

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

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

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 3681:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- les références normatives de [l'Article 2](#) ont été mises à jour;
- une référence aux termes et définitions de l'ISO 4618 relatives aux peintures et vernis a été ajoutée à [l'Article 3](#);
- la concentration de la solution de phénolphtaléine ([5.4](#)) a été abaissée à 0,9 %.

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.

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

1 Domaine d'application

Le présent document prescrit une méthode titrimétrique pour la détermination de la teneur en acides estérifiés des liants pour peintures et vernis tenant compte nécessairement des acides libres et des anhydrides d'acide.

En raison des variations de la résistance à la saponification des différents liants, le domaine d'application du présent document est limité. Si nécessaire, la saponification complète peut être vérifiée en recommençant l'essai dans des conditions plus strictes avec une durée de saponification plus longue, une solution d'hydroxyde de potassium plus concentrée ou un alcool à point d'ébullition plus élevé comme solvant.

L'Annexe A spécifie un mode opératoire adapté aux liants difficilement saponifiables.

La méthode n'est pas applicable aux produits présentant une réaction supplémentaire aux alcalis, après la saponification normale.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

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

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 de 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

saponification

processus de formation de sels métalliques alcalins de dérivés d'acides organiques

3.2

indice de saponification

nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la *saponification* (3.1) de 1 g du produit soumis à l'essai

4 Principe

Après un essai préliminaire pour déterminer les conditions de saponification (concentration de la solution d'hydroxyde de potassium, durée de saponification, etc.) pour le produit à essayer, une prise d'essai est portée à ébullition sous reflux avec une solution d'hydroxyde de potassium dans les conditions définies ci-dessus. La solution chaude est titrée avec une solution titrée d'acide chlorhydrique, soit en présence d'un indicateur coloré, soit par potentiométrie.

5 Réactifs

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

5.1 Toluène, ou autre solvant insaponifiable.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique, méthanolique ou isopropanolique, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Si des conditions plus strictes de saponification sont nécessaires, utiliser une solution éthanolique à 2 mol/l, ou utiliser de l'éthane-1,2-diol (éthylène-glycol) ou du 2,2'-oxydiéthanol (diéthylène-glycol) comme solvant conformément à l'Article 8 et à l'Annexe A.

Si l'isopropanol peut être utilisé à la place de l'éthanol ou du méthanol, il doit être utilisé. L'applicabilité de la solution dans l'isopropanol est comparable à celle d'une solution éthanolique et sa toxicité est moindre que celle d'une solution méthanolique.

5.3 Acide chlorhydrique, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$, dans un mélange de 4 parties en volume de méthanol pour 1 partie en volume d'eau ou dans l'eau.

5.4 Phénolphthaléine ou **thymolphthaléine**, solution à 9 g/l dans 95 % (volumique) d'éthanol, de méthanol ou d'isopropanol (voir 5.2).

6 Appareillage

Verrerie et matériel courants de laboratoire en plus des éléments suivants:

6.1 Fiole conique de 250 ml de contenance avec joint en verre rodé.

6.2 Réfrigérant à reflux avec joint en verre rodé.

6.3 Burette ou **pipette** d'une contenance de 25 ml ou de 50 ml, conforme aux exigences de l'ISO 385 et de l'ISO 648.

6.4 Appareil de titrage potentiométrique, muni d'une électrode en verre et d'une électrode de référence. L'emploi de cet appareil est facultatif (voir 9.3).

6.5 Agitateur magnétique

6.6 Bain d'eau ou **bain d'huile**

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à l'essai comme décrit dans l'ISO 15528.

8 Essai préliminaire

En l'absence de spécification ou d'accord concernant les conditions particulières de saponification, réaliser le mode opératoire spécifié à l'Article 9 en utilisant 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) et une durée d'ébullition de 1 heure. Pour vérifier que l'indice de saponification peut être déterminé dans ces conditions, augmenter la durée de saponification à au moins 2 heures et/ou utiliser une solution à 2 mol/l d'hydroxyde de potassium ou une solution d'hydroxyde de potassium dans un alcool présentant un point d'ébullition nettement plus élevé que celui de l'éthanol, par exemple de l'éthane-1,2-diol (éthylène glycol) ou du 2,2'-oxydiéthanol (diéthylène glycol).

Si le résultat final (autrement dit, la moyenne, voir 10.1) n'augmente pas dans ces conditions plus strictes, l'essai peut être effectué conformément au présent document. Si un indice supérieur est obtenu, mais ne continue pas à augmenter lorsque l'essai est prolongé, le présent document peut être appliqué en utilisant et en consignait les conditions appliquées. Si un résultat constant ne peut être obtenu, même dans les conditions les plus sévères de saponification, la méthode à utiliser doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

9 Mode opératoire

9.1 Nombre de déterminations

Effectuer la détermination en double.

9.2 Prise d'essai

ISO 3681:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-24571a40130/iso-3681-2018>

Par référence au Tableau 1, sélectionner la masse appropriée de la prise d'essai à prélever. Cette masse doit être choisie pour que moins de la moitié du volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisé soit nécessaire à la saponification de la prise d'essai.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice de saponification présumé mg KOH/g	Masse approximative de la prise d'essai	
	g	
jusqu'à 10	20	
plus de 10 jusqu'à 20	10	
plus de 20 jusqu'à 50	5	
plus de 50 jusqu'à 100	2,5	
plus de 100 jusqu'à 200	1,5	
plus de 200 jusqu'à 300	1	
plus de 300 jusqu'à 500	0,5	
plus de 500	0,2	

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

9.3 Détermination

Dissoudre la prise d'essai, si nécessaire, dans un volume mesuré de toluène ou d'un autre solvant insaponifiable approprié (5.1) en chauffant, si nécessaire, sous le réfrigérant à reflux (6.2). Ajouter, à l'aide d'une burette ou pipette (6.3):

- a) soit 25 ml de solution à 0,5 mol/l d'hydroxyde de potassium (5.2);

- b) soit 25 ml d'une solution autre que d'hydroxyde de potassium (voir l'Article 8 et 5.2);
- c) soit le volume spécifié ou convenu d'une solution d'hydroxyde de potassium.

Porter le contenu de la fiole à ébullition tout en agitant sur un bain d'eau ou d'huile (6.6) et le maintenir à l'ébullition sous reflux durant 1 h ou pendant la durée spécifiée, convenue ou résultant de l'essai préliminaire (voir Article 8).

Titrer la solution chaude avec la solution d'acide chlorhydrique (5.3), après ajout de 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine ou de thymolphtaléine (5.4).

En cas d'utilisation du titrage potentiométrique, le temps de réponse de l'électrode doit être suffisant.

Si la précipitation se produit, dissoudre le précipité par addition d'eau qui agit en tant que solvant.

9.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en suivant le même mode opératoire, mais sans la prise d'essai.

10 Expression des résultats

10.1 Calculs

Calculer l'indice de saponification SV, en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de la Formule (1):

$$SV = \frac{(V_0 - V_1) \cdot c \cdot 56,1}{m} \quad (1)$$

où

ISO 3681:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018>

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) exigée pour l'essai à blanc (9.4);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) exigée pour la détermination (9.3);

c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3);

56,1 est le coefficient 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 (9.2).

Si les deux résultats (jumeaux) diffèrent de plus de 3 % (par rapport à la moyenne), répéter le mode opératoire spécifié à l'Article 9.

Consigner en tant que résultat final la moyenne, arrondie à 0,1 mg KOH/g près, de deux résultats exploitables (répliques).

10.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

11 Rapport d'essai

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

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification du produit soumis à l'essai;

- b) une référence au présent document, à savoir l'ISO 3681;
- c) les résultats de l'essai, comme indiqué en [10.1](#);
- d) le solvant, la concentration et le volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée;
- e) la durée d'ébullition;
- f) le mode de titrage: en présence d'indicateur coloré (phénolphtaléine ou thymolphtaléine) ou potentiométrique;
- g) tout écart, convenu ou autre, par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- h) tout événement inhabituel (anomalie) observé pendant l'essai;
- i) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3681:2018](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f94a83d-caa7-4633-b2a1-2fb578a40d30/iso-3681-2018>