



● Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre

Paints and varnishes — Preparation of acid extracts from liquid paints

Première édition — 1980-04-15

1982
JPG

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 6713 (précédemment ISO/DIS 3856/1) a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en avril 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Pologne
Allemagne, R.F.	Iran	Roumanie
Australie	Irlande	Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Brésil	Italie	Suisse
Bulgarie	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Mexique	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

France
Pays-Bas

Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides

0 Introduction

Ce document est à utiliser conjointement à l'ISO 3856, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles»*.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de préparation des extraits acides utilisés comme solutions d'essai pour la détermination des teneurs en métaux «solubles» des peintures liquides et produits assimilés.

2 Références

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

ISO 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage*.

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais*.

ISO 3856, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles»*.

3 Définition

teneur en métaux «solubles» d'une peinture : Somme de la teneur en métal des pigments et des matières de charge soluble dans un acide dilué à une concentration définie et de la teneur en métal total présent dans la fraction liquide de la peinture diluée au solvant.

4 Principe

Dilution d'un échantillon du produit liquide à essayer, suivie de

la séparation par centrifugation des matières solides de l'échantillon. Trois méthodes de séparation de la fraction solide sont décrites en fonction du milieu de suspension de la peinture examinée.

Extraction avec une solution d'acide chlorhydrique à 0,07 mol/l des matières solides séparées (comprenant pigments et matières de charge).

Évaporation jusqu'à siccité de la fraction liquide, obtenue par centrifugation, du produit essayé. Préparation du résidu, en vue d'analyse, par calcination et extraction des cendres par l'acide.

NOTE — La solution d'acide chlorhydrique à 0,07 mol/l a été choisie comme une approximation de l'acidité dans l'estomac. Il a été admis que le rapport de la masse du pigment à la masse de la solution d'acide chlorhydrique doit être de 1 : 15, excepté dans le cas du plomb soluble où il doit être de 1 : 1 000.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1512.

6 Séparation des pigments et matières de charge à partir de l'échantillon de peinture

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

Examiner et préparer l'échantillon pour l'essai comme spécifié dans l'ISO 1513. Retirer immédiatement toute peau présente. Homogénéiser soigneusement l'échantillon et, si nécessaire, le passer à travers un tamis de 150 µm de dimension nominale d'ouverture, afin d'éliminer toute peau restante et autres matières étrangères.

6.2 Réactifs

Choisir un solvant permettant d'obtenir la séparation optimale des pigments et des matières de charge.

AVERTISSEMENT — Selon le solvant utilisé, des risques toxiques ou autres peuvent se présenter et les précautions nécessaires doivent être prises en considération.

Des exemples de solvants ou de mélanges de solvants appropriés sont donnés ci-après :

- peintures diluées au solvant, encres d'imprimerie et produits similaires (méthode A) :

Toluène/éthanol (4 + 1) (cas des peintures séchant à l'air)

Xylène/butanol-1 (9 + 1) (cas des peintures séchant au four)

Toluène (cas des peintures au caoutchouc chloré)

Butanone (cas des peintures nitrocellulosiques)

- peintures émulsion à base de dispersions aqueuses de polymères (méthode B) :

Acétone

Chloroforme, fraîchement distillé

Tétrahydrofurane

- plastisols et organosols à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de ses copolymères et peintures à base de dispersions non aqueuses de polymères (méthode C) :

Tétrahydrofurane

Cyclohexanone

Cyclopentanone

6.3 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, et en particulier :

6.3.1 Centrifugeuse appropriée de laboratoire, avec tubes inertes de 50 ou 100 ml de capacité. Choisir de préférence une centrifugeuse pouvant produire une accélération centrifuge relative de 100 km/s².

6.3.2 Étuve ventilée, réglable à 105 ± 2 °C.

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Méthode A (peintures diluées au solvant, encres d'imprimerie et produits similaires)

Peser, à 0,01 g près, un jeu (voir note 1) de tubes centrifugeurs (6.3.1). Verser, dans chaque tube, 10 à 20 g (voir note 2) de l'échantillon préparé, en prenant soin de ne pas en déposer sur les bords et la paroi du tube. Peser *immédiatement* les tubes et leur contenu à 0,01 g près. Remplir le tube à peu près à moitié avec le solvant choisi (6.2) et agiter soigneusement à l'aide d'une baguette en verre. Laver soigneusement les baguettes en verre avec le solvant, les solvants de nettoyage étant ensuite versés dans les tubes correspondants. Équilibrer les tubes centrifugeurs opposés, à 0,1 g près, en ajoutant du solvant tout en

prenant soin de conserver un niveau de liquide adéquat. Centrifuger jusqu'à séparation complète du liquide clair et du culot de pigment. Décanter la solution surnageante de l'ensemble des tubes formant un « jeu » (voir note 1) dans un récipient en verre bouché d'environ 1 litre de capacité.

Ajouter une quantité supplémentaire de solvant dans chaque tube et agiter soigneusement comme décrit précédemment, en prenant spécialement soin de disperser complètement le culot de pigment. Centrifuger de nouveau et transvaser la solution. Répéter une troisième fois l'addition de solvant, centrifuger et transvaser la solution, en ayant pris soin auparavant de disperser le culot de pigment. Pour le traitement final du culot de pigment, utiliser de l'acétone au lieu du solvant choisi afin d'obtenir un séchage rapide. Ajouter l'acétone et mélanger, en prenant spécialement soin de disperser la totalité du culot de pigment. Centrifuger et transvaser la solution dans le récipient en verre bouché comme décrit précédemment. Conserver le récipient contenant le mélange des extraits en vue du mode opératoire spécifié dans le chapitre 8.

Après s'être assuré de l'évaporation de l'excès d'acétone, placer les tubes centrifugeurs dans l'étuve (6.3.2) réglée à 105 ± 2 °C et les y laisser séjourner pendant une durée minimale de 3 h. Retirer les tubes de l'étuve et les transférer dans un dessiccateur; les laisser refroidir à la température ambiante et peser chacun de ceux-ci à 0,01 g près. Replacer les tubes dans l'étuve et les y laisser séjourner pendant une durée minimale de 1 h; les laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur et peser de nouveau. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée jusqu'à l'obtention d'une masse constante, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre les résultats de deux pesées successives ne dépasse pas 0,01 g.

Calculer la teneur en pigment de la peinture, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon de peinture (voir note 3).

NOTES

1 Les extractions ultérieures à l'acide devront être effectuées en double; par conséquent, prélever une masse suffisante de peinture et prendre un nombre suffisant de tubes de manière à obtenir au moins 11 g de pigment. Le nombre de tubes (habituellement quatre) nécessaires pour chaque échantillon constitue un « jeu ».

2 La masse de peinture prélevée dépend de la capacité des tubes centrifugeurs employés et de la teneur présumée en pigment de la peinture.

3 Si une fois séché, le culot de pigment ne peut pas être facilement broyé à la fin de l'extraction, cela indique que le liant n'a pas été complètement extrait.

6.4.2 Méthode B (peintures émulsion à base de dispersions aqueuses de polymères)

Effectuer la séparation comme spécifié en 6.4.1, mais utiliser de l'acétone pour les traitements initial et final du culot de pigment, et le solvant choisi pour les trois traitements intermédiaires du culot de pigment.

6.4.3 Méthode C (plastisols et organosols à base de polychlorure de vinyle (PVC) et de ses copolymères et peintures à base de dispersions non aqueuses de polymères)

Effectuer la séparation comme spécifié en 6.4.1, mais utiliser une masse d'échantillon telle qu'il puisse être dilué dans le sol-

vant dans une rapport de 1 : 10. Ce rapport est nécessaire pour obtenir une durée de sédimentation pratique. Agiter soigneusement durant un temps suffisamment long, afin de transformer le polychlorure de vinyle de l'état dispersé à l'état dissous. Un léger chauffage peut également être nécessaire.

6.5 Préparation de la solution d'essai à blanc

Préparer un mélange des solvants dans les mêmes proportions que celles nécessaires à la séparation. Le conserver comme solution à blanc pour les déterminations mentionnées dans le chapitre 8.

7 Extraction des pigments et matières de charge séparés

NOTE — La masse du produit solide à utiliser pour l'extraction peut être réduite, par exemple en raison de la teneur relativement élevée en métaux solubles. Dans ce cas, le volume du liquide d'extraction doit être modifié de manière que le rapport initial du produit solide au liquide d'extraction soit conservé.

7.1 Préparation du produit solide

Retirer le culot de pigment sec de tous les tubes d'un jeu, obtenu selon le mode opératoire spécifié en 6.4 et le broyer soigneusement, à l'aide d'un pilon dans un mortier, jusqu'à ce qu'il passe à travers un tamis de 500 μm de dimension nominale d'ouverture (voir la note). Placer le pigment tamisé dans un vase à peser, et transférer le vase dans l'étuve (6.3.2) réglé à 105 ± 2 °C et l'y laisser séjourner durant 2 h. Conserver le vase à peser dans un dessiccateur jusqu'à son utilisation.

NOTE — Il est essentiel que tout le pigment passe à travers le tamis. Par conséquent, tout pigment refusé au tamis doit être broyé de nouveau jusqu'à tamisage complet.

7.2 Extraction à l'acide chlorhydrique

7.2.1 Méthode ^{Un}

NOTE — L'extrait à l'acide chlorhydrique, préparé comme décrit en 7.2.1, est utilisé par la détermination des métaux «solubles» autres que le plomb, comme spécifié dans l'ISO 3856 (voir note à 7.2.2).

7.2.1.1 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.

7.2.1.1.1 Acide chlorhydrique, solution à 0,07 mol/l.

7.2.1.1.2 Acide chlorhydrique, solution 1 + 1.

Diluer 1 partie en volume d'une solution d'acide chlorhydrique ($\rho \approx 1,18$ g/ml) avec 1 partie en volume d'eau.

7.2.1.1.3 Éthanol, à 95 % (V/V) au minimum.

7.2.1.2 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, et en particulier :

7.2.1.2.1 Agitateur mécanique approprié (voir note 1).

7.2.1.2.2 pH-mètre et électrodes.

7.2.1.2.3 Membrane à filtrer, de pores de 0,15 μm de diamètre, ou autre filtre apte à donner une solution claire.

7.2.1.2.4 Appareil à filtrer, pour la membrane à filtrer (7.2.1.2.3).

7.2.1.3 Mode opératoire

Effectuer l'extraction des pigments et matières de charge séparés en double et à l'abri des rayonnements solaires directs.

Peser $5,0 \pm 0,01$ g de l'échantillon de pigment préparé (7.1) dans un bécher propre et sec de 150 ml. Mouiller la prise d'essai avec 2 ml de l'éthanol (7.2.1.1.3), placer l'agitateur (7.2.1.2.1) et ajouter 75 ml de la solution d'acide chlorhydrique (7.2.1.1.1) portée préalablement à 23 ± 2 °C. Commencer immédiatement l'agitation du mélange (voir note 1). Immerger un thermomètre dans le liquide et ajuster la température à 23 ± 2 °C. Introduire les électrodes du pH-mètre et enregistrer le pH.

Poursuivre l'agitation durant 15 ± 1 min, en s'assurant que la température reste à 23 ± 2 °C pendant toute la durée de l'opération. Si nécessaire, ajouter goutte à goutte de la solution d'acide chlorhydrique (6.2.1.1.2) pendant l'extraction afin de maintenir le pH à sa valeur initiale. À l'issue de cette opération, laisser reposer le mélange durant 15 ± 1 min à la température de 23 ± 2 °C. Filtrer ensuite à travers la membrane à filtrer (7.2.1.2.3), et recueillir le filtrat (qui doit être une solution claire) dans un récipient en verre approprié (voir note 2). Boucher immédiatement le récipient (voir note 3).

Cet extrait acide doit servir à la détermination de tous les métaux autres que le plomb (voir 7.2.2), comme spécifié dans l'ISO 3856. Des parties aliquotes pourront être prélevées pour chaque détermination.

NOTES

1 Pendant toute la durée d'extraction, la vitesse de l'agitateur doit être réglée afin que le pigment reste en suspension continue, tout en évitant les projections.

2 L'ensemble de cette opération doit être effectué en 10 min. Utiliser uniquement le filtrat obtenu durant cette période.

3 Déterminer la teneur en métal soluble dans l'acide dès que possible, et au moins dans les 24 h qui suivent la préparation de l'extrait à l'acide chlorhydrique. Une conservation plus longue de l'extrait peut provoquer des erreurs sur les résultats de l'analyse.

7.2.2 Méthode deux

NOTE — L'extrait à l'acide chlorhydrique, préparé comme décrit en 7.2.2, est utilisé pour la détermination de la teneur en plomb soluble dans l'acide, comme spécifié dans l'ISO 3856/1 (voir la première note à 7.2.1).