
Norme internationale



787/10

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge —
Partie 10 : Détermination de la masse volumique —
Méthode utilisant un pycnomètre**

General methods of test for pigments and extenders — Part 10 : Determination of density — Pycnometer method

Première édition — 1981-11-15

Corrigée et réimprimée — 1983-06-01

CDU 667.622 : 531.755

Réf. n° : ISO 787/10-1981 (F)

Descripteurs : peinture, pigment, essai, mesurage de densité, méthode pycnométrique, matériel d'essai, pycnomètre.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 787/10 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Israël	Royaume-Uni
Autriche	Italie	Suède
Chine	Kenya	Suisse
Corée, Rép. de	Norvège	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
France	Pays-Bas	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 787/10-1970, dont elle constitue une révision technique.

La présente Norme internationale a pour objet d'établir une série de méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge, applicables à tous ou à la plupart des pigments et des matières de charge particuliers pour lesquels des spécifications pourraient être nécessaires. Dans ce cas, il devra être fait référence à la méthode générale dans la spécification du pigment ou de la matière de charge, avec, dans une note, toutes les modifications de détail qui pourraient être nécessaires en raison des propriétés spéciales du produit considéré.

Le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, a décidé que toutes les méthodes générales soient publiées, comme parties d'une Norme internationale unique, de façon à souligner le rapport de chacune avec l'ensemble de la série.

Le comité technique a également décidé que lorsque deux modes opératoires ou plus étaient largement utilisés pour déterminer la même caractéristique d'un pigment ou d'une matière de charge, ou une caractéristique semblable, il n'y aurait aucune objection à inclure dans la série ISO plus d'un de ces modes opératoires. Dans ce cas, cependant, il serait essentiel de fixer clairement dans une spécification quelle méthode doit être utilisée, et dans le procès-verbal d'essai, quelle méthode a été utilisée.

Les parties de la série déjà publiées sont les suivantes :

- Partie 1 : Comparaison de la couleur des pigments
- Partie 2 : Détermination des matières volatiles à 105 °C
- Partie 3 : Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à chaud
- Partie 4 : Détermination de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait aqueux
- Partie 5 : Détermination de la prise d'huile
- Partie 7 : Détermination du refus sur tamis — Méthode à l'eau — Méthode manuelle
- Partie 8 : Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à froid
- Partie 9 : Détermination du pH d'une suspension aqueuse
- Partie 10 : Détermination de la masse volumique — Méthode utilisant un pycnomètre
- Partie 11 : Détermination du volume massique apparent et de la masse volumique apparente après tassement
- Partie 13 : Détermination des sulfates, chlorures et nitrates solubles dans l'eau
- Partie 14 : Détermination de la résistivité de l'extrait aqueux
- Partie 15 : Comparaison de la résistance à la lumière des pigments colorés de types semblables exposés à une source de lumière spécifiée
- Partie 16 : Comparaison du pouvoir colorant relatif (ou valeur de coloration équivalente) et de la couleur dégradée — Méthode de comparaison visuelle
- Partie 17 : Comparaison du pouvoir éclaircissant des pigments blancs
- Partie 18 : Détermination du refus sur tamis — Méthode mécanique avec liquide d'entraînement
- Partie 19 : Détermination des nitrates solubles dans l'eau (Méthode à l'acide salicylique)
- Partie 20 : Comparaison de la facilité de dispersion (Méthode par mouvements oscillatoires)
- Partie 21 : Comparaison de la stabilité à la chaleur des pigments en utilisant un liant au four
- Partie 22 : Comparaison de la résistance au saignement des pigments
- Partie 23 : Détermination de la masse volumique (en utilisant une centrifugeuse pour chasser l'air entraîné)
- Partie 24 : Détermination du pouvoir colorant relatif des pigments colorés et du pouvoir diffusant relatif des pigments blancs — Méthode photométrique.

Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge —

Partie 10 : Détermination de la masse volumique —

Méthode utilisant un pycnomètre

0 Introduction

Le présent document est une partie de l'ISO 787, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge*. La présente révision comprend maintenant trois méthodes utilisant le même principe général, mais qui diffèrent par le fait qu'un appareillage quelque peu différent est utilisé. La méthode B convient mieux pour les pigments moins denses.

1 Objet et domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 787 spécifie des méthodes générales d'essai pour la détermination de la masse volumique d'un échantillon de pigment ou de matière de charge, en utilisant un pycnomètre.

NOTE — Chaque fois que ces méthodes générales sont applicables pour un pigment ou une matière de charge donné(e), il devra simplement y être fait référence dans la Norme internationale relative à ce pigment ou cette matière de charge, et il devra être mentionné, dans une note, toutes les modifications de détail qui peuvent être nécessaires en raison des propriétés spéciales du produit considéré. Ce n'est que dans le cas où de telles méthodes générales ne seraient pas applicables à un produit particulier, qu'il deviendrait nécessaire de spécifier une méthode spéciale pour la détermination de la masse volumique.

1.2 La partie 23 de l'ISO 787 spécifie une méthode utilisant une centrifugeuse.

2 Références

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*.

ISO 787, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 23 : Détermination de la masse volumique (en utilisant une centrifugeuse pour chasser l'air entraîné)*.

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

3 Considérations préliminaires

3.1 Liquide de déplacement

Un liquide dans lequel le produit à essayer est insoluble, présentant la propriété d'être un bon mouillant et ayant une faible

vitesse d'évaporation sous vide, doit être choisi. Les solvants aromatiques ou aliphatiques à point final d'ébullition supérieur à 170 °C conviennent. Outre les liquides organiques, l'eau avec un agent mouillant peut également être choisie.

Cependant, il peut être nécessaire d'apporter une attention particulière dans le choix du liquide, si un noir de carbone ou des colorants organiques doivent être examinés.

3.2 Température de la détermination

La température t à laquelle est effectuée la détermination affectera la masse volumique du liquide de déplacement mais pas celle du produit essayé. Pour que la détermination puisse être effectuée convenablement au laboratoire, la température de la détermination doit être supérieure d'au moins 5 °C à la température ambiante.

4 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, comme décrit dans l'ISO 842.

5 Méthode A

5.1 Appareillage

5.1.1 **Pycnomètre**, type Gay-Lussac, avec capuchon non ajusté, de 25 ml ou 50 ml de capacité (voir figure 1).

En variante, d'autres types de pycnomètres munis d'un capillaire peuvent être utilisés.

5.1.2 **Appareil à vide**, de modèle convenable, comprenant, par exemple, les éléments suivants.

5.1.2.1 **Dessiccateur sous vide**, muni d'un bouchon à deux trous.

Un tube en verre avec un robinet à trois voies passe à travers l'un des trous du bouchon et relie le dessiccateur à la pompe à vide (5.1.2.2), et la tige d'une ampoule à décanter passe à travers l'autre trou du bouchon.

5.1.2.2 Pompe à vide, ou tout autre appareillage susceptible de réduire la pression à une valeur inférieure à 2 kPa¹⁾.

5.1.3 Bain d'eau thermorégularisé, pouvant être maintenu à $\pm 0,1$ °C dans la gamme des températures comprises entre 25 et 30 °C (ou à une température agréée *t*).

5.1.4 Tamis, de 500 µm d'ouverture nominale de maille conforme aux spécifications de l'ISO 565.

5.1.5 Balance, précise à 1 mg ou mieux.

5.2 Mode opératoire

Effectuer deux déterminations.

5.2.1 Volume du pycnomètre

5.2.1.1 Nettoyer et sécher le pycnomètre (5.1.1), le bouchon ainsi que le capuchon. Remplir le pycnomètre avec le liquide de déplacement (voir 3.1) et, après l'avoir laissé atteindre la température du bain comme indiqué en 5.2.3.2, introduire le bouchon, essuyer le liquide en excès, sécher le pycnomètre comme dans l'opération précédente et fixer le capuchon. Placer le pycnomètre et le capuchon sur la balance (5.1.5), laisser reposer durant 15 min et peser à 1 mg près.

NOTE — Si la masse volumique du liquide de déplacement est déjà connue (par exemple à partir de déterminations antérieures), il n'est pas nécessaire de peser le pycnomètre rempli de liquide de déplacement.

5.2.1.2 Finalement, vider, nettoyer et sécher de nouveau le pycnomètre, le bouchon ainsi que le capuchon et le remplir d'eau distillée. Effectuer les opérations décrites en 5.2.1.1.

5.2.2 Prise d'essai

Mélanger avec soin l'échantillon et en faire passer une quantité suffisante sur le tamis (5.1.4). Le sécher par chauffage à 105 ± 2 °C²⁾ durant 2 h et le laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

5.2.3 Détermination

5.2.3.1 Laver et sécher le pycnomètre (5.1.1), le bouchon ainsi que le capuchon, puis les peser avec une précision de 1 mg ou meilleure. Introduire dans le pycnomètre, au moyen d'un entonnoir sec, une quantité appropriée (1 à 10 g dans le cas du pycnomètre de 25 ml, ou 2 à 20 g dans le cas du pycnomètre de 50 ml, suivant la masse volumique) du produit séché, de façon qu'il n'y ait pas plus de la moitié du pycnomètre de remplie. Peser à nouveau le pycnomètre, le bouchon ainsi que le capuchon.

5.2.3.2 Placer le pycnomètre contenant la prise d'essai dans le dessiccateur (5.1.2.1) sous vide et ajuster l'ampoule à décanter de façon que la tige de l'ampoule se prolonge jusque dans le pycnomètre. Fermer le robinet de l'ampoule et le robinet à trois voies en reliant le dessiccateur à la pompe à vide (5.1.2.2), mettre la pompe en marche et ouvrir progressivement le robinet à trois voies vers la pompe.

Remplir l'ampoule avec le liquide de déplacement (voir 3.1) et, 15 min plus tard, lorsque la pression dans le dessiccateur a été réduite jusqu'à une valeur inférieure à 2 kPa, fermer le robinet à trois voies et ouvrir progressivement le robinet de l'ampoule pour admettre suffisamment de liquide de déplacement pour couvrir complètement la prise d'essai sur une hauteur d'environ 15 mm. Fermer le robinet de l'ampoule et ouvrir à nouveau le robinet à trois voies vers la pompe, en prenant soin d'éviter les pertes de produit par aspiration. Laisser reposer le pycnomètre dans le dessiccateur sous pression réduite (inférieure à 2 kPa) durant environ 4 h, ou jusqu'à ce que des bulles d'air ne soient plus visibles dans le liquide. Tapoter de temps en temps le dessiccateur pour faciliter l'entraînement de l'air. Arrêter la pompe et ouvrir progressivement le robinet à trois voies pour laisser entrer l'air dans le dessiccateur, jusqu'à ce que la pression extérieure soit rétablie.

Retirer le pycnomètre du dessiccateur, le remplir complètement avec le liquide de déplacement et le placer dans le bain d'eau (5.1.3) maintenu à $t \pm 0,1$ °C (voir 3.2).

Laisser le pycnomètre durant 1 h dans le bain pour atteindre la température du bain, puis introduire soigneusement le bouchon de façon que le liquide en excès remplisse le capillaire. Essuyer le liquide sur le bouchon. Retirer le pycnomètre du bain, fixer le capuchon et essuyer soigneusement le pycnomètre pour le sécher. Placer le pycnomètre et le capuchon sur la balance (5.1.5), laisser reposer durant 15 min et peser à 1 mg près.

Si la différence entre les résultats de deux déterminations est supérieure à 0,03 g/ml, recommencer la détermination.

6 Méthode B

6.1 Appareillage

6.1.1 L'appareillage à vide représenté à la figure 2 est nécessaire. Celui-ci consiste en un tube en U en verre dans lequel la tige de l'ampoule à décanter est scellée de façon suffisamment solide pour supporter la manipulation de l'ampoule à décanter et le vide appliqué. Le tube en verre a le même diamètre intérieur que le col du pycnomètre. La tige de l'ampoule à décanter est d'environ 10 mm plus longue que la partie du tube en verre aboutissant au pycnomètre. Le pycnomètre est relié au moyen d'un tube en caoutchouc de manière que la tige de l'ampoule à décanter se prolonge jusque dans le col du pycnomètre et qu'un intervalle d'environ 4 mm reste entre le col du pycnomètre et l'extrémité du tube en verre, permettant ainsi d'agiter le pycnomètre.

1) 1 kPa = 10 mbar

2) Pour les pigments qui se décomposent lorsqu'ils sont séchés dans les conditions fixées, la température et la durée de séchage devront être modifiées de façon à éviter la décomposition.

6.1.2 L'appareillage spécifié en 5.1, à l'exception de 5.1.2.1, est également nécessaire.

6.2 Mode opératoire

Effectuer deux déterminations.

6.2.1 Volume du pycnomètre

Effectuer les opérations décrites en 5.2.1.

6.2.2 Prise d'essai

Effectuer les opérations décrites en 5.2.2.

6.2.3 Détermination

6.2.3.1 Effectuer les opérations décrites en 5.2.3.1.

6.2.3.2 Fixer le pycnomètre à l'appareillage décrit en 6.1.1. Mettre en marche la pompe à vide (5.1.2.2), puis fermer doucement le robinet d'arrivée d'air et réduire la pression à un maximum de 2 kPa. Maintenir la pression à ce niveau durant 15 min et, ensuite, ouvrir soigneusement le robinet de l'ampoule à décanter qui avait été préalablement remplie avec le liquide de déplacement.

Ajouter lentement le liquide de déplacement jusqu'à ce que la surface du liquide soit à 15 mm au-dessus de la surface de la prise d'essai. Fermer le robinet de l'ampoule et maintenir la pression jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de bulles d'air s'échappant de la prise d'essai mouillée. Agiter soigneusement le pycnomètre afin de permettre à l'air de s'échapper.

Ouvrir progressivement le robinet d'entrée d'air pour admettre de l'air dans le pycnomètre jusqu'à ce que la pression ambiante soit rétablie. Retirer le pycnomètre, le remplir complètement avec le liquide de déplacement et le placer dans le bain d'eau (5.1.3) maintenu à $t \pm 0,1$ °C (voir 3.2).

Laisser le pycnomètre durant 1 h dans le bain pour atteindre la température du bain, puis introduire soigneusement le bouchon de façon que le liquide en excès remplisse le capillaire. Essuyer le liquide sur le bouchon. Retirer le pycnomètre du bain, fixer le capuchon et essuyer soigneusement le pycnomètre pour le sécher. Placer le pycnomètre et le capuchon sur la balance (5.1.5), laisser reposer durant 15 min et peser à 1 mg près.

Si la différence entre les résultats de deux déterminations est supérieure à 0,03 g/ml, recommencer la détermination.

7 Méthode C

7.1 Appareillage

7.1.1 Centrifugeuse, type de laboratoire.

7.1.2 Appareillage spécifié en 5.1, à l'exception de 5.1.2.1.

7.2 Mode opératoire

Effectuer deux déterminations.

7.2.1 Volume du pycnomètre

Effectuer les opérations décrites en 5.2.1.

7.2.2 Prise d'essai

Effectuer les opérations décrites en 5.2.2.

7.2.3 Détermination

7.2.3.1 Effectuer les opérations décrites en 5.2.3.1.

7.2.3.2 Ajouter lentement le liquide de déplacement dans le pycnomètre jusqu'à ce que la surface du liquide soit à 15 mm au-dessus de la surface de la prise d'essai. Envelopper soigneusement le pycnomètre d'ouate et le placer dans un support pour tubes à centrifuger. Centrifuger jusqu'à disparition de l'air entraîné et jusqu'à ce que la prise d'essai soit réduite en une masse bien compacte.

NOTE — Pour une centrifugeuse fonctionnant à une accélération relative de 100 km/s², une durée de 15 min doit suffire.

Retirer le pycnomètre de la centrifugeuse, le remplir complètement avec le liquide de déplacement et le placer dans le bain d'eau (5.1.3) maintenu à $t \pm 0,1$ °C (voir 3.2).

Laisser le pycnomètre durant 1 h dans le bain pour atteindre la température du bain, puis introduire soigneusement le bouchon de façon que le liquide en excès remplisse le capillaire. Essuyer le liquide sur le bouchon. Retirer le pycnomètre du bain, fixer le capuchon et essuyer soigneusement le pycnomètre pour le sécher. Placer le pycnomètre et le capuchon sur la balance (5.1.5), laisser reposer durant 15 min et peser à 1 mg près.

Si la différence entre les résultats de deux déterminations est supérieure à 0,03 g/ml, recommencer la détermination.

8 Expression des résultats

Calculer la masse volumique du liquide de déplacement, à la température t , par l'équation

$$\rho_l = \frac{m_4 - m_1}{m_5 - m_1} \times \rho_0$$

Calculer la masse volumique du produit essayé par l'équation

$$\rho_m = \frac{\rho_l (m_2 - m_1)}{(m_4 - m_1) - (m_3 - m_2)}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du pycnomètre avec bouchon et capuchon;

m_2 est la masse, en grammes, du pycnomètre avec bouchon, capuchon et prise d'essai;

m_3 est la masse, en grammes, du pycnomètre avec bouchon, capuchon, prise d'essai et liquide de déplacement;

m_4 est la masse, en grammes, du pycnomètre avec bouchon, capuchon et liquide de déplacement;

m_5 est la masse, en grammes, du pycnomètre avec bouchon, capuchon et eau distillée;

ρ_0 est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'eau à la température t (voir le tableau pour les valeurs à différentes températures);

ρ_1 est la masse volumique, en grammes par millilitre, du liquide de déplacement à la température t ;

ρ_m est la masse volumique, en grammes par millilitre, du produit essayé.

Tableau

Température de l'eau, t °C	Masse volumique de l'eau, ρ_0 g/ml
15	0,999 1
20	0,998 2
25	0,997 0
30	0,995 6

Prendre la moyenne de deux déterminations et noter le résultat, avec deux décimales, comme étant la masse volumique du produit à la température de la détermination.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

- le type et l'identification du produit essayé;
- une référence à la présente Norme internationale (ISO 787/10) et à la méthode utilisée (méthode A, B ou C);
- le résultat de l'essai tel qu'il est indiqué dans le chapitre 8;
- le liquide de déplacement utilisé et la température de la détermination;
- toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;
- la date de l'essai.

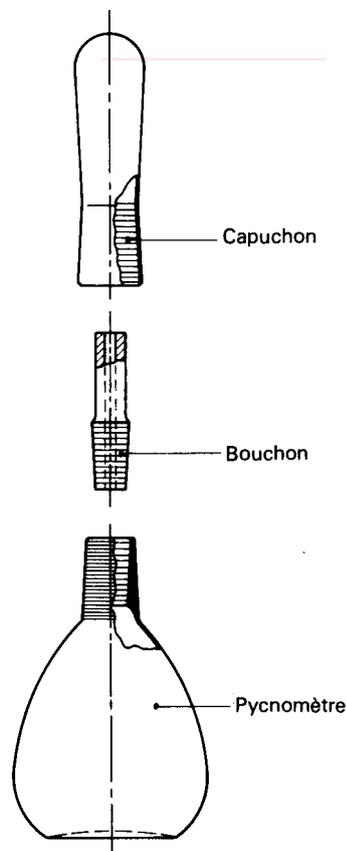


Figure 1 — Pycnomètre, type Gay-Lussac

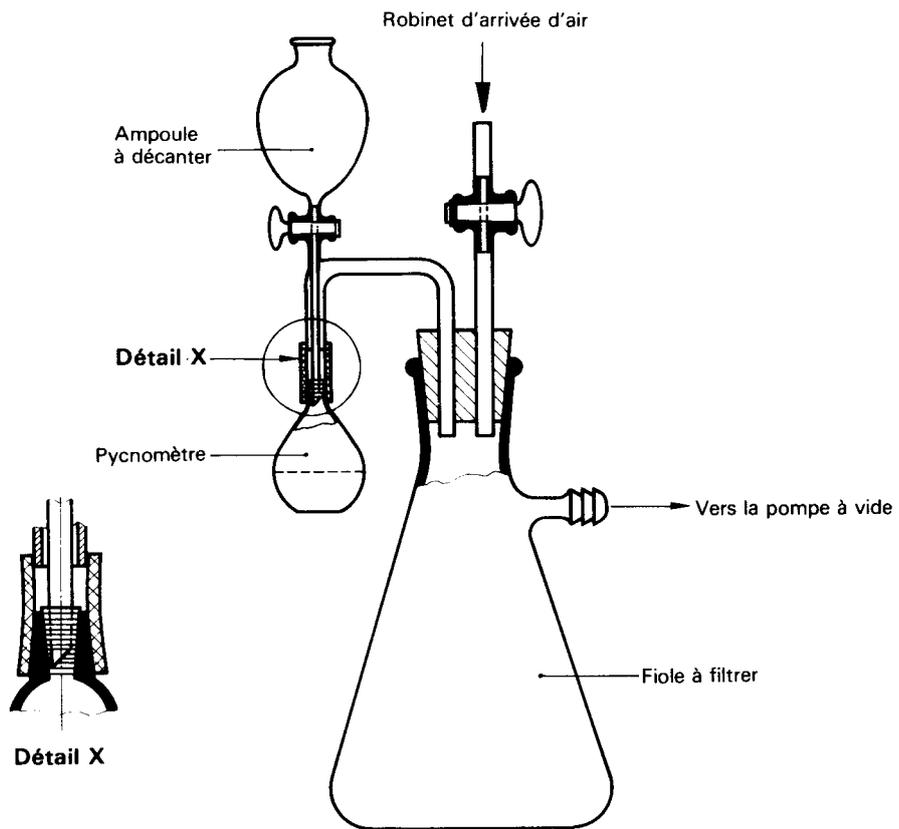


Figure 2 — Appareillage à vide

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 787-10:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1328943-0f11-4bb7-ac07-01b2fe6929f7/iso-787-10-1981>