NORME INTERNATIONALE

ISO 4625-1

Deuxième édition
2020-07

Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement —

Partie 1: Méthode de l'anneau et de la bille

Binders for paints and varnishes — Determination of softening point — Part 1: Ring-and-ball method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

Numéro de référence
ISO 4625-1:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **1**
5 Échantillonnage et préparation des éprouvettes **2**
5.1 Échantillonnage 2
5.2 Préparation des éprouvettes par la méthode par coulage 2
5.2.1 Champ d'application 2
5.2.2 Appareillage 2
5.2.3 Mode opératoire 2
5.3 Préparation des éprouvettes à partir d'échantillons ayant un point de ramollissement bas (jusqu'à 35 °C) 3
5.3.1 Appareillage 3
5.3.2 Mode opératoire 3
6 Matériaux (liquides de bains de chauffage) **3**
7 Méthode automatique de l'anneau et de la bille (méthode de référence) **4**
7.1 Appareillage 4
7.2 Étalonnage 4
7.3 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 35 °C et 80 °C 4
7.4 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 80 °C et 150 °C 4
7.5 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement supérieur à 150 °C 5
8 Méthode manuelle de l'anneau et de la bille (méthode alternative) **5**
8.1 Appareillage 5
8.2 Étalonnage 8
8.3 Mode opératoire 8
8.3.1 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 35 °C et 80 °C 8
8.3.2 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 80 °C et 150 °C 9
8.3.3 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement supérieur à 150 °C 9
8.3.4 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement inférieur à 35 °C 9
9 Expression des résultats **9**
10 Fidélité et biais **9**
10.1 Fidélité de la méthode automatique 9
10.1.1 Généralités 9
10.1.2 Données de fidélité 10
10.2 Fidélité de la méthode manuelle 10
10.2.1 Généralités 10
10.2.2 Données de fidélité 10
10.3 Biais 11
11 Rapport d'essai **11**
Bibliographie **12**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-c1ec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 139 du Comité européen de la normalisation (CEN) *Peintures et vernis*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4625-1:2004), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

— la méthode automatique est classée comme la méthode de référence ;

— une présentation des trois méthodes décrites dans les trois parties de la série ISO 4625 a été ajoutée ;

— le numéro CAS des produits chimiques utilisés a été ajouté ;

— le texte a fait l'objet d'une révision éditoriale ;

— les références normatives ont été mises à jour.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4625 est disponible 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/fr/members.html.

 © ISO 2020 – Tous droits réservés

Introduction

La série de normes ISO 4625 spécifie trois modes opératoires largement répandus pour la détermination du point de ramollissement des résines à base de colophane. Le présent document présente la méthode de l'anneau et de la bille, qui a été la norme acceptée pendant de nombreuses années. L'ISO 4625-2 présente la méthode de la coupe et de la bille de Mettler. Une nouvelle méthode, appelée méthode de Mettler sans la bille, doit être présentée dans un prochain document.

Le présent document reste à ce jour la seule méthode d'essai normalisée acceptée dans des documents réglementaires tels que le Titre 21 du Code des règlements fédéraux (CFR) de la FDA (Administration américaine des denrées alimentaires et des médicaments).

Les autres parties de la série ISO 4625 concernent les méthodes de la coupe et de la bille de Mettler. Bien que les conditions d'essai recommandées diffèrent, la seule différence entre les équipements requis dans ces méthodes est que la méthode de Mettler sans la bille n'utilise pas de bille. Des études ont montré que la méthode de la coupe et de la bille de Mettler spécifiée dans l'ISO 4625-2 est la plus largement utilisée aux États-Unis, tandis que la méthode de Mettler sans la bille est la plus répandue en Europe. Ces méthodes sont moins longues que la méthode manuelle de l'anneau et de la bille, et l'équipement est moins cher que dans la méthode automatique de l'anneau et de la bille.

En raison de la nature thermoplastique des résines d'essai, les points de ramollissement obtenus dans les conditions d'essai recommandées pour les trois méthodes ne sont en général pas identiques. Par conséquent, il convient de consigner la méthode d'essai et les conditions d'essai dans le rapport final.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

Liants pour peintures et vernis — Détermination du point de ramollissement —

Partie 1:
Méthode de l'anneau et de la bille

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'essai pour la détermination du point de ramollissement des résines (y compris la colophane) et des produits assimilés, au moyen de l'appareil à anneau et à bille.

Les méthodes manuelle et automatique sont spécifiées, la méthode automatique étant la méthode de référence.

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).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4618, *Peintures et vernis — Termes et définitions*

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

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

IEC 60751, *Thermomètres à résistance de platine industriels et capteurs thermométriques en platine*

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
point de ramollissement
température à laquelle un disque de l'échantillon, maintenu dans un anneau horizontal, est poussé vers le bas sur une distance de 25 mm sous le poids d'une bille en acier lorsque le disque est chauffé à une vitesse déterminée dans un bain d'eau, de glycérol, d'huile de silicone, d'éthylène glycol/eau ou de glycérol/eau

4 Principe

En général, avec des produits des types mentionnés dans l'Article 1, le ramollissement ne se produit pas à une température définie. Lorsque la température s'élève, ces matériaux initialement peu fluides, cassants et excessivement épais prennent graduellement la forme de liquides plus mous et moins

© ISO 2020 – Tous droits réservés

visqueux. Pour cette raison, la détermination du point de ramollissement doit être effectuée à l'aide d'une méthode fixée, parfaitement définie, pour que les résultats obtenus soient comparables.

Pour les besoins de ces méthodes d'essai, la définition du point de ramollissement donnée dans l'Article 3 s'applique.

5 Échantillonnage et préparation des éprouvettes

5.1 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à l'essai, conformément à la description donnée dans l'ISO 15528.

Cet échantillon doit être constitué de morceaux fraîchement coupés, sans surfaces oxydées. Pour les échantillons reçus sous forme de petits morceaux, racler la couche superficielle immédiatement avant utilisation, en évitant d'introduire des produits finement divisés ou de la poussière.

5.2 Préparation des éprouvettes par la méthode par coulage

5.2.1 Champ d'application

Ce mode de préparation convient pour les résines (y compris la colophane) et autres substances qui peuvent être chauffées et versées sans entraîner d'effet défavorable sur le point de ramollissement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.2.2 Appareillage

5.2.2.1 **Récipient**, dans lequel on peut faire fondre l'échantillon.

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

5.2.2.2 **Couteau** ou **spatule**.

5.2.2.3 **Étuve, plaque chauffante, bain de sable** ou **bain d'huile**.

5.2.3 Mode opératoire

Prélever une quantité d'échantillon (voir 5.1) au moins égale au double de la quantité nécessaire pour remplir le nombre voulu d'anneaux (7.1.1), en aucun cas inférieure à 40 g, et la faire fondre immédiatement dans un récipient propre (5.2.2.1) en utilisant une étuve, une plaque chauffante, un bain de sable ou un bain d'huile (5.2.2.3) pour empêcher toute surchauffe locale. Éviter d'incorporer des bulles d'air dans l'échantillon. Faire fondre l'échantillon complètement mais ne pas le faire chauffer au-dessus de la température minimale nécessaire pour le faire couler. Le laps de temps, séparant le début du chauffage de l'écoulement de l'échantillon, ne doit pas dépasser 15 min.

Pour les matériaux thermosensibles, maintenir en permanence inerte l'atmosphère à l'intérieur du récipient contenant l'échantillon avec de l'azote (N_2), pendant la fusion.

Pour les matériaux qui ont tendance à se fissurer ou à présenter un retrait dans les anneaux lors du refroidissement, préchauffer les anneaux juste avant de les remplir environ jusqu'à la température à laquelle le produit sera versé. Lors du remplissage, les anneaux doivent reposer sur une surface métallique appropriée. Verser une quantité suffisante d'échantillon dans l'anneau de façon à obtenir un excès de produit au refroidissement. Laisser refroidir au moins 30 min et détacher l'excès de produit sur le bord de l'anneau. Pour retirer l'excès de produit de la partie supérieure, découper proprement l'excès du produit au moyen d'une spatule ou d'un couteau légèrement chauffé (5.2.2.2) ou saisir l'anneau à l'aide de pinces et frotter la surface supérieure de l'éprouvette rapidement et fermement contre la surface d'une plaque métallique chaude. Si la détermination est de nouveau effectuée, utiliser un récipient propre et une nouvelle quantité d'échantillon.

 © ISO 2020 – Tous droits réservés

5.3 Préparation des éprouvettes à partir d'échantillons ayant un point de ramollissement bas (jusqu'à 35 °C)

5.3.1 Appareillage

5.3.1.1 Feuille d'aluminium.

5.3.1.2 Glace sèche [CO_2 (solide)] ou congélateur.

5.3.1.3 Couteau ou spatule.

5.3.2 Mode opératoire

Prélever une quantité appropriée d'échantillon (voir 5.1). Placer l'un des anneaux (7.1.1) sur une feuille d'aluminium (5.3.1.1). Verser le produit à soumettre à l'essai dans l'anneau. Ensuite, disposer la feuille et l'anneau rempli sur de la glace sèche ou les mettre au congélateur (5.3.1.2) pour le refroidissement. Le produit situé dans l'anneau doit être exempt de bulles.

Après refroidissement, découper ou racler l'excès de produit en utilisant une spatule ou un couteau légèrement chauffé (5.3.1.3) et faire glisser l'anneau doucement sur la feuille. Placer l'anneau sur le support (8.1.6) et déterminer immédiatement le point de ramollissement comme décrit au 7.3.

6 Matériaux (liquides de bains de chauffage)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/14fed0c7-cfee-4929-b506-7245ce7b0170/iso-4625-1-2020

6.1 Eau distillée ou déionisée, fraîchement bouillie, pour des points de ramollissement compris entre 35 °C et 80 °C.

Utiliser de l'eau fraîchement bouillie ayant été refroidie d'au moins 27 °C au-dessous du point de ramollissement présumé mais pas jusqu'à moins de +5 °C. L'utilisation d'eau fraîchement bouillie est essentielle sinon des bulles d'air pourraient se former sur l'éprouvette et influer sur le résultat.

6.2 Glycérol (N° CAS 56-81-5), pour des points de ramollissement compris entre 80 °C et 150 °C, de qualité USP[1)] ou équivalent.

L'utilisation répétée de glycérol augmente la teneur en humidité dans le temps et peut influer sur les résultats. Si l'on constate un changement d'aspect, il faut renouveler le glycérol.

Ne pas utiliser de glycérol pour des points de ramollissement supérieurs à 150 °C en raison du point éclair du glycérol à 160 °C.

6.3 Huile de silicone (polyméthylsiloxane), ayant une viscosité de 50 mm^2/s, pour des points de ramollissement supérieurs à 80 °C.

L'huile de silicone doit rester stable jusqu'à une température d'au moins 200 °C, elle doit demeurer limpide dans cette plage de température, ne présenter aucune réactivité apparente avec l'éprouvette, être fortement hydrofuge et conserver une viscosité et une vitesse d'agitation uniformes dans cette plage de température.

Si l'on constate un changement d'aspect, il faut renouveler l'huile de silicone. Ne pas utiliser d'huile de silicone contenant des particules gélifiées car celles-ci seraient symptomatiques d'une dégradation.

1) U.S. Pharmacopeia (Pharmacopée des États-Unis).

© ISO 2020 – Tous droits réservés

6.4 Éthylène glycol, (N° CAS 107-21-1) pour des points de ramollissement inférieurs à 35 °C.

Préparer un nouveau mélange 1 + 1 (en volume) d'eau distillée et d'éthylène glycol avant la détermination. Pour des points de ramollissement compris entre 0 °C et 35 °C, il est également possible d'utiliser un mélange 1 + 1 (en volume) de glycérol et d'eau.

7 Méthode automatique de l'anneau et de la bille (méthode de référence)

7.1 Appareillage

7.1.1 Anneaux à épaulement, en laiton, ayant les dimensions indiquées à la Figure 1 a).

7.1.2 Billes en acier, de diamètre (9,53 ± 0,1) mm et de masse (3,50 ± 0,05) g.

7.1.3 Bécher, de 600 ml. S'assurer que les dimensions permettent de monter le bécher convenablement dans le dispositif de chauffage.

7.1.4 Barreau agitateur, de dimensions telles qu'il puisse tourner librement sous l'insert d'essai.

7.2 Étalonnage

L'étalonnage de l'appareillage servant à déterminer le point de ramollissement dans le cadre de la méthode automatique de l'anneau et de la bille doit être réalisé régulièrement car la température doit être contrôlée avec exactitude. Suivre les instructions du fabricant relatives à l'étalonnage de l'instrument.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

7.3 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 35 °C et 80 °C

Mettre le barreau agitateur (7.1.4) dans le bécher de 600 ml (7.1.3) et remplir ce dernier avec approximativement 500 ml d'eau déionisée ou distillée (6.1) fraîchement bouillie, à une température inférieure d'au moins 27 °C au point de ramollissement présumé. Veiller à placer le bécher convenablement sur le dispositif de chauffage dans l'unité d'essai. Mettre en place les anneaux préparés avec leurs éprouvettes dans l'insert d'essai. Placer un guide de centrage de la bille et une bille à la surface supérieure de chaque éprouvette. Placer l'insert d'essai dans le bécher plein d'eau, en le suspendant aux broches du support. Mettre en place le dispositif de mesurage de la température dans l'insert d'essai.

Vérifier que l'unité de contrôle est réglée pour le liquide adéquat et commencer la détermination. L'essai prend fin au moment où le faisceau de lumière est interrompu par le produit et la bille en train de tomber.

Enregistrer comme point de ramollissement la température affichée sur l'unité une fois que le faisceau de lumière a été interrompu par le produit et la bille en train de tomber.

Commencer le processus de refroidissement dans l'instrument. Retirer immédiatement le dispositif de mesurage de la température hors de l'insert d'essai, puis sortir l'insert du bécher. Nettoyer soigneusement l'insert, les billes et les anneaux dans un solvant approprié.

7.4 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement compris entre 80 °C et 150 °C

Appliquer le même mode opératoire que celui décrit en 7.3, mais remplir le bain avec du glycérol (6.2) ou de l'huile de silicone (6.3).

Pour les matériaux qui ramollissent à environ 80 °C, noter le liquide constituant le bain car un bain de glycérol ou d'huile de silicone donne un résultat légèrement plus élevé qu'un bain d'eau.

 © ISO 2020 – Tous droits réservés

7.5 Mode opératoire applicable pour les produits ayant un point de ramollissement supérieur à 150 °C

Appliquer le même mode opératoire que celui décrit en 7.3, mais remplir le bain avec de l'huile de silicone (6.3).

Renouveler l'huile de silicone en cas de changement d'aspect. Ne pas utiliser d'huile de silicone contenant des particules gélifiées car celles-ci seraient symptomatiques d'une dégradation.

8 Méthode manuelle de l'anneau et de la bille (méthode alternative)

8.1 Appareillage

8.1.1 Anneaux à épaulement, en laiton ou en acier, ayant les dimensions indiquées à la Figure 1 a).

8.1.2 Billes en acier, de diamètre (9,53 ± 0,1) mm et de masse (3,50 ± 0,05) g.

8.1.3 Guide de centrage de la bille (facultatif), en laiton, ayant la forme et les dimensions illustrées sur la Figure 1 b).

8.1.4 Bécher en verre résistant à la chaleur, de diamètre minimal 85 mm et de profondeur minimale 125 mm depuis l'évasement jusqu'au fond du récipient (un bécher de forme basse et de 800 ml, en verre résistant à la chaleur, répond à cette exigence).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.1.5 Thermomètres.

ISO 4625-1:2020
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fb4fbd65-cfec-4529-b566-72fd38c7b697/iso-4625-1-2020

8.1.5.1 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement bas, ayant une étendue de mesure comprise entre -2 °C et +80 °C.

8.1.5.2 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement médians, ayant une étendue de mesure comprise entre 30 °C et 200 °C.

8.1.5.3 Thermomètre permettant de déterminer des points de ramollissement élevés, ayant une étendue de mesure comprise entre -2 °C et +300 °C.

Une alternative aux trois thermomètres ci-dessus est possible.

8.1.5.4 Thermomètre à résistance, par exemple Pt100 conformément à l'IEC 60751.

8.1.6 Support pour anneau et thermomètre.

Tout appareillage approprié peut être utilisé pour maintenir en place l'anneau et le thermomètre à condition qu'il satisfasse aux exigences suivantes.

— Les anneaux (8.1.1) doivent être maintenus en position horizontale.

— Lorsque l'appareillage représenté à la Figure 1 d) est utilisé, la partie inférieure de chaque anneau doit être à 25 mm de la plaque horizontale située au-dessous de lui, la surface inférieure de la plaque horizontale doit être à une distance comprise entre 13 mm et 19 mm au-dessus du fond du bécher (8.1.4) et la hauteur de liquide dans le bécher ne doit pas être inférieure à 100 mm.

— le thermomètre doit être suspendu de telle manière que la base inférieure du réservoir soit au niveau de la partie inférieure des anneaux et à 13 mm au maximum de chacun des anneaux mais sans les toucher. Pour des travaux de référence, ne pas utiliser plus de deux anneaux.

© ISO 2020 – Tous droits réservés