

NORME
INTERNATIONALE

ISO
3682

Troisième édition
1996-06-01

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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

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

ISO 3682:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e5a2351-eaac-4151-83b7-303d87a28412/iso-3682-1996>



Numéro de référence
ISO 3682:1996(F)

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 3682 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 3682:1983) qui a été révisée sur le plan technique et rédactionnel. La principale modification est que l'indice d'acide n'est plus maintenant associé à 1 g de matières non volatiles du produit mais à 1 g de produit lui-même.

© 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 d'acide — Méthode titrimétrique

1 Domaine d'application

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

La méthode n'est pas applicable aux résines phénoliques.

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

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

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

4 Principe

Les acides libres contenus dans une prise d'essai sont titrés avec une solution titrée d'hydroxyde de potassium, 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.

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) (voir note 4 de 8.2), sauf spécification ou accord contraire si l'on utilise de l'alcool d'une autre qualité, vérifier qu'il convient pour l'exécution de l'essai. Neutraliser en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur, 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) (voir 5.1) ou dans le méthanol exempt de carbonates, et étalonnée par rapport à l'hydrogénophthalate de potassium.

NOTE 1 Une solution titrée, $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol}$, peut également être utilisée dans le cas où, avec une solution à $0,1 \text{ mol/l}$, plus de 50 ml de titrant serait nécessaire, ainsi cela éviterait des erreurs cumulées du fait du remplissage de la burette de 50 ml.

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

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

NOTE 2 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 propan-2-ol.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Fiole conique, de capacité 250 ml.

6.2 Burette, de capacité 50 ml, conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1.

6.3 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 note 3 de 8.2).

6.4 Agitateur magnétique.

7 Échantillonnage

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

8 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double

8.1 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 le volume de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2) utilisé soit compris entre 10 ml et 30 ml.

Tableau 1 — Masse de la prise d'essai

Indice d'acide présumé mg KOH/g	Masse approximative de la prise d'essai 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

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

8.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai (8.1), en agitant, dans 50 ml du mélange de solvants (5.1).

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 réagit seulement partiellement avec les anhydrides. Cela toutefois, est généralement peu gênant avec la plupart des liants à cause des petites quantités d'anhydrides libres présents. S'il est présumé que des quantités importantes d'anhydrides libres sont présents, une solution aqueuse d'hydroxyde de potassium doit être utilisée.

Chauffer, si nécessaire, mais refroidir la solution à la température ambiante avant d'effectuer le titrage.

AVERTISSEMENT — Si l'on chauffe la solution, il faut opérer sous hotte ou dans une 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 tout en agitant la solution.

NOTE 3 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 peut utiliser alors un autre indicateur, par exemple le bleu de bromothymol (voir note 2 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.

Dans le cas des acides polybasiques, il peut y avoir également des points d'inflexion au-dessus de pH 7. Dans de tels cas, le point d'inflexion dans le domaine le plus basique doit être pris comme étant le point final.

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 4. Lorsqu'un mélange de solvants approprié a été trouvé, recommencer le titrage avec le même mélange.

NOTE 4 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.

Utiliser le même mélange pour l'essai à blanc (8.3) et noter la nature et le volume du mélange de solvants dans le rapport d'essai (article 10).

8.3 Essai à blanc

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

NOTE 5 Théoriquement, le résultat d'essai à blanc doit être nul si la neutralisation du mélange de solvants (5.1) a bien été effectuée.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

Calculer l'indice d'acide AV, exprimé en milligrammes de KOH par gramme de produit, à l'aide de l'équation

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

où

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2), utilisé pour l'essai à blanc (8.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2), utilisé pour la détermination (8.2);

c est la concentration réelle, en moles par litre, de la solution d'hydroxyde de potassium (5.2);

56,1 est le facteur de conversion des millilitres de solution d'hydroxyde de potassium $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/l}$, en milligrammes d'hydroxyde de potassium;

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

Si les deux résultats (jumeaux) diffèrent de plus de 3 % (par rapport à la moyenne), répéter le mode opératoire prescrit dans l'article 8.

Noter comme résultat final la moyenne, arrondie à 0,1 mg KOH/g près, de deux résultats exploitables (répliques).

9.2 Fidélité

9.2.1 Limite de répétabilité, r

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

9.2.2 Limite de reproductibilité, R

La valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre, au niveau de probabilité de 95 %, à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats obtenus sur un produit identique, par des opérateurs différents, dans des laboratoires différents, en appliquant la méthode normalisée, est 5 %.

10 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 3682);
- les résultats de l'essai, comme indiqué en 9.1;
- la nature et le volume du mélange de solvants utilisé (voir 8.2);
- le mode de titrage: en présence d'indicateur coloré (phénolphthaléine ou bleu de bromothymol ou autre) ou potentiométrique;
- tout écart à la méthode d'essai prescrite;
- la date de l'essai.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3682:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e5a2351-eaae-4151-83b7-303d87a28412/iso-3682-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3682:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e5a2351-eeae-4151-83b7-303d87a28412/iso-3682-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3682:1996](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e5a2351-eaac-4151-83b7-303d87a28412/iso-3682-1996>

ICS 87.060.20

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

Prix basé sur 3 pages
