

Norme internationale



3682

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

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

Binders for paints and varnishes — Determination of acid value — Titrimetric method

Deuxième édition — 1983-03-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3682:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9201f973-d74c-4f80-8f26-b9ea1193082f/iso-3682-1983>

CDU 667.6 : 543.852.1

Réf. n° : ISO 3682-1983 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, liant, essai chimique, détermination, indice d'acide, méthode volumétrique.

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 3682 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

La première édition (ISO 3682-1976) avait été approuvée par les comités membres des pays suivants:

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

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

Italie

Cette deuxième édition, qui annule et remplace l'ISO 3682-1976, 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	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	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 désapprouvé pour des raisons techniques:

Allemagne, R.F.

Liants pour peintures et vernis – Détermination de l'indice d'acide – Méthode titrimétrique

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de détermination de l'indice d'acide des liants pour peintures et vernis.

La méthode n'est pas applicable aux résines phénoliques.

2 Références

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

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

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

indice d'acide: Nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres contenus dans 1 g de matières non volatiles du produit.

NOTE — Si des anhydrides d'acide libres sont présents dans le liant, comme dans le cas de certaines résines polyester, la solution alcoolique d'hydroxyde de potassium ne réagit que partiellement avec les anhydrides; cela risque cependant d'avoir peu d'importance avec la plupart des liants, en raison de leur faible teneur en anhydrides libres.

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.

5.1 Mélange de solvants, composé de 2 parties en volume de toluène et 1 partie en volume d'éthanol à au moins 95 % (V/V),¹⁾ sauf spécification ou accord contraire. Neutraliser le mélange de solvants par la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) avant de l'utiliser.

5.2 Hydroxyde de potassium, solution titrée, $c(\text{KOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$, dans l'éthanol à 95 % (V/V),¹⁾ ou dans le méthanol exempt de carbonates, et étalonnée par rapport à l'hydrogénéphthalate de potassium.

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

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

NOTE — D'autres solutions peuvent être utilisées, par exemple le bleu de bromothymol 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.

6.2 Burette, de capacité 50 ml.

Si nécessaire,
6.3 Appareil de titrage potentiométrique, à électrode en verre et électrode de référence.

6.4 Agitateur magnétique.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

La masse de la prise d'essai dépend de l'indice d'acide présumé (voir le tableau comme guide pour sélectionner la masse appropriée). Cette masse doit être choisie telle que le volume de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) soit compris entre 10 et 30 ml.

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

Tableau

Indice d'acide présumé	Masse de la prise d'essai
mg KOH/g	g
jusqu'à 10	10
au-dessus de 10 à 25	5
au-dessus de 25 à 50	2,5
au-dessus de 50 à 150	1
au-dessus de 150	0,5

1) Si l'on utilise de l'alcool dénaturé ou de l'alcool d'une autre qualité, vérifier qu'il convient pour l'exécution de l'essai.

7.2 Détermination

Effectuer deux déterminations.

Dissoudre la prise d'essai (7.1), dans 50 ml du mélange de solvants (5.1). Chauffer, si nécessaire, mais refroidir la solution à la température ambiante avant d'effectuer le titrage.

ATTENTION — Si on chauffe la solution, il faudra opérer sous hotte ou dans un atmosphère bien ventilée. Éviter toute surchauffe.

Ajouter 2 ou 3 gouttes de la solution d'indicateur à la phénolphthaléine (5.3) et titrer rapidement avec la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge persistant durant au moins 10 s (voir note 1).

Si une précipitation se produit pendant le titrage et interfère ainsi avec la détermination du point final, ajouter du solvant suivant les indications de la note 2. Lorsqu'un mélange de solvants approprié a été trouvé, recommencer le titrage avec le même mélange.

Utiliser le même mélange pour l'essai à blanc et noter la nature et le volume du mélange de solvants dans le procès-verbal d'essai (chapitre 9).

NOTES

1 Dans le cas de certains produits, tels que certaines résines polyester, on n'obtient pas de changement de couleur très net avec la phénolphthaléine. On utilisera alors un autre indicateur, par exemple le bleu de bromothymol (voir la note de 5.3). Dans les cas douteux et plus particulièrement dans ceux de solutions colorées, il est préférable de titrer par potentiométrie à pH 7 avec des électrodes en verre à temps de réponse approprié.

2 La nature et le volume du mélange de solvants varient selon qu'il y a ou non précipitation pendant le titrage. On peut augmenter le volume du mélange de solvants jusqu'à 150 ml ou ajouter 25 ml d'acétone. L'addition de solvant a pour but d'éviter une précipitation pendant le titrage et non pas de dissoudre la résine.

7.3 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.

NOTE — Théoriquement, le résultat de l'essai à blanc doit être nul si la neutralisation du réactif (5.1) a bien été effectuée.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

Calculer l'indice d'acide, A , à l'aide de l'équation

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

où

A est l'indice d'acide, exprimé en milligrammes de KOH par gramme;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2), utilisé pour l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2), utilisé pour la détermination;

c est la concentration réelle, exprimée en moles de KOH par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) au moment de l'emploi;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

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.

8.2 Fidélité

8.2.1 Répétabilité, r

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, avec une probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur le même matériau, par un même opérateur, dans un même laboratoire, en employant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 3 %.

8.2.2 Reproductibilité, R

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, avec une probabilité de 95 %, à ce que se situe l'écart entre deux résultats obtenus sur un matériau identique, par des opérateurs différents, dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode d'essai normalisée, est 5 %.

9 Procès-verbal d'essai

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

- le type et l'identification du produit essayé;
- la référence à la présente Norme internationale (ISO 3682);
- l'indice d'acide, exprimé en milligrammes d'hydroxyde de potassium par gramme de matières non volatiles du produit (mg KOH/g);
- la nature et le volume du mélange de solvants utilisé (voir 7.2);
- la température et le temps de chauffage pour la détermination de la teneur en matières non volatiles selon l'ISO 3251;
- toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- la date de l'essai.