

---

# Norme internationale



# 3681

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

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

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

Deuxième édition — 1983-03-01

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3681:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3408f20c-068c-4f3a-afac-54120624d744/iso-3681-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3408f20c-068c-4f3a-afac-54120624d744/iso-3681-1983>

---

CDU 667.6 : 543.851.5

Réf. n° : ISO 3681-1983 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, liant, essai chimique, détermination, indice de saponification, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 3681 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

La première édition (ISO 3681-1976) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants:

|                         |                  |                 |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | France           | Roumanie        |
| Allemagne, R.F.         | Inde             | Royaume-Uni     |
| Autriche                | Iran             | Suède           |
| Brésil                  | Israël           | Suisse          |
| Bulgarie                | Nouvelle-Zélande | Tchécoslovaquie |
| Canada                  | Pays-Bas         | Turquie         |
| Espagne                 | Portugal         | Yougoslavie     |

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 3681-1976, incorpore le projet d'Amendement 1, qui a été soumis aux comités membres en décembre 1981 et qui a été approuvé par les comités membres des pays suivants:

|                         |                  |                 |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Hongrie          | Roumanie        |
| Australie               | Inde             | Royaume-Uni     |
| Autriche                | Israël           | Sri Lanka       |
| Belgique                | Kenya            | Suède           |
| Brésil                  | Norvège          | Suisse          |
| Canada                  | Nouvelle-Zélande | Tchécoslovaquie |
| Chine                   | Pays-Bas         | URSS            |
| Corée, Rép. de          | Pologne          |                 |
| Égypte, Rép. arabe d'   | Portugal         |                 |

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques:

Allemagne, R.F.

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

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de 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, la présente Norme internationale a un domaine d'application limité. Si nécessaire, la saponification complète peut être vérifiée en recommençant l'essai dans des conditions plus sévères qui peuvent être obtenues par l'utilisation d'une durée de saponification plus longue, d'une solution d'hydroxyde de potassium plus concentrée ou d'un alcool à point d'ébullition plus élevé comme solvant.

L'annexe à la présente Norme internationale 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

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 3251, *Liants pour peintures — Détermination des matières volatiles et non volatiles.*

## 3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

**3.1 saponification:** Processus de formation de sels alcalins de dérivés d'acides organiques.

**3.2 indice de saponification:** Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la saponification de 1 g de matières non volatiles du produit.

## 4 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, comme décrit dans l'ISO 842.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.1 Toluène, ou autre solvant insaponifiable approprié.**

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

NOTE — Si des conditions plus sévères sont nécessaires pour la saponification, utiliser une solution éthanolique à 2 mol/l, ou utiliser de l'éthanediol-1,2 (éthylène glycol) ou de l'oxydiéthanol-2,2' (diéthylène glycol) comme solvant (voir chapitre 7 et l'annexe).

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

Vérifier la concentration de cette solution le jour de son utilisation.

**5.4 Phénolphtaléine, ou thymolphtaléine, solution d'indicateur à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V), le méthanol ou le propanol-2.**

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Fiole conique, de capacité 250 ml, avec joint en verre rodé.**

**6.2 Réfrigérant à reflux, avec joint en verre rodé.**

**6.3 Burette, ou pipette, de capacité 25 ou 50 ml.**

Si nécessaire,

**6.4 Appareil de titrage potentiométrique, à électrode en verre et électrode de référence.**

**6.5 Agitateur magnétique.**

## 7 Essai préliminaire

En l'absence de spécification ou d'accord au sujet des conditions particulières de saponification, utiliser 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2), porter et maintenir à l'ébullition durant 1 h. Pour vérifier si l'indice de saponification peut être déterminé dans ces conditions, renforcer ces conditions en prolongeant la durée de saponification jusqu'à au moins 2 h et/ou en utilisant une solution d'hydroxyde de potassium à 2 mol/l ou une solution d'hydroxyde de potassium dans un alcool à point d'ébullition nettement supérieur à celui de l'éthanol, par exemple de l'éthanediol-1,2 (éthylène glycol) ou de l'oxydiéthanol-2,2' (diéthylène glycol).

Si l'n'y a pas d'augmentation de l'indice final en utilisant les conditions plus sévères, l'essai peut être effectué conformément à la présente Norme internationale. Si un indice supérieur est obtenu, mais qui ne continue pas à augmenter en prolongeant l'essai, la présente Norme internationale peut être appliquée en utilisant et en notant 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.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Prise d'essai

La masse de la prise d'essai dépend de l'indice de saponification présumé (voir le tableau comme guide pour sélectionner la masse appropriée). Cette masse doit être choisie telle que moins de la moitié du volume de la solution d'hydroxyde de potassium ajouté soit nécessaire à la saponification de la prise d'essai.

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

Tableau

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

### 8.2 Détermination

Effectuer deux déterminations.

Dissoudre la prise d'essai (8.1), 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), soit

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

- 25 ml d'une autre solution d'hydroxyde de potassium (voir chapitre 7 et la note de 5.2), soit

- le volume spécifié ou agréé d'une solution d'hydroxyde de potassium.

Porter le contenu de la fiole à l'ébullition et le maintenir à l'ébullition sous reflux durant 1 h ou pendant la durée spécifiée ou ayant fait l'objet d'un accord ou résultant de l'essai préliminaire (voir chapitre 7).

Titre la solution chaude avec la solution d'acide chlorhydrique (5.3), soit en utilisant 3 gouttes de la solution d'indicateur (5.4) (phénolphthaléine ou thymolphthaléine), soit par titrage potentiométrique.

NOTE — Si l'on utilise le titrage potentiométrique, l'électrode en verre doit avoir un temps de réponse approprié.

### 8.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

## 9 Expression des résultats

### 9.1 Calcul

Calculer l'indice de saponification,  $S$ , à l'aide de l'équation

$$S = 56,1 \frac{(V_0 - V_1) \times c}{m \times NV} \times 100$$

où

$S$  est l'indice de saponification, exprimé en milligrammes de KOH par gramme;

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

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

$c$  est la concentration réelle, exprimé en moles de HCl par litre, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3) au moment de l'emploi;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (8.1);

$NV$  est la teneur en matières non volatiles, exprimée en pourcentage en masse, déterminée selon l'ISO 3251.

Calculer la moyenne arithmétique de deux déterminations et noter le résultat avec une décimale.

### 9.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

## 10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 3681);
- c) le solvant, la concentration et le volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée;
- d) la durée d'ébullition;
- e) le mode de titrage: potentiométrique ou par indicateur (phénolphthaléine ou thymolphthaléine);
- f) l'indice de saponification, exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matières non volatiles du produit (mg KOH/g);
- g) la température et le temps de chauffage pour la détermination de la teneur en matières non volatiles selon l'ISO 3251;
- h) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- j) la date de l'essai.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 3681:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3408f20c-068c-43a-afac-54120624d744/iso-3681-1983>

## Annexe

### Liants difficilement saponifiables — Détermination de l'indice de saponification

#### A.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**A.1.1 Acide chlorhydrique**, solution titrée,  $c(\text{HCl}) = 0,25 \text{ mol/l}$ .

**A.1.2 Hydroxyde de potassium**, solution dans l'éthanediol-1,2.

Peser environ 6 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans une fiole conique de 100 ml (A.2.1) et y ajouter 25 ml d'éthanediol-1,2. Chauffer progressivement pour réaliser la dissolution. Pendant cette opération, il est avantageux d'utiliser un thermomètre pour agiter le milieu réactionnel et s'assurer que la température ne dépasse pas 130 °C. En cas de dépassement, une coloration jaune foncé se développera dans la solution.

Lorsque la dissolution est totalement réalisée, transvaser la liqueur encore chaude dans une fiole conique de 150 ml (A.2.1) contenant 75 ml d'éthanediol-1,2. Agiter soigneusement la liqueur résultante et la laisser reposer jusqu'à refroidissement.

**A.1.3 Phénolphthaléine**, solution d'indicateur à 10 g/l dans l'éthanol à 95 % (V/V).

#### A.2 Appareillage

**A.2.1 Fioles coniques**, de capacités 100 et 150 ml, munies de bouchons rodés en verre.

**A.2.2 Pipettes**, de capacité 10 ml, dont le canal terminal aura été écourté de manière à amener son diamètre intérieur entre 2 et 3 mm. Cette disposition facilite l'écoulement de la solution d'hydroxyde de potassium.

La pipette ainsi préparée devra être réétalonnée préalablement à toute utilisation.

**A.2.3 Bain d'huile**, thermorégularisable à  $\pm 1 \text{ °C}$ .

#### A.3 Essai préliminaire

Voir chapitre 7.

#### A.4 Mode opératoire

##### A.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, environ 0,5 g de l'échantillon dans une fiole conique de 100 ml (A.2.1).

##### A.4.2 Détermination

Effectuer deux déterminations.

Dans la fiole conique contenant la prise d'essai (A.4.1), ajouter, à l'aide de la pipette (A.2.2), 10 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (A.1.2).

Boucher la fiole conique avec son bouchon rodé, puis mélanger la prise d'essai avec la solution d'hydroxyde de potassium en imprimant à la fiole conique un mouvement modéré de giration, jusqu'à homogénéisation totale du mélange réactionnel.

Assujettir fermement le bouchon rodé à la fiole conique, puis chauffer le mélange au bain d'huile (A.2.3) de manière à atteindre une température de 70 à 80 °C en 2 à 3 min.

Agiter la fiole conique comme décrit précédemment pendant la période de chauffage.

Cette opération terminée, retirer la fiole conique du bain d'huile. Agiter énergiquement, puis laisser reposer le liquide. Déboîter avec précaution le bouchon rodé de manière à laisser l'air s'échapper.

Assujettir de nouveau fermement le bouchon rodé au col de la fiole conique et reporter au bain d'huile amené à une température de 120 à 130 °C.

Après 3 min de chauffage à cette température, refroidir la fiole conique vers 80 à 90 °C, enlever le bouchon et le rincer à l'eau en veillant à faire écouler l'eau de rinçage dans la fiole conique.

Ajouter 15 ml d'eau dans le milieu, puis quelques gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine (A.1.3). Titrer sous agitation constante avec la solution d'acide chlorhydrique (A.1.1).

##### A.4.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

#### A.5 Expression des résultats

Voir chapitre 9.

#### A.6 Procès-verbal d'essai

Voir chapitre 10.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3681:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3408f20c-068c-43a-afac-54120624d744/iso-3681-1983>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3681:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3408f20c-068c-43a-afac-54120624d744/iso-3681-1983>