
NORME INTERNATIONALE**3711**

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

Pigments à base de chromate de plomb, et pigments à base de chromate et molybdate de plomb pour peintures*Lead chromate pigments and lead chromate-molybdate pigments for paints***Première édition — 1976-07-15**

CDU 667.622.115.1**Réf. n° : ISO 3711-1976 (F)****Descripteurs** : peinture, pigment, chromate de plomb, molybdate de plomb, spécification, essai.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des 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 3711 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux Comités Membres en décembre 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Irlande	Suède
Autriche	Italie	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Pays-Bas	Yougoslavie
France	Roumanie	

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

Bulgarie

Pigments à base de chromate de plomb, et pigments à base de chromate et molybdate de plomb pour peintures

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes pour les pigments classés dans le tableau 1 par référence au Colour Index¹⁾ et à leur composition approximative donnée, et qui sont utilisés dans les peintures.

2 RÉFÉRENCES

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

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

3 DÉFINITIONS ET TYPES

Les pigments à base de chromate de plomb, ainsi que les pigments à base de chromate et molybdate de plomb, sont divisés en deux types :

3.1 type courant (type 1) : Les pigments dont la couleur varie du jaune au rouge sont composés de chromate de plomb normal ou basique, avec ou sans sulfate et/ou molybdate de plomb ou autres composés de plomb insolubles dans l'eau et coprécipités. De tels pigments doivent être exempts de colorants organiques et ne doivent pas contenir de matières de charge. Les pigments correspondant au pigment jaune n° 34 du Colour Index et au pigment rouge n° 104 du Colour Index peuvent contenir, par exemple, des composés coprécipités d'aluminium et/ou de silicium lorsque ceux-ci sont nécessaires seulement pour le contrôle de la structure cristallographique du pigment.

3.2 type stabilisé (type 2) : Les pigments dont la couleur varie du jaune au rouge sont composés de chromate de plomb normal ou basique, avec ou sans sulfate et/ou molybdate de plomb ou autres composés de plomb insolubles dans l'eau et coprécipités. Ces pigments contiennent d'autres produits introduits pendant la fabrication surtout pour améliorer certaines propriétés pigmentaires. Ils doivent être exempts de colorants organiques et ne doivent pas contenir de matières de charge. Si le type 2 est spécifié, l'acheteur peut demander au fournisseur d'indiquer la nature des propriétés améliorées, qui sont supposées résulter des additions, et de déclarer la teneur minimale en plomb total.

4 CARACTÉRISTIQUES REQUISES ET LEURS TOLÉRANCES

Les pigments à base de chromate de plomb, ainsi que les pigments à base de chromate et molybdate de plomb, doivent avoir les caractéristiques énumérées dans le tableau 2.

5 ÉCHANTILLONNAGE

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

5.2 L'échantillon agréé par accord entre les parties intéressées, auquel il est fait référence en différents points du tableau 2, doit être unique et doit répondre à toutes les spécifications du pigment à essayer.

TABLEAU 1 – Classification des pigments à base de chromate de plomb et des pigments à base de chromate et molybdate de plomb

Type de pigment	Couleur du pigment	Référence Colour Index	Composition approximative
À base de chromate de plomb	Jaune primevère et jaune citron	Pigment jaune n° 34 Partie 2 Réf. 77 603	Sulfochromate de plomb
	Moyen	Pigment jaune n° 34 Partie 2 Réf. 77 600	Chromate de plomb
	Orange	Pigment orange n° 21 Partie 2 Réf. 77 601	Chromate de plomb basique
À base de chromate et molybdate de plomb	Orange à rouge	Pigment rouge n° 104 Partie 2 Réf. 77 605	Sulfochromate et molybdate de plomb

1) Le Colour Index est publié par la «Society of Dyers and Colourists», Bradford, Angleterre, et par l'«American Association of Textile Chemists and Colorists», Lowell, Mass. (U.S.A.), 1956.

TABLEAU 2 – Caractéristiques requises et leurs tolérances

Caractéristique	Spécification	Méthode d'essai	
Couleur	Doit être conforme à celle de l'échantillon agréé	ISO 787, Partie I	
Couleur dégradée		ISO 787, Partie XVI	
Pouvoir colorant relatif		ISO 787, Partie XVI	
Matières volatiles à 105 °C % (m/m)	max. 1	ISO 787, Partie II	
Matières solubles dans l'eau méthode par extraction à froid % (m/m)	max. 1	ISO 787, Partie VIII, en prenant une prise d'essai de 20 g	
Acidité ou alcalinité d'un extrait aqueux	max. 20 ml de solution 0,1 N pour 100 g de pigment	ISO 787, Partie IV, en prenant une prise d'essai de 20 g	
pH en suspension aqueuse	4 à 8	ISO 787, Partie IX	
Prise d'huile	Ne doit pas différer de plus de 15 % de la valeur ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées	ISO 787, Partie V	
Refus sur tamis (63 µm)	méthode à l'eau % (m/m)	max. 0,3	ISO 787, Partie VII
	méthode à l'huile % (m/m)	max. 0,5	ISO 787, Partie VI
Facilité de dispersion	Ne doit pas être inférieure à celle de l'échantillon agréé	ISO 787, Partie XX ¹⁾	
Résistance à la lumière	Ne doit pas être inférieure à celle de l'échantillon agréé	ISO 787, Partie XV	
Teneur totale en plomb % (m/m) Pb	Ne doit pas différer de plus de 3 % (en valeur absolue) de la valeur ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées	Chapitre 6	
Teneur en plomb soluble dans l'acide % (m/m) Pb	Si nécessaire, doit faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées	Chapitre 7	

1) La finesse doit être mesurée après 2 1/2 min, 5 min et, par la suite, toutes les 5 min.

MÉTHODES D'ESSAI

Au cours de analyses, 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 PLOMB

6.1 Réactifs

6.1.1 Acétate d'ammonium, en cristaux.

6.1.2 Sulfure d'hydrogène.

6.1.3 Acide tartrique.

6.1.4 Réactif acide nitrique/brome.

Saturer une solution d'acide nitrique 4 N avec du brome.

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

6.1.6 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

6.1.7 Acide sulfurique, solution.

Diluer 5 ml d'acide sulfurique (6.1.6) en les versant dans de l'eau en refroidissant, et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.1.8 **Éthanol**, à 95 % (V/V).

6.1.9 **Sulfure de sodium**, solution fraîchement préparée à 50 g/l.

6.1.10 **Acétate d'ammonium**, solution saturée.

6.1.11 **Hydroxyde d'ammonium**, solution ρ 0,88 g/ml.

6.2 Appareillage

6.2.1 **Creusets à plaque en verre fritté**, de porosité P 16 (dimension des pores 10 à 16 μm).

6.2.2 **Creuset à plaque en silice frittée**, de porosité P 16 (dimension des pores 10 à 16 μm).

6.2.3 **Béchers**, de capacité 600 ml.

6.2.4 **Étuve de séchage**, pouvant être maintenue à une température de $105 \pm 2^\circ\text{C}$.

6.2.5 **Four**, pouvant être maintenu à une température de 500°C environ.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 *Prise d'essai*

Peser, à 0,1 mg près, 0,5 g environ de l'échantillon.

6.3.2 *Dosage*

Ajouter à la prise d'essai (6.3.1), contenue dans un bécher de 600 ml (6.2.3), 100 ml d'eau, 15 ml de l'acide chlorhydrique (6.1.5) et 2 ml de l'éthanol (6.1.8), couvrir le bécher et porter à ébullition. Faire bouillir doucement jusqu'à disparition de l'odeur d'aldéhyde. Diluer à 200 ml avec de l'eau chaude. Filtrer la solution à chaud sur un papier filtre à texture fine, bien laver le filtre et le résidu avec de l'eau chaude jusqu'à ce que quelques gouttes du filtrat ne donnent plus de coloration avec la solution de sulfure de sodium (6.1.9).

Mélanger le filtrat et les eaux de lavage.

Tout en agitant, ajouter doucement la solution d'hydroxyde d'ammonium (6.1.11) jusqu'à formation d'un faible précipité persistant. Ajouter alors 0,5 g de l'acide tartrique (6.1.3) et de l'acide chlorhydrique (6.1.5) jusqu'à ce que le pH de la solution soit compris entre 1 et 2. Faire passer le sulfure d'hydrogène (6.1.2) à la température ambiante ($23 \pm 2^\circ\text{C}$) jusqu'à saturation, diluer la solution à 400 ml et saturer de nouveau avec le sulfure d'hydrogène. Laisser le précipité de sulfure de plomb se former, de préférence toute la nuit, et décanter la liqueur claire surnageante sur l'un des creusets à plaque en verre fritté (6.2.1), en utilisant une faible aspiration. Laver le précipité, une fois par décanation avec de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène, et le transférer dans le creuset avec un jet d'eau saturée de sulfure d'hydrogène et en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc pour faciliter le

transfert. Laver le précipité sur le creuset, cinq fois avec de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène, et rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Dissoudre le précipité de sulfure de plomb sur le creuset, dans le bécher initial, par traitement au réactif acide nitrique/brome (6.1.4), et laver le creuset avec de l'eau chaude en recueillant les eaux de lavage dans le même bécher. Couvrir le bécher, chauffer le contenu sous une hotte à fumée et filtrer sur un autre creuset à plaque en verre fritté (6.2.1). Laver le bécher, le couvercle et le creuset cinq fois avec de l'eau chaude, en transférant le filtrat et les eaux de lavage dans un second bécher de 600 ml. Refroidir la solution, ajouter 15 ml de l'acide sulfurique (6.1.6) et faire évaporer soigneusement la solution jusqu'à dégagement de fortes fumées blanches. Refroidir le bécher et son contenu, bien laver les parois avec de l'eau, et faire évaporer de nouveau le contenu jusqu'à l'apparition de fumées. Refroidir de nouveau le bécher, ajouter 250 ml d'eau et 100 ml de l'éthanol (6.1.8), et laisser reposer le tout durant la nuit.

Décanner la liqueur claire sur le creuset à plaque en silice frittée (6.2.2) taré, laver le précipité une fois par décanation avec un mélange contenant de l'éthanol et de la solution d'acide sulfurique (6.1.7) en parties égales, et le transférer dans le creuset avec un jet du même liquide de lavage et en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc pour faciliter le transfert. Laver le précipité avec de l'éthanol jusqu'à neutralité des liquides de lavage, sécher le creuset et le précipité dans l'étuve de séchage (6.2.4), et chauffer le creuset au rouge sombre (500°C environ), dans le four (6.2.5), jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

Remplir le creuset avec des cristaux d'acétate d'ammonium (6.1.1) et verser doucement 50 ml de solution d'acétate d'ammonium (6.1.10) bouillante. Laver très soigneusement avec de l'eau chaude jusqu'à ce que quelques gouttes du filtrat ne donnent plus de coloration avec la solution de sulfure de sodium, sécher, calciner, laisser refroidir et peser de nouveau comme précédemment.

6.4 Expression des résultats

La teneur totale en plomb, exprimée en pourcentage en masse de Pb, est donnée par la formule

$$\frac{68,32 \times m_1}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu (PbSO_4), qui est la différence entre les deux pesées avant et après extraction par l'acétate d'ammonium.

NOTE — S'il est nécessaire d'exprimer la teneur totale en plomb, en pourcentage en masse de PbO , la calculer à l'aide de la formule

$$\frac{73,6 \times m_1}{m_0}$$

où m_0 et m_1 ont la même signification que dans la formule précédente.

7 DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN PLOMB SOLUBLE DANS L'ACIDE

7.1 Réactifs

7.1.1 Sulfure d'hydrogène.

7.1.2 Réactif acide nitrique/brome.

Saturer une solution d'acide nitrique 4 N avec du brome.

7.1.3 Acide chlorhydrique, solution 0,07 N [contenant environ 0,25 % (m/m) de chlorure d'hydrogène].

7.1.4 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

7.1.5 Acide sulfurique, solution.

Diluer 5 ml d'acide sulfurique (7.1.4) en les versant dans de l'eau en refroidissant, et compléter à 100 ml avec de l'eau.

7.1.6 Éthanol, à 95 % (V/V).

7.2 Appareillage

7.2.1 Bêcher, de capacité 1 000 ml.

7.2.2 Bêchers, de capacité 600 ml.

7.2.3 Agitateur mécanique.

7.2.4 Bain d'eau, pouvant être maintenu à une température de 23 ± 2 °C.

7.2.5 Étuve de séchage, pouvant être maintenue à une température de 105 ± 2 °C.

7.2.6 Four, pouvant être maintenu à une température de 500 °C.

7.2.7 Creusets à plaque en verre fritté, de porosité P 16 (dimension des pores 10 à 16 μm).

7.2.8 Creuset à plaque en silice frittée, de porosité P 16 (dimension des pores 10 à 16 μm).

7.3 Mode opératoire

Verser 500 ml de la solution d'acide chlorhydrique (7.1.3) dans le bêcher de 1 000 ml (7.2.1), muni de l'agitateur mécanique (7.2.3), et immergé dans le bain d'eau (7.2.4) maintenu à une température de 23 ± 2 °C.

Laisser l'acide dilué atteindre la température du bain. Ajouter 0,5 g environ de l'échantillon, pesé à 1 mg près. Agiter le mélange continuellement durant 1 h exactement à une vitesse suffisante pour que le pigment soit toujours en suspension. Arrêter l'agitation, laisser reposer le bêcher dans le bain d'eau durant 1 h. Filtrer le mélange aussi rapidement que possible, sur l'un des creusets à plaque en verre fritté (7.2.7), de préférence sous aspiration, en rejetant les premiers 25 ml du filtrat. Ne pas laver le creuset.

Traiter 400 ml du filtrat parfaitement clair dans un bêcher de 600 ml (7.2.2) avec un courant rapide du sulfure d'hydrogène (7.1.1) jusqu'à saturation. Laisser le précipité de sulfure de plomb se former, de préférence toute la nuit, et décanter la liqueur claire surnageante sur un autre creuset à plaque en verre fritté (7.2.7), en utilisant une faible aspiration. Laver le précipité, une fois par décantation avec de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène, et le transférer dans le creuset avec un jet d'eau saturée de sulfure d'hydrogène et en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc pour faciliter le transfert. Laver le précipité sur le creuset, cinq fois avec de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène, et rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

Dissoudre le précipité de sulfure de plomb sur le creuset par traitement au réactif acide nitrique/brome (7.1.2) et bien laver le creuset cinq fois avec de l'eau chaude. Transférer le filtrat dans un second bêcher de 600 ml et rincer trois fois la fiole de filtration avec de petites quantités d'eau chaude. Ajouter 8 ml de l'acide sulfurique (7.1.4) au filtrat et aux eaux de lavage, et faire évaporer soigneusement la solution jusqu'à dégagement de fortes fumées blanches. Refroidir le bêcher et son contenu, bien laver les parois avec de l'eau, et faire évaporer de nouveau le contenu jusqu'à l'apparition de fumées. Refroidir de nouveau le bêcher, ajouter 125 ml d'eau et 50 ml de l'éthanol (7.1.6), et laisser reposer le tout durant la nuit.

Filtrer le contenu du bêcher sur le creuset à plaque en silice frittée (7.2.8) taré, en transférant le précipité sur le creuset avec un jet d'un mélange contenant de l'éthanol et de la solution d'acide sulfurique (7.1.5) en parties égales et en utilisant une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc pour faciliter le transfert. Laver le précipité avec de l'éthanol jusqu'à neutralité des liquides de lavage, sécher le creuset et le précipité dans l'étuve de séchage (7.2.5), et chauffer le creuset au rouge sombre (500 °C environ), dans le four (7.2.6), jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

7.4 Expression des résultats

La teneur en plomb soluble dans l'acide, exprimée en pourcentage en masse de Pb, est donnée par la formule

$$\frac{m_1 \times V_0}{m_0 \times V_1} \times 68,32$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du résidu (PbSO_4);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (7.1.3) utilisé pour l'extraction;

V_1 est le volume, en millilitres, de l'extrait utilisé pour la détermination.

NOTE — S'il est nécessaire d'exprimer la teneur en plomb soluble dans l'acide, en pourcentage en masse de PbO , la calculer à l'aide de la formule

$$\frac{m_1 \times V_0}{m_0 \times V_1} \times 73,6$$

où m_1 , m_0 , V_0 et V_1 ont la même signification que dans la formule précédente.

8 PROCÈS-VERBAL DES ESSAIS

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

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