
**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**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6-d58115/iso-15181-2-2000)

*Part 2: Determination of copper-ion concentration in the extract and
calculation of the release rate*



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 15181-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6d58115/iso-15181-2-2000>

© 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 15181-2 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*

Les annexes A et B constituent des éléments normatifs 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 de 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 15181-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6d58115/iso-15181-2-2000>

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

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 l'appareillage et l'analyse technique permettant de déterminer la teneur en biocides à base de cuivre contenus dans l'eau de mer synthétique qui ont été extraits de peintures antisalissures conformément à l'ISO 15181-1. Elle détermine la concentration ionique du cuivre et donne le calcul final du taux de lixiviation du cuivre. Il a été prouvé que de légères modifications dans certains paramètres de la méthode d'essai peuvent affecter de manière significative le taux de lixiviation de certains biocides. Les taux de lixiviation sont donc comparés au regard d'une norme de référence bien documentée, qui permet d'établir que les conditions d'essai s'inscrivent dans des paramètres de fonctionnement normaux.

[ISO 15181-2:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6d58115/iso-15181-2-2000)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6d58115/iso-15181-2-2000>

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 1524, *Peintures et vernis — Détermination de la finesse de broyage*.

ISO 2811-1, *Peintures et vernis — Détermination de la masse volumique — Partie 1: Méthode pycnométrique*.

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

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*.

3 Principe

La concentration des ions cuivre émis dans l'eau de mer synthétique par la méthode définie dans l'ISO 15181-1 est déterminée au moyen d'un spectrophotomètre d'absorption atomique, ou autre instrument convenu de précision équivalente ou supérieure. Le taux de lixiviation de biocides est alors calculé comme du cuivre.

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 Spectromètre d'absorption atomique, si possible avec un échantillonneur automatique, ou **tout autre instrument convenu** qui a été donné pour avoir une quantité limite de 10 µg/l ou moins pour la méthode analytique.

5.2 Agitateur mécanique, muni de supports appropriés.

5.3 Distributeurs, automatique ou de répétition, pour les réactifs.

5.4 Pipettes, de volume approprié, avec embouts jetables.

5.5 Fioles jaugées, de volume approprié.

5.6 Tubes à centrifuger, de capacité appropriée, munis de fermetures à vis, en matériau inerte, ou tubes à usage unique de type approprié.

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.

5.8 Réactifs d'analyse, tous de qualité analytique ou équivalente.

5.8.1 Acide nitrique, concentré (ρ environ 1,42 g/ml).

5.8.2 Eau de mer synthétique, comme défini dans l'ISO 15181-1.

5.8.3 Solutions étalons de cuivre dans de l'eau de mer synthétique.

Préparer un nombre approprié d'étalons de sel de cuivre dans l'eau de mer synthétique à des concentrations comprises entre 0 µg/l et 400 µg/l, contenant de l'acide nitrique (5.8.1) en concentration de 1,0 % en volume. Les concentrations appropriées en cuivre doivent être déterminées en fonction des résultats escomptés.

5.8.4 Solution témoin d'étalonnage.

Préparer un étalon de sel de cuivre approprié comme échantillon témoin d'étalonnage à une concentration déterminée en fonction des résultats escomptés, contenant de l'acide nitrique (5.8.1) en concentration de 1,0 % en volume.

6 Mode opératoire

6.1 Généralités

Effectuer toutes les déterminations à trois reprises en utilisant la méthode suivante, ou une autre méthode d'analyse à condition qu'elle fournisse des limites de détection identiques ou supérieures et assure la répétabilité et la reproductibilité des mesures.

Nettoyer tous les appareils non jetables ou réutilisés 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.

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.

Faire fonctionner le spectromètre ou autre appareil (5.1) conformément aux instructions du fabricant.

6.2 Étalonnage des instruments

À la mise en marche de chaque instrument, déterminer les concentrations de cuivre dans un témoin (5.8.2), les étalons (5.8.3) et l'échantillon témoin d'étalonnage (5.8.4). Tracer des courbes d'étalonnage séparées pour chaque analyse des étalons (absorbance en fonction de la concentration ionique du cuivre).

6.3 Détermination sur les échantillons

Déterminer la teneur en cuivre à l'aide du spectromètre d'absorption atomique (5.1). Si un résultat diffère de plus de 10 % de la moyenne, rejeter ce résultat et refaire l'analyse d'un autre échantillon de l'extrait.

6.4 Calculs

6.4.1 Calculer (voir article 7) le taux moyen de lixiviation de cuivre en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour. Si la différence entre les trois cylindres d'essai est supérieure à 20 %, examiner alors les résultats et l'évolution à partir des résultats de mesure quotidienne pour chaque cylindre; si ceux-ci indiquent que le mesurage de l'un des cylindres est peut-être erroné, ce cylindre doit alors être ignoré.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7478ae14-12f5-4bef-83f4-d737f6d58115/iso-15181-2-2000>

6.4.2 Si les résultats du taux de lixiviation de la peinture de référence (voir annexe B) ne sont pas compris entre $12 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour et $36 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour, les raisons doivent alors en être déterminées et la méthode doit être répétée.

6.4.3 Calculer (voir article 7) le taux moyen de lixiviation du cuivre en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour, le taux total de lixiviation en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour et le taux cumulé de lixiviation pour 45 jours (ou 73 jours, si cela est spécifié), en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

7 Expression des résultats

7.1 Calculer la concentration en cuivre libéré dans l'eau de mer synthétique du récipient de mesure comme suit:

$$C_{\text{Cu}} = (C_v \times F) - C_B$$

où

C_{Cu} est la concentration de cuivre libéré, en $\mu\text{g}/\text{l}$;

C_v est la concentration de cuivre dans la fiole jaugée, en $\mu\text{g}/\text{l}$;

C_B est la concentration de cuivre dans l'eau de mer synthétique de référence;

F est un facteur de correction pour le volume d'échantillon contenu dans la fiole jaugée ($= 1,01$); ce facteur est obtenu à partir du traitement d'extraction tel que décrit dans l'annexe A).

7.2 Calculer le taux de lixiviation comme suit:

$$R = \frac{C_{Cu} \times V \times D}{t \times A}$$

où

R est le taux de lixiviation, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

D est le nombre d'heures par jour (= 24);

V est le volume, en litres, d'eau de mer dans le récipient de mesure (= 1,5), soit le volume d'eau de mer spécifié dans l'ISO 15181-1:2000, 9.2);

t est le temps d'immersion du cylindre dans le récipient de mesure, en heures (voir annexe A, A.2);

A est l'aire de la surface, en cm^2 , du feuil de peinture [= 100 (ou 200)] (voir annexe A, A.2).

Cette formule peut être simplifiée si les volumes, temps et dimensions de référence susmentionnés sont utilisés:

$$R = \frac{C_{Cu} \times 1,5 \times 24}{t \times 100}$$

$$R = \frac{C_{Cu} \times 0,36}{t}$$

iTeh STANDARD PREVIEW

7.3 Calculer la lixiviation de cuivre cumulée sur 14 jours comme suit:

$$R = R_1 + 2R_3 + 4R_7 + 3R_{10} + 4R_{14} + 2 \frac{R_1 - R_3}{2} + 4 \frac{R_3 - R_7}{2} + 3 \frac{R_7 - R_{10}}{2} + 4 \frac{R_{10} - R_{14}}{2}$$

$$R = R_1 + 2 \frac{R_1 + R_3}{2} + 4 \frac{R_3 + R_7}{2} + 3 \frac{R_7 + R_{10}}{2} + 4 \frac{R_{10} + R_{14}}{2}$$

$$R = 2R_1 + 3R_3 + \frac{7}{2} R_7 + \frac{7}{2} R_{10} + 2R_{14}$$

où

R est la lixiviation cumulée sur 14 jours, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$;

R_1 est le taux de lixiviation pour le 1^{er} jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_3 est le taux de lixiviation pour le 3^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_7 est le taux de lixiviation pour le 7^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{10} est le taux de lixiviation pour le 10^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{14} est le taux de lixiviation pour le 14^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

7.4 Calculer la lixiviation de cuivre cumulée sur 45 jours comme suit:

$$R = 2R_1 + 3R_3 + \frac{7}{2} R_7 + \frac{7}{2} R_{10} + \frac{11}{2} R_{14} + 5R_{21} + \frac{7}{2} R_{24} + \frac{7}{2} R_{28} + \frac{7}{2} R_{31} + \frac{7}{2} R_{35} + \frac{7}{2} R_{38} + \frac{7}{2} R_{42} + \frac{3}{2} R_{45}$$

où

R est la lixiviation cumulée sur 45 jours, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$;

R_1 est le taux de lixiviation pour le 1^{er} jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_3 est le taux de lixiviation pour le 3^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_7 est le taux de lixiviation pour le 7^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{10} est le taux de lixiviation pour le 10^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{14} est le taux de lixiviation pour le 14^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{21} est le taux de lixiviation pour le 21^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{24} est le taux de lixiviation pour le 24^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{28} est le taux de lixiviation pour le 28^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{31} est le taux de lixiviation pour le 31^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{35} est le taux de lixiviation pour le 35^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{38} est le taux de lixiviation pour le 38^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{42} est le taux de lixiviation pour le 42^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour;

R_{45} est le taux de lixiviation pour le 45^e jour d'échantillonnage, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour.

NOTE Une version simplifiée de cette équation est donnée dans l'ASTM D6442-99 [1].

Si nécessaire (voir 7.5), la lixiviation sur 70 jours (R_L) est calculée comme suit:

$$R_L = 2R_1 + 3R_3 + \frac{7}{2}R_7 + \frac{7}{2}R_{10} + \frac{11}{2}R_{14} + 5R_{21} + \frac{7}{2}R_{24} + \frac{7}{2}R_{28} + \frac{7}{2}R_{31} + \frac{7}{2}R_{35} + \frac{7}{2}R_{38} + \frac{7}{2}R_{42} + 5R_{45} + 7R_{52} + 7R_{59} + 7R_{66} + \frac{7}{2}R_{73}$$

où

R_L est la lixiviation cumulée sur 73 jours, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$;

R_{52} , R_{59} , R_{66} et R_{73} sont les taux de lixiviation pour les jours d'échantillonnage 52, 59, 66 et 73, respectivement.

Si l'échantillonnage se prolonge au-delà du 45^e jour, il se fera plus souvent que tous les 7 jours (voir ISO 15181-1:2000, 8.8), cette équation peut être modifiée pour prendre en compte les points de données additionnels.

7.5 Calculer le taux de lixiviation moyen, en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ par jour, en calculant la moyenne des taux de lixiviation individuels relevés entre le 21^e et le 45^e jour (ou le 73^e jour si spécifié). Si les valeurs au 21^e jour sont élevées et que l'on suppose que la lixiviation n'a pas atteint des conditions d'état pseudo-stables, comparer alors le taux de lixiviation au 21^e jour à la moyenne de tous les taux de lixiviation relevés du 21^e jour jusqu'à la fin de la période d'essai au 45^e jour (ou au 73^e jour si spécifié). Si le taux de lixiviation dépasse la moyenne de deux écarts-types ou plus, le taux de lixiviation peut alors être exclu de la moyenne. Si le taux du 21^e jour est éliminé, le taux au 24^e jour peut être évalué par le même mode opératoire.