

---

---

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

**iTeh STANDARD PREVIEW**

**(standards.iteh.ai)** — *Binders for paints and varnishes — Determination of saponification value — Titrimetric method*

[ISO 3681:1996](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2d79634-8f66-4554-8464-1539ed940190/iso-3681-1996>



## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3681 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 10, *Méthodes d'essai des liants pour peintures et vernis*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3681:1983) qui a été révisée sur le plan technique et rédactionnel. La principale modification est que l'indice de saponification n'est plus maintenant associé à 1 g de matières non volatiles du produit mais à 1 g de produit lui-même.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

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

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale 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, 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 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 A prescrit 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 normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipette à un trait.*

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

## 3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

**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 de 1 g du produit essayé.

## 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, on fait bouillir sous reflux une prise d'essai 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 d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

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

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

NOTE 1 Si des conditions plus sévères sont nécessaires pour la saponification, utiliser une solution éthanolique à  $2 \text{ mol/l}$ , ou utiliser de l'éthane-1,2-diol (éthylène-glycol) ou du 2,2'-oxydiéthanol (diéthylène-glycol) comme solvant (voir article 8 et annexe A).

Si le propan-2-ol peut être utilisé à la place de l'éthanol ou du méthanol, il doit être utilisé. L'applicabilité de la solution dans le propan-2-ol est comparable à celle d'une solution éthanolique et sa toxicité est moindre qu'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 et de 1 partie en volume d'eau ou dans l'eau.

**5.4 Phénolphaléine**, ou **thymolphaléine**, solution à  $10 \text{ g/l}$  dans l'éthanol à 95 % (V/V), le méthanol ou le propan-2-ol (voir note 1).

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et verrerie conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1 et de l'ISO 648, 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 ml ou 50 ml.

**6.4 Appareil de titrage potentiométrique**, muni d'une électrode en verre et d'une électrode de référence. L'emploi de cet appareil est une alternative optionnelle (voir 9.2).

**6.5 Agitateur magnétique**.

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

## 7 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842.

## 8 Essai préliminaire

En l'absence de spécification ou d'accord au sujet des conditions particulières de saponification, réaliser le

mode opératoire prescrit dans l'article 9 en utilisant 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  $2 \text{ mol/l}$  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'éthane-1,2-diol (éthylène-glycol) ou du 2,2'-oxydiéthanol (diéthylène-glycol).

S'il n'y a pas d'augmentation du résultat final (c'est-à-dire la moyenne; voir 10.1) 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.

## 9 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

### 9.1 Prise d'essai

Par référence au tableau 1, sélectionner la masse appropriée de la prise d'essai à prélever. Cette masse doit être choisie telle 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
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

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

## 9.2 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), soit

- 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium à 0,5 mol/l (5.2);
- 25 ml d'une autre solution d'hydroxyde de potassium (voir article 8 et note 1 de 5.2);
- le volume spécifié ou agréé 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 ou ayant fait l'objet d'un accord ou résultant de l'essai préliminaire (voir article 8).

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

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

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

## 9.3 Essai à blanc

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

## 10 Expression des résultats

### 10.1 Calcul

Calculer l'indice de saponification SV, exprimé en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de l'équation

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

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3), utilisé pour l'essai à blanc (9.3);

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (5.3), utilisé pour la détermination (9.2);

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

56,1 est le facteur 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 (9.1).

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

Noter comme 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 mentionner au moins les informations suivantes:

- tous les renseignements nécessaires à l'identification du produit essayé;
- une référence à la présente Norme internationale (ISO 3681);
- les résultats de l'essai, comme indiqué en 10.1;
- le solvant, la concentration et le volume de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée;
- la durée d'ébullition;
- le mode de titrage: en présence d'indicateur coloré (phénolphthaléine ou thymolphthaléine) ou potentiométrique;
- tout écart à la méthode d'essai prescrite;
- la date de l'essai.

## Annexe A (normative)

### 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 d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

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

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

Peser environ 6 g d'hydroxyde de potassium en pastilles dans une fiole conique de 100 ml (voir A.2.1) et y ajouter 25 ml d'éthane-1,2-diol. 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 solution dans une fiole conique de 150 ml (voir A.2.1) contenant 75 ml d'éthane-1,2-diol. Agiter soigneusement la solution résultante et la laisser refroidir.

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

#### A.2 Appareillage

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

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

La pipette ainsi modifiée doit être réétalonnée préalablement à toute utilisation.

**A.2.3 Bain d'huile**, thermorégularisable à 150 °C  $\pm 1 \text{ C}$ .

**A.2.4 Agitateur magnétique**.

#### A.3 Essai préliminaire

Voir article 8.

#### A.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

##### 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 (voir A.2.1).

##### A.4.2 Détermination

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 et mélanger son contenu en imprimant à la fiole conique un mouvement modéré de giration.

Fixer 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 °C à 80 °C en 2 min à 3 min.

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

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.

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

NOTE 2 Si nécessaire, une température plus élevée que 130 °C peut être utilisée. La saponification sous pression est également possible.

Après 3 min de chauffage à cette température, refroidir la fiole conique vers 80 °C 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 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 en suivant le même mode opératoire, mais en omettant la prise d'essai.

#### **A.5 Expression des résultats**

Voir article 10.

#### **A.6 Rapport d'essai**

Voir article 11.

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

[ISO 3681:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2d79634-8f66-4554-8464-1539ed940190/iso-3681-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2d79634-8f66-4554-8464-1539ed940190/iso-3681-1996>

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

ISO 3681:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a2d79634-8f66-4554-8464-1539ed940190/iso-3681-1996>

---

---

**ICS 87.060.20**

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

Prix basé sur 5 pages

---

---