

NORME
INTERNATIONALE

ISO
7579

Première édition
1990-06-01

**Colorants — Détermination de la solubilité dans
les solvants organiques — Méthode
gravimétrique**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Dyestuffs — Determination of solubility in organic solvents —
Gravimetric method*

ISO 7579:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>



Numéro de référence
ISO 7579:1990(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 7579 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Les annexes A et B font partie intégrante de la présente Norme internationale.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>

Introduction

De nombreux colorants, lorsqu'ils sont présents en excès, sont dissous dans les solvants à des concentrations qui sont indépendantes du rapport du colorant au solvant (concentration à la saturation). Dans ce cas, la concentration à la saturation est définie comme la solubilité. Certains systèmes colorants-solvants ne présentent toutefois pas une concentration définie à la saturation et le colorant va continuer à se dissoudre au fur et à mesure que la proportion de colorant augmente. Une méthode graphique permettant de déterminer la solubilité de ces colorants est donnée dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7579:1990](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>

Colorants — Détermination de la solubilité dans les solvants organiques — Méthode gravimétrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour déterminer la solubilité des colorants dans les solvants organiques. Elle est applicable aux colorants qui ne changent pas chimiquement sous l'influence du solvant et qui sont stables et non volatils dans des conditions prescrites de séchage.

La méthode convient pour des concentrations comprises entre 1 g et 1000 g de colorant par litre de solvant. Elle ne s'applique pas pour la détermination des matières insolubles dans un colorant.

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 758:1976, *Produits chimiques liquides à usage industriel — Détermination de la masse volumique à 20 °C.*

ISO 787-2:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.*

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

ISO 1625:1977, *Plastiques — Dispersions aqueuses de polymères et copolymères — Détermination du résidu à 105 °C.*

3 Définition

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

solubilité: Masse maximale d'un colorant soluble dans un volume de solvant dans des conditions définies.

La solubilité est exprimée en grammes par litre de solvant (voir annexe A).

Il n'est pas fait de distinction entre solubilité «vraie» et solubilité du type «colloïde».

4 Principe

Des masses différentes de colorant sont dispersées dans un volume défini de solvant à 23 °C. Après mélangeage pendant 24 h, chaque dispersion est centrifugée et on détermine par gravimétrie la teneur en solide du liquide surnageant.

5 Solvant

Le solvant organique pour le colorant doit être complètement volatil à 105 °C et la masse volumique du solvant à 23 °C doit être connue. On peut déterminer la masse volumique du solvant conformément à l'ISO 758, mais à une température de 23 °C plutôt que de 20 °C. Il ne doit pas y avoir d'interaction chimique entre le colorant et le solvant.

Comme les solvants organiques ne sont pas chimiquement purs en général, on indiquera dans le rapport d'essai l'indice de pureté (ainsi que le type et la quantité des principaux constituants secondaires).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 7579:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>

6.1 Conteneurs cylindriques, d'un volume d'environ 250 ml, en matériau inerte, avec des bouchons fermant convenablement.

6.2 Agitateur, avec un contrôle du réglage de la vitesse.

On ne doit pas utiliser un agitateur à grande vitesse qui ferait monter la température de la solution.

6.3 Appareil pour secouer les conteneurs (6.1), ou **appareil mécanique à secousses**.

6.4 Centrifugeuse de laboratoire, permettant d'obtenir des accélérations de l'ordre de 10 km/s². Une centrifugeuse avec une fréquence de rotation de 2 000 tr/min à 3 000 tr/min convient.

6.5 Tubes pour la centrifugeuse, en matériau inerte, avec des bouchons fermant convenablement.

6.6 Vases à peser, de forme basse, avec leurs bouchons.

6.7 Bain de vapeur.

6.8 Étuve à circulation d'air, pouvant être maintenue à 105 °C ± 2 °C.

7 Échantillonnage

Prendre un échantillon représentatif du produit conformément à l'ISO 842.

8 Mode opératoire

8.1 Essai préliminaire

Si on ne connaît pas la solubilité approximative du colorant dans le solvant (article 5), commencer par l'essai préliminaire selon le mode opératoire décrit en 8.2.1.2 et 8.2.1.3 en prenant les prises d'essai suivantes:

- colorant ayant une faible solubilité: 1 g, 10 g et 50 g de colorant par litre de solvant;
- colorant ayant une grande solubilité: 100 g, 500 g et 1 000 g de colorant par litre de solvant.

Évaluer la solubilité approximative du colorant d'après la concentration à laquelle la matière non dissoute après centrifugation est supérieure à environ un quart de la quantité totale de colorant dispersé.

8.2 Détermination

8.2.1 Préparation de la solution

8.2.1.1 Lorsqu'on connaît la solubilité approximative du colorant ou lorsqu'elle a été déterminée lors de l'essai préliminaire (8.1), procéder de la façon suivante.

Préparer six suspensions conformément à 8.2.1.2 en prenant des prises d'essai de colorant pour réaliser des concentrations d'environ 40 %, 60 %, 80 %, 100 %, 120 % et 140 % de la solubilité approximative, selon la méthode décrite en 8.2.1.2 et 8.2.1.3. Si, à la plus faible concentration, 10 % ou plus du colorant n'est pas dissous complètement, diminuer la concentration jusqu'à ce que plus de 90 % du colorant soit dissous. Si, à la plus grande concentration, le résidu est encore inférieur au quart de la prise d'essai, prendre une prise d'essai plus importante.

Si la limite de solubilité ne peut être atteinte à cause d'un accroissement important de la viscosité dû à l'augmentation de la masse de la prise d'essai, la dernière valeur obtenue doit être consignée. (Voir annexe A, article A.4.)

8.2.1.2 Introduire un volume connu (100 ml ou 200 ml) de solvant dans un conteneur (6.1). À l'aide de l'agitateur (6.2), agiter le solvant et verser le colorant dans le tourbillon, ce qui assure un mouillage rapide et complet. Poser un couvercle sur le conteneur pour éviter toute évaporation excessive de solvant et continuer de mélanger pendant 10 min. À la fin des 10 min, vérifier qu'il n'y a pas agglomération du colorant. Fermer le conteneur avec son bouchon fermant convenablement et le placer sur la machine à secouer (6.3). Faire tourner, en maintenant le contenu à 23 °C ± 2 °C.

Si le conteneur (6.1) est secoué mécaniquement, ce détail doit être mentionné dans le rapport d'essai.

8.2.1.3 Après avoir mélangé en continu le colorant et le solvant pendant 24 h, mettre des prises d'essai de la solution dans les tubes (6.5) et boucher chaque tube. Centrifuger les tubes à 23 °C ± 2 °C pendant 10 min. Observer si le liquide surnageant est limpide; sinon ou en cas de doute, continuer à centrifuger pendant 10 min. Verser le liquide surnageant de chaque tube dans un conteneur propre et sec (6.1) et fermer soigneusement.

8.2.2 Détermination de la concentration du colorant dissous

8.2.2.1 Généralités

Prélever une masse connue de chaque liquide surnageant préparé en 8.2.1.3 et déterminer la concentration du colorant à l'aide de la méthode A ou de

la méthode B ci-dessous. Procéder à la pesée à 0,2 mg près.

Pour chaque détermination, le volume de liquide doit contenir au moins 30 mg de colorant.

On procédera à deux déterminations sur chaque prise de liquide. On notera les valeurs moyennes qui seront ensuite utilisées pour les calculs en 9.1.

8.2.2.2 Méthode A (nécessitant une étuve)

Mettre une prise (environ 3 g) de liquide surnageant limpide dans une bouteille préalablement tarée (6.6), remettre le bouchon et peser. Enlever le bouchon, placer la bouteille dans le bain de vapeur (6.7) et chauffer jusqu'à ce que le solvant se soit évaporé.

Transférer ensuite la bouteille dans l'étuve (6.8) maintenue à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ et chauffer pendant 1 h.

Porter ensuite la bouteille dans un dessiccateur et, après refroidissement, peser la bouteille avec son bouchon. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée avec des périodes de chauffage de 30 min jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,2 mg.

NOTE 1 Si le solvant est faiblement volatil, il peut être avantageux d'utiliser la méthode B ou de chasser les dernières traces de solvant dans une étuve sous vide, mais il faut veiller à ne pas perdre de colorant par sublimation. Si le colorant a une solubilité élevée dans le solvant, on préférera la méthode B.

8.2.2.3 Méthode B (nécessitant l'évaporateur décrit dans l'ISO 1625 et repris dans l'annexe B)

NOTE 2 Cette méthode ne convient pas si les colorants sont peu solubles dans le solvant car de plus petites quantités de solvant séché sur l'appareil décrit dans l'ISO 1625 entraînent une précision médiocre.

Prélever une masse connue de chaque liquide surnageant préparé en 8.2.1.3 et évaporer le solvant selon la méthode décrite dans l'annexe B. Après avoir enlevé tout le solvant, sécher le résidu, laisser refroidir et peser. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée jusqu'à ce que les résultats de deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,2 mg.

8.2.3 Détermination de la teneur en matières non volatiles du colorant

Utiliser la méthode décrite dans l'ISO 787-2 et exprimer la teneur en matières non volatiles comme le rapport de la masse, en grammes, après séchage à la masse, en grammes, avant séchage, c'est-à-dire par un chiffre inférieur à 1.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

Le calcul de la solubilité d'un colorant dépend du comportement du colorant dans le solvant considéré. Si on obtient la concentration à saturation, la solubilité est déterminée directement à partir de cette concentration (voir annexe A, article A.1). Si la solubilité dépend de la quantité de colorant ajoutée, on n'obtient pas une concentration définie; dans ce cas, on calcule la solubilité conformément à l'article A.2 ou elle est consignée conjointement avec la proportion de colorant ajouté (voir article A.3).

Calculer la solubilité S , en grammes par litre, du colorant pour chaque essai, lorsqu'on observe un culot dans les tubes de la centrifugeuse selon 8.2.1.3, à l'aide de l'équation

$$S = \frac{m_1 \cdot \rho \times 10^3}{(m_0 - m_1)NV}$$

où m_0 est la masse, en grammes, de liquide surnageant prélevé en 8.2.2;

m_1 est la masse, en grammes, de résidu sec obtenu en 8.2.2 ;

ρ est la masse volumique, en grammes par millilitre, du solvant à 23 °C;

NV est la teneur en matières non volatiles du colorant (voir 8.2.3).

Exprimer la solubilité comme suit:

Solubilité supérieure à 1 000 g/l: > 1 000 g/l

Solubilité supérieure à 10 g/l:
exprimer le résultat à 1 g/l près

Solubilité inférieure à 10 g/l:
exprimer le résultat à 0,1 g/l près

Solubilité inférieure à 1 g/l: < 1 g/l

9.2 Fidélité

La fidélité de la méthode dépend beaucoup des propriétés du colorant et du solvant. Il faut y penser lorsqu'on interprète les résultats. Des essais inter-laboratoires ont montré que, dans le cas de colorant présentant une concentration à saturation définie (voir annexe A, article A.1), on peut obtenir une répétabilité de $\pm 5\%$. Dans les cas décrits dans l'article A.2 et l'article A.3, la répétabilité peut être médiocre.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes:

- a) l'identification du produit essayé, ainsi que sa teneur en matières non volatiles;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 7579);
- c) le type et le degré de pureté du solvant utilisé;
- d) la méthode pour mélanger le colorant et le solvant;
- e) le résultat de l'essai, exprimé comme indiqué en 9.1;
- f) tout écart à la méthode d'essai prescrite;
- g) la (ou les) date(s) de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7579:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4e0db50d-77d0-4888-9bb2-a2a33ac41587/iso-7579-1990>

Annexe A (normative)

Exemples de calcul de solubilité

A.1 Colorant présentant une concentration à saturation définie

Dans le cas d'un colorant présentant une concentration à saturation définie dans le solvant choisi, la solubilité est atteinte lorsqu'un accroissement en masse de la prise d'essai n'entraîne pas un accroissement de la matière dissoute. La solubilité peut être déterminée simplement en examinant les résultats (voir tableau A.1) ou en traçant un graphique (voir figure A.1).

Si la saturation est inférieure à 90 % de la masse de la prise d'essai, ajoutée à 1 litre de solvant, les deux valeurs doivent être notées: par exemple, saturation de 170 g/l avec une prise d'essai de 200 g/l. De tels cas se produisent lorsque les colorants contiennent des impuretés insolubles, par exemple des sels.

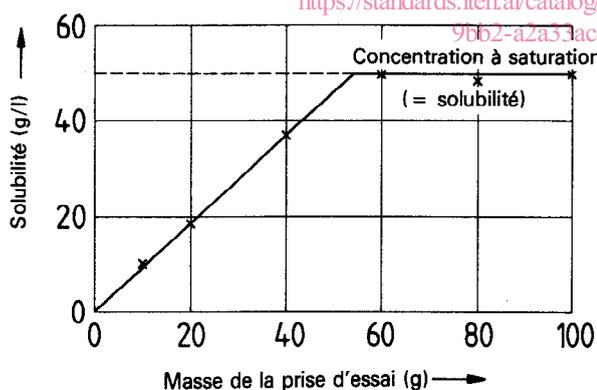


Figure A.1 — Exemple de colorant présentant une concentration à saturation définie (présentation graphique des résultats)

Tableau A.1 — Exemple de colorant présentant une concentration à saturation définie (présentation tabulaire des résultats)

Masse de la prise d'essai ajoutée à 1 litre de solvant	Masse de colorant dissoute dans 1 litre de solvant	Proportion de la prise d'essai dissoute dans le solvant
g	g	%
10	10	100
20	19	95
40	38	95
60	50	83
80	49	61
100	50	50

A.2 Colorant présentant une concentration à saturation « indéfinie »

Lorsqu'on utilise une méthode graphique, un colorant présentant une concentration à saturation indéfinie montre, au-dessus d'un certain point, une nette diminution de la dissolution de la prise d'essai alors qu'on augmente la masse de la prise d'essai (voir figure A.2). La limite de solubilité est déterminée graphiquement comme la concentration au changement de pente D, pourvu que le changement de pente représente une concentration pour laquelle au moins 90 % du colorant ajouté est soluble. Si ce n'est pas le cas, la limite de solubilité est déterminée comme indiqué dans l'article A.3.