
Norme internationale



4621

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

Pigments verts d'oxyde de chrome — Spécifications et méthodes d'essai

Chrome oxide green pigments — Specifications and methods of test

Première édition — 1986-07-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4621:1986](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ba6567-c07b-4c1b-b640-a0e27b6f24e9/iso-4621-1986>

CDU 667.622.117.61

Réf. n° : ISO 4621-1986 (F)

Descripteurs : peinture, pigment, oxyde de chrome, spécification, essai.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4621 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

[ISO 4621:1986](#)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Pigments verts d'oxyde de chrome — Spécifications et méthodes d'essai

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes des pigments verts d'oxyde de chrome pour usages généraux.

2 Références

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

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 787, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge —*

Partie 1: Comparaison de la couleur des pigments.

Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.

Partie 3: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à chaud.

Partie 5: Détermination de la prise d'huile.

Partie 7: Détermination du refus sur tamis — Méthode à l'eau — Méthode manuelle.

Partie 9: Détermination du pH d'une suspension aqueuse.

Partie 16: Détermination du pouvoir colorant relatif (ou valeur de coloration équivalente) et de la couleur dégradée des pigments colorés — Méthode de comparaison visuelle.

Partie 20: Comparaison de la facilité de dispersion — Méthode par mouvements oscillatoires.

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

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécifications et méthodes d'essai.*¹⁾

ISO 3856/6, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» — Partie 6: Détermination de la teneur totale en chrome de la fraction liquide de la peinture — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.*

ISO 6713, *Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre.*

3 Définition

pigment vert d'oxyde de chrome: Pigment minéral coloré consistant essentiellement en oxyde de chrome(III) (Cr_2O_3) sous forme d'une poudre sèche.

4 Classification

La présente Norme internationale spécifie trois classes de pigments verts d'oxyde de chrome, qui ne doivent pas être mélangés à d'autres matières colorantes, minérales ou organiques et doivent être exempts de matières de charge et de diluants:

Classe 1: Ces pigments doivent laisser un refus sur un tamis de 45 μm de 0,01 % (m/m) au maximum.

Classe 2: Ces pigments doivent laisser un refus sur un tamis de 45 μm de 0,01 à 0,1 % (m/m).

Classe 3: Ces pigments doivent laisser un refus sur un tamis de 45 μm de 0,1 à 0,5 % (m/m).

5 Caractéristiques requises et leurs tolérances

5.1 Les spécifications fondamentales et les spécifications secondaires des pigments verts d'oxyde de chrome sont données dans les tableaux 1 et 2. Pour les spécifications selon le tableau 2, un accord est nécessaire entre les parties intéressées.

5.2 Le pigment de référence agréé, mentionné dans le tableau 2, doit être conforme aux spécifications du tableau 1.

6 Échantillonnage

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

1) Actuellement au stade de projet.

Tableau 1 – Spécification fondamentales

Caractéristique		Spécification	Méthode d'essai	
Teneur en chrome exprimé comme Cr ₂ O ₃	% (m/m)	min. 96	Chapitre 7	
Teneur en chrome «soluble»	% (m/m)	max. 0,02	Chapitre 8	
Matières volatiles à 105 °C	% (m/m)	max. 0,3	ISO 787/2	
Perte à la calcination à 1 000 °C	% (m/m)	max. 1	Chapitre 9	
Matières solubles dans l'eau	% (m/m)	max. 0,2	ISO 787/3	
Refus sur tamis (45 µm)	classe 1	% (m/m)	ISO 787/7*	
	classe 2	% (m/m)		Plus grand que 0,01, max. 0,1
	classe 3	% (m/m)		Plus grand que 0,1, max. 0,5

* Il peut être nécessaire de dissocier les agglomérats en brossant doucement le tamis, mais il faudra éviter de rompre les agrégats.

Tableau 2 – Spécifications secondaires

Caractéristique	Spécification	Méthode d'essai
Couleur	Doit être conforme à celle du pigment de référence agréé	ISO 787/1
Pouvoir colorant relatif	Doit être conforme à celui du pigment de référence agréé	ISO 787/16
Facilité de dispersion	Ne doit pas être inférieure à celle du pigment de référence agréé	ISO 787/20, ou autre méthode agréée
pH en suspension aqueuse	Ne doit pas différer de plus de 1 unité du pH de la suspension aqueuse du pigment de référence agréé	ISO 787/9
Prise d'huile	Ne doit pas différer de plus de 15 % de la valeur ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées	ISO 787/5
Résistance aux acides et aux alcalis	Le changement de couleur ne doit pas dépasser celui du pigment de référence agréé ISO 4621:1986	Chapitre 10

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ba6567-c07b-4c1b-b640-a0e27b6f24e9/iso-4621-1986>

7 Détermination de la teneur totale en chrome comme oxyde de chrome(III)

7.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

AVERTISSEMENT – Utiliser les réactifs selon les règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.

7.1.1 Peroxyde de sodium.

7.1.2 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

Ajouter avec précaution 1 volume d'acide sulfurique à 96 % (m/m), à 1 volume d'eau, en refroidissant.

7.1.3 Sulfate d'ammonium-fer(II), solution titrée, $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] \approx 0,2 \text{ mol/l}$.

7.1.3.1 Préparation

Dissoudre 78,4 g de sulfate d'ammonium-fer(II) hexahydraté dans environ 200 ml d'eau et ajouter 50 ml d'acide sulfurique (7.1.2). Diluer jusqu'au trait repère dans une fiole jaugée de 1 000 ml conforme aux spécifications de l'ISO 1042 et bien mélanger.

7.1.3.2 Étalonnage

Étalonner la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) (7.1.3.1) de la façon suivante:

Peser, à 0,1 mg près, environ 0,9 g de dichromate de potassium (7.1.4), le dissoudre dans 200 ml d'eau et l'acidifier avec 10 ml d'acide sulfurique (7.1.2).

Titre la solution comme décrit en 7.3.2.

7.1.4 Dichromate de potassium, séché entre 150 et 200 °C.

7.1.5 Persulfate d'ammonium.

7.1.6 Nitrate d'argent.

7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.2.1 Creuset, en alumine ou autre matériau approprié tel que le zirconium, muni d'un couvercle.

7.2.2 Four à moufle, pouvant être maintenu à une température de $700 \pm 25 \text{ °C}$.

7.2.3 Burette, de 100 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 385/1.

7.2.4 pH-mètre, potentiel 0 à 1 400 mV.

7.2.5 Électrode au calomel.

7.2.6 Électrode en platine.

7.2.7 Agitateur magnétique, muni d'un barreau enrobé de polytétrafluoréthylène (PTFE).

7.3 Mode opératoire

Effectuer la détermination proprement dite et la détermination à blanc en double.

7.3.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai d'environ 0,5 g dans le creuset (7.2.1), ajouter 5 à 6 g de peroxyde de sodium (7.1.1) et bien mélanger.

7.3.2 Détermination

Couvrir le creuset et chauffer dans le four à moufle (7.2.2) à 700 ± 25 °C durant 10 min. Laisser refroidir le creuset et son couvercle durant 10 min, puis l'immerger dans un bûcher de 600 ml contenant environ 200 ml d'eau; couvrir immédiatement le bûcher avec un verre de montre. Chauffer doucement le bûcher et son contenu jusqu'à ce que la réaction violente s'arrête. Enlever avec précaution le creuset et son couvercle et les rincer avec de l'eau jusqu'à ce qu'ils soient nettoyés. Mettre les eaux de rinçage dans le bûcher.

Refroidir, ajouter suffisamment d'acide sulfurique (7.1.2) pour changer la coloration de jaune à orange et ajouter encore 10 ml d'acide sulfurique (7.1.2). Ajouter 2,5 g de persulfate d'ammonium (7.1.5) et 0,01 g de nitrate d'argent (7.1.6), faire bouillir doucement durant 30 min. Refroidir, agiter la solution à l'aide de l'agitateur magnétique (7.2.7) et titrer par potentiométrie en ajoutant la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) (7.1.3) avec la burette (7.2.3); utiliser le pH-mètre (7.2.4) et les électrodes (7.2.5 et 7.2.6) pour déterminer le point final du titrage.

NOTE — On peut aussi déterminer le point final du titrage par un indicateur redox, par exemple le diphénylamino-sulfonate de sodium. Dans ce cas, on ajoutera 15 ml d'acide orthophosphorique à 88 % (*m/m*) et encore 20 ml d'acide sulfurique (7.1.2) à la solution avant titrage. On ajoute l'indicateur très peu de temps avant d'obtenir le point final du titrage.

7.4 Expression des résultats

7.4.1 Calcul

Calculer la teneur totale en chrome du pigment à l'aide de l'équation

$$w(\text{Cr}_2\text{O}_3) = \frac{51,67 \times V_1 \times m_2}{m_1 \times V_2}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, du dichromate de potassium (7.1.4) utilisé pour l'étalonnage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) (7.1.3) nécessaire pour la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) (7.1.3) nécessaire pour l'étalonnage;

$w(\text{Cr}_2\text{O}_3)$ est la teneur en oxyde de chrome(III) du pigment, exprimée en pourcentage en masse;

51,67 est le facteur de conversion ($\times 100$) de grammes de dichromate de potassium ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) en grammes d'oxyde de chrome(III) (Cr_2O_3).

Prendre la moyenne de deux déterminations, mais si deux déterminations diffèrent de plus de 0,2 % (*m/m*), recommencer.

7.4.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

8 Détermination de la teneur en chrome «soluble»

8.1 Préparation de l'extrait à l'acide chlorhydrique

Préparer l'extrait selon la méthode décrite dans l'ISO 6713, paragraphe 8.2.

8.2 Détermination du chrome

NOTE — Pour la détermination du chrome «soluble», on peut utiliser deux méthodes. On utilisera la méthode A (8.2.1) comme méthode de référence en cas de litige. Dans le cas où on utilise une méthode spectrophotométrique, on choisira la méthode B (8.2.2).

8.2.1 Méthode A (Méthode spectrométrique d'absorption atomique)

Utiliser la méthode décrite dans l'ISO 3856/6, en prenant comme solution d'essai l'extrait à l'acide chlorhydrique (8.1). Calculer la teneur en chrome «soluble» du pigment à l'aide de l'équation

$$w(\text{Cr}) = \frac{100 \times m_0}{m_5}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de chrome «soluble» dans l'extrait à l'acide chlorhydrique (8.1);

m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour préparer l'extrait à l'acide chlorhydrique (8.1);

$w(\text{Cr})$ est la teneur en chrome «soluble» du pigment, exprimée en pourcentage en masse.

8.2.2 Méthode B (Méthode spectrophotométrique)

8.2.2.1 Principe

Après addition d'une solution d'hydroxyde de sodium à l'extrait à l'acide chlorhydrique, oxydation du chrome en chrome hexavalent par le peroxyde d'hydrogène. Mesurage spectrophotométrique de la couleur jaune du chrome hexavalent à la longueur d'onde de 366 nm.

8.2.2.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs selon les règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.

8.2.2.2.1 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$.

8.2.2.2.2 Hydroxyde de sodium, solution à environ 40 g/l.

8.2.2.2.3 Peroxyde d'hydrogène, solution à 30 % (m/m).

8.2.2.2.4 Chrome, solution étalon contenant 100 mg de Cr par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 282,9 mg de dichromate de potassium, le dissoudre dans de l'acide chlorhydrique (8.2.2.2.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter jusqu'au trait repère avec le même acide chlorhydrique et bien mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de Cr.

8.2.2.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

8.2.2.3.1 Spectrophotomètre, convenant pour les mesurages à la longueur d'onde de 366 nm, muni de cuves de 10 mm de parcours optique.

8.2.2.3.2 Pipette, de 25 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 648.

8.2.2.3.3 Burette, de 25 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 385/1.

8.2.2.3.4 Fioles jaugées, de 100 ml et 1 000 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

8.2.2.4 Mode opératoire

8.2.2.4.1 Préparation des solutions colorimétriques étalons

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml (8.2.2.3.4), introduire, à l'aide de la burette (8.2.2.3.3), les volumes respectifs de la solution étalon de chrome (8.2.2.2.4) indiqués dans le tableau 3.

Ajouter, à l'aide d'une éprouvette graduée, 50 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (8.2.2.2.2) dans chacune des fioles, compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

Tableau 3 — Solutions colorimétriques étalons

Solution colorimétrique étalon n°	Solution étalon de chrome (8.2.2.2.4)	Concentration correspondante en Cr dans la solution colorimétrique étalon
	ml	µg/ml
0*	0	0
1	2,5	2,5
2	5	5
3	7,5	7,5
4	10	10
5	12,5	12,5

* Solution de compensation.

8.2.2.4.2 Mesures spectrophotométriques

Mesurer les absorbances des solutions colorimétriques étalons (8.2.2.4.1) à l'aide du spectrophotomètre (8.2.2.3.1) à la longueur d'onde d'absorbance maximale (environ 366 nm) par rapport à de l'eau placée dans la cuve de référence. Avant chaque mesurage, rincer les cuves avec la solution colorimétrique étalon. Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des autres solutions colorimétriques étalons.

8.2.2.4.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant les masses, en microgrammes, de Cr contenu dans 1 ml des solutions colorimétriques étalons en abscisses et les valeurs correspondantes d'absorbance en ordonnées. Si le mode opératoire a été correctement suivi, et si la lumière de la source est suffisamment monochromatique, la courbe d'étalonnage doit être une droite.

8.2.2.4.4 Détermination

À l'aide de la pipette (8.2.2.3.2), introduire, dans un bécher de 150 ml, pas plus de 50 ml de l'extrait à l'acide chlorhydrique obtenu comme décrit en 8.1, afin que la valeur de l'absorbance soit dans les limites de la gamme d'étalonnage. Diluer jusqu'à 50 ml avec de l'eau. Ajouter 25 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (8.2.2.2.2) et 1 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (8.2.2.2.3), porter la solution à ébullition et l'y maintenir durant 15 min.

Après refroidissement à la température ambiante, transvaser la solution, ainsi que le précipité éventuellement formé, dans une fiole jaugée de 100 ml (8.2.2.3.4). Rincer le bécher avec de la solution d'hydroxyde de sodium (8.2.2.2.2), en recueillant les liquides de rinçage dans la fiole. Compléter jusqu'au trait repère avec la solution d'hydroxyde de sodium et éliminer ensuite l'éventuel précipité par filtrage.

Mesurer l'absorbance de la solution ou du filtrat comme décrit en 8.2.2.4.2.

8.2.2.5 Expression des résultats

8.2.2.5.1 Calcul

Calculer la teneur en chrome «soluble» du pigment à l'aide de l'équation

$$w(\text{Cr}) = \frac{a \times V_3}{m_5 \times V_4 \times 100}$$

où

a est la concentration en chrome, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

m_5 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour préparer l'extrait à l'acide chlorhydrique décrit dans l'ISO 6713, paragraphe 8.2;

V_3 est le volume, en millilitres, d'acide chlorhydrique plus éthanol utilisé pour l'extraction décrite dans l'ISO 6713, paragraphe 8.2;

V_4 est le volume, en millilitres, de l'extrait à l'acide chlorhydrique utilisé en 8.2.2.4.4;

$w(\text{Cr})$ est la teneur en chrome «soluble» du pigment, exprimée en pourcentage en masse.

8.2.2.5.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

9 Détermination de la perte au feu à 1 000 °C

NOTE — La détermination de la perte au feu est généralement effectuée afin de déterminer l'eau liée physiquement ou chimiquement. Une décoloration, comme résultat de la calcination indique généralement la présence de petites quantités de substances organiques dans les pigments verts d'oxyde de chrome.

9.1 Appareillage

9.1.1 Four à moufle, pouvant être maintenu à une température de $1\,000 \pm 50$ °C.

9.1.2 Creuset en platine.

9.2 Mode opératoire

9.2.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai d'environ 5 g dans le creuset en platine (9.1.2) qui a été, immédiatement avant, chauffé à $1\,000 \pm 50$ °C durant 15 min, refroidi et pesé.

9.2.2 Détermination

Chauffer le creuset dans le four à moufle (9.1.1) à $1\,000 \pm 50$ °C durant 15 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et peser.

9.3 Expression des résultats

9.3.1 Calcul

Calculer la perte au feu du pigment à l'aide de l'équation

$$w = \frac{100 \times (m_3 - m_4)}{m_3}$$

où

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_4 est la masse, en grammes, du résidu;

w est la perte au feu du pigment, exprimée en pourcentage en masse.

9.3.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

10 Résistance aux acides et aux alcalis

10.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs selon les règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.

10.1.1 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

Diluer jusqu'à 100 ml, 20 ml d'acide chlorhydrique à 37 % (m/m), avec de l'eau.

10.1.2 Hydroxyde de sodium, solution à 200 g/l.

10.2 Mode opératoire

Agiter environ 2 g de l'échantillon pour essai dans un tube à essais avec un volume convenable d'acide chlorhydrique (10.1.1). Laisser reposer durant 1 h. Traiter le pigment de référence agréé de la même manière et au même moment. Noter toute modification de couleur apparaissant dans les suspensions des pigments. Répéter l'essai en utilisant la solution d'hydroxyde de sodium (10.1.2) à la place de l'acide chlorhydrique, et noter de nouveau toute modification de couleur apparaissant dans les suspensions des pigments.

11 Procès-verbal d'essai

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

- le type et l'identification du produit essayé;
- la référence à la présente Norme internationale (ISO 4621);
- les résultats des essais, la méthode utilisée si un choix est disponible et si le produit essayé est conforme ou non aux limites de la spécification appropriée;
- toute modification, par accord ou autrement, des modes opératoires spécifiés;
- les dates des essais.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4621:1986

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ba6567-c07b-4c1b-b640-a0e27b6f24e9/iso-4621-1986>