
NORME INTERNATIONALE



1248

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

Pigments à base d'oxydes de fer pour peintures

Iron oxide pigments for paints

Première édition – 1974-07-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1248:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c86d5af0-2333-4e48-8e23-501c58cc6c81/iso-1248-1974>

CDU 667.622.117.22

Réf. N° : ISO 1248-1974 (F)

Descripteurs : peinture, pigment, oxyde de fer, classement, désignation, caractéristique, spécification de matière, essai, analyse chimique.

Prix basé sur 6 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 1248 remplace la Recommandation ISO/R 1248-1970 établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c86d5af0-2333-4e48-8e23-301c58ccc6b1/iso-1248-1974>

Les Comités Membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Pigments à base d'oxydes de fer pour peintures

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essais correspondantes pour les pigments à base d'oxydes de fer artificiels et naturels, y compris les pigments à base d'oxydes de fer micacés et les pigments à dispersion rapide, sous forme sèche, pour utilisation dans les peintures.

2 RÉFÉRENCES

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

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

3 DESCRIPTION

Les pigments à base d'oxydes de fer sont des pigments dont la couleur — généralement rouge, jaune, brun ou noir ou grise à éclat métallique — est due principalement aux oxydes de fer et aux oxydes de fer hydratés. Le produit peut se présenter sous forme pulvérulente ou sous forme lamellaire (oxydes de fer micacés).

4 CLASSIFICATION

4.1 Remarque générale

Dans la présente Norme Internationale, les pigments à base d'oxydes de fer sont classés :

- par groupes selon leur couleur;
- par catégories selon leur teneur en fer exprimée en oxyde de fer(III);
- par types selon leur teneur en matières solubles dans l'eau et selon leur teneur totale en chlorures et sulfates solubles dans l'eau, exprimée en ions Cl^- et SO_4^{2-} ;
- par grades selon leur refus sur tamis;
- par classes selon leur origine.

4.2 Définitions des critères de classification

4.2.1 Groupes

Selon leur couleur, les pigments à base d'oxydes de fer sont répartis dans les cinq groupes :

- rouge
- jaune
- brun
- noir

4.2.2 Catégories

Selon leur teneur en fer exprimée en oxyde de fer(III), les pigments à base d'oxydes de fer sont répartis dans les catégories indiquées au tableau 1.

TABLEAU 1 — Catégories

Groupe	Catégorie	Teneur minimale en oxyde de fer %
Rouge	A	95
	B	70
	C	50
	D	10
Jaune	A	83
	B	70
	C	50
	D	10
Brun	A	87
	B	70
	C	30
Noir	A	95
	B	70
Gris à éclat métallique	A	85

1) Ce groupe comprend exclusivement les pigments micacés.

4.2.3 Types

Selon leur teneur en matières solubles dans l'eau et selon leur teneur totale en chlorures et en sulfates solubles dans l'eau, les pigments à base d'oxydes de fer sont répartis en types, indiqués au tableau 2.

TABLEAU 2 – Types

Caractéristique	Type I ¹⁾	Type II		Type III
	Rouge et brun seulement	Rouge et brun	Jaune, noir et gris	
Matières solubles dans l'eau (déterminées après séchage à 105 °C), % (m/m)	≤ 0,3	entre 0,3 et 1	≤ 1	entre 1 et 5
Somme des teneurs en chlorures et sulfates solubles dans l'eau, exprimées en ions Cl ⁻ et SO ₄ ²⁻ , % (m/m)	≤ 0,1			

1) Le type 1 correspond plus particulièrement aux pigments utilisés dans la constitution de peintures à but anticorrosif.

4.2.4 Grades

Selon leur refus sur tamis, les pigments à base d'oxydes de fer sont répartis entre les quatre grades indiqués au tableau 3.

TABLEAU 3 – Grades

Caractéristique	Grade 1	Grade 2	Grade 3	Grade 4 gris seulement
Refus sur tamis de 63 µm d'ouverture de mailles, % (m/m)	≤ 0,01	entre 0,01 et 0,1	entre 0,1 et 1	entre 5 et 15

4.2.5 Classes

Selon leur provenance, les pigments à base d'oxydes de fer sont répartis en quatre classes :

- a) pigments artificiels sans matières de charge;
- b) pigments naturels sans matières de charge;
- c) mélanges de pigments naturels et de pigments artificiels sans matières de charge;
- d) mélanges de pigments et de matières de charge.

5 DÉSIGNATION

La désignation d'un pigment à base d'oxydes de fer doit comporter :

- a) l'indication du groupe de couleur auquel il appartient, éventuellement complétée par une indication plus précise sur sa couleur réelle (de préférence par des données colorimétriques);
- b) sa catégorie;
- c) son type;
- d) son grade;
- e) sa classe;

NOTE – La désignation peut éventuellement être complétée par

- l'appellation en usage dans certains pays, notamment pour les pigments naturels (ocres, terre d'ombre, terre de Siègne, micacé, etc.);
- l'indication de sa forme particulière (lamellaire) ou d'un traitement subi (calciné, lavé).

- f) une référence à la présente Norme Internationale, ou à toute norme nationale correspondante.

Exemples :

- Pigment d'oxyde de fer rouge, A, I, 2, a, ISO 1248
- Pigment d'oxyde de fer jaune, D, II, 3, b, ocre lavée, ISO 1248
- Pigment d'oxyde de fer gris à éclat métallique, A, I, 4, b, micacé, ISO 1248

6 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Les pigments à base d'oxydes de fer doivent avoir les caractéristiques indiquées dans le tableau 4.

7 ÉCHANTILLONNAGE

7.1 Un échantillon représentatif du pigment doit être prélevé conformément aux spécifications de l'ISO 842.

7.2 L'échantillon agréé par accord entre les parties intéressées, auquel il est fait référence en divers points du tableau 4, doit être unique et doit répondre à toutes les spécifications du pigment à essayer.

TABLEAU 4 – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Spécifications correspondant aux groupes et catégories														Méthode d'essai	
	Rouges				Jaunes				Bruns			Noirs		Gris		
	A	B	C	D	A	B	C	D	A	B	C	A	B	A		
Teneur en fer exprimée en oxyde de fer(III) (Fe ₂ O ₃) (déterminée sur le pigment après séchage à 105 °C), % (m/m) min.	95	70	50	10	83	70	50	10	87	70	30	95	70	85	Chapitre 8	
Teneur en matières volatiles à 105 °C, % (m/m) max.	1	1,5	2,5	2,5	1	2,5	2,5	2,5	1	2,5	2,5	1	2,5	1	ISO 787, Partie II	
Teneur en matières solubles dans l'eau, % (m/m)	Type I	≤ 0,3								≤ 0,3					ISO 787, Partie III	
	Type II	0,3 à 1				≤ 1				0,3 à 1			≤ 1			
	Type III	1 à 5														
Teneur en chlorures et sulfates solubles dans l'eau, exprimée en ions Cl ⁻ et SO ₄ ²⁻ , % (m/m) max.	Type I	0,1								0,1					ISO 787, Partie XIII	
Refus sur tamis de 63 µm d'ouverture de maille, % (m/m)	Grade 1	≤ 0,01														ISO 787, Partie VII
	Grade 2	0,01 à 0,1														
	Grade 3	0,1 à 1														
	Grade 4															
Acidité ou alcalinité de l'extrait aqueux, maximum, ml de solution 0,1 N	20														ISO 787, Partie IV	
pH de la suspension aqueuse	Égal à ± 1,0 près à celui de l'échantillon agréé														ISO 787, Partie IX	
Prise d'huile	Égale à ± 15 % près à celle de l'échantillon agréé														ISO 787, Partie V	
Teneur en chromate de plomb	Essai négatif														Chapitre 9	
Teneur en calcium total, exprimée en oxyde de calcium, % (m/m) max.	Classe a	0,3												Par accord entre les parties intéressées	Chapitre 10	
	Classes b et c	5														
	Classe d	Par accord entre les parties intéressées														
Couleur	Conforme à un échantillon type agréé														ISO 787, Partie I	
Pouvoir colorant relatif	avec une tolérance fixée entre les parties intéressées														ISO 787, Partie XVI	
Présence de colorants organiques	Essai négatif														Chapitre 11	

MÉTHODES D'ESSAI

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

8 DOSAGE DU FER TOTAL, EXPRIMÉ EN OXYDE DE FER(III)

8.1 Réactifs

8.1.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml.

8.1.2 Chlorure d'étain(II), solution à 100 g/l.

Dissoudre 50 g de $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 300 ml d'acide chlorhydrique (8.1.1), puis diluer avec de l'eau à 500 ml.

Maintenir la solution claire dans un flacon hermétiquement bouché contenant un peu d'étain métallique.

8.1.3 Chlorure de mercure(II), solution saturée (60 à 100 g/l).

8.1.4 Mélange d'acides sulfurique et phosphorique.

Mélanger 150 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml) avec 150 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4) (ρ 1,70 g/ml à 85 %) et diluer avec de l'eau à 1 l.

8.1.5 Diphénylamine, solution sulfurique.

Dissoudre 1 g de diphénylamine sulfonate de baryum dans 100 ml d'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml).

8.1.6 Dichromate de potassium, solution 0,1 N.

Dissoudre 4,904 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, préalablement séché à 150 °C, dans de l'eau, et diluer à 1 l.

8.1.7 Thiocyanate d'ammonium, solution à 170 g/l.

8.1.8 Permanganate de potassium, solution 0,1 N.

8.2 Mode opératoire

8.2.1 Prise d'essai

Suivant la quantité de fer présente dans l'échantillon, prélever et peser, à 0,1 mg près, 0,3 à 1,0 g de pigment.

8.2.2 Attaque et dosage

Placer la prise d'essai dans un bécher de 400 ml et ajouter 25 ml d'acide chlorhydrique (8.1.1).

NOTES

1 Si l'on connaît ou suppose la présence de matières organiques dans l'échantillon, celui-ci doit être chauffé dans un creuset de porcelaine jusqu'au rouge sombre, avant de le traiter à l'acide.

2 La dissolution de l'échantillon peut être facilitée par l'addition à l'acide de 0,5 g de chlorate de potassium.

3 Dans le cas des pigments micacés, il est recommandé d'utiliser 60 ml d'acide chlorhydrique et 0,5 g de chlorate de potassium.

Couvrir avec un verre de montre et maintenir à une température entre 80 et 90 °C, jusqu'à disparition de toutes les particules sombres dans le résidu insoluble. Pour faciliter la dissolution du fer, ajouter en plusieurs fois quelques gouttes de la solution de chlorure d'étain(II) (8.1.2), en cours d'attaque, sans toutefois décolorer complètement le liquide. Il est recommandé d'agiter la solution d'attaque après chaque addition de chlorure d'étain. Si l'on a ajouté trop de chlorure d'étain par erreur, mettre un peu de solution de permanganate de potassium dans la solution jusqu'à apparition de la couleur jaune, ajouter ensuite goutte à goutte du chlorure d'étain, jusqu'à disparition de cette couleur jaune, puis une ou deux gouttes en excès. Quand le résidu est pratiquement décoloré, la dissolution du fer peut être considérée comme complète.

NOTE — Dans le cas d'un résidu noir insoluble, filtrer ce résidu et procéder à une fusion dans un creuset en platine avec du carbonate de sodium ou de potassium. Extraire ensuite avec de l'acide chlorhydrique (8.1.1). L'extrait doit être joint au filtrat préalable.

Ajouter 25 à 50 ml d'eau et chauffer à douce ébullition (éviter l'ébullition forte et prolongée). Ajouter lentement en agitant la solution de chlorure d'étain goutte à goutte jusqu'à ce que la dernière goutte rende la solution incolore ou exempte de teinte jaune; ajouter alors une ou deux gouttes en excès. Si l'on a ajouté trop de chlorure d'étain par erreur, mettre un peu de solution de permanganate de potassium dans la solution jusqu'à apparition de la couleur jaune, ajouter ensuite goutte à goutte de la solution de chlorure d'étain, jusqu'à disparition de cette couleur jaune, puis une ou deux gouttes en excès.

Essayer une goutte de la solution sur une plaque à godets avec une goutte de solution de thiocyanate d'ammonium (8.1.7) pour confirmer, par l'absence de coloration rouge, que la réduction du fer est complète.

Diluer avec 200 ml d'eau froide; puis ajouter en une seule fois, en remuant vigoureusement, 15 ml de la solution de chlorure de mercure (8.1.3). Un léger précipité blanc doit se former au bout de 15 à 20 s. Une minute après avoir ajouté le chlorure de mercure, ajouter 50 ml du mélange d'acides sulfurique-phosphorique (8.1.4), 3 gouttes de la solution de diphénylamine (8.1.5) et titrer lentement à la solution de dichromate de potassium (8.1.6) jusqu'au virage de l'indicateur du vert foncé au violet. Le titrage doit être commencé au plus tard 3 min après l'addition de la solution de chlorure de mercure.

8.3 Expression des résultats

Calculer la teneur en composés de fer, exprimée en oxyde de fer(III), en pourcentage en masse, par la formule

$$0,7984 \frac{V}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de dichromate de potassium utilisé dans le dosage;

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

Noter le résultat avec une décimale.

9 ESSAI POUR LA PRÉSENCE DE CHROMATE DE PLOMB

9.1 Réactifs

9.1.1 Acide nitrique (ρ 1,42 g/ml) dilué 1 + 5.

9.1.2 Iodure de potassium, solution à 100 g/l.

9.2 Mode opératoire

Dissoudre une partie de l'échantillon dans l'acide nitrique froid (9.1.1), en remuant vigoureusement. Filtrer puis ajouter au filtrat quelques millilitres de solution d'iodure de potassium (9.1.2).

L'apparition de cristaux jaunes indique la présence de plomb.

10 DOSAGE DU CALCIUM TOTAL, EXPRIMÉ EN CaO

10.1 Réactifs

10.1.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml, dilué 1 + 1.

10.1.2 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

10.1.3 Méthyl isobutyl cétone.

10.1.4 Ammoniaque, ρ 0,9 g/ml, exempte de dioxyde de carbone.

10.1.5 Rouge de méthyle, solution éthanolique à 1 g/l.

10.1.6 Acide acétique, de 99 à 100 %.

10.1.7 Oxalate d'ammonium, solution saturée.

10.1.8 Oxalate d'ammonium, solution à 1 g/l.

10.1.9 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 4.

10.1.10 Permanganate de potassium, solution 0,1 N, titre T .

10.2 Mode opératoire

10.2.1 Prise d'essai

Peser dans une fiole $10 \pm 0,001$ g de l'échantillon.

10.2.2 Dosage

Dissoudre la prise d'essai dans 100 ml d'acide chlorhydrique (10.1.1) additionnés de 5 ml d'acide nitrique (10.1.2). Évaporer et sécher au bain de sable.

Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (10.1.1), faire bouillir et, après refroidissement, décanter dans une fiole jaugée de 250 ml.

Compléter au trait de jauge avec l'acide chlorhydrique. Prélever 100 ml de cette solution et évaporer à sec.

Ajouter 60 ml d'acide chlorhydrique et extraire le fer avec 60 ml de méthyl isobutyl cétone (10.1.3).

Si la solution ne devient pas incolore, procéder à une seconde extraction.

Récupérer la phase aqueuse et neutraliser avec de l'ammoniaque (10.1.4) en présence de rouge de méthyle (10.1.5). Revenir en milieu acide avec de l'acide acétique (10.1.6), qu'on ajoutera en léger excès.

Procéder à l'ébullition et ajouter 50 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (10.1.7) préalablement chauffée. Continuer l'ébullition jusqu'à ce que le précipité devienne granuleux.

Laisser reposer durant 1 h environ, filtrer et laver avec la solution diluée d'oxalate d'ammonium (10.1.8) jusqu'à ce que le filtrat donne un essai négatif pour les chlorures.

Terminer le lavage avec le minimum d'eau froide pour l'élimination de l'oxalate d'ammonium.

Placer le béccher dans lequel la précipitation a été faite sous l'entonnoir, percer le bout du papier filtre avec un agitateur et laver le précipité dans le béccher avec de l'eau chaude. Verser environ 30 ml d'acide sulfurique (10.1.9) tiède à travers le papier pour le laver, et diluer la solution dans le béccher à environ 250 ml. Titrer la solution à environ 75°C avec la solution de permanganate de potassium (10.1.10) (la température de la solution ne doit pas être inférieure à 60°C à la fin du titrage).

10.3 Expression des résultats

Calculer la teneur en calcium, exprimée en oxyde de calcium (CaO), en pourcentage en masse, par la formule

$$0,701 VT$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé;

T est le titre de la solution de permanganate de potassium.

Noter le résultat avec une décimale.

11 RECHERCHE DE COLORANTS ORGANIQUES

11.1 Réactifs

11.1.1 **Éthanol**, à 95 % (V/V).

11.1.2 **Hydroxyde de sodium**, solution éthanolique 1 N.

11.1.3 **Chloroforme**.

11.2 Mode opératoire

11.2.1 *Prise d'essai*

Prendre deux tubes à essai et mettre dans chacun environ 2 g de l'échantillon.

11.2.2 *Détermination*

Faire bouillir l'une des prises d'essai avec 25 ml d'eau, laisser déposer et décanter le liquide surnageant.

Faire bouillir le résidu avec 25 ml d'éthanol (11.1.1), et décanter comme précédemment.

Faire bouillir le résidu avec 25 ml de solution d'hydroxyde de sodium (11.1.2) et décanter à nouveau.

Faire bouillir l'autre prise d'essai avec 25 ml de chloroforme (11.1.3), laisser sédimenter et décanter le liquide surnageant.

Observer les couleurs des liquides surnageants.

11.3 Expression des résultats

Noter la présence de matières colorantes organiques si l'une des solutions indiquées ci-dessus est colorée.

Si les solutions demeurent incolores, il n'y a probablement pas de colorants organiques.

NOTE – La présence de colorants organiques peut être aussi détectée par une odeur caractéristique à la calcination.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1248:1974](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c86d5af0-2333-4e48-8e23-501c58cc6c81/iso-1248-1974)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c86d5af0-2333-4e48-8e23-501c58cc6c81/iso-1248-1974>