CDU 667.622

Réf. N°: ISO / R 511 - 1966 (F)

Transformed

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO

R 511

CÉRUSE

1ère ÉDITION

Octobre 1966

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 511, *Céruse*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures, vernis et préparations assimilées ainsi que leurs matières premières*, dont le Secrétariat est assuré par le Netherlands Normalisatie Instituut (NNI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris en 1950 par le Comité Technique qui prit en considération les études qui avaient été effectuées par l'ancienne Fédération Internationale des Associations Nationales de Normalisation (ISA). Les travaux aboutirent en 1954 à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

Ce premier Projet de Recommandation ISO (N° 33) fut soumis en mars 1954 à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Les résultats de cette consultation n'ayant pas été jugés satisfaisants, le Comité Technique présenta successivement un deuxième et un troisième Projet de Recommandation ISO qui furent distribués respectivement en août 1961 et en novembre 1963.

Ce troisième Projet fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants:

Allemagne	Danemark	R.A.U.
Argentine	Espagne	Royaume-Uni
Australie	France	Suède
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Japon	U.R.S.S.
Canada	Maroc	Yougoslavie
Chili	Pays-Bas	
Colombie	Portugal	

Aucun Comité Membre ne se déclara opposé à l'approbation du Projet.

Le troisième Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en octobre 1966, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

Recommandation ISO R 511 Octobre 1966

CÉRUSE

1. OBJET

La présente Recommandation ISO a pour objet de fixer les caractéristiques requises principales de la céruse et les méthodes de vérification de ces caractéristiques.

2. DÉFINITION

Céruse. Pigment blanc, constitué par du carbonate de plomb basique d'une composition qui varie entre les limites mentionnées au chapitre 3 *.

3. CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES **

La céruse doit avoir les caractéristiques suivantes:

Propriétés	Conditions requises	Paragraphe décrivant la méthode d'essai
Teneur en carbonate de plomb, %	64 à 80	5.1
Teneur en hydroxyde de plomb, %	19 à 35	5.2 ou 5.3
Somme des teneurs en carbonate de plomb et en hydroxide de plomb min. %	99	
Matières volatiles à 105 °C max. %	0,5	5.4
Matières solubles dans l'eau, max. %	0,5	5.5
Alcanilité de l'extrait aqueux, max.	0,2 ml de solution 0,1 N d'acide par gramme	5.6
Refus sur tamis, max. %	0,5	5.7
Couleur	doit correspondre à celle de l'échantillon agréé	5.8
Pouvoir éclaircissant	doivent correspondre à ceux qui ont été convenus entre l'acheteur et le vendeur	5.9
Pouvoir couvrant par opacité		5.10
Prise d'huile		5.11

* Pour les travaux de peinture intérieure des bâtiments, la Convention sur la céruse (peinture) 1921, (N° 13) de l'Organisation Internationale du Travail interdit l'emploi de la céruse et de tous produits contenant ce pigment, à l'exception des places où l'emploi de la céruse est déclaré nécessaire pour des gares de chemins de fer ou des établissements industriels par les autorités compétentes, après consultation des organisations patronales et ouvrières.

** Tous les pourcentages sont calculés à partir de l'échantillon original.

4. ÉCHANTILLONNAGE

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

5. MÉTHODES D'ESSAIS

5.1 Détermination de la teneur en carbonate de plomb ($PbCO_3$)

La détermination de la teneur en carbonate de plomb est effectuée au moyen de la détermination de la teneur en bioxyde de carbone (CO_2).

5.1.1 *Réactifs*

5.1.1.1 *Acide nitrique*, 4 N.

5.1.1.2 *Acide sulfurique concentré* ($d = 1{,}84$).

5.1.1.3 *Hydroxyde de potassium, solution concentrée.* Dissoudre 50 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml d'eau.

5.1.1.4 *Perchlorate de magnésium anhydre.*

5.1.1.5 *Chaux sodée ou amiante sodée*, indicateur.

5.1.2 *Appareillage*

Utiliser l'appareillage pour la détermination de la teneur en bioxyde de carbone (CO_2) représenté sur la figure ci-dessous.

Avant de réaliser une détermination, préparer l'appareil en aspirant l'air lentement et exécuter un essai à blanc, sans échantillon, en suivant le mode opératoire indiqué au paragraphe 5.1.3. L'appareil ne saurait être considéré comme satisfaisant que si l'on obtient moins de 1 mg de bioxyde de carbone lors de l'exécution de l'essai à blanc.

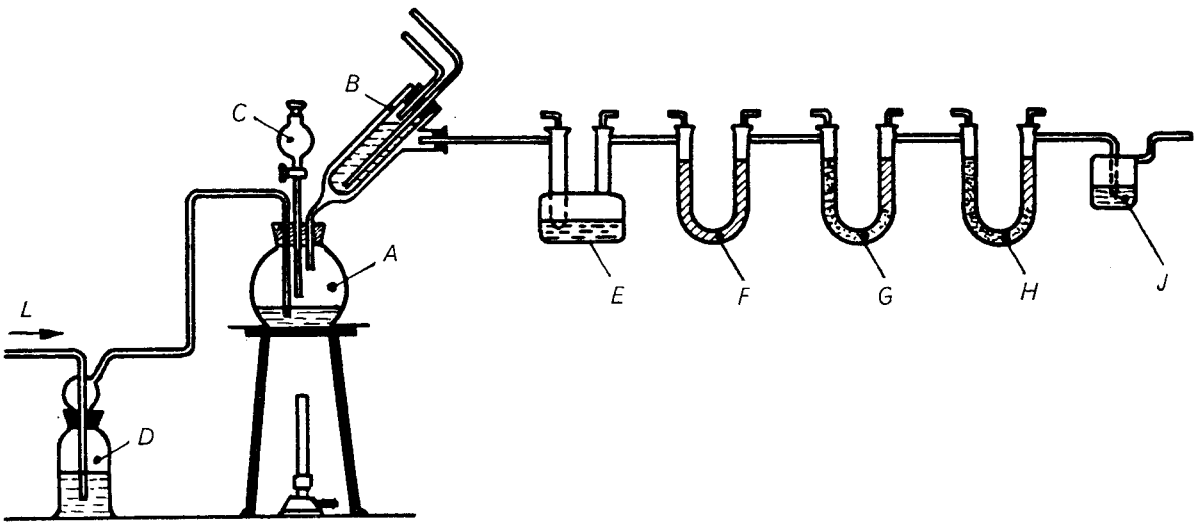

Figure — **Appareillage pour la détermination de la teneur en bioxyde de carbone (CO_2)**

* Actuellement Deuxième Projet de Recommandation ISO N° 731.

A Ballon à fond rond et à col court, capacité nominale 250 ml.

B Condenseur à reflux court.

C Entonnoir à robinet.

D Barboteur contenant de la solution d'hydroxyde de potassium (voir paragraphe 5.1.1.3).

E Flacon laveur contenant de l'acide sulfurique concentré ($d = 1{,}84$).

F Tube en « U » contenant un tampon de laine de verre pour retenir les vaporisations et rempli de perchlorate de magnésium anhydre.

G et *H* Deux tubes en « U », bouchés à l'émeri, remplis de chaux sodée comme indicateur ou d'amiante sodé (dimensions des mailles 10 à 14) dans les deux premiers tiers et de perchlorate de magnésium anhydre dans le dernier tiers (côté d'échappement du courant de gaz).

J Indicateur compteur de bulles contenant de l'acide sulfurique concentré ($d = 1{,}84$). (On peut employer au lieu de cet appareil un autre tube en « U » rempli de perchlorate de magnésium anhydre dans le premier tiers et d'amiante sodé dans les deux autres tiers).

L Courant d'air.

NOTE. — Il n'est pas nécessaire que les tubes *E* à *J*, de même que le reste de l'appareillage, aient la forme indiquée dans la figure.

5.1.3 *Mode opératoire.*

Peser à 1 mg près 0,5 à 1,0 de céruse (m_1 g) dans le ballon *A*. Verser ensuite 10 ml d'eau dans le ballon et assembler l'appareil comme le montre la Figure. Admettre l'eau dans le condenseur *B* et faire passer de l'air dans l'appareil pendant 15 min. Fermer les robinets des tubes d'absorption *G* et *H* et enlever ces tubes. Essuyer les tubes avec un linge propre et les laisser séjourner dans la cage de la balance pendant 30 min. Utiliser un tube en « U » similaire comme contrepoids et ouvrir, avant de peser, tous les robinets momentanément pour égaliser la pression interne. Relier, après la pesée, les tubes de nouveau à l'appareil. Verser 50 ml de l'acide nitrique dans l'entonnoir *C* et laisser couler graduellement dans le ballon *A* jusqu'à ce que l'entonnoir soit presque vide.

Quand la réaction a cessé, chauffer le ballon, en réglant la chaleur de manière à obtenir un écoulement régulier par le flacon laveur *E*. Faire légèrement bouillir le contenu du ballon, tandis qu'un lent courant d'air est aspiré pendant quelques minutes. Ecarter la source de chaleur et faire passer de l'air dans l'appareil à la cadence de deux ou trois bulles par seconde, pendant une durée supplémentaire de 20 min. Alors, fermer les robinets des tubes d'absorption, détacher les tubes et peser en procédant comme pour la première pesée.

5.1.4 *Expression des résultats.*

La teneur en carbonate de plomb ($PbCO_3$) de la céruse (*g*), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante:

$$g = \frac{607{,}4\,X}{m_1}$$

où

X = augmentation de la masse des tubes d'absorption, en grammes;
m_1 = masse en grammes de la prise d'essai.

5.2 Détermination de la teneur totale en plomb par la méthode au chromate *

5.2.1 *Réactifs*

5.2.1.1 *Acide nitrique*, 4 N.

5.2.1.2 *Solution d'acide acétique à* 2 g/100 ml.

5.2.1.3 *Papier Congo.*

5.2.1.4 *Solution d'acétate d'ammonium à* 2 M fraîchement préparée.

5.2.1.5 *Solution de bichromate de potassium à* 5 g/100 ml.

5.2.2 *Mode opératoire*

Peser à 1 mg près 0,5 à 1,0 de céruse et mettre dans une fiole conique de 500 ml de capacité nominale. La dissoudre alors dans 10 ml de l'acide nitrique, en chauffant si nécessaire. Ajouter à cette solution autant de la solution d'acétate d'ammonium qu'il est nécessaire pour que le liquide ne donne plus de réaction acide au papier Congo.

Le cas échéant, filtrer les matières insolubles et les laver complètement avec la solution d'acétate d'ammonium.

Joindre la solution de lavage au filtrat et étendre le tout avec de l'eau à 200 ml environ, puis chauffer jusqu'à ébullition. Dans le liquide bouillant, précipiter alors le plomb à l'état de chromate de plomb ($PbCrO_4$), en ajoutant un excès de la solution de bichromate de potassium. Maintenir le liquide à l'ébullition jusqu'à ce que le précipité soit devenu rouge orange foncé. Soumettre encore le liquide pendant 1 ½ à 2 heures à l'action de la chaleur (au bain-marie).

Après refroidissement, filtrer le précipité sur un creuset de filtrage en verre fritté de porosité N° 4 (c'est-à-dire dont le diamètre maximum des pores est compris entre 5 et 15 μm) préalablement pesé, le laver avec de l'acide acétique, puis avec de l'eau chaude, et le sécher dans une étuve à 100 $\pm$ 2 °C ou dans un dessicateur à vide jusqu'à masse constante.

5.2.3 *Expression des résultats*

La teneur totale en plomb (Pb) de la céruse (p), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante:

$$p = \frac{63{,}75\ m_3}{m_2}$$

où

m_3 = masse en grammes du précipité de chromate de plomb séché,

m_2 = masse en grammes de la prise d'essai.

Si le pourcentage de carbonate de plomb ($PbCO_3$) déterminé selon le paragraphe 5.1 est q %, le pourcentage d'hydroxyde de plomb ($Pb(OH)_2$) de la céruse (r), est donnée par la formule suivante:

$$r = 1{,}164\ (p - 0{,}7755\ q)\ \%.$$

5.3 Détermination de la teneur totale en plomb par la méthode au sulfate **

5.3.1 *Réactifs*

5.3.1.1 *Acide chlorhydrique*, 3 N.

5.3.1.2 *Acide nitrique*, 4 N.

5.3.1.3 *Acide nitrique*, 4 N, saturé de brome.

5.3.1.4 *Acide sulfurique* 50 g/100 ml.

* Cette méthode sera utilisée lorsqu'il est certain que le produit est pur.

** Cette méthode sera utilisée lorsqu'il n'est pas certain que le produit est pur.

5.3.1.5 *Solution d'hydroxyde de potassium, à* 10 g/100 ml.

5.3.1.6 *Solution d'acétate d'ammonium, à* 33,5 g/100 ml.

5.3.1.7 *Solution de sulfure de sodium, à* 10 g/100 ml.

5.3.1.8 *Ethanol ou éthanol du commerce,* 95% v/v environ.

5.3.1.9 *Hydrogène sulfuré.*

5.3.2 *Mode opératoire*

5.3.2.1 Peser à 1 mg près, 0,5 g de céruse et la placer dans un bécher de 400 ml de capacité nominale. Après addition de 10 ml d'acide nitrique, couvrir le bécher et chauffer doucement, jusqu'à ce que toute la céruse se trouve dissoute.

Au cas où la céruse contiendrait des impuretés, traiter le contenu du bécher comme suit:

enlever toute matière demeurée insoluble dans l'acide nitrique par filtrage, puis laver le filtre à l'eau chaude jusqu'à ce qu'il soit exempt de plomb soluble. Faire évaporer alors le filtrat jusqu'à siccité. Ajouter 2 ml d'acide chlorhydrique, agiter pour mélanger et de nouveau évaporer jusqu'à siccité au bain-marie. Répéter cette opération encore une fois. Ajouter encore 2 ml d'acide chlorhydrique, puis 200 ml d'eau. Faire bouillir le contenu du bécher pour dissoudre le chlorure de plomb et le refroidir tout en introduisant de l'hydrogène sulfuré. Filtrer le précipité de sulfure de plomb sur papier et laver avec une solution saturée d'hydrogène sulfuré.

Si l'on se trouve en présence d'antimoine, renvoyer le gros du précipité dans le bécher par lavage et digérer à l'aide de 10 ml de solution d'hydroxide de potassium et de 10 ml de la solution de sulfure de sodium, l'opération devant être réalisée en 10 min sans faire bouillir.

Filtrer de nouveau le sulfure de plomb en employant le même papier et laver avec de la solution de sulfure de sodium diluée avec 10 parties en volume d'eau. Percer le papier avec une baguette de verre pointue et renvoyer par lavage, dans le même bécher, le plus possible de sulfure de plomb. Séparer alors ce qui reste de ce dernier du papier, en le dissolvant avec de l'acide nitrique saturé de brome, le bécher étant chauffé pour que tout le sulfure de plomb se dissolve.

5.3.2.2 Ajouter 20 ml d'acide sulfurique à la solution, ensuite faire évaporer lentement, en évitant de la porter à l'ébullition, jusqu'à dégagement de vapeurs abondantes. Ajouter au contenu du bécher 100 ml d'eau suivis par 100 ml d'éthanol ou d'éthanol du commerce et laisser reposer pendant 2 heures.

Transvaser le précipité dans un creuset de Gooch taré, garni d'amiante (à défaut, on peut utiliser un creuset en silice fritté de porosité N° 4, c'est-à-dire dont le diamètre maximum des pores est compris entre 5 et 15 μm) et laver avec de l'éthanol ou de l'éthanol du commerce. Chauffer le creuset, lentement tout d'abord, puis à 500 °C pendant 10 min, refroidir et peser.

Traiter en versant sur le filtre de la solution chaude d'acétate d'ammonium pour assurer l'élimination complète du sulfate de plomb. Laver le résidu à l'eau distillée chaude, sécher, puis chauffer à 500 °C pendant 10 min, après quoi refroidir et peser de nouveau. La différence entre ces deux pesées donne la masse du sulfate de plomb.

5.3.3 *Expression des résultats*

La teneur totale en plomb (Pb) de la céruse (p), exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante:

$$p = \frac{68{,}32\ (m_5 - m_6)}{m_4}$$

où

m_5 = masse en grammes du premier précipité;

m_6 = masse en grammes du résidu après extraction avec de l'acétate d'ammonium;

m_4 = masse en grammes de la prise d'essai.

Si le pourcentage de carbonate de plomb ($PbCO_3$), déterminé selon le paragraphe 5.1, est q %, le pourcentage d'hydroxyde de plomb ($Pb(OH)_2$) de la céruse (r), est donné par la formule suivante:

$$r = 1{,}164\ (p - 0{,}7755\ q)\ \%$$