



## Méthodes générales d'essais des pigments — Treizième à dix-huitième parties

Première édition — 1973-11-01

35

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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/XIII à XVIII (précédemment ISO/DIS 2304) a été établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et soumise aux Comités Membres en avril 1971.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Israël	Royaume-Uni
Allemagne	Italie	Suède
Autriche	Nouvelle-Zélande	Suisse
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Turquie
France	Pologne	
Inde	Roumanie	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

La présente Norme Internationale a pour objet d'établir une série de méthodes générales d'essais des pigments, applicables à tous ou à la plupart des pigments 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, avec, dans une note, toutes les modifications de détail qui pourraient être nécessaires en raison des propriétés spéciales du pigment considéré.

Le Comité ISO/TC 35 a décidé que toutes les méthodes générales soient publiées, par groupes de méthodes disponibles, comme Parties d'une Norme Internationale unique, de façon à souligner le rapport de chacune avec l'ensemble de la série.

Le Comité a également décidé que lorsque deux modes opératoires ou plus étaient largement utilisés pour déterminer la même caractéristique d'un pigment 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 :

- Première partie : Comparaison de la couleur
- Deuxième partie : Détermination des matières volatiles à 105 °C
- Troisième partie : Détermination des matières solubles dans l'eau (Méthode par extraction à chaud)
- Quatrième partie : Détermination de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait aqueux
- Cinquième partie : Détermination de la prise d'huile
- Sixième partie : Détermination du refus sur tamis (Méthode à l'huile)
- Septième partie : Détermination du refus sur tamis (Méthode à l'eau)
- Huitième partie : Détermination des matières solubles dans l'eau (Méthode par extraction à froid)
- Neuvième partie : Détermination du pH d'une suspension aqueuse
- Dixième partie : Détermination de la densité par rapport à l'eau à 4 °C
- Onzième partie : Détermination du volume massique apparent après tassement
- Douzième partie : Comparaison de la teinte des pigments blancs en poudre (Méthode du cône creux)

Le présent document comprend les parties suivantes :

- Treizième partie : Détermination des sulfates, chlorures et nitrates solubles dans l'eau
- Quatorzième partie : Détermination de la résistivité de l'extrait aqueux
- Quinzième partie : Comparaison de la résistance des pigments colorés de types semblables à la lumière d'une source de lumière spécifiée
- Seizième partie : Comparaison du pouvoir colorant relatif (ou valeur de coloration équivalente) et de la couleur dégradée dans une standolie d'huile de lin en utilisant une broyeuse automatique
- Dix-septième partie : Comparaison du pouvoir éclaircissant des pigments blancs
- Dix-huitième partie : Détermination du refus sur tamis par une méthode mécanique avec liquide d'entraînement

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 787-14:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5baf68e-a746-4651-b65f-b72e50f44344/iso-787-14-1973>

# Méthodes générales d'essais des pigments —

## Treizième partie : Détermination des sulfates, chlorures et nitrates solubles dans l'eau

### 0 INTRODUCTION

Ce document est une partie de l'ISO 787, *Méthodes générales d'essais des pigments*.

### 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La treizième partie de cette Norme Internationale spécifie une méthode générale d'essai pour la détermination des sulfates, chlorures, et nitrates des pigments solubles dans l'eau.

NOTE — Chaque fois que cette méthode générale est applicable pour un pigment donné, il devra simplement y être fait référence dans la Norme Internationale relative à ce pigment, et toutes les modifications de détail qui peuvent être nécessaires en raison des propriétés spéciales du pigment considéré devront être mentionnées dans une note. Ce n'est que dans le cas où cette méthode générale ne serait pas applicable à un pigment particulier, qu'il deviendrait nécessaire de spécifier une méthode spéciale pour la détermination des sulfates, chlorures et nitrates solubles dans l'eau.

### 2 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité «pure pour analyse». Utiliser de l'eau distillée, ou de l'eau de pureté équivalente.

- 2.1 Acide chlorhydrique,  $d = 1,18$ .
- 2.2 Nitrate d'argent, solution titrée 0,01 N.
- 2.3 Chlorure d'ammonium, solution à 17,2 mg/l.
- 2.4 Hydroxyde de sodium, solution à 200 g/l.
- 2.5 Chlorure de baryum, solution à 50 g/l.
- 2.6 Chromate de potassium, solution à 50 g/l.
- 2.7 Alliage de Devarda, pulvérisé.

2.8 Réactif de Nessler, préparé selon l'une des deux méthodes a) ou b) suivantes :

a) Dissoudre 5 g d'iodure de potassium dans 3,5 ml d'eau. Ajouter une solution froide de chlorure de mercure(II) ( $\text{HgCl}_2$ ) saturée, en agitant jusqu'à formation d'un léger précipité rouge. En continuant à agiter, ajouter 40 ml de solution d'hydroxyde de potassium (500 g/l) et diluer à 100 ml, bien mélanger, laisser reposer. Décanter le liquide clair surnageant, et le conserver à l'abri de la lumière.

b) Dissoudre 3,5 g d'iodure de potassium et 1,25 g de chlorure de mercure(II) dans 80 ml d'eau. Ajouter la solution froide de chlorure de mercure(II) saturée, en agitant jusqu'à ce qu'un précipité légèrement rouge persiste. Ajouter ensuite 12 g d'hydroxyde de sodium, agiter jusqu'à dissolution, et finalement, ajouter un léger excès de solution saturée de chlorure de mercure(II) et diluer à 100 ml avec de l'eau. Agiter de temps en temps pendant plusieurs jours. Laisser reposer et utiliser le liquide clair surnageant pour l'essai.

### 3 APPAREILLAGE

Appareillage normal de laboratoire et

- 3.1 Creuset de silice, indice de porosité P10 ou P16 (dimension des pores : 4-16  $\mu\text{m}$ )
- 3.2 Tubes de Nessler, capacité 50 ml.
- 3.3 Appareillage de distillation.

### 4 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon de pigment utilisé pour l'essai doit être prélevé conformément aux prescriptions de l'ISO/R 842, *Échantillonnage des matières premières pour peintures et vernis*.

## 5 DÉTERMINATION DES SULFATES

### 5.1 Mode opératoire

Prendre 50 ml de l'extrait aqueux clair obtenu selon l'une des méthodes, suivant les cas, pour la détermination des matières solubles dans l'eau, (soit la méthode par extraction à chaud<sup>1)</sup>, soit la méthode par extraction à froid<sup>2)</sup>, acidifier avec 3 ml d'acide chlorhydrique (2.1) et porter la solution à ébullition vive, en évitant les pertes de solution par projection. Ajouter goutte à goutte à la solution chaude le chlorure de baryum (2.5) jusqu'à un léger excès, et laisser la solution reposer toute la nuit. Décanter le liquide surnageant et le filtrer à travers le creuset de silice taré, transférer dans ce même creuset le précipité et laver jusqu'à ce que le filtrat soit exempt de chlorure, calciner doucement, puis chauffer au rouge. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près.

### 5.2 Expression des résultats

Calculer la teneur en sulfates solubles dans l'eau, exprimée en SO<sub>4</sub>, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{206 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de pigment utilisé pour la détermination des matières solubles dans l'eau;

$m_1$  est la masse, en grammes, de sulfate de baryum précipité.

Noter le résultat avec deux décimales.

## 6 DÉTERMINATION DES CHLORURES

### 6.1 Mode opératoire

Prendre 50 ml de l'extrait aqueux clair obtenu selon l'une des méthodes, suivant les cas, pour la détermination des matières solubles dans l'eau, (soit la méthode par extraction à chaud<sup>1)</sup>, soit la méthode par extraction à froid<sup>2)</sup> et ajouter 1 ml de la solution de chromate de potassium (2.6). Titrer avec la solution de nitrate d'argent (2.2), lentement et en agitant vigoureusement jusqu'à ce qu'une légère couleur brune rougeâtre persiste.

Effectuer un essai à blanc en ajoutant 1 ml de la solution de chromate de potassium à 50 ml d'eau et titrer avec la solution de nitrate d'argent jusqu'à ce que la couleur soit identique à celle du titrage précédent en faisant la part de toute opalescence ou turbidité.

NOTE — Le point final du titrage peut également être déterminé par indication potentiométrique.

### 6.2 Expression des résultats

Calculer la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en Cl, en pourcentage en masse, par la formule

$$0,1775 \frac{(V_1 - V_0)}{m}$$

où

$V_0$  est le volume, en millilitres, de la solution 0,01 N de nitrate d'argent nécessaire pour l'essai à blanc;

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution 0,01 N de nitrate d'argent nécessaire pour la prise d'essai;

$m$  est la masse, en grammes, de pigment utilisé dans la détermination des matières solubles dans l'eau.

Noter le résultat avec deux décimales.

## 7 DÉTERMINATION DES NITRATES

### 7.1 Mode opératoire

Placer 50 ml de l'extrait aqueux clair obtenu selon l'une des méthodes, suivant les cas, pour la détermination des matières solubles dans l'eau, soit la méthode par extraction à chaud<sup>1)</sup>, soit la méthode par extraction à froid<sup>2)</sup> dans un ballon de distillation (3.3) et diluer à 150 ml. Ajouter 3 g d'alliage de Devarda (2.7) et 30 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (2.4) et fermer l'appareil. Placer 2 ml d'acide chlorhydrique (2.1) et 30 ml d'eau dans le récepteur.

Chauffer doucement le ballon jusqu'à ce que la réaction commence et laisser la réaction se produire, doucement pendant environ une demi-heure. Laisser ensuite distiller environ 70 ml de liquide, le récepteur étant refroidi à l'eau courante.

Compléter la distillation à 250 ml avec de l'eau et en transférer 5 ml dans un tube de Nessler (3.2). Diluer à 50 ml. Ajouter 1 ml de réactif de Nessler (2.8) et comparer la couleur à celle d'une solution étalon semblable, préparée en ajoutant une solution de chlorure d'ammonium (2.3) versée d'une burette.

Effectuer un essai à blanc en utilisant 50 ml d'eau distillée.

1) Voir Troisième partie.

2) Voir Huitième partie.

## 7.2 Expression des résultats

Calculer la teneur en nitrates solubles dans l'eau, exprimée en NO<sub>3</sub>, en pourcentage en masse, par la formule

$$0,5 \frac{(V_1 - V_0)}{m}$$

où

V<sub>0</sub> est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure d'ammonium nécessaire pour l'essai à blanc;

V<sub>1</sub> est le volume, en millilitres, de la solution de chlorure d'ammonium nécessaire pour la prise d'essai;

m est la masse, en grammes, de pigment utilisée pour la détermination des matières solubles dans l'eau.

Noter le résultat avec deux décimales.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) une référence à ISO 787, Treizième partie, ou à une norme nationale correspondante;
- b) type et identification du pigment à essayer;
- c) toutes modifications, par accord ou autrement du mode opératoire décrit ci-dessus;
- d) si l'extrait aqueux pour l'essai a été obtenu par la méthode par extraction à chaud ou par la méthode par extraction à froid;
- e) le résultat de l'essai comme indiqué en 5.2, 6.2, ou 7.2;
- f) la date de l'essai.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 787-14:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5baf68e-a746-4651-b65fb72e50f44344/iso-787-14-1973>



# Méthodes générales d'essais des pigments —

## Quatorzième partie : Détermination de la résistivité de l'extrait aqueux

### 0 INTRODUCTION

Ce document est une partie de l'ISO 787, *Méthodes générales d'essais des pigments*.

### 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La quatorzième partie de cette Norme Internationale spécifie une méthode générale d'essai pour déterminer la résistivité (résistance spécifique) de l'extrait aqueux d'un pigment. La méthode est applicable à tous les pigments et matières de charge, à l'exception des pigments très solubles dans l'eau.

#### NOTES

1 Il faut noter que la résistivité de l'extrait aqueux d'un pigment doit être considérée comme une propriété indépendante de la quantité de matières solubles dans l'eau. Si agréée, une méthode par extraction à froid peut être utilisée. Ce fait doit être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

2 La température normalisée de détermination doit être de 23 °C, mais une température différente peut faire l'objet d'un accord entre les parties, à condition que les corrections nécessaires soient faites pour tenir compte des différences de température.

3 Chaque fois que cette méthode générale est applicable pour un pigment donné, il devra simplement y être fait référence dans la Norme Internationale relative à ce pigment, et toutes les modifications de détail qui peuvent être nécessaires en raison des propriétés spéciales du pigment considéré devront être mentionnées dans une note. Ce n'est que dans le cas où cette méthode générale ne serait pas applicable à un pigment particulier qu'il deviendrait nécessaire de spécifier une méthode spéciale pour la détermination de la résistivité de l'extrait aqueux.

### 2 RÉACTIFS

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité «pure pour analyse».

**2.1 Eau pour mesurage de conductivité**, de résistivité au moins égale à 2 500  $\Omega\cdot\text{m}$ .

**2.2 Méthanol**, de résistivité au moins égale à 2 500  $\Omega\cdot\text{m}$ .

**2.3 Chlorure de potassium**, solution 0,02 M.

### 3 APPAREILLAGE

**3.1 Centrifugeur**, ou ultra-centrifugeur, si nécessaire.

**3.2 Papier filtre**, à fine texture, qui doit être lavé avec l'eau pour mesurage de conductivité dans un entonnoir, jusqu'à ce que le filtrat produit ait une résistivité supérieure à 2 000  $\Omega\cdot\text{m}$ .

NOTE — Le diamètre du papier filtre dépend de la masse volumétrique du produit. Certains pigments organiques nécessitent un papier filtre d'au moins 185 mm pour effectuer une filtration satisfaisante.

**3.3 Éprouvettes**, d'environ 35 mm de largeur et de 125 mm de profondeur, ou tout autre récipient convenable pour être utilisé avec la cellule de conductivité à employer.

**3.4 Thermomètre**, gradué à intervalles de 0,2 °C.

**3.5 Pont de mesurage de conductivité**<sup>1)</sup>.

**3.6 Cellule de conductivité**<sup>1)</sup>, ayant une constante  $K$  d'environ 1.

### 4 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon de pigment utilisé pour l'essai doit être prélevé conformément aux prescriptions de l'ISO/R 842, *Échantillonnage des matières premières pour peintures et vernis*.

### 5 DÉTERMINATION DE LA CONSTANTE DE CELLULE

**5.1** Préparer une solution étalon de chlorure de potassium en diluant la solution de chlorure de potassium (2.3) avec l'eau pour mesurage de conductivité à une concentration connue (voir Notes 1 et 2). Mesurer la résistance  $R$  de cette solution en utilisant la cellule de conductivité (3.6) à 23 °C (ou à tout autre température ayant fait l'objet d'un accord, avec les corrections appropriées) conformément à 6.2.2.

1) Les ponts de mesurage de conductivité et les cellules de conductivité disponibles dans le commerce sont convenables.

5.2 Calculer la constante de la cellule  $K$  comme suit :

$$K = \frac{R}{\rho}$$

où

$R$  est la résistance mesurée, en ohms;

$\rho$  est la résistivité à 23 °C de la solution de chlorure de potassium à la concentration utilisée, en ohm mètres (pour une solution 0,002 M, elle est de 34,4  $\Omega \cdot m$ , voir Figure).

#### NOTES

1 Si une solution de chlorure de potassium de concentration connue différente est utilisée, la valeur correspondante de  $\rho$  doit être déduite de la Figure pour être utilisée dans le calcul de la constante de la cellule.

2 En général, la constante de la cellule n'est pas sensiblement affectée par des variations de la concentration de la solution de chlorure de potassium, mais pour une plus grande précision, une concentration de la solution de chlorure de potassium correspondant à une résistivité semblable à celle de la solution à essayer doit être utilisée et les mesurages doivent être effectués aux valeurs qui utilisent le deuxième tiers de l'échelle.

## 6 MODE OPÉRATOIRE

### 6.1 Essai de mouillage du pigment

Essayer une petite quantité de pigment avec de l'eau distillée bouillante pour constater si elle est mouillée par l'eau. Un produit qui n'est pas bien mouillé par l'eau est probablement hydrophobe et doit être traité suivant le mode opératoire décrit en 6.3. Si l'échantillon est facilement mouillé, procéder comme décrit en 6.2.

### 6.2 Pigments hydrophiles

6.2.1 Ajouter 20  $\pm$  0,01 g du pigment à 180 g d'eau pour mesurage de conductivité bouillante dans un b cher tar  de capacit  convenable   l'aide d'un agitateur.

NOTE – Un  chantillon de 20 g est habituellement suffisant pour des pigments facilement mouill s par l'eau. Habituellement, un b cher de 250 ml est suffisant pour les pigments blancs. Cependant, certains pigments blancs, en raison de leur tendance   mousser et   monter aux parois peuvent  tre mieux trait s dans un b cher de 400 ml. Un  chantillon de 20 g d'un pigment organique n cessite habituellement un b cher de 600 ml pour laisser une place suffisante pour mousser lors de l' bullition.

Faire bouillir doucement pendant 5 min, en agitant de temps en temps. Refroidir   une temp rature d'environ 60 °C et amener, par addition d'eau, la masse nette   200 g. Agiter vigoureusement. Filtrer directement   travers un papier filtre   texture fine ou s parer les solides par

centrifugation ou ultra-centrifugation en utilisant des tubes propres et secs ou des tubes lav s avec la suspension, puis d canter le liquide surnageant   travers un filtre. Dans chaque cas, rejeter les premiers 10 ml de filtrat.

6.2.2 Refroidir le filtrat   une temp rature d'environ 20 °C. Rincer l' prouvette (3.3) et la cellule de conductivit  (3.6), d'abord avec l'eau pour mesurage de conductivit , puis avec le filtrat. Remplir l' prouvette avec le filtrat et y placer la cellule de conductivit . D placer la cellule de haut en bas pour  liminer toutes les bulles d'air. R gler lentement la temp rature   23 °C et, la cellule  tant immerg e   environ 10 mm au-dessous de la surface du liquide, verticalement et au centre de l' prouvette, effectuer au moins cinq mesurages de la r sistance   une temp rature de 23  $\pm$  0,5 °C, en utilisant le pont de mesurage de conductivit  (3.5) dans la gamme qui permet de faire la lecture le plus pr s possible du milieu de l' chelle, en suivant les instructions donn es avec l'instrument pour obtenir l' quilibre.

### 6.3 Pigments hydrophobes

Une modification du mode op ratoire donn  au paragraphe 6.2 est n cessaire pour les pigments organiques qui ne sont pas facilement mouill s par l'eau.

Mouiller 20  $\pm$  0,01 g du pigment avec une quantit  de m thanol (2.2) (4   16 g) suffisante pour produire une p te lisse et humide. Diluer avec de l'eau pour mesurage de conductivit  bouillante dans un b cher tar  de 1 000 ml   l'aide d'un agitateur, pour amener la masse totale   200 mg. Proc der ensuite comme indiqu  en 6.2.2.

6.4 Recommencer l'ensemble du mode op ratoire sur un nouvel extrait aqueux du pigment.

## 7 EXPRESSION DES R SULTATS

Calculer la r sistivit ,  $\rho_t$ , en ohm m tres, de l'extrait aqueux du pigment   la temp rature  $t$  °C, ayant fait l'objet d'un accord, par la formule suivante :

$$\rho_t = \frac{\bar{R}_t}{K}$$

o 

$\bar{R}_t$  est la moyenne de toutes les valeurs de r sistance mesur e, en ohms;

$K$  est la constante de la cellule, d termin e selon 5.2.

Exprimer le r sultat   1 % de la valeur obtenue.

## 8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) une référence à ISO 787, Quatorzième partie, ou à une norme nationale correspondante;
- b) type et identification du pigment à essayer;
- c) toute modification, par accord ou autrement du mode opératoire décrit ci-dessus;
- d) si le pigment a été traité comme un pigment hydrophile (6.2), ou un pigment hydrophobe (6.3);
- e) le résultat de l'essai comme indiqué au chapitre 7;
- f) la date de l'essai.

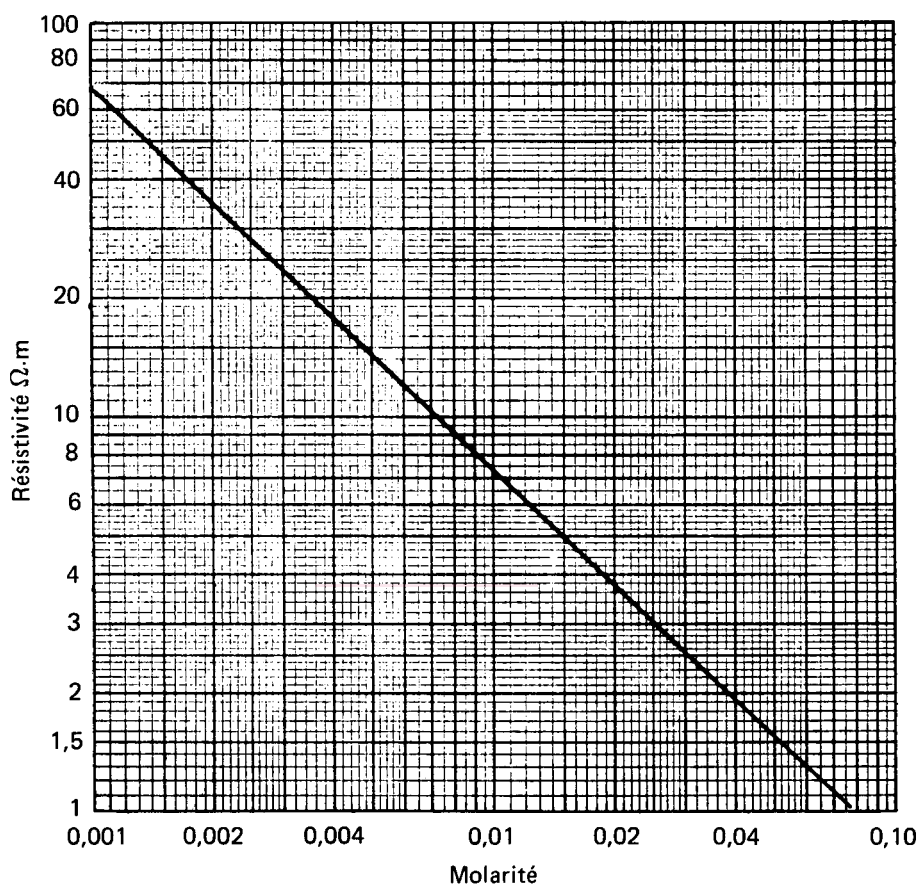


FIGURE — Résistivité du chlorure de potassium à 23 °C