
**Matières de charge pour peintures —
Spécifications et méthodes d'essai —**

**Partie 17:
Silicate de calcium précipité**

*Extenders for paints — Specifications and methods of test —
Part 17: Precipitated calcium silicate*
(standards.iteh.ai)

[ISO 3262-17:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3262-17:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000>

© ISO 2000

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 734 10 79
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Terme et définition	2
4 Spécifications et méthodes d'essai	2
5 Échantillonnage	2
6 Détermination de la teneur en silice	3
7 Détermination de la composition par spectrométrie	6
8 Détermination du refus sur tamis	10
9 Rapport d'essai	11

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-17:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afèbb20/iso-3262-17-2000>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 3262 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 3262-17 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 2, *Pigments et matières de charge*.

La présente partie de l'ISO 3262 et les autres parties (voir ci-dessous) annulent et remplacent l'ISO 3262:1975, qui a fait l'objet d'une révision technique. La partie 1 comprend la définition du terme «matière de charge» et présente un certain nombre de méthodes d'essai qui s'appliquent à la plupart des matières de charge; la partie 2 et les parties suivantes prescrivent les exigences et, s'il y a lieu, les méthodes d'essai particulières s'appliquant à des matières de charge données.

L'ISO 3262 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Matières de charge pour peintures — Spécifications et méthodes d'essai*:

- *Partie 1: Introduction et méthodes d'essai générales*
- *Partie 2: Barytine (sulfate de baryum naturel)*
- *Partie 3: Blanc fixe*
- *Partie 4: Craie*
- *Partie 5: Carbonate de calcium cristallin naturel*
- *Partie 6: Carbonate de calcium précipité*
- *Partie 7: Dolomite*
- *Partie 8: Kaolin naturel*
- *Partie 9: Kaolin calciné*
- *Partie 10: Talc et chlorite naturels sous forme lamellaire*
- *Partie 11: Talc naturel sous forme lamellaire, contenant des carbonates*

- *Partie 12: Mica de type muscovite*
- *Partie 13: Quartz naturel broyé*
- *Partie 14: Cristobalite*
- *Partie 15: Silice vitreuse*
- *Partie 16: Alumines hydratées*
- *Partie 17: Silicate de calcium précipité*
- *Partie 18: Silicoaluminate de sodium précipité*
- *Partie 19: Silice précipitée*
- *Partie 20: Silice pyrogénée*
- *Partie 21: Sable de silice (quartz naturel non broyé)*
- *Partie 22: Kieselguhr, flux-calciné*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3262-17:2000](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-17:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6eb69e84-10e1-4854-bcca-7f095afebb20/iso-3262-17-2000>

Matières de charge pour peintures — Spécifications et méthodes d'essai —

Partie 17: Silicate de calcium précipité

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 3262 prescrit les spécifications et les méthodes d'essai correspondantes pour le silicate de calcium précipité.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 3262. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 3262 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

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

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

ISO 3262-1:1997, *Matières de charge pour peintures — Spécifications et méthodes d'essai — Partie 1: Introduction et méthodes d'essai générales.*

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

ISO 5794-1:1994, *Ingédients de mélange de caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut.*

ISO 15528:—¹⁾, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 842:1984 et de l'ISO 1512:1991)

3 Terme et définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 3262, le terme et la définition suivants s'appliquent.

3.1

silicate de calcium précipité

silicate amorphe précipité par réaction d'une solution de silicate de sodium avec un acide minéral et/ou un sel de calcium

4 Spécifications et méthodes d'essai

Pour le silicate de calcium précipité conforme à la présente partie de l'ISO 3262, les spécifications essentielles sont données dans le Tableau 1 et les spécifications optionnelles dans le Tableau 2.

Tableau 1 — Spécifications essentielles

Caractéristique	Unité	Spécification	Méthode d'essai
Teneur en silice, min.	% (m/m)	75	Voir article 6 ou 7
Teneur en oxydes		1 à 5	Voir article 7
— Na ₂ O			
— CaO	2 à 24		
Refus sur tamis de 45 µm, max.	% (m/m)	2	Voir article 8
Matières volatiles à 105 °C, max.	% (m/m)	10	ISO 787-2
Perte au feu	% (m/m)	3 à 10	ISO 3262-1
Prise d'huile ^a , min.	g/100 g	80	ISO 787-5
pH de la suspension aqueuse	—	8 à 12	ISO 787-9

^a Une méthode d'essai permettant une meilleure reproductibilité et une meilleure répétabilité est décrite dans la norme ASTM D 2414-97, *Standard Test method for carbon black — n-Dibutyl phthalate absorption number*. Les résultats ne peuvent cependant pas être comparés directement avec ceux de la prise d'huile selon l'ISO 787-5.

Tableau 2 — Spécifications optionnelles

Caractéristique	Unité	Spécification	Méthode d'essai
Répartition granulométrique (méthode instrumentale)	% (m/m)	À convenir entre les parties concernées	À convenir entre les parties concernées
Blancheur	%		À convenir entre les parties concernées ^a
Surface spécifique	m ² /g		ISO 5794-1:1994, annexe D

^a Méthode d'essai en cours d'élaboration.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, comme décrit dans l'ISO 15528.

6 Détermination de la teneur en silice

6.1 Principe

Une prise d'essai est traitée plusieurs fois à l'acide chlorhydrique et évaporée jusqu'à siccité. Pour rendre l'acide silicique déshydraté ainsi obtenu aussi insoluble que possible, on le chauffe pendant 2 h à (140 ± 5) °C. Les chlorures éventuellement présents sont extraits par traitement du précipité à l'acide chlorhydrique dilué à chaud.

Le précipité est calciné à 1 000 °C, donnant un dioxyde de silicium impur qui est traité avec un mélange d'acide sulfurique et d'acide fluorhydrique. Le tétrafluorure de silicium obtenu est évaporé et la teneur en silice est calculée à partir de la perte de masse.

6.2 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.

6.2.1 Acide chlorhydrique, concentré à environ 32 % (m/m), $\rho \approx 1,16$ g/ml.

6.2.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (6.2.1) à 1 volume d'eau.

6.2.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

Ajouter lentement 1 volume d'acide sulfurique concentré à environ 96 % (m/m), $\rho \approx 1,84$ g/ml, à 1 volume d'eau.

6.2.4 Acide fluorhydrique, concentré à environ 40 % (m/m), $\rho \approx 1,13$ g/ml.

6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.3.1 Capsule.

6.3.2 Creuset en platine.

6.3.3 Bain d'eau, pouvant être maintenu à 100 °C.

6.3.4 Évaporateur à infrarouge.

6.3.5 Four à moufle, pouvant être maintenu à $(1\ 000 \pm 20)$ °C.

6.3.6 Étuve, pouvant être maintenue à (140 ± 5) °C.

6.3.7 Papier filtre.

Le papier filtre utilisé pour la filtration de la silice doit avoir une texture qui retient les plus petites particules de précipité et permet néanmoins une filtration rapide²⁾.

6.3.8 Dessiccateur, contenant du perchlorate de magnésium comme agent desséchant.

2) Par exemple Whatman n° 40 ou n° 41 ou Schleicher und Schüll n° 589/2 «Bande blanche».

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Nombre de déterminations

Effectuer chaque détermination en double.

6.4.2 Prise d'essai

Peser, à 0,2 mg près, environ 1 g (m_0) de l'échantillon (voir article 5) dans la capsule (6.3.1).

6.4.3 Détermination

Ajouter lentement 20 ml d'acide chlorhydrique concentré (6.2.1) et évaporer jusqu'à siccité sous l'évaporateur à infrarouge (6.3.4). Ajouter à nouveau 20 ml d'acide chlorhydrique concentré et laisser évaporer jusqu'à siccité. Répéter cette opération encore une fois. Après la troisième évaporation, placer la capsule pendant 2 h dans l'étuve (6.3.6) maintenue à (140 ± 5) °C.

Retirer la capsule de l'étuve et laisser refroidir. Ajouter au résidu dans la capsule 50 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (6.2.2), porter au bain-d'eau (6.3.3) à 100 °C pendant environ 20 min. Filtrer sur un papier filtre approprié (6.3.7) et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à neutralité.

Verser le filtrat et les eaux de lavage dans la capsule de départ, et évaporer jusqu'à siccité. Répéter l'évaporation deux autres fois en ajoutant chaque fois 10 ml d'acide chlorhydrique concentré au résidu. Après la troisième évaporation, chauffer à (140 ± 5) °C pendant 2 h dans l'étuve.

Ajouter au résidu, dans la capsule, 20 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1, porter au bain d'eau à 100 °C pendant environ 10 min. Filtrer sur un papier filtre neuf et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à neutralité des rinçures.

Si l'on considère que ceci est nécessaire, vérifier si le filtrat contient du silicium qui n'a pas été retenu par le filtre.

Placer les deux filtres avec les précipités lavés dans le creuset en platine (6.3.2). Sécher à basse température, puis calciner dans le four à moufle (6.3.5) à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (il faut environ 1 h) et laisser refroidir dans le dessiccateur (6.3.8). Peser le précipité calciné à 0,2 mg près (m_1).

Mouiller le précipité calciné dans le creuset en platine avec 2 ml à 3 ml d'eau, 1 ml d'acide sulfurique dilué 1 + 1 (6.2.3) et 15 ml d'acide fluorhydrique (6.2.4) et évaporer jusqu'à consistance sirupeuse, en prenant soin d'éviter des pertes par projection. Laisser refroidir le creuset et, en le retournant, laver les côtés avec de petites quantités d'eau. Ajouter encore 10 ml d'acide fluorhydrique et évaporer jusqu'à siccité. Si l'évaporation du tétrafluorure de silicium n'est pas complète, ajouter encore 10 ml d'acide fluorhydrique et évaporer de nouveau jusqu'à siccité.

Chauffer le résidu jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées blanches, puis calciner dans le four à moufle à $(1\ 000 \pm 20)$ °C pendant 30 min. Retirer le creuset du four, laisser refroidir dans le dessiccateur et peser à 0,2 mg près (m_2).

6.4.4 Détermination de la perte au feu totale

Peser, à 0,2 mg près, environ 1 g (m_3) de l'échantillon (voir article 5) dans le creuset en platine.

NOTE Il est possible de procéder en même temps à la pesée de la prise d'essai pour la détermination de la teneur en silice (voir 6.4.2) et pour la détermination de la perte au feu totale.

Calciner la prise d'essai dans le four à moufle (6.3.5) à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (il faut environ 2 h) et laisser refroidir dans le dessiccateur. Peser la prise d'essai calcinée à 0,2 mg près (m_4).

Calculer la perte au feu totale $w(\text{TLI})$, exprimée en pourcentage en masse, au moyen de l'équation suivante:

$$w(\text{TLI}) = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100$$

où

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai avant calcination;

m_4 est la masse, en grammes, de la prise d'essai calcinée.

Calculer la moyenne des deux déterminations et consigner le résultat à 0,1 % près.

6.5 Expression des résultats

Calculer la teneur en silice $w(\text{SiO}_2)$, exprimée en pourcentage en masse, au moyen de l'équation suivante:

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \left[1 - \frac{w(\text{TLI})}{100} \right]} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 6.4.2),

m_1 est la masse, en grammes, de la silice impure déshydratée après calcination à $(1\,000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (voir 6.4.3) ;

m_2 est la masse, en grammes, de la silice impure après traitement à l'acide fluorhydrique et calcination jusqu'à masse constante (voir 6.4.3),

$w(\text{TLI})$ est la perte au feu totale, déterminée en 6.4.4.

Calculer la moyenne des deux déterminations et consigner le résultat à 0,1 % près.

6.6 Fidélité

6.6.1 Répétabilité r

La répétabilité r est la valeur au-dessous de laquelle on doit s'attendre à ce que se situe la différence absolue entre deux résultats d'essai, chaque résultat étant égal à la moyenne d'un essai double, quand cette méthode est utilisée dans des conditions de répétabilité. Dans ce cas, les résultats d'essai sont obtenus sur un même produit, par un même opérateur dans un même laboratoire dans un court intervalle de temps. Pour la présente partie de l'ISO 3262, $r = 0,6$ %, avec une probabilité de 95 %.

6.6.2 Reproductibilité R

Aucune valeur n'est disponible à l'heure actuelle.