
**Peintures et vernis — Détermination
de la teneur en eau — Méthode par
chromatographie en phase gazeuse**

*Paints and varnishes — Determination of water content — Gas-
chromatographic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 23168:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f30f8c10-0fab-48e0-abf4-4c5f09233fd2/iso-23168-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f30f8c10-0fab-48e0-abf4-4c5f09233fd2/iso-23168-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 23168:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f30f8c10-0fab-48e0-abf4-4c5f09233fd2/iso-23168-2019>



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 Principe	1
5 Appareillage	2
5.1 Chromatographe en phase gazeuse.....	2
5.2 Système d'injection de l'échantillon.....	2
5.3 Étuve.....	2
5.4 Détecteur.....	2
5.5 Colonne capillaire.....	2
5.6 Seringue d'injection.....	2
5.7 Traitement de données.....	2
5.8 Flacons pour échantillon.....	2
5.9 Filtre à gaz.....	2
5.10 Gaz vecteur.....	3
5.11 Balance analytique.....	3
5.12 Distributeur pour flacon.....	3
6 Réactifs et matériaux	3
6.1 Étalon interne (anhydre).....	3
6.2 Solvant de dilution.....	3
6.3 Eau.....	3
6.4 Tamis moléculaire.....	3
7 Échantillonnage	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Conditions de chromatographie en phase gazeuse.....	4
8.2 Teneur en eau du solvant de dilution.....	4
8.3 Étalonnage.....	4
8.4 Préparation de l'échantillon.....	5
8.5 Détermination quantitative de la teneur en eau.....	5
9 Expression des résultats	6
10 Fidélité	6
10.1 Généralités.....	6
10.2 Limite de répétabilité, <i>r</i>	6
10.3 Limite de reproductibilité, <i>R</i>	6
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exemple de conditions de chromatographie en phase gazeuse	8
Annexe B (informative) Informations relatives à la fidélité	9
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 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*, 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 de la teneur en eau — Méthode par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour déterminer la teneur en eau des produits de peinture aqueux et de leurs matières premières au moyen d'un chromatographe en phase gazeuse. La plage de mesure recommandée pour la présente méthode s'étend d'une fraction massique en eau de 15 % à une fraction massique en eau de 90 %, mais la méthode peut être appliquée en dehors de cette plage.

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 760, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essai*

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

prêt à l'emploi

état d'un produit, une fois mélangé conformément aux instructions du fabricant, dans les bonnes proportions et dilué, si nécessaire, à l'aide de diluants appropriés, de sorte que la peinture puisse être appliquée selon la méthode approuvée

[SOURCE: ISO 11890-2:2013, 3.4]

4 Principe

Une quantité appropriée d'échantillon est soumise à un étalonnage interne, diluée avec le solvant organique approprié, puis injectée dans une colonne de chromatographie en phase gazeuse qui sépare l'eau des autres composants. L'eau est ensuite détectée par un détecteur à conductivité thermique et quantifiée à partir des aires de pic de l'étalon interne.

5 Appareillage

5.1 Chromatographe en phase gazeuse

L'appareillage doit être installé et utilisé conformément aux instructions du fabricant. Toutes les parties de l'instrument en contact avec l'échantillon pour essai doivent être constituées d'un matériau (par exemple du verre) qui résiste à l'échantillon et qui n'est pas susceptible de le modifier chimiquement.

5.2 Système d'injection de l'échantillon

L'instrument doit comporter un bloc d'injection à température variable doté d'un diviseur d'échantillon. La température d'injection doit être réglable à 1 °C près. Le rapport de division doit pouvoir être réglé et surveillé. L'insert de l'injecteur doit contenir de la laine de verre silanée pour retenir les constituants non volatils; il doit être nettoyé et rempli de laine de verre neuve ou être remplacé, suivant le cas, pour éliminer les erreurs dues aux résidus de liant ou de pigment (c'est-à-dire adsorption de composés).

5.3 Étuve

L'étuve doit pouvoir être chauffée entre 40 °C et 300 °C, tant en isotherme qu'en programmation de température. Il doit être possible de régler la température de l'étuve à 1 °C près. La température finale du programme de température ne doit pas dépasser la température maximale d'utilisation de la colonne capillaire (voir [5.5](#)).

5.4 Détecteur

Détecteur à conductivité thermique (TCD), capable de fonctionner à des températures atteignant 300 °C. Le volume d'injection, le rapport de division et le réglage du gain doivent être optimisés de sorte que les signaux (aires de pic) utilisés pour le calcul soient proportionnels à la quantité de substance.

5.5 Colonne capillaire

La colonne doit être constituée de verre ou de silice fondue. Des colonnes ayant une longueur suffisante pour séparer l'eau et un diamètre intérieur maximal de 0,53 mm, revêtues de polymères poreux doivent être utilisées. Il convient que les colonnes montrent également une bonne stabilité et une bonne reproductibilité avec des échantillons contenant de grandes quantités d'eau. D'autres colonnes pour lesquelles il a été prouvé qu'elles étaient adaptées peuvent également être utilisées.

5.6 Seringue d'injection

La seringue d'injection doit avoir une capacité correspondant au moins au double du volume de l'échantillon à injecter dans le chromatographe en phase gazeuse.

5.7 Traitement de données

Un logiciel approprié doit être utilisé pour l'intégration, l'étalonnage, la quantification et autres processus de traitement des données.

5.8 Flacons pour échantillon

Utiliser des flacons constitués d'un matériau chimiquement inerte (par exemple du verre) et pouvant être fermés hermétiquement avec un bouchon équipé d'un septum (par exemple une membrane en caoutchouc revêtue de polytétrafluoroéthylène).

5.9 Filtre à gaz

Un filtre doit être installé dans les conduites de raccordement du chromatographe en phase gazeuse pour adsorber les impuretés restant dans le gaz (voir [5.10](#)).

Il convient de veiller à éliminer toute humidité susceptible d'être présente dans le gaz vecteur par le biais d'un purificateur adapté. Des traces d'eau vont s'accumuler sur la colonne à des températures d'étuve basses et risquent d'affecter la reproductibilité et l'exactitude de la détermination.

5.10 Gaz vecteur

Hydrogène ayant une pureté d'au moins 99,995 %. De l'hélium de pureté élevée peut également être utilisé.

5.11 Balance analytique

Capable de peser à 0,1 mg près.

5.12 Distributeur pour flacon

Les distributeurs doivent comprendre un tube de séchage. Toutes les parties des distributeurs doivent être inertes vis-à-vis des solvants utilisés.

6 Réactifs et matériaux

Pendant l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Il est permis d'utiliser d'autres qualités, sous réserve de s'assurer au préalable que le réactif est d'une pureté suffisamment élevée pour qu'il puisse être utilisé sans que l'exactitude de la détermination ne soit compromise.

6.1 Étalon interne (anhydre)

L'étalon interne doit être un composé qui n'est pas présent dans l'échantillon et qui est complètement séparé des autres éléments du chromatogramme. Il doit être inerte par rapport aux constituants de l'échantillon, stable dans la plage de températures requise et de pureté connue. Assécher l'étalon interne avec le tamis moléculaire (6.4). Distribuer l'étalon interne à l'aide du distributeur pour flacon (5.12).

NOTE Le 2-propanol ou le n-propanol sont considérés comme adaptés.

6.2 Solvant de dilution

Utiliser un solvant organique permettant de diluer l'échantillon. Il doit avoir une pureté d'au moins 99 % (fraction massique) ou être d'une pureté connue, et ne doit pas contenir de substances susceptibles d'influer sur la détermination, en provoquant par exemple des pics de recouvrement dans le chromatogramme. Toujours injecter le solvant séparément pour pouvoir observer les contaminants et les pics d'interférence éventuels, surtout pour l'analyse des traces. Assécher le solvant de dilution avec le tamis moléculaire (6.4). Distribuer le solvant de dilution à l'aide du distributeur pour flacon (5.12).

NOTE Le N,N-diméthylformamide (DMF) est considéré comme adapté.

6.3 Eau

De l'eau conforme aux exigences de la qualité 3 ou supérieure de l'ISO 3696 doit être utilisée.

6.4 Tamis moléculaire

Diamètre de pores: 2 Å à 3 Å (= 2×10^{-7} mm à 3×10^{-7} mm); granulométrie: 1,7 mm à 5,0 mm.

Le tamis moléculaire doit être régénéré avant utilisation.

7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à essai (ou de chaque produit dans le cas d'un système multicouche) comme spécifié dans l'ISO 15528.

Examiner et préparer chaque échantillon pour essai, comme spécifié dans l'ISO 1513, en préparant l'échantillon final pour essai à l'état «prêt à l'emploi».

8 Mode opératoire

8.1 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

Les conditions de chromatographie en phase gazeuse dépendent du produit à analyser et doivent être optimisées, chaque fois, au moyen d'un mélange d'étalonnage connu. L'Annexe A donne des exemples de conditions de chromatographie en phase gazeuse.

Le volume d'injection et le rapport de division doivent être coordonnés de façon à ne pas dépasser la capacité de la colonne et à demeurer dans la plage linéaire du détecteur. La présence de pics asymétriques indique une surcharge de la colonne chromatographique.

8.2 Teneur en eau du solvant de dilution

Déterminer la teneur en eau du solvant de dilution (6.2) selon la méthode de titrage Karl Fischer décrite dans l'ISO 760.

8.3 Étalonnage

Le facteur de réponse doit être déterminé selon la technique qui suit.

Peser, à 0,1 mg près, environ 0,4 g d'eau (6.3) et 0,4 g d'étalon interne (6.1) et les introduire dans un flacon pour échantillon (5.8). Peser, à 0,1 mg près, 10,0 g de solvant de dilution (6.2) et les verser dans le même flacon (5.8). Si le solvant de dilution (6.2) est anhydre, simplement ajouter 10 ml de solvant car le pesage est inutile.

Injecter 0,1 µl à 1,0 µl du mélange d'étalonnage deux fois selon les conditions spécifiées en 8.1. À partir de chaque chromatogramme d'étalonnage, calculer le facteur de réponse pour l'eau à l'aide de la Formule (1):

$$r_w = \frac{(m_{cw} + m_{ds} \times P) \times A_{is}}{m_{is} \times A_{cw}} \quad (1)$$

où

r_w est le facteur de réponse pour l'eau;

P est la teneur en eau, en grammes par gramme, du solvant de dilution (voir 8.2);

m_{ds} est la masse, en grammes, du solvant de dilution;

m_{is} est la masse, en grammes, de l'étalon interne dans le mélange d'étalonnage;

m_{cw} est la masse, en grammes, de l'eau intentionnellement ajoutée au mélange d'étalonnage;

A_{is} est l'aire du pic de l'étalon interne;

A_{cw} est l'aire du pic de l'eau dans le mélange d'étalonnage.

Calculer la valeur moyenne (\bar{r}_w) des deux facteurs de réponse d'étalonnage.

8.4 Préparation de l'échantillon

La masse de l'échantillon dépend de la teneur présumée en eau w (voir [Tableau 1](#)).

Tableau 1 — Masse de l'échantillon

Teneur présumée en eau, w % (fraction massique)	Masse de l'échantillon g
$15 \leq w \leq 30$	2,0
$30 < w \leq 50$	1,0
$50 < w \leq 70$	0,7
$70 < w \leq 90$	0,5

Peser, à 0,1 mg près, l'échantillon et environ 0,4 g d'étalon interne ([6.1](#)) et les introduire dans le flacon pour échantillon ([5.8](#)). Peser, à 0,1 mg près, environ 10,0 g de solvant de dilution ([6.2](#)) et les verser dans le même flacon ([5.8](#)). Si le solvant de dilution ([6.2](#)) est anhydre, simplement ajouter 10 ml de solvant car le pesage est inutile. Fermer hermétiquement le flacon, le secouer en le plaçant sur un agitateur oscillant ou tout autre dispositif adapté pendant 15 min. Pour faciliter la décantation des matières solides, laisser le flacon reposer pendant un laps de temps approprié avant injection dans le chromatographe. Si certaines particules ne se déposent pas facilement, le nettoyage de la phase peut être obtenu par centrifugation.

NOTE L'ajout de billes de verre aux flacons s'est révélé bénéfique dans le cas d'échantillons visqueux.

8.5 Détermination quantitative de la teneur en eau

Régler les paramètres des instruments selon les spécifications de [8.1](#).

Injecter 0,1 μl à 1 μl d'échantillon «prêt à l'emploi» dans le chromatographe en phase gazeuse et enregistrer le chromatogramme. Déterminer l'aire des pics pour l'eau et l'étalon interne. Déterminer la teneur en eau de l'échantillon à l'aide de la [Formule \(2\)](#):

$$w_{\text{sw}} = \bar{r}_w \times \frac{m_{\text{is}} \times A_{\text{sw}}}{m_s \times A_{\text{is}}} \times 100 \quad (2)$$

où

w_{sw} est la teneur en eau, en pourcentage de fraction massique, de l'échantillon;

\bar{r}_w est la valeur moyenne des deux facteurs de réponse d'étalonnage pour l'eau;

m_{is} est la masse, en grammes, de l'étalon interne dans le mélange d'étalonnage;

m_s est la masse, en grammes, de l'échantillon;

A_{is} est l'aire du pic de l'étalon interne;

A_{sw} est l'aire du pic de l'eau de l'échantillon pour essai.

Répéter le mode opératoire.

Si le blanc indique la présence d'un pic détectable pour l'eau dans le solvant ([6.2](#)), appliquer une correction au calcul au moyen de la [Formule \(3\)](#) et de la [Formule \(4\)](#):

$$w_{\text{dsw}} = \frac{m_{\text{ds}} \times P}{m_s} \times 100 \quad (3)$$

où