
**Peintures et vernis — Détermination du taux
de lixiviation des biocides contenus dans la
peinture antisalissure —**

Partie 1:

Méthode générale d'extraction des biocides

iTeh STANDARD PREVIEW

*Paints and varnishes — Determination of release rate of biocides from
antifouling paints —*

Part 1: General method for extraction of biocides

[ISO 15181-1:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15181-1:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 15181 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 15181-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 9, *Méthodes générales d'essais des peintures et vernis*.

L'ISO 15181 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Peintures et vernis — Détermination du taux de lixiviation des biocides contenus dans la peinture antisalissure*:

- *Partie 1: Méthode générale d'extraction des biocides*
- *Partie 2: Détermination de la concentration ionique du cuivre dans l'extrait et calcul du taux de lixiviation*

L'annexe A constitue un élément normatif de la présente partie de l'ISO 15181.

Introduction

En conditions normales de température, de salinité et de pH pour de faibles concentrations en biocides contenues dans un milieu d'eau de mer synthétique, une valeur concordante du taux de lixiviation peut être déterminée et utilisée pour l'assurance de la qualité, le choix des matériaux, la réglementation sur l'environnement ou la comparaison de différentes peintures. Le taux réel de lixiviation des biocides contenus dans la peinture antisalissure sur les coques de navires dépendra toutefois de nombreux facteurs, tels les conditions opérationnelles de service des navires, la durée de service, les conditions de mouillage, l'état de la peinture, ainsi que la température, la salinité, le pH, les polluants et le taux de bactéries.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15181-1:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff0405d5-5b5d-4ae7-beee-3642dd743228/iso-15181-1-2000>

Peintures et vernis — Détermination du taux de lixiviation des biocides contenus dans la peinture antisalissure —

Partie 1:

Méthode générale d'extraction des biocides

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15181 fait partie d'une série de normes traitant de l'échantillonnage et des essais sur les peintures, vernis et produits assimilés.

La présente partie de l'ISO 15181 spécifie une méthode générale d'extraction des biocides contenus dans les feuillets de peintures antisalissures dans une eau de mer synthétique et dans des conditions spécifiées. Elle est utilisée en liaison avec l'ISO 15181-2 pour déterminer la teneur en biocides spécifiques contenus dans l'extrait et permettre le calcul du taux de lixiviation des biocides contenus dans le feuillet de la peinture.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 15181. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 15181 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 2808:1997, *Peintures et vernis — Détermination de l'épaisseur du feuillet.*

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

ISO 15181-2, *Peintures et vernis — Détermination du taux de lixiviation des biocides contenus dans la peinture antisalissure — Partie 2: Détermination de la concentration ionique du cuivre dans l'extrait et calcul du taux de lixiviation.*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ASTM D 1141:1998, *Standard specification for substitute ocean water.*

3 Principe

Des cylindres d'essai revêtus de peinture antisalissure et des cylindres de référence sont immergés dans de l'eau de mer synthétique s'écoulant dans un réservoir de rétention. Les cylindres sont retirés à des intervalles de temps spécifiés et placés pendant une période définie dans des récipients individuels de mesure du taux de lixiviation contenant la même eau de mer synthétique, ils sont ensuite replacés dans le réservoir de rétention. La concentration en biocides libérés dans l'eau des récipients individuels de mesure du taux de lixiviation peut alors être déterminée. Cette opération est répétée à des intervalles de temps définis et le taux de lixiviation des biocides peut ainsi être calculé.

4 Informations supplémentaires requises

Pour toute application particulière, la méthode d'essai spécifiée dans la présente partie de l'ISO 15181 doit être complétée par des informations supplémentaires. Les informations supplémentaires requises sont énoncées dans l'annexe A.

5 Appareillage, équipement et réactifs

5.1 Cylindre d'essai, en matériau inerte (le polycarbonate est considéré comme un matériau convenable), d'un diamètre de (65 ± 5) mm, étanche à l'eau aux deux extrémités et d'une longueur suffisante pour permettre l'application de la peinture antisalissure (7.3) et sa fixation au dispositif de rotation (5.2).

5.2 Dispositif de rotation, capable de faire tourner le cylindre d'essai (5.1) au centre du récipient de mesure du taux de lixiviation (5.3) de telle sorte que la vitesse de rotation à la surface extérieure du cylindre d'essai immergé dans l'eau de mer synthétique soit de (60 ± 6) tr/min [$(0,2 \pm 0,02)$ m/s]. Ce dispositif ne doit pas pouvoir entrer en contact avec l'eau de mer synthétique (5.6).

5.3 Récipient de mesure du taux de lixiviation, (voir Figure 1), en matériau inerte (le polycarbonate est considéré comme un matériau convenable), d'une capacité nominale de $(2 \pm 0,2)$ litres, d'un diamètre de 120 mm à 150 mm et d'une hauteur de 170 mm à 210 mm. Le récipient doit être muni de trois déflecteurs placés à égale distance à l'intérieur du récipient pour éviter la formation d'un tourbillon pendant la rotation du cylindre d'essai. Les déflecteurs sont des tiges circulaires de 4 mm à 8 mm de diamètre, composées du même matériau, et dont la hauteur depuis le fond du récipient doit dépasser d'au moins 10 mm le niveau de l'eau de mer synthétique. Elles sont fixées à l'aide d'un adhésif ou d'un solvant inerte. Un moyen permettant de maintenir le récipient et son contenu à (25 ± 1) °C doit être prévu.

NOTE Placer le récipient dans un bain d'eau à commande thermostatique est considéré comme un moyen satisfaisant pour maintenir la température au niveau approprié, ou bien, l'essai peut être réalisé dans un local conditionné à la température spécifiée.

5.4 Réservoir de rétention, en matériau inerte (le polycarbonate est considéré comme un matériau convenable) et de dimensions permettant l'immersion d'au moins quatre cylindres d'essai. Le réservoir doit être muni d'un système permettant la circulation continue de l'eau de mer synthétique dans une unité de pompage/filtrage [voir annexe A, point A.2 g)] (voir note) de manière à maintenir la concentration en biocides en dessous de la limite spécifiée [voir annexe A, point A.2 l)]. La dimension et la position des orifices d'entrée et de sortie doivent permettre un faible débit relativement uniforme de l'eau de mer synthétique autour des cylindres immergés. Généralement, l'eau de mer synthétique doit être renouvelée de six à huit fois par heure. Un dispositif permettant de maintenir le réservoir de rétention et son contenu à (25 ± 1) °C doit être prévu (voir la note en 5.3). La Figure 2 montre un dispositif type de réservoir de rétention.

NOTE Pour assurer les débits requis et maintenir un faible niveau de biocide dans le réservoir de rétention, il peut s'avérer nécessaire de disposer de plusieurs unités de pompage/filtrage.

5.5 Flacons d'échantillonnage, pour prélever les échantillons d'eau à la fin de chaque période de mesure du taux de lixiviation; ils peuvent être fermés hermétiquement et composés d'un matériau inerte (le polycarbonate est considéré comme un matériau convenable), de type en verre à usage unique ou nettoiyable (voir 9.1) et d'une contenance appropriée.

5.6 Eau de mer synthétique, conforme à l'ASTM D 1141.

Le pH de l'eau de mer synthétique doit être compris entre 7,9 et 8,1. Toutes les corrections nécessaires doivent être effectuées par des ajouts de solutions d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l ou d'hydrogénocarbonate de sodium à 0,1 mol/l de qualité analytique. Si des corrections importantes sont nécessaires, des solutions plus fortes peuvent être utilisées.

Le taux de salinité (comprenant tous les sels dissous) doit être compris dans le domaine de 33 à 34 parties par mille unités de salinité pratique (psu) lorsqu'il est mesuré à l'aide d'un appareillage muni d'une sonde de conductivité étalonnée de manière appropriée, ou toute autre méthode de précision équivalente, et réglé par l'ajout d'eau de qualité analytique 2 comme défini dans l'ISO 3696 ou par l'ajout d'une solution de chlorure de sodium à 5 mol/l.

Réceptif de mesure du taux de lixiviation

capacité: 1,8 litre à 2,2 litres

diamètre (A): 120 mm à 150 mm

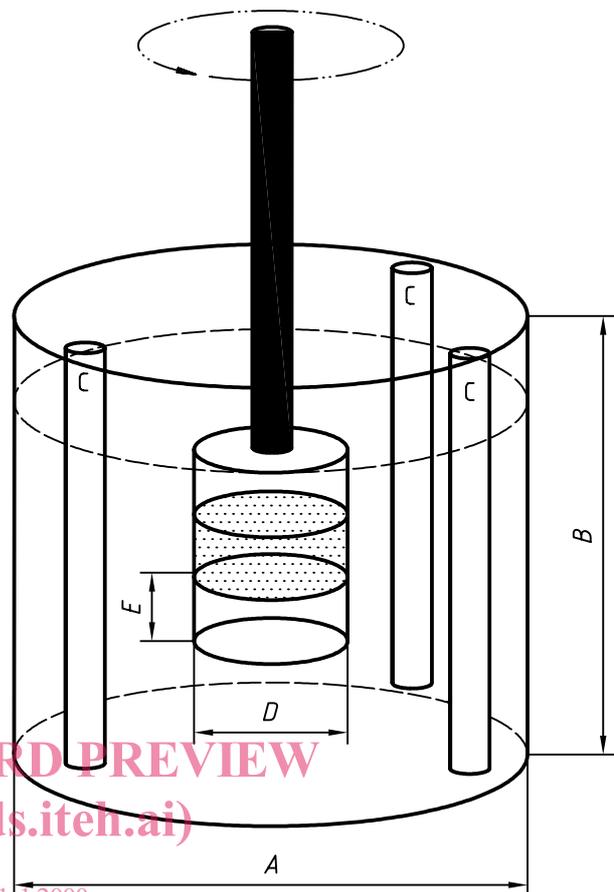
hauteur (B): 170 mm à 210 mm

défecteurs (C): trois tiges de section circulaire de 4 mm à 8 mm de diamètre

Cylindre d'essai

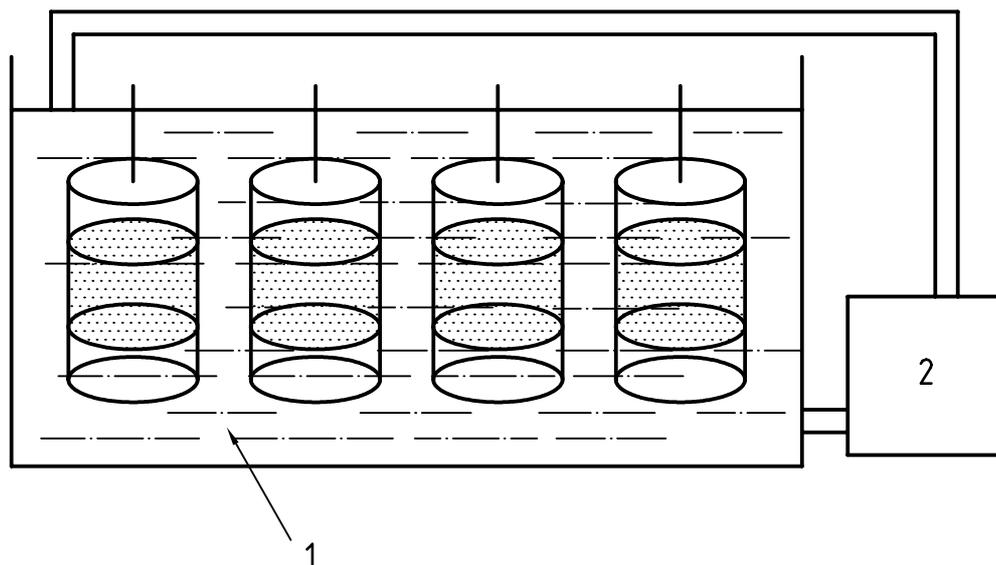
diamètre (D): 60 mm à 70 mm

zone sans peinture (E): 10 mm à 20 mm



STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15181-1:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0405d5-5b5d-4ae7-beee-3672d745229/b0-f3184-1-2000>

Figure 1 — Réceptif de mesure du taux de lixiviation



Légende

- 1 Eau de mer
- 2 Unité de filtrage

Figure 2 — Exemple de réservoir de rétention

NOTE 1 Des mélanges exclusifs de sels marins conformes à l'ASTM D 1141 peuvent être utilisés. Leur utilisation réduira fortement le temps de préparation et le volume de stockage exigé pour la solution.

Avant utilisation, l'eau de mer synthétique doit être filtrée [voir annexe A, point A.2 g), et ISO 15181-2] jusqu'à ce que la concentration en biocides soit inférieure à la limite spécifiée [voir annexe A, point A.2 m), et ISO 15181-2].

NOTE 2 Cette opération est rendue obligatoire du fait que les produits chimiques utilisés pour préparer l'eau de mer synthétique peuvent contenir des concentrations élevées en biocides à déterminer même s'ils sont de qualité analytique.

5.7 Réactifs de nettoyage, pour le nettoyage de tous les équipements.

L'un des réactifs de qualité analytique suivants sera nécessaire.

5.7.1 Acide chlorhydrique, concentré (ρ environ 1,18 g/ml).

5.7.2 Acide chlorhydrique, solution aqueuse à 10 % en volume, ou acide nitrique, solution aqueuse à 10 % en volume.

6 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit soumis à l'essai (ou de chaque produit dans le cas d'un ensemble à plusieurs couches), comme décrit dans l'ISO 15528.

Examiner et préparer chaque échantillon pour l'essai, comme décrit dans l'ISO 1513.

7 Préparation des cylindres d'essai

7.1 Réaliser l'essai sur trois cylindres pour chaque système de peinture antisalissure.

7.2 Nettoyer les cylindres (5.1) en les immergeant dans de l'acide chlorhydrique concentré (5.7.1) pendant au moins 30 min, ou dans l'un des acides dilués (5.7.2) pendant au moins 6 h pour éliminer toute trace de biocide. Rincer abondamment à l'aide d'une eau de qualité analytique 2 au moins, comme défini dans l'ISO 3696. La surface à peindre peut être légèrement abrasée avec du papier de verre de granularité 200 pour faciliter l'adhérence. Essuyer la surface abrasée pour éliminer les poussières avant d'appliquer le revêtement.

NOTE Certains types de biocides ont fortement tendance à adsorber sur certaines surfaces en verre ou en plastique, ce qui nécessite de prendre les précautions ci-dessus.

7.3 Au moyen d'un ruban masque, préparer une bande non recouverte sur la surface extérieure au bas du cylindre [voir annexe A, point A.2 j)] qui laissera une surface non peinte d'au moins 10 mm à 20 mm de hauteur après avoir enlevé le ruban masque.

7.4 Appliquer le système de peinture antisalissure sur la surface circonférentielle extérieure des cylindres d'essai selon les instructions du fabricant relatives au mélange et à l'application [voir annexe A, point A.2 a)] pour obtenir un feuillet de peinture intact, lisse (s'il est appliqué à la brosse, le feuillet ne doit comporter aucune traînée), d'une épaisseur à sec de 100 μm à 200 μm , mesurée par l'une des méthodes non destructives données dans l'ISO 2808:1997 (par exemple la méthode 1), sauf spécification contraire. Pendant l'essai, si l'épaisseur du feuillet est inférieure à 50 μm , sauf spécification contraire, il convient d'appliquer une couche plus épaisse de peinture. Identifier chaque cylindre par un code ou une désignation d'échantillon de revêtement. Les peintures utilisées doivent être dans les limites de la durée de péremption recommandée par le fabricant et doivent avoir été stockées conformément aux spécifications du fabricant.

7.5 Enlever dès que possible le ruban masque avec précaution sans altérer la peinture fraîche.

7.6 Sécher et conditionner les cylindres à une température de $(25 \pm 2) ^\circ\text{C}$ et à une humidité relative de $(50 \pm 10) \%$ pendant au moins 7 jours, sauf recommandation contraire du fabricant. Les cylindres peints ne doivent pas être stockés au-delà de la durée de stockage avant l'essai recommandée par le fabricant.

7.7 Préparer un cylindre peint avec la peinture de référence [voir annexe A, point A.2 i)], comme spécifié de 7.1 à 7.6.

NOTE En raison d'une interdiction proposée de l'application de peinture antialissure triorganostannique à dater de 2003-01-01, il se peut que la peinture de référence à des fins législatives ne soit pas immédiatement disponible après cette date. En ce cas, il sera possible de lui substituer une autre peinture de composition correctement caractérisée.

7.8 Préparer un cylindre non revêtu (non peint) faisant office de témoin, comme spécifié en 7.2.

7.9 Lorsque l'évaluation concerne plusieurs peintures d'une même série, à analyser au même moment et dans le même réservoir de rétention, il est admis d'utiliser un seul témoin et une seule peinture de référence.

8 Mode opératoire

8.1 Nettoyer tout l'appareillage en l'immergeant dans de l'acide chlorhydrique concentré (5.7.1) pendant au moins 30 min, ou dans l'un des acides dilués (5.7.2) pendant au moins 6 h pour éliminer toute trace de biocide. Si le réservoir de rétention et les équipements associés n'ont pas été préalablement nettoyés, ils doivent également l'être. Rincer abondamment à l'aide d'une eau de qualité analytique 2, comme défini dans l'ISO 3696. Faire passer l'eau de qualité analytique 2, comme défini dans l'ISO 3696, à travers le filtre jusqu'à ce qu'elle soit pure.

8.2 Mettre en place le réservoir de rétention (5.4), le remplir d'eau de mer synthétique (5.6) et procéder aux réglages nécessaires pour satisfaire les conditions spécifiées en 5.4. Compléter l'eau de mer synthétique en utilisant les procédures définies en 5.6 jusqu'à ce que les conditions soient stables.

8.3 Placer les cylindres peints et les cylindres de référence (voir article 7) dans le réservoir de rétention (5.4) et les disposer de sorte que les surfaces peintes soient complètement immergées et que l'eau puisse s'écouler librement autour d'eux.

8.4 À intervalles quotidiens, contrôler la température et le pH de l'eau, ajuster en utilisant de l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l ou de la solution d'hydrogénocarbonate de sodium à 0,1 mol/l si nécessaire (voir 5.6).

8.5 Tous les 7 jours, contrôler la salinité de l'eau et ajuster si nécessaire (voir 5.6).

8.6 Chaque jour d'essai (voir 8.7 et 8.8), prélever un échantillon d'eau et déterminer la concentration en biocides [voir annexe A, point A.2 f) et ISO 15181-2]. Si la concentration en biocides dépasse la limite spécifiée [voir annexe A, point A.2 l) et ISO 15181-2], remplacer le filtre.

8.7 Au bout de 1 jour, 3 jours, 7 jours, 10 jours, 14 jours, 21 jours, 24 jours, 28 jours, 31 jours, 35 jours, 38 jours, 42 jours et 45 jours, appliquer la méthode d'extraction (voir article 9).

8.8 Si une période d'essai de plus de 45 jours est spécifiée, appliquer alors la méthode d'extraction (voir article 9) au moins une fois tous les 7 jours jusqu'à ce que la durée maximale de l'essai soit écoulée.

9 Méthode d'extraction

9.1 Avant utilisation, nettoyer les récipients de mesure du taux de lixiviation (5.3) et tous les flacons d'échantillonnage déjà utilisés ou non jetables (5.5) en les immergeant dans de l'acide chlorhydrique concentré (5.7.1) pendant au moins 30 min, ou dans l'un des acides dilués (5.7.2) pendant au moins 6 h pour éliminer toute trace de biocide. Rincer abondamment à l'aide d'une eau de qualité analytique 2, comme défini dans l'ISO 3696.

9.2 Mettre en place des récipients individuels de mesure du taux de lixiviation contenant 1 500 ml d'une nouvelle eau de mer synthétique (5.6) à une température de $(25 \pm 1) ^\circ\text{C}$.

9.3 Retirer tous les cylindres (y compris les cylindres de référence) du réservoir de rétention, égoutter pendant environ 10 s, puis les plonger dans un bécher propre contenant au moins 500 ml d'eau synthétique (5.6) pendant environ 10 s, retirer les cylindres, égoutter pendant environ 10 s et les transférer immédiatement dans les récipients de mesure du taux de lixiviation. Ne pas laisser sécher la surface peinte. Fixer le dispositif de rotation (5.4) en s'assurant que le feuil de peinture est complètement immergé. Déclencher immédiatement la rotation du dispositif.