

# NORME INTERNATIONALE 1247

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

## Pigments d'aluminium pour peinture

*Aluminium pigments for paints*

Première édition – 1974-09-15

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

ISO 1247:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/931a5ba3-007d-473e-a7ce-575828a759df/iso-1247-1974>

CDU 667.622.271

Réf. N° : ISO 1247-1974 (F)

**Descripteurs :** peinture, pigment, pigment d'aluminium, poudre métallique, pâte, classement, caractéristique, spécification de matière, emballage, échantillonnage, essai, analyse chimique.

Prix basé sur 12 pages

## AVANT-PROPOS

L'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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, la Norme Internationale ISO 1247 remplace la Recommandation ISO/R 1247-1971 établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/931a5ba3-007d-473e-a7ce-575828a759df/iso-1247-1974>

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation :

Afrique du Sud, Rép. d'	Grèce	Pologne
Allemagne	Inde	Portugal
Autriche	Iran	Royaume-Uni
Bésil	Israël	Suède
Chili	Italie	Suisse
Danemark	Nouvelle-Zélande	Turquie
Egypte, Rep. arabe d'	Pays-Bas	U.R.S.S.
Espagne	Pérou	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France\*

\* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

# Pigments d'aluminium pour peinture

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe les caractéristiques et les méthodes d'essais correspondantes pour les pigments d'aluminium pour utilisation dans les peintures comprenant

- des peintures pour usages généraux, pour décoration et pour protection, et
- des peintures de finition de qualités particulières.

## 2 RÉFÉRENCES

ISO/R 760, *Dosage de l'eau par la méthode de Karl Fischer.*

ISO 787, *Méthodes générales d'essais des pigments.*

ISO 793, *Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du fer — Méthode photométrique à l'orthophénantroline.*

ISO/R 795, *Analyse chimique de l'aluminium et de ses alliages — Dosage photométrique du cuivre (Méthode à l'oxalyldihydrasid applicable aux teneurs en cuivre comprises entre 0,002 et 0,8 %).*

ISO/R 798, *Analyse chimique de l'aluminium et de ses alliages — Dosage gravimétrique du zinc dans les alliages d'aluminium (Teneurs en zinc comprises entre 0,50 et 6,5 %).*

ISO 808, *Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du silicium — Méthode spectrophotométrique au complexe silicomolybdique réduit.*

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

ISO 886, *Aluminium et alliages d'aluminium — Dosage du manganèse — Méthode photométrique (Teneur en manganèse comprise entre 0,005 et 1,5 %).*

ISO 1250, *Solvants d'origine minérale pour peintures — White spirits et hydrocarbures analogues.*

## 3 DESCRIPTION

Les pigments d'aluminium sont composés de métal aluminium finement divisé. Les particules d'aluminium sont de forme lamellaire à l'examen microscopique. Le produit peut se présenter sous la forme de poudre ou de pâte et avoir des propriétés pelliculantes ou non.

NOTE — Le mica et les autres produits altérants doivent être absents. Si lors de la solution de l'échantillon dans l'acide chlorhydrique, conformément à 15.3.3, un résidu non grassex est obtenu, ce résidu doit être examiné.

## 4 CLASSIFICATION

### 4.1 Types

La présente Norme Internationale couvre les quatre types de pigments d'aluminium suivants :

- type 1 : aluminium en poudre pelliculante
- type 2 : aluminium en pâte pelliculante
- type 3 : aluminium en poudre non pelliculante
- type 4 : aluminium en pâte non pelliculante

### 4.2 Classes

Les pigments des types 1 et 2 sont, en outre, classifiés selon leur pouvoir couvrant sur l'eau, comme indiqué dans le tableau 1.

TABLEAU 1 — Classes des types 1 et 2

Type	Classe	Pouvoir couvrant sur l'eau
		m <sup>2</sup> /g
1	a	jusqu'à 0,8 incl.
	b	de 0,8 excl. à 1,5 incl.
	c	de 1,5 excl. à 2,2 incl.
	d	supérieur à 2,2
2	p	jusqu'à 1,7 incl.
	q	de 1,7 excl. à 2,4 incl.
	r	supérieur à 2,4

NOTE — L'attention est attirée sur les limites de reproductibilité spécifiées en 11.8.

## 5 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Le produit doit avoir les caractéristiques spécifiées dans la colonne correspondante du tableau 2.

Le liquide contenu dans le pigment en pâte doit être un solvant minéral de catégorie A conforme aux spécifications de l'ISO 1250, ou tout autre liquide approprié ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

TABLEAU 2 – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Caractéristique requise selon le type				Méthode d'essai
	Type 1 Poudre pelliculante	Type 2 Pâte pelliculante	Type 3 Poudre non pelliculante	Type 4 Pâte non pelliculante	
Matière volatiles à 105 °C, % (m/m)	max. 1,0	max. 35,0 <sup>1)</sup>	max. 1,0	max. 35,0 <sup>1)</sup>	ISO 787 Partie II
Matières solubles dans les solvants organiques, % (m/m)	max. 6,0	max. 4,0	max. 1,5	max. 6,0	Paragraphe 8.1 (types 1 et 2) et paragraphe 8.2 (types 3 et 4)
Apparence de la peinture préparée dans un liant fixé par accord	Identique à l'apparence d'une peinture préparée de la même façon avec un échantillon étalon				Chapitre 9
Refus sur tamis <sup>2)</sup>	Nul sur 250 µm	Nul sur 180 µm	Nul sur 250 µm	Nul sur 180 µm	Chapitre 10
Pouvoir couvrant sur l'eau, m <sup>2</sup> /g	Dans les limites de la classe fixée (voir 4.2)			—	Chapitre 11
Pouvoir pelliculant, %	min. 65	min. 65	Nul	Nul	Chapitre 12 (types 1 et 2) et chapitre 13 (types 3 et 4)
Teneur en eau, % (m/m)	max. 0,2	max. 0,15	max. 0,2	max. 0,15	Chapitre 14
Impuretés métalliques, % (m/m) sur pigment sec	max. 1,0 pour Cu + Fe + Pb + Si + Zn, max. 0,03 pour Pb. Des limites séparées pour les autres métaux que le plomb peuvent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées				Pour le plomb : chapitre 15 <sup>3)</sup> Pour le fer : ISO 793 <sup>3)</sup> Pour le cuivre : ISO/R 795 <sup>3)</sup> Pour le silicium : ISO 806 <sup>3)</sup> Pour la manganèse : ISO 886 <sup>3)</sup> Pour le zinc : ISO/R 798 <sup>3)</sup>

- 1) D'autres limites pour la teneur des pâtes en produits non volatils peuvent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.
- 2) Des limites supplémentaires pour le refus sur tamis de plus petite ouverture peuvent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.
- 3) Ces méthodes sont recommandées à des fins d'arbitrage, mais d'autres méthodes peuvent être utilisées par accord entre les parties intéressées.

## 6 EMBALLAGE

Le produit doit être emballé dans des récipients étanches à l'air.

## 7 ÉCHANTILLONNAGE

7.1 Pour essayer un pigment conformément aux dispositions de la présente Norme Internationale, prélever un échantillon représentatif d'une quantité importante du produit selon la méthode appropriée spécifiée dans l'ISO 842. La masse de l'échantillon ne doit pas être inférieure à 250 g et cet échantillon doit être emballé de la manière spécifiée dans l'ISO 842.

Pour les pâtes et les poudres, utiliser un tube d'échantillonnage permettant de procéder au prélèvement sur toute la profondeur (et de préférence suivant la diagonale la plus longue) du récipient. Pour les poudres qui peuvent être tassées, utiliser un tube d'échantillonnage pointu et rouler vigoureusement le récipient avant l'échantillonnage.

Des modèles appropriés de tubes d'échantillonnage sont représentés à la figure 1.

7.2 Sauf accord contraire entre les parties intéressées, l'échantillon étalon auquel il est fait référence au tableau 2 et au chapitre 9 doit être conforme en tous points aux prescriptions de la présente Norme Internationale. Sa masse ne doit pas être inférieure à 250 g et il doit être emballé de la manière spécifiée dans l'ISO 842.

## MÉTHODES D'ESSAI

### 8 DÉTERMINATION DES MATIÈRES SOLUBLES DANS LES SOLVANTS ORGANIQUES

8.1 Méthode 1 (à utiliser pour les pigments pelliculants, types 1 et 2)

#### 8.1.1 Principe

L'échantillon est traité à l'acide chlorhydrique pour dissoudre le métal, après quoi les matières grasses et huileuses sont extraites avec de l'acétone, séchées et pesées.

### 8.1.2 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue. De l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente doit être utilisée pour l'essai.

#### 8.1.2.1 Acide chlorhydrique, solution 6 N environ.

#### 8.1.2.2 Acétone

### 8.1.3 Mode opératoire

#### 8.1.3.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 1 mg près, environ 2 g du produit dans un bécher de 400 ml.

#### 8.1.3.2 DÉTERMINATION

Ajouter 100 ml d'eau chaude et couvrir le bécher, par exemple avec un verre de montre. Ajouter l'acide chlorhydrique (8.1.2.1) par petites quantités et en chauffant doucement pour compléter la réaction après chaque addition jusqu'à ce que tout le métal soit dissous. Il ne doit pas être nécessaire d'utiliser plus de 60 ml d'acide.

Refroidir le bécher et son contenu à la température ambiante et filtrer les produits à travers un papier filtre exempt de graisse et lavé à l'acide. Laver parfaitement le bécher, le couvercle et le papier-filtre à l'eau froide.

Laisser le papier égoutter et sécher complètement dans l'entonnoir filtre en chauffant doucement, si nécessaire, à une température n'excédant pas 50 °C. Enlever le plus possible d'eau du bécher en le secouant.

Placer un bécher taré de 100 ml sous l'entonnoir. Laver le bécher original et le couvercle à l'acétone chaude (8.1.2.2) et verser les produits de lavage sur le papier-filtre. Laver le papier au moins cinq fois à l'acétone chaude en remplissant l'entonnoir environ à moitié à chaque fois. Rincer finalement l'extrémité de l'entonnoir. Chauffer doucement le bécher et son contenu au bain-marie sans utiliser de flamme directe jusqu'à ce que l'acétone soit évaporée aussi complètement que possible. Poursuivre l'évaporation en chauffant le bécher à une température de 105 ± 2 °C durant 1 h, refroidir et peser.

#### 8.1.4 Expression des résultats

Calculer la matière soluble dans les solvants organiques, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

### 8.2 Méthode 2 (pour pigments non pelliculants, types 3 et 4)

#### 8.2.1 Principe

L'échantillon est dispersé dans un solvant et les matières extractibles par le solvant sont filtrées, séchées et pesées.

### 8.2.2 Réactifs

**8.2.2.1 Mélange de solvants**, obtenu par mélange de 3 volumes de toluène avec 1 volume d'éther éthylique,  $\rho$  0,720 g/ml.

**8.2.2.2 Éther de pétrole**, distillant entre 40 et 60 °C.

#### 8.2.3 Appareillage

**Creuset à filtration sous vide**, de porosité P 16 (dimension maximale des pores 10 à 16  $\mu$ m).

#### 8.2.4 Mode opératoire

##### 8.2.4.1 PRISE D'ESSAI

Peser, à 1 mg près, environ 2 g du produit dans un bécher de 250 ml et le disperser dans 20 ml du mélange de solvant (8.2.2.1) par agitation fréquente en tournant le contenu du bécher.

##### 8.2.4.2 DÉTERMINATION

Lorsqu'une dispersion complète a été obtenue, ajouter 10 ml supplémentaire du mélange de solvant, bien agiter le bécher en tournant, et laisser reposer durant 1 h pour permettre aux paillettes métalliques de se déposer.

Décanter le liquide qui surnage dans le creuset à filtration (8.2.3) sous vide et filtrer par aspiration dans une fiole propre.

Quand tout le liquide a été filtré, ajouter 30 ml supplémentaires du mélange de solvant au résidu du bécher et recommencer à agiter jusqu'à ce que le pigment d'aluminium soit redispersé. Filtrer la dispersion dans le creuset à filtration sous vide en lavant le bécher à l'éther de pétrole (8.2.2.2).

Transvaser le filtrat de la fiole dans un bécher de 250 ml et laisser évaporer jusqu'au volume minimal (environ 50 ml). Transvaser le filtrat concentré dans un bécher taré de 100 ml et laver le bécher de 250 ml à l'éther de pétrole, en versant les produits de lavage dans le bécher de 100 ml. Laisser évaporer le contenu du bécher de 100 ml jusqu'à ce qu'il soit sec, chauffer en étuve à une température de 105 ± 2 °C durant 1 h, puis refroidir et peser.

#### 8.2.5 Expression des résultats

Calculer la matière soluble dans les solvants organiques, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

## 9 COMPARAISON DE L'ASPECT

### 9.1 Prise d'essai

Peser une quantité d'échantillon ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

### 9.2 Détermination

Dans un liant pour peinture ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées (voir note ci-dessous), disperser la prise d'essai par simple mélange sans broyage. Laisser reposer pendant une durée et à une température ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées, par exemple 24 h à 20 °C, dans un récipient couvert. Après cette période, enlever toute peau superficielle, bien mélanger en secouant ou en malaxant ou par les deux méthodes, puis appliquer, selon une méthode convenable, une couche du mélange sur un panneau lisse, propre et non absorbant, en la laissant bien sécher dans une atmosphère propre. Traiter, le même jour, de façon semblable, l'échantillon étalon. Après séchage, comparer visuellement les deux panneaux ainsi préparés quant à leur couleur, leur opacité, leur fini et leur brillant.

NOTE — Pour les pigments pelliculants, le liant doit avoir un indice d'acide inférieur à 7,5 mg de KOH par gramme et ne doit contenir aucun siccatif au plomb.

## 10 DÉTERMINATION DU REFUS SUR TAMIS

### 10.1 Réactifs

10.1.1 Solvant minéral, catégorie A, conforme aux spécifications de l'ISO 1250.

### 10.1.2 Acétone

### 10.2 Appareillage

10.2.1 Récipients, au nombre de trois, de dimensions convenables pour que le tamis puisse y être adapté.

10.2.2 Bêcher, 400 ml.

10.2.3 Tamis d'essai, d'ouverture nominale de 180 µm (pour les pâtes) ou 250 µm (pour les poudres). (Voir note en 10.3.1.)

10.2.4 Creuset à filtration sous vide, de porosité P 16 (dimension maximale des pores 10 à 16 µm). aux

### 10.3 Mode opératoire

#### 10.3.1 Prise d'essai

Peser 10 g de l'échantillon à 0,1 g près dans le bêcher de 400 ml (10.2.2).

NOTE — S'il est nécessaire, après accord entre les parties intéressées, de déterminer le refus sur tamis d'ouverture nominale autre que 180 µm (pour les pâtes) et 250 µm (pour les poudres), le mode opératoire à utiliser est semblable à celui spécifié, exception faite de la prise d'essai qui doit être réduite proportionnellement pour des tamis d'ouverture nominale plus petite.

### 10.3.2 Détermination

Remplir à moitié deux des récipients (10.2.1) avec le solvant minéral et remplir à moitié le troisième récipient avec l'acétone (10.1.2). Mélanger la prise d'essai avec 100 ml de solvant minéral (10.1.1). Ajouter 50 ml supplémentaires de solvant minéral en agitant vigoureusement. Verser lentement la suspension sur la surface du tamis d'essai (10.2.3), en réglant la vitesse d'écoulement pour que la majeure partie de la suspension passe à travers le tamis. Laver le résidu sur le tamis en tenant le tamis légèrement incliné par rapport à la surface du solvant minéral dans le premier récipient et en remuant le tamis d'avant en arrière pour que la surface du tamis passe juste au-dessus et en-dessous du niveau du liquide. Continuer cette opération durant 1 min et répéter ensuite le même mode opératoire dans le second récipient durant environ 2 min.

Quand il est évident que plus aucun produit ne passe à travers le tamis, répéter le même mode opératoire dans le récipient contenant l'acétone durant 2 à 3 min. Rincer les parois du tamis avec un mince filet d'acétone et rassembler le résidu sur un côté. Transférer le résidu dans le creuset à filtration sous vide (10.2.4) taré, à l'aide d'une quantité minimale d'acétone et appliquer le vide.

Dès que la filtration est complète et que la surface du résidu paraît sèche, placer le filtre dans une étuve à 105 ± 2 °C et chauffer à cette température durant 1 h.

Peser le résidu à 1 mg près.

### 10.4 Expression des résultats

Calculer le refus sur tamis, en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{100 m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu sur tamis.

## 11 DÉTERMINATION DU POUVOIR COUVRANT SUR L'EAU

### 11.1 Principe

Le pouvoir couvrant sur l'eau est mesuré dans un appareil normalisé sur un échantillon qui a été lavé soigneusement à l'éther de pétrole et filtré sous vide. L'essai comporte un examen comparatif pour déterminer le nombre de lavages (entre trois et six) qui donne le résultat maximum pour le pouvoir couvrant sur l'eau.

NOTE — L'expérience a montré qu'il est essentiel que l'essai soit effectué exactement comme décrit ci-dessous pour obtenir des résultats reproductibles.

## 11.2 Réactifs

**11.2.1 Éther de pétrole**, distillant entre 80 et 110 °C.

**11.2.2 2-Butanol**.

**11.2.3 Paraffine**, de qualité pour laboratoire, dont le point de ramollissement est d'environ 50 °C

## 11.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

**11.3.1 Capsule à évaporation**, en porcelaine, de 200 mm de diamètre environ.

**11.3.2 Petites brosses**, en poil de chameau.

**11.3.3 Creuset à filtration sous vide**, en verre, de porosité P 10 (dimension des pores 4 à 10 µm).

**11.3.4 Cuve rectangulaire**, reposant sur des vis de calage, d'environ 650 mm de longueur, 120 mm de largeur intérieure et 13 à 15 mm de profondeur avec des parois verticales d'environ 13 mm d'épaisseur, usinées et finies de manière à présenter une surface supérieure lisse (voir figure 2). (La cuve utilisée peut commodément être fabriquée à partir d'une plaque d'aluminium, dans ce cas l'intérieur du fond peut être couvert avec un ruban adhésif noir pour éliminer les réflexions susceptibles d'affecter le mesurage de la longueur de la pellicule du pigment.)

**11.3.5 Raclettes**, au nombre de deux, pour la cuve, en verre ou en matière plastique polie (par exemple en résine acrylique transparente) d'environ 7 mm d'épaisseur, d'environ 25 mm de largeur, et de longueur légèrement supérieure à la largeur de la cuve, leurs extrémités sur un côté étant légèrement en retrait de sorte que, lorsque la raclette repose sur les bords de la cuve, le côté le plus bas soit légèrement au-dessous des bords de la cuve.

**11.3.6 Verre de montre**, d'environ 50 mm de diamètre.

## 11.4 Pré-traitement de l'échantillon

Placer, dans la capsule à évaporation (11.3.1), l'échantillon pour essai (environ 0,5 g pour les poudres et environ 1 g pour les pâtes), ajouter par petites doses 50 ml d'éther de pétrole (11.2.1) et disperser totalement en utilisant une brosse (11.3.2). Laisser reposer durant 10 min. Filtrer à travers le creuset filtrant en verre (11.3.3) et sécher sous vide. Débrancher la pompe à vide.

Transvaser la masse filtrée dans la capsule à évaporation en utilisant une brosse, redisperser avec 50 ml d'éther de pétrole dont une partie peut être utilisée pour laver la capsule. Filtrer comme auparavant.

Répéter l'ensemble de l'opération spécifiée à l'alinéa précédent (ce qui donne un total de trois dispersions) et laisser la masse filtrée sous vide durant 30 min après qu'elle

semble sèche. Ensuite, mettre de côté une petite quantité de la masse filtrée. Répéter les mêmes opérations une, deux ou trois fois de plus (c'est-à-dire respectivement quatre, cinq et six opérations de dispersion) en mettant à l'écart chaque fois de petites quantités de la masse filtrée.

Les placer sur des morceaux séparés de papier brillant, et mélanger chacune d'elles avec une brosse sèche.

Laisser sécher les portions dans une atmosphère propre et sèche durant 2 h à la température ambiante en mélangeant chacune de temps en temps avec une brosse sèche.

## 11.5 Préparation de la cuve

Préparer la cuve (11.3.4) en la nettoyant, en la séchant, en la chauffant à une température comprise entre 45 et 50 °C, et en frottant ses bords avec la paraffine (11.2.3) puis en la lustrant avec un chiffon doux.

Faire couler l'eau dans la cuve jusqu'à ce que le niveau du ménisque soit nettement au-dessus des bords de la cuve, régler les vis de niveau si nécessaire

Balayer, au moyen d'une raclette (11.3.5) la surface de l'eau d'un bout à l'autre jusqu'à ce qu'elle soit apparemment exempte de poussière. Placer cette raclette d'un côté de la cuve et faire disparaître la poussière qui reste en soufflant. Placer la seconde raclette le long de la première et la faire glisser jusqu'à l'autre côté de la cuve pour qu'il y ait une étendue d'eau libre entre les deux raclettes.

NOTE — Il est important que les deux raclettes soient placées à une distance suffisante l'une de l'autre, sinon la pellicule de pigment ne sera pas formée de façon satisfaisante en utilisant le mode opératoire spécifié en 11.6.2.

Régler le niveau de l'eau pour qu'il soit juste au-dessous des bords supérieurs de la cuve et en contact avec les bords inférieurs des raclettes.

## 11.6 Mode opératoire

### 11.6.1 Prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, dans le verre de montre (11.3.6), une portion de l'échantillon traité qui a été mis en pâte et filtré trois fois (comme spécifié en 11.4) et qui donnera une longueur finale de pellicule de 150 à 300 mm sur la cuve. En vue de déterminer la quantité réelle de l'échantillon traité à utiliser, effectuer un essai préliminaire en utilisant 20 mg de l'échantillon traité.

NOTE — L'expérience a montré que la manipulation de la pellicule dans la cuve est facilitée si la longueur de la pellicule est comprise entre 150 et 300 mm.

### 11.6.2 Détermination

Ajouter à la prise d'essai, avec une bouteille compte-gouttes, une quantité de 2-butanol (11.2.2) telle qu'après agitation durant au moins 30 s avec un agitateur en verre, une pâte liée et de consistance lisse soit obtenue (au moins 2 ml sont habituellement nécessaires).

Répartir cette pâte sur la surface de l'eau de la cuve entre les raclettes en maintenant le verre de montre et la pâte dans une position inclinée par rapport à l'eau de la cuve de manière que le verre de montre trempe à peine dans l'eau. La pâte doit s'étaler sur la surface de l'eau immédiatement et presque complètement. Soulever le bord du verre de montre juste au-dessus de l'eau et laver la pâte restante avec de l'eau d'une pissette de manière à la faire passer dans la cuve.

Quand la surface de la pellicule cesse de bouger, élever le niveau d'eau en faisant couler une quantité d'eau supplémentaire dans la cuve, jusqu'à ce que le niveau soit de façon appréciable au-dessus du bord de la cuve. Acheter l'étalement de la prise d'essai en remuant avec une baguette en verre. Il est important qu'à ce stade, la prise d'essai soit travaillée aussi peu que possible afin d'éviter un chevauchement des particules.

Déplacer l'une des raclettes vers l'autre en balayant la pellicule de pigment devant elle et déplacer la raclette en avant et en arrière pendant que des rides se forment et disparaissent. Placer la raclette dans la position dans laquelle les rides viennent de disparaître.

NOTES

- 1 Les raclettes ne doivent pas être utilisées pour agiter la pellicule.
- 2 Les courants d'air doivent être évités à tout moment, et il ne faut pas essayer d'étaler la pellicule en soufflant dessus.
- 3 Le mouvement des raclettes doit être le minimal compatible avec la formation d'une pellicule de pigment sans solution de continuité. Un travail trop énergique de la pellicule est susceptible de donner de mauvais résultats.

Répéter les opérations décrites au paragraphe précédent en utilisant l'autre raclette. Les deux raclettes doivent être maintenant placées parallèlement l'une par rapport à l'autre et perpendiculairement au bord de la cuve.

Mesurer la longueur, en millimètres, de la pellicule de pigment entre les raclettes.

Après que le mesurage ait été achevé, s'assurer que seulement une quantité négligeable du pigment adhère aux raclettes, à la baguette en verre et aux parois de la cuve. Si tel n'est pas le cas, rejeter le résultat.

Répéter l'ensemble de l'opération précédente, en utilisant une portion de l'échantillon traité qui a été dispersée et filtrée quatre fois (voir 11.4). Répéter de nouveau l'ensemble de l'opération en utilisant des portions de l'échantillon traité qui ont été dispersées et filtrées cinq et six fois. Noter le nombre de dispersions et de filtrages requis pour que soit obtenue une valeur maximale de la longueur de la pellicule du pigment.

Répéter l'essai complet à partir du début de 11.4, en utilisant la quantité de l'échantillon qui a été dispersée et filtrée le nombre de fois précédemment trouvé pour l'obtention de la valeur maximale, jusqu'à ce que trois valeurs, ne différant pas de leur moyenne de plus de  $\pm 0,05 \text{ m}^2/\text{g}$ , soient obtenues.

11.7 Expression des résultats

Calculer le pouvoir couvrant sur l'eau, en mètres carrés par gramme, à l'aide de la formule

$$\frac{lb}{10^6 m}$$

où

*l* est la longueur, en millimètres, de la pellicule du pigment;

*b* est la largeur, en millimètres, de la pellicule du pigment;

*m* est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Exprimer le pouvoir couvrant sur l'eau par la valeur moyenne arrondie à  $0,01 \text{ m}^2/\text{g}$ .

11.8 Précision

11.8.1 Répétabilité

La différence entre les résultats obtenus par le même opérateur dans un court intervalle de temps avec le même appareillage dans des conditions constantes sur un produit identique ne doit pas excéder, à un niveau de confiance 95 %,  $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$ .

11.8.2 Reproductibilité

La différence entre les résultats obtenus par différents opérateurs dans des laboratoires différents sur un produit identique ne doit pas excéder, à un niveau de confiance de 95 %,  $0,3 \text{ m}^2/\text{g}$ .

12 DÉTERMINATION DU POUVOIR PELLICULANT

12.1 Réactifs

12.1.1 White spirit, à teneur en aromatiques ajustée à 20 % (V/V) par addition de xylène. La densité relative  $d_{20}$  doit alors être comprise entre 0,780 et 0,790.

12.1.2 Résine de coumarone-indène ou à base d'hydrocarbures, ayant un indice d'acide maximal de 0,5, complètement soluble dans le white spirit (12.1.1) lorsqu'elle a été préparée comme vernis pour mesurage du pelliculage (12.1.3) et ne précipitant pas après être restée durant 24 h à une température de  $23 \pm 2^\circ\text{C}$ .

NOTE – Dans les essais de laboratoires qui ont été effectués pour établir la présente Norme Internationale, une résine de coumarone-indène, désignée B2-TN/75 (pouvant être obtenue auprès de Verkaufsvereinigung für Teerverwertung, Essen, Allemagne), fut utilisée et trouvée satisfaisante, mais d'autres résines pourraient également donner satisfaction.

12.1.3 Vernis pour mesurage du pelliculage, obtenu en dissolvant 50 g de résine (12.1.2) dans 100 ml de white spirit (12.1.1). La densité relative  $d_{20}$  du milieu doit être comprise entre 0,877 et 0,883.

La solution doit être préparée lentement à une température n'excédant pas  $50^\circ\text{C}$ , toute perte de solvant étant remplacée, après pesée.

## 12.2 Appareillage

**12.2.1 Plaquette en acier**, de longueur supérieure à 140 mm, de largeur  $13 \pm 0,5$  mm et d'épaisseur inférieure ou égale à 1,0 mm, rectangulaire et à bout carré. La plaquette doit être polie à l'aide de poudre d'oxyde d'aluminium, de carbure de silicium ou d'émeri, de grade 000 ou équivalent, mouillée avec un solvant minéral, de manière à présenter un fini satiné.

**12.2.2 Éprouvette à pied**, de préférence sans bec, d'environ 200 mm de hauteur et 40 mm de diamètre intérieur.

**12.2.3 Bouchons**, au nombre de deux, susceptibles de s'adapter sur l'éprouvette, avec une entaille dans l'un pour maintenir la plaquette d'acier quand elle est suspendue verticalement dans l'éprouvette.

**12.2.4 Tube à essai**, d'environ 150 mm de longueur et 19 à 20 mm de diamètre extérieur.

**12.2.5 Capsule à évaporation ou capsule à bec**, de 35 à 50 ml de contenance.

## 12.3 Mode opératoire

La veille du jour où les essais doivent être effectués, placer 5 ml du vernis pour mesurage de pelliculage (12.1.3) dans l'éprouvette (12.2.2) et la fermer avec le bouchon (12.2.3) non entaillé, la laisser ensuite ainsi toute la nuit.

### 12.3.1 Prise d'essai

Retirer la couche supérieure de la surface de l'échantillon de pigment et peser dans la capsule à évaporation ou dans la capsule à bec (12.2.5) une quantité de l'échantillon conforme à celle indiquée dans le tableau 3.

TABLEAU 3 – Prise d'essai

Type	Classe	Masse de la prise d'essai <sup>1)</sup>
		g
1	a	3,0
	b	2,5
	c	2,0
	d	1,5
2	p	3,0
	q	2,5
	r	2,0

1) Lorsque le pouvoir couvrant sur l'eau du produit se trouve à la limite entre deux classes (voir 4.2), les deux séries d'essais du pouvoir pelliculant doivent être effectuées en utilisant les masses de pigment indiquées pour chacune des deux classes, et les résultats des deux séries d'essais doivent être mentionnés dans le procès-verbal d'essais.

### 12.3.2 Détermination

Mesurer 25 ml du vernis pour mesurage du pelliculage et en verser environ 1 ml (pour les pâtes) et 2 ml (pour les poudres) sur le pigment. Mélanger à l'aide d'une petite brosse jusqu'à obtention d'un mélange homogène. Recommencer avec une nouvelle quantité semblable de vernis. Bien mélanger et ajouter graduellement le reste des 25 ml en mélangeant soigneusement, sans introduire de bulles d'air dans le mélange. En verser immédiatement une certaine quantité dans le tube à essai incliné à  $45^\circ$  de manière que la hauteur dans le tube à essai (12.2.4) soit de 112 mm, en évitant la formation de bulles d'air. Régler la température aussi rapidement que possible à  $20 \pm 2^\circ\text{C}$  et plonger la plaquette d'acier (12.3.1) immédiatement au fond du mélange dans le tube.

Faire tourner doucement la plaquette d'acier durant 10 s à environ  $1/4$  de tour ( $90^\circ$ ) par seconde. Le sens de rotation doit être inversé toutes les secondes et il faut éviter les projections. Retirer la plaquette à une vitesse uniforme (temps total  $6 \pm 1$  s) sans toucher les bords du tube à essai.

NOTE – Il ne doit pas couler de la plaquette plus de 2 ou 3 gouttes du mélange.

En utilisant le bouchon entaillé pour maintenir la plaquette, la suspendre verticalement dans l'éprouvette, à l'abri de la lumière solaire, l'atmosphère dans l'éprouvette étant saturée avec la vapeur du vernis pour mesurage du pelliculage d'essai. La plaquette ne doit à aucun moment se trouver en contact avec le vernis au fond de l'éprouvette. Laisser reposer durant 6 min, puis mesurer la longueur de la surface pelliculée, c'est-à-dire la surface complètement couverte, exempte de manques ou de fissures (voir figure 3), et la longueur totale immergée. Effectuer deux déterminations avec chaque prise d'essai successive, en procédant à la lecture au millimètre près sur les deux côtés de la plaquette d'acier. Calculer la moyenne des lectures pour chaque prise d'essai.

### 12.4 Expression des résultats

Calculer le pouvoir pelliculant, en pourcentage, à l'aide de la formule

$$\frac{100 / l_1}{l_0}$$

où

$l_0$  est la longueur totale immergée, en millimètres;

$l_1$  est la longueur de la surface pelliculée, en millimètres.

Noter comme pourcentage du pouvoir pelliculant la moyenne (arrondie au 1 % le plus proche) de trois ou quatre résultats ne différant pas de cette moyenne de plus de  $\pm 3\%$  en valeur absolue.

### 12.5 Précision

#### 12.5.1 Répétabilité

La différence entre les résultats obtenus par le même opérateur dans un court intervalle de temps avec le même appareillage dans des conditions constantes sur un produit identique ne doit pas excéder, à un niveau de confiance de 95 %, 6 % en valeur absolue.