

# ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## RECOMMANDATION ISO R 1247

PIGMENTS D'ALUMINIUM

---

1<sup>ère</sup> ÉDITION

Mai 1971

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.



## HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1247, *Pigments d'aluminium*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, dont le Secrétariat est assuré par le Nederlands Normalisatie-instituut (NNI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption du Projet de Recommandation ISO N° 1247, qui fut soumis, en octobre 1968, à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Portugal
Allemagne	Iran	R.A.U.
Autriche	Israël	Royaume-Uni
Brésil	Italie	Suède
Chili	Nouvelle-Zélande	Suisse
Danemark	Pays-Bas	Turquie
Espagne	Pérou	U.R.S.S.
Grèce	Pologne	

Le Comité Membre suivant se déclara opposé à l'approbation du Projet :

---

France

Ce Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO, qui décida de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

## TABLE DES MATIÈRES

	Page
1. Objet . . . . .	5
2. Description . . . . .	5
3. Classification . . . . .	5
4. Caractéristiques requises et leurs tolérances . . . . .	5
5. Emballage . . . . .	6
6. Echantillonnage . . . . .	6
 <b>MÉTHODES D'ESSAIS</b>	
7. Détermination des matières solubles dans les solvants organiques . . . . .	7
8. Comparaison de l'aspect . . . . .	8
9. Détermination du refus sur tamis . . . . .	9
10. Détermination du pouvoir couvrant sur l'eau . . . . .	10
11. Détermination du pouvoir pelliculant . . . . .	12
12. Essai pour absence de pouvoir pelliculant . . . . .	14
13. Détermination de la teneur en eau . . . . .	14
14. Détermination de la teneur en impuretés métalliques . . . . .	15

## PIGMENTS D'ALUMINIUM

### 1. OBJET

La présente Recommandation ISO fixe les caractéristiques requises et les méthodes d'essais correspondantes pour les pigments d'aluminium utilisés dans les peintures comprenant

- a) des peintures pour usages généraux, pour décoration et pour protection, et
- b) des peintures de finition de qualités particulières.

### 2. DESCRIPTION

Le produit doit être composé essentiellement de métal aluminium finement divisé. Les particules d'aluminium doivent être de forme lamellaire à l'examen microscopique. Le produit doit se présenter sous la forme de poudre ou de pâte homogène.

NOTE. - Le mica et les autres produits adultérants doivent être absents. Si, lors de la mise en solution de l'échantillon dans l'acide chlorhydrique conformément aux prescriptions du paragraphe 14.1.3.3, un résidu non gras est obtenu, ce résidu doit être examiné.

### 3. CLASSIFICATION

#### 3.1 Types

La présente Recommandation ISO couvre les quatre types de pigments d'aluminium suivants :

- Type 1 : Aluminium en poudre pelliculante
- Type 2 : Aluminium en pâte pelliculante
- Type 3 : Aluminium en poudre non pelliculante
- Type 4 : Aluminium en pâte non pelliculante

#### 3.2 Classes

Les pigments des Types 1 et 2 sont, en outre, classifiés selon leur pouvoir couvrant sur l'eau, comme indiqué dans le Tableau 1.

TABLEAU 1 - Classes des Types 1 et 2

Type	Classe	Pouvoir couvrant sur l'eau
		m <sup>2</sup> /g
1	a	jusqu'à 0,8 incl.
	b	de 0,8 excl. à 1,5 incl.
	c	de 1,5 excl. à 2,2 incl.
	d	supérieur à 2,2
2	p	jusqu'à 1,7 incl.
	q	de 1,7 excl. à 2,4 incl.
	r	supérieur à 2,4

NOTE. - L'attention est attirée sur les limites de reproductibilité spécifiées au paragraphe 10.9.

### 4. CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Le produit doit avoir les caractéristiques spécifiées dans la colonne correspondante du Tableau 2.

Le liquide contenu dans le pigment en pâte doit être un solvant minéral de catégorie A conforme aux spécifications de la Recommandation ISO/R 1250, *Solvants minéraux pour peintures (white spirits et hydrocarbures analogues)*, ou tout autre liquide approprié ayant fait l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur.

TABLEAU 2 - Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Caractéristiques requises selon le Type				Méthode d'essai
	Type 1 Poudre pelliculante	Type 2 Pâte pelliculante	Type 3 Poudre non pelliculante	Type 4 Pâte non pelliculante	
Matières volatiles à 105 °C, % max.	1,0	35,0*	1,0	35,0*	ISO/R 787** Deuxième Partie
Matières solubles dans les solvants organiques % max.	6,0	4,0	1,5	6,0	Paragraphe 7.1 (Types 1 et 2) Paragraphe 7.2 (Types 3 et 4)
Apparence de la peinture préparée dans un liant fixé par accord	Identique à l'apparence d'une peinture préparée de la même façon avec un échantillon étalon				chapitre 8
Refus sur tamis***	Nul sur 250 µm	Nul sur 180 µm	Nul sur 250 µm	Nul sur 180 µm	chapitre 9
Pouvoir couvrant sur l'eau, m <sup>2</sup> /g	Dans les limites de la classe fixée (voir paragraphe 3.2)		-	-	chapitre 10
Pouvoir pelliculant	65 % min.	65 % min.	Nul	Nul	chapitre 11 (Types 1 et 2) chapitre 12 (Types 3 et 4)
Teneur en eau % max.	0,2	0,15	0,2	0,15	chapitre 13
Impuretés métalliques, % max. sur pigment sec	1,0 pour Cu + Fe + Pb + Si + Zn, 0,03 pour Pb. Des limites séparées pour les autres métaux que le plomb peuvent faire l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur		Limites à fixer par accord entre acheteur et fournisseur		chapitre 14

\* D'autres limites pour la teneur des pâtes en produits non volatils peuvent faire l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur.

\*\* Recommandation ISO/R 787, *Méthodes générales d'essais des pigments*.

\*\*\* Des limites supplémentaires pour le refus sur tamis de plus petite ouverture peuvent faire l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur.

## 5. EMBALLAGE

Le produit doit être emballé dans des récipients étanches à l'air.

## 6. ÉCHANTILLONNAGE

6.1 Pour essayer un pigment conformément aux dispositions de la présente Recommandation ISO, prélever un échantillon représentatif d'une quantité importante du produit selon la méthode appropriée décrite dans la Recommandation ISO/R 842, *Echantillonnage des matières premières pour peintures et vernis*. La masse de l'échantillon ne doit pas être inférieure à 250 g et cet échantillon doit être emballé de la manière décrite dans la Recommandation ISO/R 842.

Pour les pâtes et les poudres, utiliser un tube d'échantillonnage permettant de procéder au prélèvement sur toute la profondeur (et de préférence suivant la diagonale la plus longue) du récipient. Pour les poudres qui peuvent être tassées, utiliser un tube d'échantillonnage pointu et rouler vigoureusement le récipient avant l'échantillonnage.

Des modèles appropriés de tubes d'échantillonnage sont représentés à la Figure 1.

6.2 Sauf accord contraire entre acheteur et vendeur, l'échantillon étalon auquel il est fait référence au Tableau 2 et au chapitre 8 doit être conforme en tous points aux prescriptions de la présente Recommandation ISO. Sa masse ne doit pas être inférieure à 250 g et il doit être emballé de la manière décrite dans la Recommandation ISO/R 842.

## MÉTHODES D'ESSAIS

### 7. DÉTERMINATION DES MATIÈRES SOLUBLES DANS LES SOLVANTS ORGANIQUES

#### 7.1 Méthode 1 (à utiliser pour les pigments pelliculants, Types 1 et 2)

##### 7.1.1 PRINCIPE

L'échantillon est traité à l'acide chlorhydrique pour dissoudre le métal, après quoi les matières grasses et huileuses sont extraites avec de l'acétone, séchées et pesées.

##### 7.1.2 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue. De l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée pour l'essai.

7.1.2.1 *Acide chlorhydrique*, solution 6 N environ.

7.1.2.2 *Acétone*.

##### 7.1.3 MODE OPÉRATOIRE

7.1.3.1 *Prise d'essai*. Peser, à 1 mg près, environ 2 g du produit dans un bécher de 400 ml.

7.1.3.2 *Détermination*. Ajouter 100 ml d'eau chaude et couvrir le bécher, par exemple avec un verre de montre. Ajouter l'acide chlorhydrique en petites quantités et en chauffant doucement pour compléter la réaction après chaque addition jusqu'à ce que tout le métal soit dissous. Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus de 60 ml d'acide.

Refroidir le bécher et son contenu à la température ambiante et filtrer les produits à travers un papier filtre exempt de graisse et lavé à l'acide. Laver parfaitement le bécher, le couvercle et le papier filtre à l'eau froide.

Laisser le papier égoutter et sécher complètement dans l'entonnoir filtre en chauffant doucement, si nécessaire, à une température n'excédant pas 50 °C. Enlever le plus possible d'eau du bécher en le secouant.

Placer un bécher taré de 100 ml sous l'entonnoir. Laver le bécher original et le couvercle à l'acétone chaude et verser les produits de lavage sur le papier filtre. Laver le papier au moins cinq fois à l'acétone chaude en remplissant l'entonnoir environ à moitié à chaque fois. Rincer finalement l'extrémité de l'entonnoir. Chauffer doucement le bécher et son contenu au bain-marie sans utiliser de flamme directe jusqu'à ce que l'acétone soit évaporée aussi complètement que possible. Poursuivre l'évaporation en chauffant le bécher à une température de 105 ± 2 °C pendant 1 heure, refroidir et peser.

##### 7.1.4 CALCUL

Calculer la matière soluble dans les solvants organiques, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule suivante :

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

## 7.2 Méthode 2 (pour pigments non pelliculants, Types 3 et 4)

### 7.2.1 PRINCIPE

L'échantillon est dispersé dans un solvant et les matières extractibles par le solvant sont filtrées, séchées et pesées.

### 7.2.2 RÉACTIFS

7.2.2.1 *Mélange de solvants.* Mélanger 3 volumes de toluène avec 1 volume d'éther éthylique,  $d = 0,720$ .

7.2.2.2 *Ether de pétrole,* distillant entre 40 et 60 °C.

### 7.2.3 APPAREILLAGE

*Creuset à filtration sous vide* de porosité P.16 (dimension maximale des pores 10 à 16 µm), conforme aux spécifications de la Recommandation ISO/R ..., *Echelle de porosité des filtres en verre fritté\**.

### 7.2.4 MODE OPÉRATOIRE

7.2.4.1 *Prise d'essai.* Peser, à 1 mg près, environ 2 g du produit dans un bécher de 250 ml et le disperser dans 20 ml du mélange de solvant par agitation fréquente en tournant le contenu du bécher.

7.2.4.2 *Détermination.* Lorsqu'une dispersion complète a été obtenue, ajouter 10 ml supplémentaire du mélange de solvant, bien agiter le bécher en tournant et laisser reposer pendant 1 heure pour permettre aux paillettes métalliques de se déposer.

Décanter le liquide qui surnage dans le creuset à filtration sous vide et filtrer par aspiration dans une fiole propre.

Quand tout le liquide a été filtré, ajouter 30 ml supplémentaires du mélange de solvant au résidu du bécher et recommencer à agiter jusqu'à ce que le pigment d'aluminium soit redispersé. Filtrer la dispersion dans le creuset à filtration sous vide en lavant le bécher à l'éther de pétrole.

Transvaser le filtrat de la fiole dans un bécher de 250 ml et laisser évaporer jusqu'au volume minimal (environ 50 ml). Transvaser le filtrat concentré dans un bécher taré de 100 ml et laver le bécher de 250 ml à l'éther de pétrole, en versant les produits de lavage dans le bécher de 100 ml. Laisser évaporer le contenu du bécher de 100 ml jusqu'à ce qu'il soit sec, chauffer en étuve à une température de  $105 \pm 2$  °C pendant 1 heure, puis refroidir et peser.

### 7.2.5 CALCUL

Calculer la matière soluble dans les solvants organiques, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule suivante :

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

## 8. COMPARAISON DE L'ASPECT

8.1 *Prise d'essai.* Peser une quantité d'échantillon ayant fait l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur.

8.2 *Détermination.* Dans un liant pour peinture ayant fait l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur (voir Note) disperser la prise d'essai par simple mélange sans broyage. Laisser reposer pendant une durée et à une température ayant fait l'objet d'un accord entre acheteur et fournisseur, par exemple 24 heures à 20 °C, dans un récipient couvert. Après cette période, enlever toute peau superficielle, bien mélanger en secouant ou en malaxant ou par les deux méthodes, puis appliquer, selon une méthode convenable, une couche du mélange sur un panneau lisse, propre et non absorbant, en la laissant bien sécher dans une atmosphère propre. Traiter, le même jour, de façon semblable l'échantillon étalon. Après séchage, comparer visuellement les deux panneaux ainsi préparés quant à leur couleur, leur opacité, leur fini et leur brillant.

NOTE. — Pour les pigments pelliculants, le liant doit avoir un indice d'acide inférieur à 7,5 mg de KOH par gramme et ne doit contenir aucun siccatif au plomb.

\* Actuellement au stade d'avant-projet.



## 9. DÉTERMINATION DU REFUS SUR TAMIS

### 9.1 Réactifs

9.1.1 *Solvant minéral*, catégorie A, conforme aux spécifications de la Recommandation ISO/R 1250, *Solvants minéraux pour peintures (white spirits et hydrocarbures analogues)*.

9.1.2 *Acétone*.

### 9.2 Appareillage

9.2.1 *Récipients*, au nombre de trois, de dimensions convenables pour que le tamis puisse y être adapté.

9.2.2 *Bécher*, 400 ml.

9.2.3 *Tamis d'essai*, d'ouverture nominale de 180  $\mu\text{m}$  (pour les pâtes) ou 250  $\mu\text{m}$  (pour les poudres). (Voir Note au paragraphe 9.3.1.)

9.2.4 *Creuset à filtration sous vide*, de porosité P.16 (dimension maximale des pores 10 à 16  $\mu\text{m}$ ), conforme aux spécifications de la Recommandation ISO/R ..., *Echelle de porosité des filtres en verre fritté\**.

### 9.3 Mode opératoire

9.3.1 *Prise d'essai*. Peser 10 g de l'échantillon à 0,1 g près dans un bécher de 400 ml.

NOTE. - S'il est nécessaire, après accord entre acheteur et fournisseur de déterminer le refus sur tamis d'ouverture nominale autre que 180  $\mu\text{m}$  (pour les pâtes) et 250  $\mu\text{m}$  (pour les poudres), le mode opératoire à utiliser est semblable à celui décrit ci-dessus exception faite de la prise d'essai qui doit être réduite proportionnellement pour des tamis d'ouverture nominale plus petite.

9.3.2 *Détermination*. Remplir à moitié deux des récipients avec le solvant minéral et remplir à moitié le troisième récipient avec l'acétone. Mélanger la prise d'essai avec 100 ml de solvant minéral. Ajouter 50 ml supplémentaires de solvant minéral en agitant vigoureusement. Verser lentement la suspension sur la surface du tamis d'essai en réglant la vitesse d'écoulement pour que la majeure partie de la suspension passe à travers le tamis. Laver le résidu sur le tamis en tenant le tamis légèrement incliné par rapport à la surface du solvant minéral dans le premier récipient et en remuant le tamis d'avant en arrière pour que la surface du tamis passe juste au-dessus et en-dessous du niveau du liquide. Continuer cette opération pendant 1 minute et répéter ensuite le même mode opératoire dans le second récipient pendant environ 2 minutes.

Quand il est évident que plus aucun produit ne passe à travers le tamis, répéter le même mode opératoire dans le récipient contenant l'acétone pendant 2 à 3 minutes. Rincer les parois du tamis avec un mince filet d'acétone et rassembler le résidu sur un côté. Transférer le résidu dans le creuset à filtration sous vide taré, à l'aide d'une quantité minimale d'acétone et appliquer le vide.

Dès que la filtration est complète et que la surface du résidu paraît sèche, placer le filtre dans une étuve à  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  et chauffer à cette température pendant 1 heure.

Peser le résidu à 1 mg près.

### 9.4 Calcul

Calculer le refus sur tamis, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule suivante :

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu sur tamis.

\* Actuellement au stade d'avant-projet.

## 10. DÉTERMINATION DU POUVOIR COUVRANT SUR L'EAU

### 10.1 Principe

Le pouvoir couvrant sur l'eau est mesuré dans un appareil normalisé sur un échantillon qui a été lavé soigneusement à l'éther de pétrole et filtré sous vide. L'essai comporte un examen comparatif pour déterminer le nombre de lavages (entre trois et six) qui donne le résultat maximum pour le pouvoir couvrant sur l'eau.

NOTE. - L'expérience a montré qu'il est essentiel que l'essai soit effectué exactement comme décrit ci-dessous pour obtenir des résultats reproductibles.

### 10.2 Réactifs

10.2.1 *Ether de pétrole* distillant à une température comprise entre 80 et 110 °C.

10.2.2 *2-Butanol*.

10.2.3 *Paraffine*, de qualité pour laboratoire, dont le point de ramollissement est d'environ 50 °C.

### 10.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

10.3.1 *Capsule à évaporation*, en porcelaine, de 200 mm de diamètre environ.

10.3.2 *Petites brosses*, en poil de chameau.

10.3.3 *Creuset à filtration sous vide*, en verre, de porosité P.10 (dimension maximale des pores 4 à 10 µm), conforme aux spécifications de la Recommandation ISO/R ..., *Echelle de porosité des filtres en verre fritté\**.

10.3.4 *Cuve rectangulaire* reposant sur des vis de calage, d'environ 650 mm de longueur, 120 mm de largeur intérieure et 13 à 15 mm de profondeur avec des parois verticales d'environ 13 mm d'épaisseur, usinées et finies de manière à présenter une surface supérieure lisse (voir Figure 2). (La cuve utilisée peut commodément être fabriquée à partir d'une plaque d'aluminium, dans ce cas l'intérieur du fond peut être couvert avec un ruban adhésif noir pour éliminer les réflexions susceptibles d'affecter le mesurage de la longueur de la pellicule du pigment.)

10.3.5 *Raclettes*, au nombre de deux, pour la cuve, en verre ou en matière plastique polie (par exemple en résine acrylique transparente) d'environ 7 mm d'épaisseur, d'environ 25 mm de largeur et de longueur légèrement supérieure à la largeur de la cuve, leurs extrémités sur un côté étant légèrement en retrait de sorte que, lorsque la raclette repose sur les bords de la cuve, le côté le plus bas soit légèrement au-dessous des bords de la cuve.

10.3.6 *Verre de montre*, d'environ 50 mm de diamètre.

### 10.4 Pre-traitement de l'échantillon

Placer, dans la capsule à évaporation, l'échantillon pour essai (environ 0,5 g pour les poudres et environ 1 g pour les pâtes), ajouter par petites doses 50 ml d'éther de pétrole et disperser totalement en utilisant une brosse. Laisser reposer pendant 10 minutes. Filtrer à travers le creuset filtrant en verre et sécher sous vide. Débrancher la pompe à vide.

Transvaser la masse filtrée dans la capsule à évaporation en utilisant une brosse, redisperser avec 50 ml d'éther de pétrole dont une partie peut être utilisée pour laver la capsule. Filtrer comme auparavant.

Répéter l'ensemble de l'opération décrite au paragraphe précédent (ce qui donne un total de trois dispersions) et laisser la masse filtrée sous vide pendant 30 minutes après qu'elle semble sèche. Ensuite, mettre de côté une petite quantité de la masse filtrée. Répéter les mêmes opérations une, deux ou trois fois de plus (c'est-à-dire respectivement quatre, cinq et six opérations de dispersion) en mettant à l'écart chaque fois de petites quantités de la masse filtrée.

Les placer sur des morceaux séparés de papier brillant, et mélanger chacune d'elles avec une brosse sèche.

Laisser sécher les portions dans une atmosphère propre et sèche pendant 2 heures à la température ambiante en mélangeant chacune de temps en temps avec une brosse sèche.

\* Actuellement au stade d'avant-projet.

## 10.5 Préparation de la cuve

Préparer la cuve en la nettoyant, en la séchant, en la chauffant à une température comprise entre 45 et 50 °C, et en frottant ses bords avec la paraffine puis en la lustrant avec un chiffon doux.

Faire couler l'eau dans la cuve jusqu'à ce que le niveau du ménisque soit nettement au-dessus des bords de la cuve, régler les vis de niveau si nécessaire.

Balayer, au moyen d'une des raclettes, la surface de l'eau d'un bout à l'autre jusqu'à ce qu'elle soit apparemment exempte de poussière. Placer cette raclette d'un côté de la cuve et faire disparaître la poussière qui reste en soufflant. Placer la seconde raclette le long de la première et la faire glisser jusqu'à l'autre côté de la cuve pour qu'il y ait une étendue d'eau libre entre les deux raclettes.

NOTE. - Il est important que les deux raclettes soient placées à une distance suffisante l'une de l'autre, sinon la pellicule de pigment ne sera pas formée de façon satisfaisante en utilisant le mode opératoire décrit au paragraphe 10.6.2.

Régler le niveau de l'eau pour qu'il soit juste au-dessus des bords supérieurs de la cuve et en contact avec les bords inférieurs des raclettes.

## 10.6 Mode opératoire

- 10.6.1 *Prise d'essai.* Peser, à 0,1 mg près, dans le verre de montre, une portion de l'échantillon traité qui a été mis en pâte et filtré trois fois (comme décrit au paragraphe 10.4) et qui donnera une longueur finale de pellicule de 150 à 300 mm sur la cuve. En vue de déterminer la quantité réelle de l'échantillon traité à utiliser, effectuer un essai préliminaire en utilisant 20 mg de l'échantillon traité.

NOTE. - L'expérience a montré que la manipulation de la pellicule dans la cuve est facilitée si la longueur de la pellicule est comprise entre 150 et 300 mm.

- 10.6.2 *Détermination.* Ajouter à la prise d'essai, avec une bouteille compte-gouttes, une quantité de 2-butanol telle qu'après agitation pendant au moins 30 secondes avec un agitateur en verre, une pâte liée et de consistance lisse soit obtenue (au moins 2 ml sont habituellement nécessaires).

Répartir cette pâte sur la surface de l'eau de la cuve entre les raclettes en maintenant le verre de montre et la pâte dans une position inclinée par rapport à l'eau de la cuve de manière que le verre de montre trempe à peine dans l'eau. La pâte doit s'étaler sur la surface de l'eau immédiatement et presque complètement. Soulever le bord du verre de montre juste au-dessus de l'eau et laver la pâte restante avec de l'eau d'une pissette de manière à la faire passer dans la cuve.

Quand la surface de la pellicule cesse de bouger, élever le niveau d'eau en faisant couler une quantité d'eau supplémentaire dans la cuve, jusqu'à ce que le niveau soit de façon appréciable au-dessus du bord de la cuve. Achever l'étalement de la prise d'essai en remuant avec une baguette en verre. Il est important qu'à ce stade, la prise d'essai soit travaillée aussi peu que possible afin d'éviter un chevauchement des particules.

Déplacer l'une des raclettes vers l'autre en balayant la pellicule de pigment devant elle et déplacer la raclette en avant et en arrière pendant que des rides se forment et disparaissent. Placer la raclette dans la position dans laquelle les rides viennent de disparaître.

### NOTES

1. Les raclettes ne doivent pas être utilisées pour agiter la pellicule.
2. Les courants d'air doivent être évités à tout moment, et il ne faut pas essayer d'étalement la pellicule en soufflant dessus.
3. Le mouvement des raclettes doit être le minimal compatible avec la formation d'une pellicule de pigment sans solution de continuité. Un travail trop énergique de la pellicule est susceptible de donner de mauvais résultats.

Répéter les opérations décrites au paragraphe précédent en utilisant l'autre raclette. Les deux raclettes doivent être maintenant placées parallèlement l'une par rapport à l'autre et perpendiculairement au bord de la cuve.

Mesurer la longueur, en millimètres, de la pellicule de pigment entre les raclettes.

Après que le mesurage ait été achevé, s'assurer que seulement une quantité négligeable du pigment adhère aux raclettes, à la baguette en verre et aux parois de la cuve. Si tel n'est pas le cas, rejeter le résultat.

Répéter l'ensemble de l'opération précédente, en utilisant une portion de l'échantillon traité qui a été dispersée et filtrée quatre fois (voir paragraphe 10.4). Répéter de nouveau l'ensemble de l'opération en utilisant des portions de l'échantillon traité qui ont été dispersées et filtrées cinq et six fois. Noter le nombre de dispersions et de filtrages requis pour que soit obtenue une valeur maximale de la longueur de la pellicule du pigment.

Répéter l'essai complet à partir du début du paragraphe 10.4, en utilisant la quantité de l'échantillon qui a été dispersée et filtrée le nombre de fois précédemment trouvé pour l'obtention de la valeur maximale, jusqu'à ce que trois valeurs, ne différant pas de leur moyenne de plus de  $\pm 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$ , soient obtenues.