
NORME INTERNATIONALE



3549

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

Poussière de zinc pour peintures

Zinc dust pigment for paints

Première édition – 1976-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3549:1976](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/615a639c-a31e-4e30-b99e-4b802b567b93/iso-3549-1976>

CDU 667.622.114.7

Réf. no : ISO 3549-1976 (F)

Descripteurs : peinture, pigment, zinc, poussière, composition chimique, tolérance de composition, granulométrie, essai, analyse chimique.

Prix basé sur 7 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.

La Norme Internationale ISO 3549 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Irlande	ISO Royaume-Uni
Autriche	Israël	Suède
Bésil	Nouvelle-Zélande	Suisse
Bulgarie	Pays-Bas	Tchécoslovaquie
Espagne	Pologne	Turquie
France	Portugal	Yougoslavie
Iran	Roumanie	

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Allemagne

Poussière de zinc pour peintures

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale traite des poussières de zinc à utiliser dans des revêtements de protection. Le produit conforme à la présente Norme Internationale convient parfaitement pour tous les types courants de peintures à base de zinc, mais il ne couvre pas nécessairement les spécifications des industries autres que l'industrie de la peinture. La possibilité d'inclure une spécification pour la dimension des particules a été soigneusement étudiée et il a été décidé d'introduire un chapitre laissant la possibilité de spécifier les limites de la répartition granulométrique, mais la méthode et les limites doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées. En ce qui concerne les méthodes d'analyse décrites dans la présente Norme Internationale, des méthodes plus modernes, telles que les méthodes par absorption atomique, sont actuellement à l'étude au sein du Comité Technique ISO/TC 18, *Zinc et alliages de zinc* et du Comité Technique ISO/TC 35; lorsque ces études auront abouti, ces méthodes pourront être introduites lors d'une prochaine révision. Cependant, de telles méthodes peuvent être utilisées par accord entre les parties intéressées.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les caractéristiques de la poussière de zinc fabriquée par distillation, apte à être utilisée dans les revêtements de protection. Elle ne couvre pas les pigments de zinc d'une autre forme physique tels que les paillettes de zinc, ce qui compliquerait inutilement le document.

2 RÉFÉRENCES

ISO 713, *Zinc — Dosage du plomb et du cadmium — Méthode polarographique.*

ISO 714, *Zinc — Dosage du fer — Méthode polarographique.*

ISO 787/XVIII, *Méthodes générales d'essais des pigments. Dix-huitième partie : Détermination du refus sur tamis par une méthode mécanique avec liquide d'entraînement.*

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

ISO 2590, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent.*

3 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

La poussière de zinc pour peintures doit avoir les caractéristiques énumérées dans le tableau 1.

4 REFUS SUR TAMIS ET DIMENSION DES PARTICULES [FACULTATIF]

Le matériau doit répondre aux spécifications du refus sur tamis indiquées dans le tableau 2 s'il est examiné selon la méthode décrite dans l'ISO 787/XVIII ou selon d'autres méthodes ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées. Une prise d'essai de 50 g doit être utilisée pour l'essai.

Si nécessaire, la dimension moyenne des particules ou la répartition granulométrique peut être spécifiée, mais les limites et la méthode doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

TABLEAU 1 — Composition de la poussière de zinc

Caractéristique	Spécification % (m/m)	Méthode d'essai
Teneur totale en zinc, exprimée en zinc (Zn)	98 min.	Chapitre 6
Teneur en zinc métal (Zn)	94 min.	Chapitre 7 ou 8; la méthode particulière doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.
Plomb (Pb)	0,2 max.	ISO 713 et chapitre 9 ¹⁾
Cadmium (Cd)	0,2 max.	ISO 713 et chapitre 9 ¹⁾
Fer (Fe)	0,2 max.	ISO 714 et chapitre 10 ¹⁾
Arsenic (As)	0,000 4 (4 mg/kg) max.	ISO 2590 et chapitre 11
Matières insolubles dans l'acide	0,2 max.	Chapitre 12

1) Ou toute autre méthode convenable telle que les méthodes par absorption atomique, après accord entre les parties intéressées.

NOTE — Si la teneur en oxyde de zinc est nécessaire, celle-ci doit être calculée à partir de la différence entre la teneur totale en zinc et la teneur en zinc métal.

TABLEAU 2 — Spécifications du refus sur tamis

Dimension nominale de l'ouverture du tamis µm	Refus sur tamis % max.
125	0
90	0,1
45	3,0

NOTE — Pour certaines utilisations, il est nécessaire que la poussière de zinc ait un refus sur tamis inférieur à ceux indiqués dans le tableau 2, pour des tamis de 90 et 45 µm. Dans ce cas, les limites du refus sur tamis doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

5 ÉCHANTILLONNAGE

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

NOTE — Il est signalé que l'échantillon ne doit en aucun cas être séché avant l'essai et qu'aucune partie de l'échantillon non utilisé ne doit être remise dans le récipient à échantillon.

MÉTHODES D'ESSAI

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6 DÉTERMINATION DE LA TENEUR TOTALE EN ZINC

6.1 Réactifs

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

6.1.2 Acide chlorhydrique, solution 1 + 4.

Diluer 200 ml d'acide chlorhydrique (6.1.1) à 1 l avec de l'eau.

6.1.3 Acide sulfurique, solution 1 + 1.

Ajouter lentement 1 partie en volume d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, à 1 partie en volume d'eau.

6.1.4 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

6.1.5 Hydroxyde d'ammonium, solution ρ 0,880 g/ml.

6.1.6 Solution tampon.

Dissoudre 200 g de chlorure d'hydroxylammonium ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) dans 300 ml environ d'eau. Dissoudre 28 g d'hydroxyde de sodium dans 300 ml environ d'eau. Réunir les deux solutions, refroidir et diluer à 1 l avec de l'eau.

6.1.7 Acide éthylène dinitrilotétraacétique (EDTA), sel disodique dihydraté, solution, titre en zinc T exprimé en g de Zn/ml, c'est-à-dire qu'1 ml de solution de sel disodique d'EDTA formera un complexe avec T g de zinc.

Dissoudre 20 g environ de sel disodique dihydraté d'EDTA dans l'eau et compléter à 1 l avec de l'eau. Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

Titrer par rapport à une solution de sulfate de zinc 0,05 M.

6.1.8 Xylénol-orange, solution aqueuse du sel de sodium, à 1 g/l.

6.1.9 Bleu de bromothymol, solution à 1 g/l dans l'éthanol à 96 % (V/V).

6.2 Mode opératoire

6.2.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1,5 g de l'échantillon dans un bécher de 250 ml.

6.2.2 Détermination

Dissoudre la prise d'essai dans 20 ml d'acide chlorhydrique (6.1.1) et ajouter 1 ou 2 ml d'acide nitrique (6.1.4) pour s'assurer que tout le plomb présent est dissous. Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (6.1.3) et évaporer jusqu'à l'obtention de fortes fumées.

Refroidir puis ajouter 100 ml d'eau, faire bouillir un instant et laisser reposer jusqu'au jour suivant.

Filtrer la solution sur un creuset à plaque en verre fritté ou en silice frittée, laver le creuset, recueillir les filtrats dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

À l'aide d'une pipette, transvaser 50 ml de la solution dans une fiole conique de 500 ml et ajouter 200 ml d'eau, 3 gouttes de bleu de bromothymol (6.1.9) et ajouter la solution d'hydroxyde d'ammonium (6.1.5), goutte à goutte, jusqu'à ce que la couleur vire au bleu. Ensuite, ajouter l'acide chlorhydrique (6.1.2) jusqu'au retour de la couleur jaune. Puis ajouter 20 ml de la solution tampon (6.1.6), 3 gouttes de xylénol-orange (6.1.8) et titrer avec la solution de sel disodique d'EDTA (6.1.7) jusqu'à ce que la couleur rouge vire au jaune pâle.

6.3 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en zinc, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{1\ 000\ VT}{m}$$

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

T est le titre en zinc, en grammes par millilitre, de la solution de sel disodique d'EDTA;

V est le volume, en millilitres, de la solution de sel disodique d'EDTA utilisé pour le titrage.

Noter le résultat avec une décimale.

7 DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ZINC MÉTAL PAR LA MÉTHODE GAZOMÉTRIQUE

7.1 Réactifs

7.1.1 Réactif acide chlorhydrique/chlorure de cuivre(I).

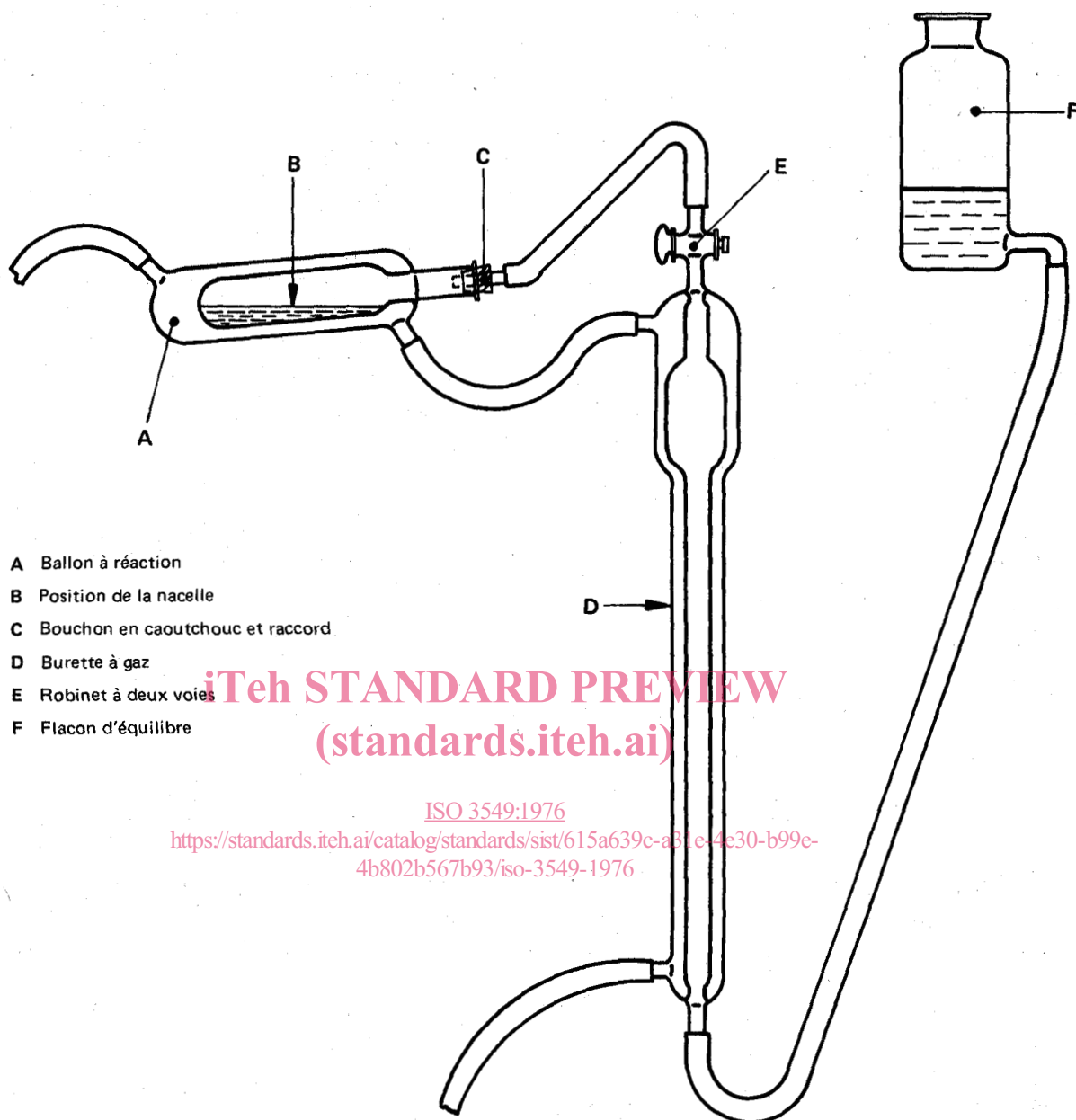
Dissoudre 0,05 g de chlorure de cuivre(I) (Cu_2Cl_2) dans 700 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml, et diluer à 1 000 ml avec de l'eau.

7.1.2 Solution du flacon d'équilibre

Acidifier un peu d'eau avec quelques gouttes d'acide chlorhydrique et ajouter une quantité suffisante de méthylorange pour rendre la couleur de l'eau dans l'appareil facilement visible.

7.2 Appareillage

7.2.1 Appareil de mesurage du gaz, constitué d'une burette à gaz d'une capacité de 400 ml avec un manchon cylindrique gradué à partir de 300 ml et d'un ballon à réaction réfrigéré d'une capacité de 400 ml. Tout appareil convenable peut être utilisé, mais la figure 1 illustre un type pratique.



- A Ballon à réaction
- B Position de la nacelle
- C Bouchon en caoutchouc et raccord
- D Burette à gaz
- E Robinet à deux voies
- F Flacon d'équilibre

iTeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3549:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/615a639c-a31e-4e30-b99e-4b802b567b93/iso-3549-1976>

FIGURE — Appareillage convenable pour la détermination de la teneur en zinc métal selon la méthode gazométrique

7.2.2 Nacelle, en matière plastique convenable ou en porcelaine avec un couvercle.

7.3 Mode opératoire

NOTE — Pour plus de commodité, le mode opératoire décrit ci-dessous se rapporte à l'appareillage illustré à la figure 1. Il peut être nécessaire pour d'autres appareillages convenables d'apporter des modifications au mode opératoire décrit.

7.3.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 1 g environ de l'échantillon dans la nacelle et couvrir avec le couvercle.

7.3.2 Détermination

Faire passer un courant régulier d'eau du robinet à travers les deux manchons cylindriques. Introduire 30 ml du réactif acide chlorhydrique/chlorure de cuivre(I) (7.1.1) dans le ballon à réaction (A) et le maintenir dans une position à peu près horizontale. Introduire la nacelle fermée dans le col du ballon. Prendre soin de ne pas mettre le zinc au contact de l'acide.

Raccorder le flacon (A) au bouchon (C). Dès que la circulation de l'eau du robinet a été suffisante pour établir une température constante, élever le niveau de l'eau dans la burette à gaz (D) en ouvrant le robinet à deux voies (E) vers l'atmosphère et en élevant le flacon d'équilibre (F) jusqu'à

ce que le niveau soit à une hauteur suffisante (environ le niveau de l'œil).

Tourner le robinet à deux voies pour raccorder le ballon (A) à la burette à gaz et déplacer le flacon d'équilibre jusqu'à ce que le liquide dans le tube soit au niveau de celui dans le flacon.

Maintenir le flacon fixe jusqu'à ce que le robinet soit tourné vers l'atmosphère. Élever le flacon et chasser l'air de la burette à gaz. Tourner le robinet pour raccorder le flacon à la burette à gaz et placer le flacon sur la pailasse.

Dégager le flacon et laisser tomber la nacelle dans l'acide. Bien agiter le flacon jusqu'à ce que la réaction soit virtuellement arrêtée. Quand le volume de gaz dégagé devient constant et que la température a retrouvé sa valeur initiale, établir une différence de niveau entre le liquide

dans la burette à gaz et le liquide dans le flacon et noter le volume V.

Noter la pression barométrique et la température de l'eau de réfrigération. Corriger la lecture du baromètre pour la température de l'échelle de laiton (seulement valable pour un baromètre spécial) en utilisant le tableau 3. Lire la pression de vapeur saturante à la température de l'eau de réfrigération sur le tableau 4.

RECOMMANDATIONS

1 Il est essentiel que l'agitation du ballon à réaction soit faite avec précaution au début et vigoureusement à la fin.

2 Vérifier que l'appareillage est hermétique en ouvrant le robinet pour relier le ballon (A), en mettant au niveau la solution du flacon d'équilibre, en bouchant le flacon et en l'abaissant. Le niveau de la solution dans la burette à gaz doit rester constant.

TABLEAU 3 — Corrections barométriques pour échelle de laiton

Température °C	Lecture au baromètre kPa (mmHg)						
	82,6 (620)	86,6 (650)	90,6 (680)	93,3 (700)	97,3 (730)	101,3 (760)	104,0 (780)
1	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)	0,01 (0,1)
2	0,03 (0,2)	0,03 (0,2)	0,03 (0,2)	0,03 (0,2)	0,03 (0,2)	0,03 (0,2)	0,04 (0,3)
3	0,04 (0,3)	0,04 (0,3)	0,04 (0,3)	0,04 (0,3)	0,05 (0,4)	0,05 (0,4)	0,05 (0,4)
4	0,05 (0,4)	0,05 (0,4)	0,05 (0,4)	0,07 (0,5)	0,07 (0,5)	0,07 (0,5)	0,07 (0,5)
5	0,07 (0,5)	0,07 (0,5)	0,08 (0,6)	0,08 (0,6)	0,08 (0,6)	0,08 (0,6)	0,08 (0,6)
6	0,08 (0,6)	0,08 (0,6)	0,09 (0,7)	0,09 (0,7)	0,09 (0,7)	0,09 (0,7)	0,11 (0,8)
7	0,09 (0,7)	0,09 (0,7)	0,11 (0,8)	0,11 (0,8)	0,11 (0,8)	0,12 (0,9)	0,12 (0,9)
8	0,11 (0,8)	0,12 (0,9)	0,12 (0,9)	0,12 (0,9)	0,13 (1,0)	0,13 (1,0)	0,13 (1,0)
9	0,12 (0,9)	0,12 (0,9)	0,13 (1,0)	0,13 (1,0)	0,14 (1,1)	0,14 (1,1)	0,14 (1,1)
10	0,13 (1,0)	0,14 (1,1)	0,14 (1,1)	0,14 (1,1)	0,16 (1,2)	0,16 (1,2)	0,17 (1,3)
11	0,14 (1,1)	0,16 (1,2)	0,16 (1,2)	0,17 (1,3)	0,17 (1,3)	0,18 (1,4)	0,18 (1,4)
12	0,16 (1,2)	0,17 (1,3)	0,17 (1,3)	0,18 (1,4)	0,18 (1,4)	0,20 (1,5)	0,20 (1,5)
13	0,17 (1,3)	0,18 (1,4)	0,18 (1,4)	0,20 (1,5)	0,21 (1,6)	0,21 (1,6)	0,23 (1,7)
14	0,18 (1,4)	0,20 (1,5)	0,20 (1,5)	0,21 (1,6)	0,23 (1,7)	0,23 (1,7)	0,24 (1,8)
15	0,20 (1,5)	0,21 (1,6)	0,23 (1,7)	0,23 (1,7)	0,24 (1,8)	0,25 (1,9)	0,25 (1,9)
16	0,21 (1,6)	0,23 (1,7)	0,24 (1,8)	0,24 (1,8)	0,25 (1,9)	0,27 (2,0)	0,27 (2,0)
17	0,23 (1,7)	0,24 (1,8)	0,25 (1,9)	0,25 (1,9)	0,27 (2,0)	0,28 (2,1)	0,29 (2,2)
18	0,24 (1,8)	0,25 (1,9)	0,27 (2,0)	0,28 (2,1)	0,28 (2,1)	0,29 (2,2)	0,31 (2,3)
19	0,25 (1,9)	0,27 (2,0)	0,28 (2,1)	0,29 (2,2)	0,31 (2,3)	0,32 (2,4)	0,32 (2,4)
20	0,27 (2,0)	0,28 (2,1)	0,29 (2,2)	0,31 (2,3)	0,32 (2,4)	0,33 (2,5)	0,33 (2,5)
21	0,28 (2,1)	0,29 (2,2)	0,31 (2,3)	0,32 (2,4)	0,33 (2,5)	0,35 (2,6)	0,36 (2,7)
22	0,29 (2,2)	0,31 (2,3)	0,32 (2,4)	0,33 (2,5)	0,35 (2,6)	0,36 (2,7)	0,37 (2,8)
23	0,31 (2,3)	0,32 (2,4)	0,33 (2,5)	0,35 (2,6)	0,36 (2,7)	0,39 (2,9)	0,39 (2,9)
24	0,32 (2,4)	0,33 (2,5)	0,36 (2,7)	0,36 (2,7)	0,39 (2,9)	0,40 (3,0)	0,41 (3,1)
25	0,33 (2,5)	0,35 (2,6)	0,37 (2,8)	0,39 (2,9)	0,40 (3,0)	0,41 (3,1)	0,43 (3,2)
26	0,35 (2,6)	0,36 (2,7)	0,39 (2,9)	0,40 (3,0)	0,40 (3,0)	0,43 (3,2)	0,44 (3,3)
27	0,36 (2,7)	0,37 (2,8)	0,40 (3,0)	0,41 (3,1)	0,41 (3,1)	0,45 (3,4)	0,45 (3,5)
28	0,37 (2,8)	0,40 (3,0)	0,41 (3,1)	0,43 (3,2)	0,44 (3,4)	0,47 (3,5)	0,48 (3,6)
29	0,39 (2,9)	0,41 (3,1)	0,43 (3,2)	0,44 (3,3)	0,47 (3,5)	0,48 (3,6)	0,49 (3,7)
30	0,40 (3,0)	0,43 (3,2)	0,44 (3,3)	0,45 (3,4)	0,48 (3,6)	0,49 (3,7)	0,51 (3,8)

La valeur donnée dans le tableau doit être retranchée de la lecture de la pression barométrique si la température du gaz dans la burette à gaz est supérieure à la température ambiante, et ajoutée à la lecture si la température est inférieure à la température ambiante.

TABLEAU 4 – Pression de vapeur saturante, kPa (mmHg)

Température °C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	0,61 (4,6)	0,61 (4,6)	0,61 (4,6)	0,62 (4,7)	0,62 (4,7)	0,62 (4,7)	0,63 (4,8)	0,63 (4,8)	0,63 (4,9)	0,63 (4,9)
1	0,65 (4,9)	0,66 (5,0)	0,66 (5,0)	0,66 (5,0)	0,67 (5,1)	0,67 (5,1)	0,67 (5,1)	0,69 (5,2)	0,69 (5,2)	0,71 (5,3)
2	0,71 (5,3)	0,71 (5,3)	0,72 (5,4)	0,72 (5,4)	0,72 (5,4)	0,73 (5,5)	0,73 (5,5)	0,75 (5,6)	0,75 (5,6)	0,75 (5,6)
3	0,76 (5,7)	0,76 (5,7)	0,77 (5,8)	0,77 (5,8)	0,77 (5,8)	0,78 (5,9)	0,78 (5,9)	0,80 (6,0)	0,80 (6,0)	0,83 (6,2)
4	0,81 (6,1)	0,81 (6,1)	0,83 (6,2)	0,83 (6,2)	0,84 (6,3)	0,84 (6,3)	0,85 (6,4)	0,85 (6,4)	0,87 (6,5)	0,87 (6,5)
5	0,87 (6,5)	0,88 (6,6)	0,88 (6,6)	0,89 (6,7)	0,89 (6,7)	0,90 (6,8)	0,90 (6,8)	0,92 (6,9)	0,92 (6,9)	0,93 (7,0)
6	0,93 (7,0)	0,95 (7,1)	0,95 (7,1)	0,96 (7,2)	0,96 (7,2)	0,97 (7,3)	0,97 (7,3)	0,99 (7,4)	0,99 (7,4)	1,00 (7,5)
7	1,00 (7,5)	1,01 (7,6)	1,01 (7,6)	1,03 (7,7)	1,04 (7,8)	1,04 (7,8)	1,05 (7,9)	1,05 (7,9)	1,05 (7,9)	1,07 (8,0)
8	1,07 (8,0)	1,08 (8,1)	1,09 (8,2)	1,09 (8,2)	1,11 (8,3)	1,11 (8,3)	1,12 (8,4)	1,12 (8,4)	1,13 (8,5)	1,15 (8,6)
9	1,15 (8,6)	1,16 (8,7)	1,16 (8,7)	1,17 (8,8)	1,17 (8,8)	1,19 (8,9)	1,20 (9,0)	1,20 (9,0)	1,21 (9,1)	1,21 (9,1)
10	1,23 (9,2)	1,24 (9,3)	1,24 (9,3)	1,25 (9,4)	1,27 (9,5)	1,27 (9,5)	1,28 (9,6)	1,29 (9,7)	1,29 (9,7)	1,31 (9,8)
11	1,31 (9,8)	1,32 (9,9)	1,33 (10,0)	1,33 (10,0)	1,35 (10,1)	1,36 (10,2)	1,36 (10,2)	1,37 (10,3)	1,39 (10,4)	1,39 (10,4)
12	1,40 (10,5)	1,41 (10,6)	1,43 (10,7)	1,43 (10,7)	1,44 (10,8)	1,45 (10,9)	1,45 (10,9)	1,47 (11,0)	1,48 (11,1)	1,49 (11,2)
13	1,49 (11,2)	1,51 (11,3)	1,52 (11,4)	1,53 (11,5)	1,53 (11,5)	1,55 (11,6)	1,56 (11,7)	1,57 (11,8)	1,57 (11,8)	1,59 (11,9)
14	1,60 (12,0)	1,61 (12,1)	1,61 (12,1)	1,62 (12,2)	1,64 (12,3)	1,65 (12,4)	1,66 (12,5)	1,66 (12,5)	1,68 (12,6)	1,69 (12,7)
15	1,71 (12,8)	1,72 (12,9)	1,73 (13,0)	1,73 (13,0)	1,75 (13,1)	1,76 (13,2)	1,77 (13,3)	1,79 (13,4)	1,80 (13,5)	1,80 (13,5)
16	1,81 (13,6)	1,83 (13,7)	1,84 (13,8)	1,85 (13,9)	1,86 (14,0)	1,87 (14,1)	1,89 (14,2)	1,91 (14,3)	1,91 (14,3)	1,92 (14,4)
17	1,93 (14,5)	1,95 (14,6)	1,96 (14,7)	1,97 (14,8)	1,99 (14,9)	2,00 (15,0)	2,01 (15,1)	2,03 (15,2)	2,04 (15,3)	2,05 (15,4)
18	2,07 (15,5)	2,08 (15,6)	2,09 (15,7)	2,11 (15,8)	2,12 (15,9)	2,13 (16,0)	2,15 (16,1)	2,16 (16,2)	2,17 (16,3)	2,19 (16,4)
19	2,20 (16,5)	2,21 (16,6)	2,23 (16,7)	2,24 (16,8)	2,25 (16,9)	2,27 (17,0)	2,28 (17,1)	2,29 (17,2)	2,31 (17,3)	2,32 (17,4)
20	2,33 (17,5)	2,35 (17,6)	2,36 (17,7)	2,39 (17,9)	2,40 (18,0)	2,41 (18,1)	2,43 (18,2)	2,44 (18,3)	2,45 (18,4)	2,47 (18,5)
21	2,49 (18,7)	2,51 (18,8)	2,52 (18,9)	2,53 (19,0)	2,55 (19,1)	2,56 (19,2)	2,57 (19,3)	2,60 (19,5)	2,61 (19,6)	2,63 (19,7)
22	2,64 (19,8)	2,65 (19,9)	2,68 (20,1)	2,69 (20,2)	2,71 (20,3)	2,72 (20,4)	2,75 (20,6)	2,76 (20,7)	2,77 (20,8)	2,79 (20,9)
23	2,81 (21,1)	2,83 (21,2)	2,84 (21,3)	2,87 (21,5)	2,88 (21,6)	2,89 (21,7)	2,91 (21,8)	2,93 (22,0)	2,95 (22,1)	2,96 (22,2)
24	2,99 (22,4)	3,00 (22,5)	3,03 (22,7)	3,04 (22,8)	3,05 (22,9)	3,08 (23,1)	3,10 (23,2)	3,10 (23,2)	3,13 (23,5)	3,15 (23,6)

7.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en zinc métal, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{1,048 V (p_b - p_s)}{m (t + 273)}$$

où

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

p_b est la pression barométrique, en kilopascals;

p_s est la pression de vapeur saturante, en kilopascals à t °C;

t est la température, en degrés Celsius, de l'eau de réfrigération;

V est le volume, en millilitres, de l'hydrogène libéré.

Noter le résultat avec une décimale.

8 DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN ZINC MÉTAL PAR LA MÉTHODE OXYDIMÉTRIQUE

8.1 Principe

Une solution de sulfate de fer(III) et une solution d'un sel de cuivre (utilisée comme catalyseur) sont ajoutées à la prise d'essai. Le zinc passe dans la solution en tant que sulfate de zinc, et le sulfate de fer(II) résultant est titré avec une solution titrée de permanganate de potassium.

8.2 Réactifs

8.2.1 Dioxyde de carbone, en bouteille.

8.2.2 Acide orthophosphorique, à au moins 85 % (m/m).

8.2.3 Acide sulfurique, solution 1 + 19.

Ajouter lentement 1 partie en volume d'acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, à 19 parties en volume d'eau.

8.2.4 Sulfate de cuivre(II), solution.

Dissoudre 200 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (CuSO₄.5H₂O) dans 1 l d'eau.

8.2.5 Sulfate de fer(III), solution.

Dissoudre autant que possible 330 g de sulfate de fer(III) dans 1 l d'eau froide. Chauffer jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et filtrer.

8.2.6 Permanganate de potassium, solution titrée.

Préparer comme suit :

Peser 20 g de permanganate de potassium (KMnO₄) dans un ballon de 3 ou 4 l et ajouter 2 l d'eau. Faire bouillir durant 1 h, laisser refroidir et reposer jusqu'au jour suivant.

Décanté dans une fiole jaugée à un trait de 2 000 ml et compléter jusqu'au trait de jauge. Mélanger soigneusement la solution, laisser déposer et décanté à travers un filtre en laine de verre ou un filtre en verre fritté dans une bouteille en verre brun munie d'un bouchon en verre.

Titre la solution de permanganate de potassium avant utilisation, selon la méthode suivante :

Peser, à 0,001 g près, 0,72 g d'oxalate de sodium (qui a été séché durant 1 h à 120 °C) dans un ballon de 500 ml. Dissoudre dans 200 ml environ de la solution d'acide sulfurique (8.2.3).

Chauffer jusqu'au point d'ébullition et titrer avec la solution de permanganate de potassium jusqu'à ce qu'une couleur rose apparaisse.

Effectuer le titrage trois fois. Calculer la moyenne des trois masses d'oxalate de sodium utilisées et la moyenne des trois déterminations. Utiliser ces moyennes comme m_1 et V_2 dans le calcul final (8.4).

8.3 Mode opératoire

8.3.1 Prise d'essai

Prendre une fiole conique sèche de 750 ml et la remplir de dioxyde de carbone. Boucher la fiole soigneusement avec un bouchon en caoutchouc. Peser, à 0,001 g près, 0,4 g environ de l'échantillon et le laver rapidement dans la fiole avec 4 ou 5 ml d'eau sous forme de jet. Replacer immédiatement le bouchon en caoutchouc. Éviter autant que possible la formation d'agglomérats.

8.3.2 Détermination

Ajouter dans la fiole 10 ml de la solution de sulfate de cuivre(II) (8.2.4) et agiter vigoureusement durant 1 min environ pour éviter la formation d'agglomérats. Puis bien laver le col de la fiole pour enlever toute particule métallique, en versant, avec une pipette, 50 ml de la solution de sulfate de fer(III) (8.2.5) préalablement désoxygénée par le passage, dans la solution, d'un courant de dioxyde de carbone (8.2.1) durant 10 min.

Effectuer les modes opératoires décrits en 8.3.1 et 8.3.2 aussi rapidement que possible et boucher la fiole entre chacune des opérations.

Laisser reposer la fiole, agiter fréquemment jusqu'à ce que la dissolution soit totale. Cela prend de 15 à 30 min.

Lorsque la dissolution est complète, ajouter 20 ml de l'acide orthophosphorique (8.2.2) et 200 ml de la solution d'acide sulfurique (8.2.3) et titrer immédiatement avec la solution de permanganate de potassium (8.2.6) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose pâle.

Effectuer un essai à blanc sans la prise d'essai.

8.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en zinc métal, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{48,79 \times m_1 (V_0 - V_1)}{m_2 \times V_2}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'oxalate de sodium utilisé pour le titrage;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé pour l'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé pour l'essai à blanc;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé pour le titrage.

Noter le résultat avec une décimale.

9 DÉTERMINATION DU PLOMB ET DU CADMIUM

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 713, en apportant les modifications suivantes aux paragraphes 7.2 et 7.3 de ce document :

[7.2] Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer la courbe d'étalonnage comme suit :

[7.2.1] Dans une série de béchers de 100 ml, verser 25 ml de la solution de chlorure de zinc (4.10) correspondant à 5 g de zinc métal.

Ajouter 2,5 ml, 5 ml et 10 ml respectivement de la solution étalon de plomb et de cadmium n° 1 (4.7) correspondant à 0,05, 0,10 et 0,20 % de plomb et de cadmium.

Des points supplémentaires d'étalonnage peuvent être utilisés si nécessaire.

[7.2.2] Évaporer jusqu'à l'obtention d'une consistance sirupeuse, et procéder comme décrit de 7.3.3 à 7.3.5 puis effectuer le mesurage polarographique comme décrit en 7.4.

[7.3] Détermination

[7.3.4] Verser dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter à 100 ml avec de l'eau.

10 DÉTERMINATION DU FER

Utiliser la méthode spécifiée dans l'ISO 714, en apportant la modification suivante au paragraphe 7.1 de ce document :

[7.1] Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, 5 g de l'échantillon pour essai.

11 DÉTERMINATION DE L'ARSENIC

Déterminer la teneur en arsenic conformément à l'ISO 2590, mais en modifiant les chapitres suivants de ce document :

[6.1] Prise d'essai et préparation de la solution d'essai

Transférer 5 g, pesés à 0,01 g près, de poussière de zinc dans la fiole conique (5.1.1) et ajouter 25 ml de l'acide chlorhydrique (4.1). Lorsque le zinc est dissous, diluer à 40 ml environ avec de l'eau.

[7] EXPRESSION DES RÉSULTATS

Remplacer le second paragraphe par le suivant :

Calculer la teneur en arsenic, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{m_1}{m_2} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'arsenic dans la solution d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Si m_1 est exprimée en microgrammes, la formule devient

$$\frac{m_1}{m_2} \times 10^{-4}$$

Si la teneur en arsenic est à exprimer en milligrammes par kilogramme (parties par million), et m_1 est exprimée en microgrammes, la formule devient alors

$$\frac{m_1}{m_2}$$

12 DÉTERMINATION DES MATIÈRES INSOLUBLES DANS L'ACIDE**12.1 Réactifs****12.1.1 Acide chlorhydrique, solution 1 + 9.**

Diluer 100 ml d'acide chlorhydrique, ρ 1,18 g/ml, avec 900 ml d'eau.

12.1.2 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.**12.2 Appareillage**

Appareillage et verrerie courante de laboratoire, et en particulier

12.2.1 Verre de montre, pour un béccher de 2 000 ml.**12.2.2 Creuset filtrant, à plaque en verre fritté, porosité P 40 (dimension des pores 16 à 40 μ m)****12.3 Mode opératoire****12.3.1 Prise d'essai**

Peser, à 0,1 g près, 20 g de l'échantillon.

12.3.2 Détermination

Placer la prise d'essai (12.3.1) dans un béccher de 2 000 ml avec 1 000 ml d'acide chlorhydrique (12.1.1). Couvrir avec le verre de montre (12.2.1) et chauffer sur une plaque chauffante à 80 ± 2 °C durant 24 h.

Ajouter 2 ml d'acide nitrique (12.1.2) et faire bouillir durant 1 h.

Filtrer sur le filtre (12.2.2) taré, laver le filtre soigneusement, le sécher à 110 ± 2 °C et peser.

12.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en matières insolubles dans l'acide chlorhydrique, en pourcentage en masse, par la formule

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

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu.

Noter le résultat avec une décimale.

13 PROCÈS-VERBAL DES ESSAIS

Le procès-verbal des essais doit contenir au moins les indications suivantes :

- référence de la présente Norme Internationale, ou d'une norme nationale correspondante;
- type et identification du produit essayé;
- résultats des essais, et si le produit essayé est conforme ou non aux limites de la spécification appropriée;
- compte rendu de toute modification, après accord ou autrement, des modes opératoires spécifiés;
- date des essais.