
Norme internationale



3856/3

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

**Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» —
Partie 3 : Détermination de la teneur en baryum —
Méthode par spectroscopie d'émission atomique dans la flamme**

Paints and varnishes — Determination of "soluble" metal content — Part 3 : Determination of barium content — Flame atomic emission spectroscopic method

Première édition — 1980-08-01

CDU 667.6 : 543.423 : 546.431

Réf. n° : ISO 3856/3-1980 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, encre d'imprimerie, analyse chimique, dosage, produit en solution, métal, baryum, méthode spectroscopique.

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 confiée aux comités techniques de l'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 3856/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, et a été soumise aux comités membres en avril 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Pologne
Allemagne, R. F.	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Bulgarie	Italie	Turquie
Canada	Kenya	URSS
Corée, Rép. de	Mexique	
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» —

Partie 3 : Détermination de la teneur en baryum —

Méthode par spectroscopie d'émission atomique dans la flamme

0 Introduction

Ce document est une partie de l'ISO 3856, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles»*.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3856 spécifie une méthode par spectroscopie d'émission atomique dans la flamme (AES), pour la détermination de la teneur en baryum des solutions d'essai préparées conformément à l'ISO 6713 ou à d'autres Normes internationales appropriées.¹⁾

La méthode est applicable aux peintures présentant des teneurs en métaux «solubles» comprises entre environ 0,05 et 5 % (m/m).

D'autres méthodes peuvent être utilisées par accord entre les parties intéressées, mais, en cas de litige, la présente méthode AES doit être utilisée.

2 Références

ISO/R 385, *Burettes*.

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

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

ISO 6713, *Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides*.¹⁾

3 Principe

Mesurage de la radiation émise par le baryum dans une flamme de protoxyde d'azote/acétylène à une longueur d'onde de 553,5 nm. L'ionisation des atomes de baryum dans la flamme est supprimée par addition de chlorure de potassium.

4 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qua-

lité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Chlorure de potassium, solution à 50 g/l.

4.2 Acide chlorhydrique, solution à 0,07 mol/l.

Utiliser une solution d'acide chlorhydrique identique à celle qui est utilisée pour la préparation des solutions d'essai.

4.3 Protoxyde d'azote gazeux, dans une bouteille en acier.

4.4 Acétylène, dans une bouteille en acier.

4.5 Baryum, solution étalon correspondant à 1 g de Ba par litre.

Soit

a) transvaser le contenu d'une ampoule de solution étalon de baryum contenant exactement 1 g de Ba dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement,

soit

b) peser, à 1 mg près, 1,779 g de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), le dissoudre dans de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec la même solution d'acide chlorhydrique et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Ba.

4.6 Baryum, solution étalon correspondant à 20 mg de Ba par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 20 ml de la solution de baryum (4.5) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

1 ml de cette solution étalon contient 20 µg de Ba.

1) La préparation des extraits acides des feuillets secs et des peintures en poudre fera l'objet de Normes internationales ultérieures.

5 Appareillage

Pour cet essai, la verrerie de laboratoire doit être exempte de baryum.

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'émission atomique dans la flamme, muni d'un brûleur alimenté par du protoxyde d'azote et de l'acétylène.

5.2 Pipettes, de capacité appropriée, conformes aux spécifications de l'ISO 648.

5.3 Burettes, de 10 et 50 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO/R 385.

5.4 Fioles jaugées à un trait, de 50 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

Si disponible :

5.5 Appareil d'enregistrement.

Un enregistreur à compensation est recommandé.

6 Mode opératoire

6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.1.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une burette (5.3), les volumes de la solution étalon de baryum (4.6) indiqués dans le tableau suivant, ajouter 5 ml de la solution de chlorure de potassium (4.1), diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

Solution témoin n°	Solution étalon de baryum (4.6)	Concentration correspondante en Ba dans la solution témoin
	ml	µg/ml
0*	0	0
1	2	0,8
2	5	2,0
3	10	4,0
4	20	8,0
5	40	16,0

* Essai à blanc sur les réactifs pour la courbe d'étalonnage.

6.1.2 Mesurages spectroscopiques

Mesurer l'émission des solutions témoins dans le spectromètre (5.1), en suivant les conditions opératoires spécifiées par le fabricant de l'appareil.

Afin de déterminer et de corriger l'émission non spécifique due au calcium, mesurer en un point approprié voisin de la raie du baryum, ou enregistrer l'émission dans un intervalle de longueur d'onde compris entre 553,0 et 554,0 nm.

6.1.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, sur l'axe des abscisses, les masses, en milligrammes, de Ba contenues dans 1 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des émissions, corrigées pour l'émission non spécifique.

6.2 Solutions d'essai

6.2.1 Pigments et matières de charge

Dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié (volume V_3) de la solution obtenue selon le mode opératoire spécifié dans le paragraphe 7.2.1 de l'ISO 6713, de sorte que la concentration en baryum de la solution d'essai se situe dans le domaine d'étalonnage. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de potassium (4.1), diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.2.2 Fraction liquide de la peinture

Dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié (volume V_4) de la solution obtenue selon le mode opératoire spécifié dans le chapitre 8 de l'ISO 6713, de sorte que la concentration en baryum de la solution d'essai se situe dans le domaine d'étalonnage. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de potassium (4.1), diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.2.3 Autres solutions d'essai

Dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié de la solution obtenue selon le mode opératoire spécifié ou agréé, de sorte que la concentration en baryum de la solution d'essai se situe dans le domaine d'étalonnage. Ajouter 5 ml de la solution de chlorure de potassium (4.1), diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.3 Détermination

Procéder à trois mesurages de l'absorbance de chaque solution d'essai (6.2) dans le spectromètre, après avoir réglé l'appareil comme spécifié en 6.1.2. Mesurer d'abord l'émission de la solution d'acide chlorhydrique (4.2), puis celle de la solution d'essai et ensuite de nouveau celle de la solution d'acide chlorhydrique. Finalement, déterminer de nouveau les émissions des solutions témoins (6.1.1), afin de vérifier que le réglage de l'appareil n'a pas changé. Si l'émission d'une solution d'essai est plus élevée que celle de la solution témoin ayant la plus forte concentration en baryum, diluer de façon appropriée la solution d'essai avec un volume connu de la solution d'acide chlorhydrique (4.2).

7 Expression des résultats

7.1 Calculs

7.1.1 Pigments et matières de charge

La masse de baryum «soluble» contenue dans l'extrait à l'acide chlorhydrique, obtenu selon la méthode spécifiée dans le paragraphe 7.2.1 de l'ISO 6713, est donnée par l'équation

$$m_0 = \frac{a_1 - a_0}{10^6} \times \frac{V_1}{V_3} \times 50 \times F_1$$

$$= (a_1 - a_0) \times \frac{V_1}{V_3} \times F_1 \times 5 \times 10^{-5}$$

où

a_0 est la concentration en baryum, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai à blanc préparée selon la méthode spécifiée dans le paragraphe 7.3 de l'ISO 6713;

a_1 est la concentration en baryum, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

F_1 est le facteur de dilution comme indiqué en 6.3;

m_0 est la masse, en grammes, de baryum «soluble» contenue dans l'extrait à l'acide chlorhydrique;

V_1 est la somme du volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique et du volume d'éthanol utilisés pour l'extraction spécifiée dans le paragraphe 7.2.1 de l'ISO 6713 (supposé être 77 ml);

V_3 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de l'extrait à l'acide chlorhydrique plus l'éthanol prélevée pour l'essai.

La teneur en baryum «soluble» de la partie de pigment et de matière de charge de la peinture est donnée par l'équation

$$c_{Ba_1} = m_0 \times \frac{10^2}{m_1} \times \frac{P}{10^2}$$

$$= \frac{m_0 \times P}{m_1}$$

où

c_{Ba_1} est la teneur en baryum «soluble» de la partie de pigment et de matière de charge de la peinture, exprimée en pourcentage en masse de la peinture;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée en vue de la préparation de la solution spécifiée dans le paragraphe 7.2.1 de l'ISO 6713;

P est la teneur en pigment et matières de charge de la peinture, exprimée en pourcentage en masse, obtenue selon la méthode spécifiée dans le chapitre 6 de l'ISO 6713.

7.1.2 Fraction liquide de la peinture

La masse de baryum contenue dans la solution (extrait), obtenue selon la méthode spécifiée dans le chapitre 8 de l'ISO 6713, est donnée par l'équation

$$m_2 = \frac{b_1 - b_0}{10^6} \times \frac{V_2}{V_4} \times 50 \times F_2$$

$$= (b_1 - b_0) \times \frac{V_2}{V_4} \times F_2 \times 5 \times 10^{-5}$$

où

b_0 est la concentration en baryum, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai à blanc préparée selon la méthode spécifiée dans le paragraphe 6.5 de l'ISO 6713;

b_1 est la concentration en baryum, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

F_2 est le facteur de dilution comme indiqué en 6.3;

m_2 est la masse, en grammes, de baryum contenue dans la solution obtenue selon la méthode spécifiée dans le chapitre 8 de l'ISO 6713;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution (100 ml) obtenue selon la méthode spécifiée dans le chapitre 8 de l'ISO 6713;

V_4 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution prélevée pour l'essai.

La teneur en baryum de la fraction liquide de la peinture est donnée par l'équation

$$c_{Ba_2} = \frac{m_2}{m_3} \times 10^2$$

où

c_{Ba_2} est la teneur en baryum de la fraction liquide de la peinture, exprimée en pourcentage en masse de la peinture;

m_3 est la masse totale, en grammes, de la peinture introduite dans le jeu de tubes, comme spécifié dans le paragraphe 6.4 de l'ISO 6713.

7.1.3 Peinture

La teneur totale en baryum «soluble» de la peinture est donnée par la somme des résultats obtenus suivant 7.1.1 et 7.1.2, soit :

$$c_{Ba_3} = c_{Ba_1} + c_{Ba_2}$$

où c_{Ba_3} est la teneur totale en baryum «soluble» de la peinture, exprimée en pourcentage en masse.

7.1.4 Autres solutions d'essai

Si les solutions d'essai ont été préparées selon des méthodes différentes de celles qui sont décrites dans l'ISO 6713 (voir 6.2.3), il est nécessaire de modifier les équations pour le calcul de la teneur en baryum données en 7.1.1 et 7.1.2.

7.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir au moins les informations suivantes :

a) le type et l'identification du produit essayé;

b) une référence à la présente Norme internationale (ISO 3856/3) ou à une norme nationale correspondante;

c) la méthode de séparation de la fraction solide du produit essayé, conformément au chapitre 6 de l'ISO 6713 (méthode A, B ou C);

d) le solvant ou le mélange de solvants utilisé pour l'extraction;

e) toute modification, par accord ou autrement, du mode opératoire spécifié;

f) les résultats des essais, exprimés en pourcentage en masse du produit, c'est-à-dire la teneur en baryum «soluble» du pigment et de la matière de charge, la teneur en baryum de la fraction liquide de la peinture et la teneur totale en baryum «soluble» de la peinture;

g) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3856-3:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dead8abe-ab8f-426a-b03c-897f9d3a5ea0/iso-3856-3-1980>