

---

# Norme internationale



# 3856/5

---

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

---

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

**Partie 5 : Détermination du chrome hexavalent contenu dans la partie de pigment et de matière de charge de la peinture — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine**

*Paints and varnishes — Determination of "soluble" metal content — Part 5 : Determination of hexavalent chromium content of the pigment and extender portion of the paint — Diphenylcarbazine spectrophotometric method*

**Première édition — 1980-08-15**

---

**CDU 667.6 : 543.42 : 546.766**

**Réf. n° : ISO 3856/5-1980 (F)**

**Descripteurs :** peinture, vernis, encre d'imprimerie, analyse chimique, dosage, produit en solution, métal, chrome, méthode spectrophotométrique, diphénylcarbazine.

## 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 3856/5 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'	Égypte, Rép. arabe d'	<del>Mexique</del>
Allemagne, R. F.	France	Norvège
Australie	Inde	Pologne
Autriche	Iran	Roumanie
Brésil	Irlande	Suède
Bulgarie	Israël	Suisse
Canada	Italie	Turquie
Corée, Rép. de	Kenya	URSS

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Royaume-Uni \*

\* estimant que les parties 5 et 6 de l'ISO 3856 doivent être combinées.

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

## Partie 5 : Détermination du chrome hexavalent contenu dans la partie de pigment et de matière de charge de la peinture — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine

### 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 spectrophotométrique à la diphénylcarbazine, pour la détermination de la teneur en chrome hexavalent «soluble» de l'extrait à l'acide chlorhydrique de la fraction du produit contenant le pigment et la matière de charge, préparé conformément au chapitre 7 de l'ISO 6713 ou à d'autres normes internationales appropriées.<sup>1)</sup>

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, à condition que les méthodes soient spécifiques au chrome hexavalent, mais, en cas de litige, la présente méthode spectrophotométrique doit être utilisée.

### 2 Références

ISO/R 385, *Burettes*.

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

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

### 3 Principe

Formation d'un complexe coloré à partir du chrome hexavalent et d'une solution de diphénylcarbazine. Après addition d'acide orthophosphorique et d'acide sulfurique, mesurage spectrophotométrique de la coloration à une longueur d'onde d'environ 540 nm.

### 4 Réactifs

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

#### 4.1 Diphénylcarbazine, solution.

Dissoudre 0,25 g de diphénylcarbazine dans un mélange formé de 50 ml d'acétone et de 50 ml d'eau.

#### 4.2 Hydroxyde de sodium, solution à 2 mol/l.

#### 4.3 Acide sulfurique, solution à 1 mol/l.

#### 4.4 Acide orthophosphorique, solution à environ 85 % (*m/m*), $\rho$ approximativement 1,69 g/ml.

#### 4.5 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.

#### 4.6 Chrome hexavalent, solution étalon correspondant à 100 mg de Cr(VI) par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 282,9 mg de dichromate de potassium, les dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon contient 100  $\mu$ g de Cr(VI).

#### 4.7 Chrome hexavalent, solution étalon correspondant à 1 mg de Cr(VI) par litre.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de chrome hexavalent (4.6) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) et mélanger soigneusement.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

1 ml de cette solution étalon contient 1  $\mu$ g de Cr(VI).

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

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Spectrophotomètre**, permettant des mesurages à une longueur d'onde d'environ 540 nm, muni de cuves de 10 ou 20 mm de parcours optique.

**5.2 pH-mètre**, avec électrode en verre et électrode de référence.

**5.3 Burette**, de 50 ml de capacité, conforme 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.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

**6.1.1 Préparation des solutions colorimétriques étalons**, se rapportant à des mesurages spectrophotométriques effectués dans des cuves de 10 ou 20 mm de parcours optique

Dans une série de cinq béchers de 50 ml, introduire, à l'aide de la burette (5.3), les volumes de la solution étalon de chrome hexavalent (4.7) indiqués dans le tableau suivant.

Solution colorimétrique étalon n°	Solution étalon de chrome hexavalent (4.7)	Concentration correspondante en Cr(VI) dans la solution colorimétrique
	ml	µg/ml
0*	0	0
1	5	0,1
2	10	0,2
3	15	0,3
4	20	0,4

\* Solution de compensation.

Traiter le contenu de chaque bécher de la façon suivante :

Ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2). En utilisant le pH-mètre (5.2), ajuster le pH de la solution à 7,0 par addition de la solution d'acide sulfurique (4.3). Ajouter 2 ml de la solution de diphénylcarbazine (4.1) et 1 à 2 ml de la solution d'acide orthophosphorique (4.4) en même temps que 5 ml de la solution d'acide sulfurique (4.3). Transvaser dans une fiole jaugée de 50 ml (5.4), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

### 6.1.2 Mesurages spectrophotométriques

Mesurer immédiatement les absorbances des solutions colorimétriques étalons (6.1.1) à l'aide du spectrophotomètre (5.1) à la longueur d'onde d'absorption maximale (environ 540 nm) par

rapport à l'eau dans la cuve de référence. Avant chaque mesurage, rincer les cuves avec de la solution colorimétrique étalon. Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des autres solutions colorimétriques étalons.

### 6.1.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de Cr(VI) contenues dans 1 ml de solution colorimétrique étalon et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances. Si le mode opératoire a été correctement appliqué, la courbe d'étalonnage doit être une droite.

## 6.2 Solution d'essai

Utiliser la solution obtenue selon le mode opératoire spécifié dans le paragraphe 7.2.1 de l'ISO 6713 ou selon un autre mode opératoire spécifié ou agréé.

## 6.3 Détermination

Dans un bécher de 50 ml, introduire, à l'aide de la burette (5.3), un volume de la solution d'essai (6.2) tel que son absorbance se situe sur la courbe d'étalonnage. Traiter la solution comme spécifié en 6.1.1. Mesurer l'absorbance comme spécifié en 6.1.2.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Calculs

La masse de chrome hexavalent «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

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

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

où

$a_0$  est la concentration en chrome hexavalent, 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 chrome hexavalent, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

$m_0$  est la masse, en grammes, de chrome hexavalent «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 (supposée 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 chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment et de matière de charge de la peinture est donnée par l'équation

$$c_{Cr_1} = m_0 \times \frac{10^2}{m_1} \times \frac{P}{10^2}$$

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

où

$c_{Cr_1}$  est la teneur en chrome hexavalent «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.

NOTE — La teneur totale en chrome «soluble» de la peinture liquide, comprenant la teneur en chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment et de matière de charge et la teneur totale en chrome de la fraction liquide de la peinture, et exprimée en pourcentage en masse de la peinture, est donnée par la somme des résultats obtenus suivant l'ISO 3856/6 et la présente partie de l'ISO 3856.

Si la solution d'essai a été préparée selon une méthode différente de celle qui est décrite dans l'ISO 6713 (voir 6.2), il est nécessaire de modifier les équations pour le calcul de la teneur en chrome hexavalent données précédemment.

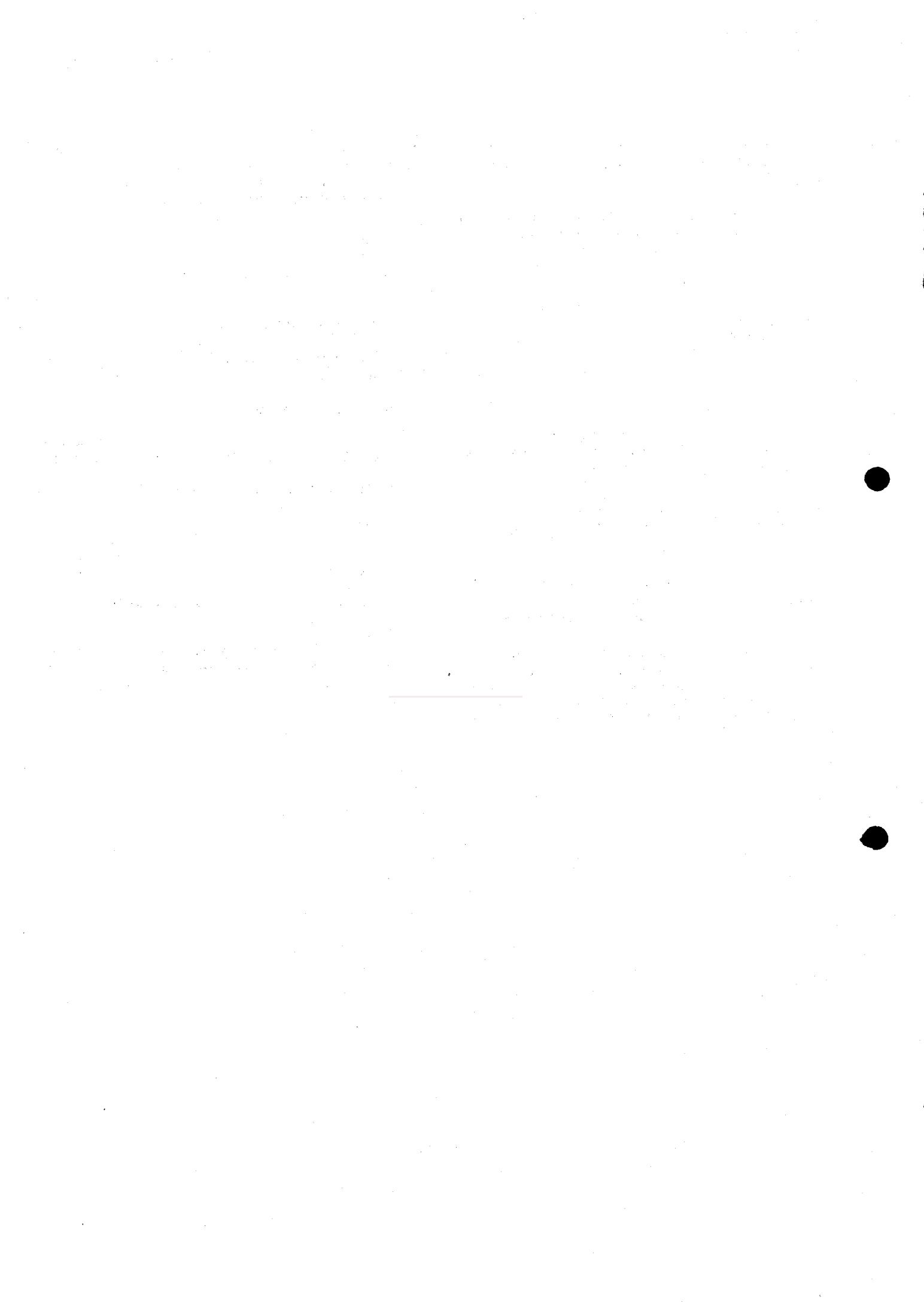
## 7.2 Fidélité

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 3856/5) 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) le résultat de l'essai, exprimé en pourcentage en masse de la peinture, c'est-à-dire la teneur en chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment et de matière de charge de la peinture;
- g) la date de l'essai.



**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 3856-5:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/13109f7c-3af9-4ff8-9001-07e655213a8a/iso-3856-5-1980>