

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**3711**

Deuxième édition  
1990-12-15

---

---

## **Pigments à base de chromate et de chromomolybdate de plomb — Spécifications et méthodes d'essai**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Lead chromate pigments and lead chromate-molybdate pigments —  
Specifications and methods of test*

ISO 3711:1990

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/366d4c1e-6731-433e-adfe-fb4ec57861f2/iso-3711-1990>



Numéro de référence  
ISO 3711:1990(F)

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3711 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3711:1976), dont elle constitue une révision technique.

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 3711:1990  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/500d4c1e-6731-433e-adfe-1b4cc5780112/iso-3711-1990

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Pigments à base de chromate et de chromomolybdate de plomb — Spécifications et méthodes d'essai

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les caractéristiques et les méthodes correspondantes des pigments identifiés dans le Colour Index<sup>1)</sup> par les références orange No. 21, yellow No. 34 et red No. 104. Ces pigments se prêtent à des usages généraux.

NOTE 1 La nature chimique de ces pigments est donnée dans le tableau 1.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

1) Le Colour Index est publié par les organismes suivants:

Society of Dyers and Colourists, PO Box 244, Perkin House, 82 Grattan Road, Bradford, West Yorkshire BD1 2JB, United Kingdom

et

American Association of Textile Chemists and Colorists, National Headquarters, Box 12215, Research Triangle Park, NC 27709, USA.

ISO 787-1:1982, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 1: Comparaison de la couleur des pigments.*

ISO 787-2:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.*

ISO 787-4:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 4: Détermination de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait aqueux.*

ISO 787-5:1980, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 5: Détermination de la prise d'huile.*

ISO 787-7:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 7: Détermination du refus sur tamis — Méthode à l'eau — Méthode manuelle.*

ISO 787-8:1979, *Méthodes générales d'essai des pigments et des matières de charge — Partie 8: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à froid.*

ISO 787-9:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 9: Détermination du pH d'une suspension aqueuse.*

ISO 787-15:1986, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 15: Comparaison de la résistance à la lumière des pigments colorés de types semblables.*

ISO 787-16:1986, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 16: Détermination du pouvoir colorant relatif (ou valeur de coloration équivalente) et de la couleur dégradée des pigments colorés — Méthode de comparaison visuelle.*

ISO 787-20:1975, *Méthodes générales d'essais des pigments — Partie 20: Comparaison de la facilité de dispersion (Méthode par mouvements oscillatoires).*

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 3856-1:1984, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» — Partie 1: Détermination de la teneur en plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme et méthode spectrophotométrique à la dithizone.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

### 3 Classification

La présente Norme internationale décrit deux types de pigments à base de chromate et de chromomolybdate de plomb:

**Type normalisé (type 1):** Pigments de couleur jaune à rouge composés de chromate de plomb normal ou basique avec ou sans sulfate et/ou molybdate de plomb ou autres composés du plomb coprécipités et insolubles dans l'eau. Ces pigments ne doivent contenir ni colorants organiques ni matières de charge. Les pigments correspondant aux références pigment yellow No. 34 et pigment red No. 104 du Colour Index peuvent contenir des composés coprécipités de l'aluminium et/ou du silicium, par exemple, si le maintien de la structure cristalline du pigment l'exige.

**Type stabilisé (type 2):** Pigments de couleur jaune à rouge composés de chromate de plomb normal ou basique avec ou sans sulfate et/ou molybdate de plomb ou autres composés du plomb coprécipités et insolubles dans l'eau. Ces pigments contiennent des additifs introduits en cours de fabrication en vue d'améliorer certaines de leurs propriétés pigmentaires. Ils ne doivent contenir ni colorants organiques ni matières de charge. Si un pigment est déclaré du type 2, l'acheteur peut exiger du vendeur qu'il précise la nature des propriétés supposées améliorées par ajout d'additifs et qu'il indique la teneur totale en plomb minimale.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/366d4c1e-6731-433e-adfe-fb4ec57861f2/iso-3711-1990>

**Tableau 1 — Classification des pigments à base de chromate et de chromomolybdate de plomb**

Type de pigment	Nuance	Référence du Colour Index	Nature chimique
Chromate de plomb	Primevère et jaune citron	Pigment yellow No. 34, Partie 2, Réf. 77 603	Sulfochromate de plomb
	Jaune	Pigment yellow No. 34, Partie 2, Réf. 77 600	Chromate de plomb
	Orangé	Pigment orange No. 21, Partie 2, Réf. 77 601	Chromate de plomb basique
Chromomolybdate de plomb	Orangé à rouge	Pigment red No. 104, Partie 2, Réf. 77 605	Sulfochromomolybdate de plomb

#### 4 Caractéristiques requises et leurs tolérances

4.1 Pour les pigments à base de chromate et de chromomolybdate de plomb conformes à la présente Norme internationale, les caractéristiques obligatoires sont indiquées dans le tableau 2 et les caractéristiques optionnelles sont indiquées dans le

tableau 3. Le pigment de référence et les caractéristiques du tableau 3 doivent être prescrits après accord entre les parties intéressées.

4.2 Le pigment de référence agréé doit remplir les obligations citées dans le tableau 2.

**Tableau 2 — Caractéristiques obligatoires**

Caractéristique	Unité	Valeur requise	Méthode d'essai
Matières volatiles à 105 °C	% (m/m)	max. 1	ISO 787-2
Matières solubles dans l'eau (méthode par extraction à froid)	% (m/m)	max. 2	ISO 787-8, avec prise d'essai de 20 g
Acidité ou alcalinité de l'extrait aqueux	ml de solution à 0,1 mol/l pour 100 g de pigment	max. 20	ISO 787-4, avec prise d'essai de 20 g
pH de la suspension aqueuse		4 à 8	ISO 787-9
Refus sur tamis (45 µm)	% (m/m)	max. 0,3	ISO 787-7

(standards.iteh.ai)

**Tableau 3 — Caractéristiques optionnelles**

Caractéristique	Unité	Valeur requise	Méthode d'essai
Couleur		Égales à celles du pigment de référence agréé (voir 4.2), avec une tolérance convenue entre les parties intéressées	ISO 787-1
Couleur dégradée			ISO 787-16
Pouvoir colorant relatif			
Facilité de dispersion		Au moins égale à celle du pigment de référence agréé (voir 4.2)	ISO 787-20, mesurage de la finesse après 2,5 min, 5 min, puis toutes les 5 min
Résistance à la lumière		Au moins égale à celle du pigment de référence agréé (voir 4.2)	ISO 787-15
Prise d'huile		Égale à 15 % près à la valeur convenue	ISO 787-5
Teneur totale en plomb, sous forme Pb	% (m/m)	Égale à 3 % (m/m) près à la valeur convenue	Voir article 6
Teneur en plomb soluble, sous forme Pb dans HCl à 0,07 mol/l	% (m/m)	Si nécessaire, à convenir entre les parties intéressées	Voir article 7

## 5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842.

## 6 Détermination de la teneur totale en plomb

Deux méthodes (gravimétrique et titrimétrique) sont prescrites pour la détermination de la teneur totale en plomb. La méthode d'arbitrage à utiliser en cas de litige est la méthode gravimétrique (6.1).

### 6.1 Méthode gravimétrique

#### 6.1.1 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans de l'acide chlorhydrique. Séparation du plomb sous forme sulfure et dosage par gravimétrie après précipitation sous forme sulfate suivie d'une extraction à l'acétate d'ammonium.

#### 6.1.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT** — Utiliser les réactifs selon les recommandations d'hygiène et de sécurité en vigueur.

**6.1.2.1 Acétate d'ammonium**, en cristaux.

**6.1.2.2 Sulfure d'hydrogène**.

**6.1.2.3 Acide tartrique**.

**6.1.2.4 Réactif acide nitrique/brome**.

Saturer une solution d'acide nitrique,  $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/l}$ , avec du brome.

**6.1.2.5 Acide chlorhydrique**, concentré, à environ 37 % (m/m),  $\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$ .

**6.1.2.6 Acide sulfurique**, concentré, à environ 96 % (m/m),  $\rho \approx 1,84 \text{ g/ml}$ .

**6.1.2.7 Acide sulfurique**, dilué.

Diluer 5 ml d'acide sulfurique concentré (6.1.2.6) en le versant dans de l'eau maintenue à basse température et en complétant à 100 ml avec de l'eau.

**6.1.2.8 Éthanol**, à 95 % (V/V).

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

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

**6.1.2.11 Solution ammoniacale**, à environ 25 % (m/m),  $\rho \approx 0,91 \text{ g/ml}$ .

#### 6.1.3 Appareillage

Utiliser de l'appareillage et de la verrerie courants de laboratoire conformes aux prescriptions des Normes internationales correspondantes (voir article 2), ainsi que les appareils suivants.

**6.1.3.1 Creusets en verre fritté**, de porosité P 16 conforme aux prescriptions de l'ISO 4793.

**6.1.3.2 Creusets en silice frittée**, de porosité P 16 conforme aux prescriptions de l'ISO 4793.

**6.1.3.3 Étuve**, réglable à  $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

**6.1.3.4 Four à moufle**, réglable à  $500 \text{ °C} \pm 25 \text{ °C}$ .

#### 6.1.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

##### 6.1.4.1 Prise d'essai

Prélever et peser, à 0,1 mg près, environ 0,5 g de l'échantillon (voir article 5).

##### 6.1.4.2 Détermination

Placer la prise d'essai (6.1.4.1) dans un bécher de 600 ml et ajouter, comme agent réducteur, 2 ml d'éthanol (6.1.2.8) puis 100 ml d'eau et 15 ml d'acide chlorhydrique (6.1.2.5). Couvrir le bécher avec un verre de montre et porter à ébullition. Laisser bouillir doucement jusqu'à disparition totale de l'odeur d'aldéhyde. Compléter à 200 ml avec de l'eau chaude. Filtrer la solution encore chaude sur papier filtre fin, laver soigneusement le filtre et le résidu à l'eau chaude jusqu'à ce que le mélange de quelques gouttes de filtrat avec la solution de sulfure de sodium (6.1.2.9) ne donne plus de coloration. Mélanger le filtrat et les eaux de lavage et laisser refroidir à température ambiante.

Ajouter lentement la solution ammoniacale (6.1.2.11), tout en agitant, jusqu'à formation d'un léger précipité persistant. Introduire alors 0,5 g d'acide tartrique (6.1.2.3) et de l'acide chlorhydrique (6.1.2.5) jusqu'à obtention d'un pH compris entre 1 et 2. Sous hotte fermée, faire passer le sulfure d'hydrogène (6.1.2.2) dans la solution jusqu'à saturation. Diluer la solution à 400 ml puis saturer à nouveau au sulfure d'hydrogène. Laisser le précipité de sulfure de plomb se déposer, de préférence pendant toute une nuit, et transférer le liquide surnageant dans un creuset en verre fritté (6.1.3.1) par aspiration lente. Laver le précipité une fois par dé-

cantation dans de l'eau saturée en sulfure d'hydrogène et le transférer dans le creuset avec un jet de la même eau, en s'aidant d'une baguette en verre munie d'un embout de caoutchouc. Laver cinq fois le précipité sur le creuset avec de l'eau saturée en sulfure d'hydrogène, et jeter le filtrat et les eaux de lavage.

Placer le creuset en verre fritté dans le bécher de 600 ml utilisé précédemment et ajouter le réactif acide nitrique/brome (6.1.2.4) pour dissoudre le précipité de sulfure de plomb. Laver le creuset à l'eau chaude en recueillant les eaux de lavage dans le même bécher. Couvrir le bécher, chauffer son contenu sous hotte aspirante et filtrer dans un autre creuset en verre fritté (6.1.3.1).

Laver cinq fois le bécher, le couvercle et le creuset à l'eau chaude et transférer le filtrat et les eaux de lavage dans un deuxième bécher de 600 ml. Faire refroidir la solution, ajouter 15 ml d'acide sulfurique concentré (6.1.2.6) et faire évaporer avec soin jusqu'à dégagement d'épaisses fumées blanches. Laisser refroidir le bécher et son contenu, laver les parois à l'eau et procéder à une nouvelle évaporation jusqu'à dégagement d'épaisses fumées blanches. Refroidir à nouveau le bécher, ajouter 40 ml d'éthanol (6.1.2.8) et 75 ml d'eau, et laisser le tout reposer toute une nuit.

Verser le liquide clair sur un creuset en silice frittée (6.1.3.2) taré, laver le précipité une fois par décantation avec un mélange à volumes égaux d'éthanol et d'acide sulfurique dilué (6.1.2.7), et le transférer dans le creuset avec un jet du même liquide de lavage, en s'aidant d'une baguette en verre munie d'un embout de caoutchouc. Laver le précipité à l'éthanol jusqu'à neutralité du liquide de lavage, sécher le creuset et le précipité dans l'étuve (6.1.3.3) et chauffer le creuset à rouge ( $500^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ ) dans le four à moufle (6.1.3.4) jusqu'à obtention d'une masse constante. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

Remplir le creuset de cristaux d'acétate d'ammonium (6.1.2.1) et verser dessus lentement 50 ml de la solution d'acétate d'ammonium (6.1.2.10) bouillante. Laver très soigneusement à l'eau chaude jusqu'à ce que le mélange de quelques gouttes de filtrat avec la solution de sulfure de sodium ne donne plus de coloration. Sécher, calciner, refroidir et peser à nouveau comme précédemment.

## 6.1.5 Expression des résultats

### 6.1.5.1 Mode de calcul

Calculer la teneur totale en plomb  $w(\text{Pb})$  du pigment, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w(\text{Pb}) = \frac{0,6832 \times m_1}{m_0} \times 100$$

où

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

$m_1$  est la masse, en grammes, du précipité ( $\text{PbSO}_4$ ), égale à la différence entre les résultats des pesées effectuées avant et après extraction à l'acétate d'ammonium;

0,6832 est le facteur de conversion des grammes de  $\text{PbSO}_4$  en grammes de Pb.

S'il est nécessaire d'exprimer la teneur totale en plomb en pourcentage en masse de PbO, utiliser l'équation

$$w(\text{PbO}) = \frac{0,736 \times m_1}{m_0} \times 100$$

où

$w(\text{PbO})$  est la teneur totale en plomb du pigment, exprimée en pourcentage en masse de PbO;

$m_0$  et  $m_1$  ont les mêmes significations que ci-dessus;

0,736 est le facteur de conversion des grammes de  $\text{PbSO}_4$  en grammes de PbO.

Si les deux déterminations diffèrent de plus de 0,5 % ( $m/m$ ) Pb, recommencer les opérations.

Calculer la moyenne de deux déterminations variables et donner le résultat à 0,1 % ( $m/m$ ) près.

### 6.1.5.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

## 6.2 Méthode titrimétrique (avec séparation électrolytique)

### 6.2.1 Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans de l'acide nitrique. Séparation du plomb par électrolyse sous forme de dioxyde de plomb. Dissolution du dépôt de dioxyde de plomb dans de l'acide nitrique et du peroxyde d'hydrogène, puis titrage complexométrique du plomb avec une solution d'EDTA.

### 6.2.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs selon les règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.**

**6.2.2.1 Acide nitrique**, concentré, à environ 70 % (m/m),  $\rho \approx 1,42$  g/ml.

**6.2.2.2 Peroxyde d'hydrogène**, solution à 30 % (m/m).

**6.2.2.3 Urée**.

**6.2.2.4 Nitrate de cuivre**.

**6.2.2.5 Acétone**.

**6.2.2.6 EDTA**, solution titrée,  $c(\text{EDTA}) = 0,025$  mol/l.

Prendre une solution étalon du commerce ou dissoudre 9,3063 g de sel disodique d'acide éthylènedinitrilotétracétique (EDTA, sel disodique) dans de l'eau, transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml, diluer jusqu'au trait repère et bien mélanger.

**6.2.2.7 Orangé de xylénol**, mélange.

Mélanger intimement 1 g d'orangé de xylénol avec 100 g de chlorure de sodium (ou de nitrate de potassium).

**6.2.2.8 Hexaméthylènetétramine (Urotropine)**.

**6.2.3 Appareillage**

Utiliser de l'appareillage et de la verrerie courants de laboratoire conformes aux prescriptions des Normes internationales correspondantes (voir article 2), ainsi que les appareils suivants.

**6.2.3.1 Matériel d'électrolyse**.

**6.2.3.2 Électrode en platine**.

**6.2.4 Mode opératoire**

Effectuer la détermination en double.

**6.2.4.1 Prise d'essai**

Prélever et peser, à 0,1 mg près, environ 0,25 g de l'échantillon (voir article 5).

**6.2.4.2 Préparation de la solution d'essai**

Placer la prise d'essai (6.2.4.1) dans un bécher profond de 250 ml et ajouter 10 ml d'acide nitrique (6.2.2.1), 10 ml d'eau et une petite quantité de nitrate de cuivre (6.2.2.4).

Chauffer jusqu'à dissolution de la prise d'essai. Ajouter 10 gouttes de la solution de peroxyde d'hy-

drogène (6.2.2.2) et faire bouillir doucement pendant 10 min. Diluer avec environ 50 ml d'eau et ajouter 5 ml d'acide nitrique et une petite quantité d'urée (6.2.2.3). Porter à ébullition.

NOTE 2 Il peut subsister à ce stade un faible résidu insoluble, sans effet sur la détermination.

**6.2.4.3 Séparation du plomb par électrolyse sous forme  $\text{PbO}_2$**

NOTE 3 La valeur optimale de la tension d'électrolyse varie suivant l'équipement utilisé. Elle se situe entre 1,6 V et 2,8 V. Il convient donc d'effectuer une analyse préliminaire sur du chromate de plomb à teneur en plomb connue afin de déterminer la tension optimale, c'est-à-dire celle à laquelle le dépôt de dioxyde de plomb est total sans qu'on observe de dégagement gazeux. Les tensions indiquées dans la description qui suit n'ont que valeur d'exemple.

Avant de procéder à l'électrolyse, plonger trois fois l'électrode en platine (anode) (6.2.3.2) dans de l'acétone (6.2.2.5) pour la nettoyer de toute trace de graisse. Démarrer l'électrolyse à 2 V (voir note 3) sans agiter. Un dépôt apparaît au bout de quelques secondes. Réduire alors la tension jusqu'à 1,6 V à 1,7 V (voir note 3). Poursuivre l'électrolyse pendant 30 min, à environ 80 °C, en agitant doucement. Au bout de 30 min, surélever le bécher de 1 cm à 2 cm et poursuivre l'électrolyse pendant encore 15 min. Rabattre le bécher au niveau initial et vérifier visuellement la présence d'un dépôt de dioxyde de plomb sur l'électrode ainsi exposée. Si ce dépôt existe, poursuivre l'électrolyse pendant encore 15 min.

Une fois l'électrolyse terminée, sortir lentement l'électrode de la solution sans modifier la tension appliquée. La rincer immédiatement à l'eau, à l'aide d'une pissette.

**6.2.4.4 Détermination de la teneur en plomb par titrage complexométrique**

NOTE 4 Le molybdène et l'antimoine, lorsqu'ils sont présents, se déposent partiellement sous forme d'oxydes au cours de l'électrolyse. La présence de ces éléments n'a cependant pas d'influence sur les résultats de l'analyse titrimétrique.

Immerger pendant 15 min l'électrode en platine, avec son dépôt de dioxyde de plomb (voir 6.2.4.3), dans un bécher de 250 ml contenant 150 ml d'eau, 3 ml d'acide nitrique (6.2.2.1) et 2 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (6.2.2.2). Le dépôt se dissoudra rapidement. Retirer l'électrode en platine de la solution et la rincer immédiatement à l'eau. Décomposer le peroxyde d'hydrogène restant, par évaporation jusqu'à obtention d'un volume de solution d'environ 50 ml, puis ajouter environ 100 ml d'eau.



Ajouter 0,1 g du mélange d'orangé de xylénol (6.2.2.7) et de petites quantités d'hexaméthylènetétramine (6.2.2.8) jusqu'à ce que la coloration passe du jaune au rose. Ajouter un excès de 0,4 g à 0,5 g d'hexaméthylènetétramine. Titrer avec la solution d'EDTA (6.2.2.6), tout en agitant, jusqu'à ce que la coloration vire juste au jaune.

## 6.2.5 Expression des résultats

### 6.2.5.1 Mode de calcul

Calculer la teneur totale en plomb  $w(\text{Pb})$  du pigment, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w(\text{Pb}) = \frac{V \times 0,00518}{m_2} \times 100$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (6.2.2.6) utilisé pour le titrage;

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

0,00518 est le facteur de conversion des millilitres de solution d'EDTA,  $c(\text{EDTA}) = 0,025 \text{ mol/l}$ , en grammes de Pb.

S'il est nécessaire d'exprimer la teneur totale en plomb en pourcentage en masse de  $\text{PbO}$ , utiliser l'équation

$$w(\text{PbO}) = \frac{V \times 0,00558}{m_2} \times 100$$

où

$w(\text{PbO})$  est la teneur totale en plomb du pigment, exprimée en pourcentage en masse de  $\text{PbO}$ ;

$m_2$  et  $V$  ont les mêmes significations que ci-dessus;

0,00558 est le facteur de conversion des millilitres de solution d'EDTA,  $c(\text{EDTA}) = 0,025 \text{ mol/l}$ , en grammes de  $\text{PbO}$ .

Si les deux déterminations diffèrent de plus de 0,8 % ( $m/m$ ) Pb, recommencer les opérations.

Calculer la moyenne de deux déterminations variables et donner le résultat à 0,1 % ( $m/m$ ) près.

### 6.2.5.2 Fidélité

#### a) Répétabilité ( $r$ )

L'écart maximal que l'on peut s'attendre à obtenir,

avec une probabilité de 95 %, entre les résultats de deux essais effectués dans un intervalle de temps court par un même opérateur, dans un même laboratoire, sur un même produit, avec le même matériel et suivant la méthode d'essai normalisée, est de 0,85 %.

#### b) Reproductibilité ( $R$ )

L'écart maximal que l'on peut s'attendre à obtenir, avec une probabilité de 95 %, entre les résultats de deux essais effectués dans des laboratoires différents par des opérateurs différents suivant la méthode d'essai normalisée, est de 2,0 %.

## 7 Détermination de la teneur en plomb soluble

NOTE 5 La méthode d'extraction décrite en 7.1 dérive de celle prescrite dans l'ISO 6713:1984, *Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre*.

### 7.1 Extraction du plomb soluble

#### 7.1.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

**AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs selon les règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.**

**7.1.1.1 Acide chlorhydrique, dilué,**  
 $c(\text{HCl}) = 0,07 \text{ mol/l}$ .

**7.1.1.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.**

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique concentré [à environ 37 % ( $m/m$ ),  $\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$ ] à 1 volume d'eau.

#### 7.1.2 Appareillage

Utiliser de l'appareillage et de la verrerie courants de laboratoire conformes aux prescriptions des Normes internationales correspondantes (voir article 2), ainsi que les appareils suivants.

**7.1.2.1 Agitateur mécanique adéquat** (voir 7.1.3.2, troisième alinéa).

**7.1.2.2 pH-mètre avec électrodes.**

**7.1.2.3 Filtre à membrane** de porosité 0,15  $\mu\text{m}$ , ou tout autre filtre permettant d'obtenir un filtrat clair en 7.1.3.2.