
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 le pigment de la peinture liquide ou de la peinture en poudre — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine (standards.iteh.ai)**

Paints and varnishes — Determination of "soluble" metal content. Part 5: Determination of hexavalent chromium content of the pigment portion of the liquid paint or the paint in powder form — Diphenylcarbazide spectrophotometric method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/103aeaa9b219/iso-3856-5-1984>

Deuxième édition — 1984-11-01

CDU 667.6 : 543.42 : 546.766

Réf. n° : ISO 3856/5-1984 (F)

Descripteurs : peinture, vernis, encre d'imprimerie, pigment, analyse chimique, dosage, chrome, méthode spectrochimique, 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 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 3856/5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

[ISO 3856-5:1984](#)

La Norme internationale ISO 3856/5 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 5: Détermination du chrome hexavalent contenu dans le pigment de la peinture liquide ou de la peinture en poudre — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine

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 spectrophotométrique à la diphénylcarbazine, pour la détermination de la teneur en chrome hexavalent «soluble» de l'extrait à l'acide chlorhydrique de la fraction contenant le pigment de la peinture liquide ou de la peinture en poudre, préparé selon le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713 ou selon d'autres Normes internationales appropriées.

La méthode est applicable aux peintures présentant des teneurs en chrome hexavalent «soluble» 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 du chrome hexavalent, mais la présente méthode spectrophotométrique est la méthode de référence en cas de litige.

2 Références

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

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

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 dans la région de 540 nm.

4 Réactifs

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 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, $c(\text{NaOH}) = 2 \text{ mol/l}$.

4.3 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$.

4.4 Acide orthophosphorique, à environ 85 % (m/m) (ρ approximativement 1,69 g/ml).

4.5 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.)

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

2) Actuellement au stade de projet.

4.6 Chrome hexavalent, solution étalon mère contenant 100 mg de Cr(VI) par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 282,9 mg de dichromate de potassium sec, 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 mère contient 100 µg de Cr(VI).

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

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

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

1 ml de cette solution étalon contient 1 µg de Cr(VI).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectrophotomètre, convenant pour des mesurages à une longueur d'onde d'environ 540 nm et 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 385/1.

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

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

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°	Volume de la solution étalon de chrome hexavalent (4.7)	Concentration correspondante en Cr(VI) dans la solution colorimétrique étalon
	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 d'acide sulfurique (4.3). Ajouter 2 ml de la solution de diphénylcarbazine (4.1) et 1 à 2 ml d'acide orthophosphorique (4.4) en même temps que 5 ml 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.

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 la cuve avec de la solution colorimétrique étalon. Déduire l'absorbance de la solution de compensation de celles des autres solutions colorimétriques étalons.

6.1.3 Courbe d'étalonnage

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 Solutions d'essai

Utiliser les solutions obtenues selon le mode opératoire décrit dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713 ou selon d'autres modes opératoires spécifiés ou agréés.

6.3 Détermination

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

7 Expression des résultats

7.1 Calculs

Calculer la masse de chrome hexavalent « 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

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

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

où

a_0 est la concentration en chrome hexavalent, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai à blanc préparée selon la méthode décrite dans le paragraphe 8.4 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, d'acide chlorhydrique et du volume d'éthanol utilisés pour l'extraction décrite dans le paragraphe 8.2.3 de l'ISO 6713 (supposée 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 chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment de la peinture à l'aide de l'équation

$$c_{Cr1} = m_0 \times \frac{10^2}{m_1} \times \frac{P}{10^2} = \frac{m_0 \times P}{m_1}$$

où

c_{Cr1} est la teneur en chrome hexavalent «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.

NOTES

1 La teneur totale en chrome «soluble» de la peinture liquide, comprenant la teneur en chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment 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.

2 La teneur totale en chrome hexavalent «soluble» de la peinture en poudre est obtenue après modification appropriée des calculs donnés en 7.1.

Si les solutions d'essai ont été préparées selon des méthodes différentes de celles qui sont décrites 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 mentionner au moins les informations suivantes:

- a) le type et l'identification du produit essayé;
- b) la référence à la présente Norme internationale (ISO 3856/5);
- 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 chrome hexavalent «soluble» de la partie de pigment de la peinture liquide,
 - soit
 - la teneur totale en chrome hexavalent «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 3856-5:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34744a5a-ddfb-4ea5-bbc2-103aeaa9b219/iso-3856-5-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3856-5:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34744a5a-ddfb-4ea5-bbc2-103aeaa9b219/iso-3856-5-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3856-5:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/34744a5a-ddfb-4ea5-bbc2-103aeaa9b219/iso-3856-5-1984>