

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 275

BLANC DE ZINC
POUR PEINTURES — *Spécifications et
méthodes d'essai*

1^{ère} ÉDITION

Novembre 1962

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 275, *Blanc de zinc pour peintures*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 35, *Matières premières pour peintures, vernis et préparations assimilées*, dont le Secrétariat est assuré par le Nederlands Normalisatie-instituut (NNI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique dès 1953 et aboutirent en 1958 à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En décembre 1958, ce Projet de Recommandation ISO (N° 266) fut soumis 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 :

Espagne	Pays-Bas
Inde	Pologne
Israël	Roumanie
Italie	Royaume-Uni
Japon	U.R.S.S.

Six Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Allemagne	France
Autriche	Nouvelle-Zélande
Belgique	Suède

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en novembre 1962, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

BLANC DE ZINC POUR PEINTURES

1. OBJET

La présente Recommandation ISO a pour objet de fixer les caractéristiques principales du blanc de zinc pour peintures et les méthodes de vérification de ces caractéristiques*.

2. DÉFINITION

Le blanc de zinc est un pigment blanc principalement constitué par de l'oxyde de zinc (ZnO).

3. CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Le blanc de zinc pour peintures doit avoir les caractéristiques suivantes :

Propriétés	Type I	Type II	Type III	Type IV	Type V	Paragraphe décrivant la méthode d'essai
Teneur en oxyde de zinc (ZnO) %	min. 99,0	94,0 à 99,0	87,0 à 94,0	68,0 à 87,0	62,0 à 68,0	5.1
Teneur en plomb (composés du plomb exprimés en plomb, Pb) %	max. 0,3	0,3 à 3,0	3,0 à 8,0	8,0 à 22,0	22,0 à 27,0	5.2
Refus sur tamis, max. %	0,1	0,1	0,3	0,3	0,3	5.3
Matières volatiles à 105 °C, max. %	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	5.4
Perte au feu à 500 °C, max. %	0,5	1,0	1,0	1,0	1,0	5.5
Matières solubles dans l'eau, max. %	0,5	1,0	1,5	1,5	1,5	5.6
Neutralité de l'extrait aqueux	Neutralité au rouge de méthyle					5.7
Couleur	Conforme à celle de l'échantillon type agréé					5.8
Pouvoir éclaircissant	Agréé par accord entre acheteur et vendeur					5.9
Prise d'huile au broyage						5.10
Pouvoir couvrant						5.11

* En ce qui concerne les peintures pour intérieurs, la Convention N° 13 de l'Organisation Internationale du Travail limite l'utilisation des blancs de zinc pour peintures aux pigments contenant moins de 2% de plomb.

4. ÉCHANTILLONNAGE

Voir Recommandation ISO/R * , *Méthodes d'échantillonnage des matières premières pour peintures et vernis.*

5. MÉTHODES D'ESSAIS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit toujours être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté comparable.

5.1 Teneur en oxyde de zinc

5.1.1 Réactifs

5.1.1.1 Ammoniaque concentrée ($d = 0,9$).

5.1.1.2 Ammoniaque, 4N.

5.1.1.3 Acide chlorhydrique concentré ($d = 1,19$).

5.1.1.4 Acide chlorhydrique, 4N.

5.1.1.5 Eau oxygénée, solution à 3 %.

5.1.1.6 Hydrogène sulfuré, solution aqueuse saturée.

5.1.1.7 Hexacyanoferrate (II) de potassium **, solution titrée 0,05 molaire environ.

Dissoudre 21,0 g d'hexacyanoferrate (II) de potassium, 300 mg d'hexacyanoferrate (III) de potassium *** et 2 g de carbonate de sodium anhydre (pour stabiliser la solution) dans de l'eau et étendre à 1000 ml avec de l'eau.

5.1.1.8 Chlorure de zinc, solution étalon à 5 g de zinc au litre.

Peser avec précision 5,0 g de zinc chimiquement pur, dissoudre dans 300 ml d'acide chlorhydrique 4N et étendre la solution obtenue à 1000 ml avec de l'eau en fiole jaugée.

Ou bien, il peut être plus commode de peser avec précision une quantité de zinc non exactement égale à 5,0 g, mais dans ce cas, il est nécessaire de faire un ajustement approprié dans les calculs, tenant compte de ce que la solution de chlorure de zinc ne contient pas obligatoirement 5 g de zinc par litre.

5.1.1.9 Diphénylamine, solution éthanolique à 5 g par 100 ml.

5.1.1.10 Papier Congo.

5.1.1.11 Papier d'acétate de plomb.

5.1.2 Titration de la solution d'hexacyanoferrate (II) de potassium

Prélever 25,0 ml de la solution de chlorure de zinc au moyen d'une pipette, les mettre dans un flacon et ajouter de l'ammoniaque 4N jusqu'au moment où un morceau de papier Congo, mis au contact de la solution, vire au rouge franc. Neutraliser soigneusement avec de l'acide chlorhydrique 4N (au moyen d'un flacon compte-gouttes) et ajouter quelques gouttes en excès jusqu'à ce que la couleur du papier Congo vire de manière durable au rouge bleuâtre ou au bleu rougeâtre (pH 3,0 à 1,5).

Etendre à 150 ml avec de l'eau, chauffer la solution jusqu'à ébullition et ajouter 10 gouttes de la solution de diphénylamine.

* Actuellement Projet de Recommandation ISO N° 731.

** Désignation retenue par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (UICPA) pour $K_4Fe(CN)_6$ (ferrocyanure de potassium).

*** Désignation retenue par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (UICPA) pour $K_3Fe(CN)_6$ (ferricyanure de potassium).

Titre immédiatement avec la solution d'hexacyanoferrate de potassium jusqu'à ce que la couleur vire de manière durable au jaunâtre ou au vert jaunâtre (V_1 ml sont ainsi employés).

Ensuite titrer en retour avec la solution de chlorure de zinc jusqu'au moment exact où la couleur vire de nouveau au bleu (V_2 ml sont ainsi employés).

Le titre F de la solution de cyanoferrate de potassium exprimé en grammes de zinc au millilitre de solution est donné par la formule suivante:

$$F = \frac{0,005 (25 + V_2)}{V_1} *$$

5.1.3 Mode opératoire

Peser avec précision 1,0 g environ de blanc de zinc (séché à 105 ± 2 °C) (m grammes), mélanger avec 15 ml d'acide chlorhydrique concentré et 30 ml d'eau. Evaporer à sec. Dissoudre le résidu, en chauffant modérément, si nécessaire, dans 7 ml d'acide chlorhydrique concentré et 30 ml d'eau. Ajouter alors 75 ml de la solution saturée d'hydrogène sulfuré, chauffer la suspension à 40 °C et laisser reposer pendant une heure en maintenant à cette température.

Quand le sulfure de plomb s'est déposé, filtrer dans une fiole jaugée de 500 ml et laver soigneusement le filtre avec un mélange de 25 ml de la solution saturée d'hydrogène sulfuré, 5 ml d'acide chlorhydrique concentré et 75 ml d'eau. Faire bouillir le mélange du filtrat et de la solution de lavage, pour éliminer l'hydrogène sulfuré (contrôler au papier d'acétate de plomb).

Après refroidissement **, diluer avec de l'eau jusqu'à 500 ml et agiter. Prélever 100 ml de cette solution au moyen d'une pipette dans un flacon et ajouter de l'ammoniaque 4N jusqu'au moment exact où un morceau de papier Congo, placé au contact de la solution, vire au rouge franc. Neutraliser ensuite la solution soigneusement avec de l'acide chlorhydrique 4N (au moyen d'un flacon compte-gouttes), ajouter quelques gouttes en excès jusqu'à ce que la couleur du papier Congo vire au rouge bleuâtre ou au bleu rougeâtre (pH 3,0 à 1,5). Chauffer la solution jusqu'à ébullition, y ajouter 10 g de la solution de diphénylamine et titrer le liquide immédiatement, comme prescrit dans le paragraphe 5.1.2 pour la titration de la solution de cyanoferrate de potassium (V_3 ml de la solution de cyanoferrate de potassium et V_4 ml de la solution de chlorure de zinc sont ainsi employés).

5.1.4 Expression des résultats

La teneur en oxyde de zinc (ZnO) de l'échantillon en pour cent en masse est donnée par la formule suivante:

$$\text{ZnO} = 6,223 (FV_3 - 0,005 V_4) \frac{100}{m} *$$

où

- F = le titre de la solution de cyanoferrate (II) de potassium,
- V_3 = le volume en millilitres de la solution de cyanoferrate (II) de potassium utilisé,
- V_4 = le volume en millilitres de la solution étalon de chlorure de zinc utilisé,
- m = la masse en grammes de la prise d'essai.

* Si la teneur en zinc de la solution 5.1.1.8 n'est pas exactement 0,005 g/ml, une correction appropriée sera appliquée au facteur 0,005.

** Si la solution contient du fer ou du manganèse, ajouter après refroidissement 1 ml environ d'eau oxygénée à 3% et 60 ml d'ammoniaque concentrée. Etendre à 500 ml (au trait) avec de l'eau et laisser la solution au repos pendant deux heures.

Filtrer ensuite à l'aide d'un filtre et d'un entonnoir complètement secs. Eliminer les premiers 10 à 20 ml du filtrat. Recueillir le reste dans un bécher sec prélever 100 ml de ce filtrat au moyen d'une pipette et faire bouillir pour chasser l'ammoniac. Acidifier ensuite avec de l'acide chlorhydrique 4N jusqu'à ce que la couleur du papier Congo vire au rouge bleuâtre ou au bleu rougeâtre (pH 3,0 à 1,5).

Chauffer la solution jusqu'à ébullition, ajouter 10 gouttes de la solution de diphénylamine et titrer immédiatement le liquide comme prescrit pour la titration de la solution de cyanoferrate de potassium au paragraphe 5.1.2 (V_3 ml de la solution de cyanoferrate de potassium et V_4 ml de la solution de chlorure de zinc sont ainsi employés). Pour le calcul, voir le paragraphe 5.1.4.

5.2 Teneur en plomb

5.2.1 Réactifs

- 5.2.1.1 Acide acétique, solution diluée à 2 g au 100 ml.
- 5.2.1.2 Acide chlorhydrique 4N.
- 5.2.1.3 Acétate d'ammonium, solution 2N.
- 5.2.1.4 Bichromate de potassium, solution à 5 g au 100 ml, fraîchement préparée.
- 5.2.1.5 Papier Congo.

5.2.2 Mode opératoire

Peser avec précision 5,0 g (*m* grammes) environ de blanc de zinc de type I ou II ou 1,5 g environ de blanc de zinc de type III, IV ou V (séché dans tous les cas à 105 ± 2 °C), que l'on met dans un bécher de 300 ml environ. Dissoudre en chauffant dans 35 ml d'acide chlorhydrique. Ajouter à cette solution de la solution d'acétate d'ammonium jusqu'à ce que le liquide ne donne plus de réaction acide au papier Congo.

Filtrer les matières insolubles et les laver soigneusement avec la solution d'acétate d'ammonium 2N. Etendre le filtrat, mélangé avec la solution de lavage, à 200 ml environ avec de l'eau, puis chauffer jusqu'à ébullition.

Précipiter dans la solution bouillante le plomb à l'état de chromate de plomb, en ajoutant un excès de solution de bichromate de potassium. Maintenir le liquide en ébullition jusqu'à ce que le précipité soit devenu rouge-orange foncé. Garder le liquide encore pendant $1\frac{1}{2}$ à 2 heures sous l'action de la chaleur (au bain-marie).

Après refroidissement, filtrer le précipité sur un creuset filtrant taré, d'une porosité de 5 à 10 μ m. Laver avec la solution d'acide acétique à 2%, ensuite avec de l'eau et sécher dans une étuve à la température de 105 ± 2 °C ou dans un dessiccateur sous vide jusqu'à masse constante.

5.2.3 Expression des résultats

La teneur en plomb (Pb) de la prise d'essai en pour-cent en masse est donnée par la formule suivante:

$$\text{Pb} = \frac{63,75 p}{m}$$

où

p = la masse en grammes du précipité séché,

m = la masse en grammes de la prise d'essai.

5.3 Refus sur tamis

Se reporter à la Recommandation ISO/R * , *Méthodes générales d'essais de pigments.*

5.4 Matières volatiles à 105 °C

Se reporter à la Recommandation ISO/R * , *Méthodes générales d'essais de pigments.*

* Actuellement Projet de Recommandation ISO N° 832.

5.5 Perte au feu à 500 °C

5.5.1 Mode opératoire

Peser avec précision 2,5 g (m grammes) de blanc de zinc (séché au préalable à $105 \pm 2^\circ\text{C}$) dans un creuset de porcelaine taré, chauffer à la température de 500 °C au maximum (rouge sombre). Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur et peser.

5.5.2 Expression des résultats

La perte au feu à 500 °C (L) de la prise d'essai en pour-cent en masse est donnée par la formule suivante:

$$L = \frac{q}{m} \times 100$$

où

q = la perte en masse en grammes de la prise d'essai après chauffage à 500 °C,

m = la masse en grammes de la prise d'essai.

5.6 Matières solubles dans l'eau (extraction à chaud)

Se reporter à la Recommandation ISO/R ^{*}, *Méthodes générales d'essais de pigments*.

5.7 Essai de neutralité

Ajouter du rouge de méthyle au filtrat mentionné dans le paragraphe 5.6 et observer la couleur.

5.8 Comparaison de la couleur

5.9 Pouvoir éclaircissant

5.10 Prise d'huile au broyage

5.11 Pouvoir couvrant

En cours d'étude.

Se reporter à la Recommandation ISO/R ^{*},
Méthodes générales d'essais de pigments.

^{*} Actuellement Projet de Recommandation ISO N° 832.