
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 spectrométrie d'émission atomique dans la flamme**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Paints and varnishes — Determination of “soluble” metal content — Part 3: Determination of barium content — Flame atomic emission spectrometric method

ISO 3856-3:1984

Deuxième édition — 1984-11-01

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c7b37f-9ab4-4f45-9cbc-665e904137d0/iso-3856-3-1984

CDU 667.6 : 543.423 : 546.431

Réf. n° : ISO 3856/3-1984 (F)

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

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3856/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

[ISO 3856-3:1984](#)

La Norme internationale ISO 3856/3 a été pour la première fois publiée en 1980. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision complète.

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

Partie 3: Détermination de la teneur en baryum —

Méthode par spectrométrie d'émission atomique dans la flamme

0 Introduction

Cette Norme internationale 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 décrit une méthode par spectrométrie d'émission atomique dans la flamme (AES), pour la détermination de la teneur en baryum des solutions d'essai préparées selon l'ISO 6713 ou selon d'autres Normes internationales appropriées.

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

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

2 Références

ISO 385/1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*.¹⁾

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

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

ISO 3696, *Eau à usage de laboratoire — Spécifications*.²⁾

ISO 6713, *Peintures et vernis — Préparation des extraits acides des peintures liquides ou en poudre*.

3 Principe

Aspiration de la solution d'essai dans une flamme de protoxyde d'azote/acétylène. Mesurage de la radiation émise par le baryum 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 qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

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

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

Utiliser un acide chlorhydrique identique à celui qui est utilisé pour la préparation des solutions d'essai selon l'ISO 6713. (Voir 6.2.)

4.3 Protoxyde d'azote, de qualité du commerce, dans une bouteille en acier.

4.4 Acétylène, de qualité du commerce, dans une bouteille en acier.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO R/385-1964.)

2) Actuellement au stade de projet.

4.5 Baryum, solution étalon mère contenant 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 l'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement ;

soit

b) peser, à 1 mg près, 1,779 g de chlorure de baryum dihydraté ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$), le dissoudre dans de l'acide chlorhydrique (4.2), dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec le même acide chlorhydrique et mélanger soigneusement.

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

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

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

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

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

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, convenant pour des mesurages à une longueur d'onde de 553,5 nm et muni d'un brûleur alimenté par du protoxyde d'azote et de l'acétylène.

5.2 Pipettes, de capacité appropriée (voir 6.2), conformes aux spécifications de l'ISO 648.

5.3 Burettes, de 10 et 50 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 385/1.

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

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

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 et ajouter 5 ml de la solution de chlorure de potassium (4.1). Diluer chacun de ceux-ci jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

Solution témoin n°	Volume de la 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
3	10	4
4	20	8
5	40	16

* Solution témoin à blanc.

6.1.2 Mesurages spectrométriques

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 constante due à la présence du 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 Courbe d'étalonnage

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 Pigment de la peinture liquide et de la peinture en poudre

Dans des fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié (volume V_3) de chacune des solutions obtenues selon le mode opératoire décrit dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713, de sorte que la concentration en baryum de chaque 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 l'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.2.2 Fraction liquide de la peinture

Dans des fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié (volume V_4) de chacune des solutions obtenues selon le mode opératoire décrit dans le paragraphe 9.3 de l'ISO 6713, de sorte que la concentration en baryum de chaque 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 l'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.2.3 Autres solutions d'essai

Dans des fioles jaugées de 50 ml (5.4), introduire, à l'aide d'une pipette, un volume approprié de chacune des solutions obtenues selon le mode opératoire spécifié ou agréé, de sorte que la concentration en baryum de chaque 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 l'acide chlorhydrique (4.2) et mélanger soigneusement.

6.3 Détermination

Mesurer d'abord l'émission de l'acide chlorhydrique (4.2) dans le spectromètre (5.1) après l'avoir réglé comme décrit en 6.1.2. Mesurer alors l'émission de chaque solution d'essai (6.2) trois fois et ensuite à nouveau celle de l'acide chlorhydrique. Finalement, déterminer à nouveau l'émission de la solution témoin n° 4 (voir 6.1.1) de façon à vérifier que la réponse 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 (facteur de dilution F) avec un volume connu d'acide chlorhydrique (4.2).

7 Expression des résultats

7.1 Calculs

7.1.1 Pigment de la peinture liquide

Calculer la masse de baryum «soluble» contenue dans l'extrait à l'acide chlorhydrique, obtenu selon la méthode décrite dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713, à l'aide de 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 décrite dans le paragraphe 8.4 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, d'acide chlorhydrique et du volume d'éthanol utilisés pour l'extraction décrite dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713 (supposé être de 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.

Calculer la teneur en baryum «soluble» de la partie de pigment de la peinture à l'aide de l'équation

$$c_{Ba1} = m_0 \times \frac{10^2}{m_1} \times \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \times P}{m_1}$$

où

c_{Ba1} est la teneur en baryum «soluble» de la partie de pigment 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 décrite dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713;

P est la teneur en pigment de la peinture liquide, exprimée en pourcentage en masse, obtenue selon la méthode appropriée décrite dans le chapitre 6 de l'ISO 6713.

7.1.2 Fraction liquide de la peinture

Calculer la masse de baryum contenue dans la solution (extrait), obtenue selon la méthode décrite dans le paragraphe 9.3 de l'ISO 6713, à l'aide de 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 décrite 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 fraction liquide de la peinture;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution obtenue selon la méthode décrite dans le paragraphe 9.3 de l'ISO 6713 (= 100 ml);

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

Calculer la teneur en baryum de la fraction liquide de la peinture à l'aide de l'équation

$$c_{Ba2} = \frac{m_2}{m_3} \times 10^2$$

où

c_{Ba2} 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 décrit dans le paragraphe 6.4 de l'ISO 6713.

7.1.3 Peinture liquide

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

$$c_{Ba3} = c_{Ba1} + c_{Ba2}$$

où c_{Ba3} est la teneur totale en baryum «soluble» de la peinture, exprimée en pourcentage en masse.

7.1.4 Peinture en poudre

La teneur totale en baryum «soluble» de la peinture en poudre est obtenue après modification appropriée des calculs donnés en 7.1.1.

7.1.5 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 mentionner au moins les informations suivantes :

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 3856/3);
- c) la méthode de séparation de la fraction solide du produit essayé, selon le chapitre 6 de l'ISO 6713 (méthode A, B ou C), le cas échéant¹⁾;
- d) le solvant ou le mélange de solvants utilisé pour l'extraction, le cas échéant¹⁾;
- e) les résultats de l'essai, exprimés en pourcentage en masse du produit, soit
 - la teneur en baryum «soluble» de la partie de pigment de la peinture, la teneur en baryum de la fraction liquide de la peinture et la teneur totale en baryum «soluble» de la peinture liquide,
 soit
 - la teneur totale en baryum «soluble» de la peinture en poudre;
- f) tout écart, par accord ou autrement, au mode opératoire spécifié;
- g) la date de l'essai.

1) Non nécessaire pour les peintures en poudre (voir chapitre 7 de l'ISO 6713).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3856-3:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c7b37f-9ab4-4f45-9cbc-665e904137d0/iso-3856-3-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3856-3:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7c7b37f-9ab4-4f45-9cbc-665e904137d0/iso-3856-3-1984>