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

**Partie 19:
Silice précipitée**

Extenders — Specifications and methods of test —

Part 19: Precipitated silica
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-19:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/162c4ede-dc27-42ec-a936-4317448c3415/iso-3262-19-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 3262-19:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/162c4ede-dc27-42ec-a936-4317448c3415/iso-3262-19-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Exigences et méthodes d'essai	2
5 Échantillonnage	2
6 Détermination de la teneur en silice	3
6.1 Principe.....	3
6.2 Réactifs.....	3
6.3 Appareillage.....	3
6.4 Mode opératoire.....	4
6.4.1 Nombre de déterminations.....	4
6.4.2 Prise d'essai.....	4
6.4.3 Détermination.....	4
6.4.4 Détermination de la perte au feu totale.....	5
6.5 Expression des résultats.....	5
6.6 Fidélité.....	5
6.6.1 Répétabilité, r	5
6.6.2 Reproductibilité, R	6
7 Détermination de la teneur en carbone	6
7.1 Principe.....	6
7.2 Réactifs et matériaux.....	6
7.3 Appareillage.....	6
7.4 Mode opératoire.....	7
7.4.1 Préparation de l'appareillage.....	7
7.4.2 Étalonnage.....	7
7.4.3 Détermination.....	7
7.5 Expression des résultats.....	8
7.6 Fidélité.....	8
8 Détermination du refus sur tamis	8
8.1 Principe.....	8
8.2 Matériau.....	8
8.3 Appareillage.....	8
8.4 Mode opératoire.....	9
8.4.1 Nombre de déterminations.....	9
8.4.2 Prise d'essai.....	9
8.4.3 Détermination.....	9
8.5 Expression des résultats.....	9
8.6 Fidélité.....	9
9 Rapport d'essai	10
Bibliographie	11

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 256, *Pigments, colorants et matières de charge*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 298, *Pigments et matières de charge*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3262-19:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- le titre principal «Matières de charge pour peintures» a été modifié en «Matières de charge»;
- dans le [Tableau 1](#), la teneur en carbone a été revue et la caractéristique concernant la surface organique a été précisée;
- en [6.3.8](#), le perchlorate de magnésium est désormais mentionné comme exemple d'agent desséchant;
- en [7.2.3](#), des exemples appropriés d'aciers au carbone ont été ajoutés;
- le texte a fait l'objet d'une révision d'ordre rédactionnel et les références normatives ont été mises à jour.

Une liste de toutes les parties de la série ISO ISO 3262 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Matières de charge — Spécifications et méthodes d'essai —

Partie 19: Silice précipitée

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des exigences ainsi que les méthodes d'essai correspondantes pour la silice précipitée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

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

ISO 787-11, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 11: Détermination du volume massique apparent et de la masse volumique apparente après tassement*

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

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

ISO 5794-1:2010, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

ISO 18451-1, *Pigments, colorants et matières de charge — Terminologie — Partie 1: Termes généraux*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 18451-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 silice précipitée
silice amorphe précipitée par réaction d'une solution de silicate de sodium avec un acide minéral ou du dioxyde de carbone

4 Exigences et méthodes d'essai

Pour la silice précipitée conforme au présent document, les exigences essentielles sont spécifiées dans le [Tableau 1](#) et les exigences conditionnelles dans le [Tableau 2](#).

Afin de déterminer la valeur du pH de la silice hydrophobe dans une suspension aqueuse, un mélange eau/méthanol 1 + 1 (fraction massique) est utilisé.

Tableau 1 — Exigences essentielles et méthodes d'essai

Caractéristique	Unité	Exigence		Méthode d'essai selon
		Qualité A	Qualité B	
Teneur en silice, min.	% (fraction massique)	95	95	Voir Article 6
Teneur en carbonea		< 0,3	≥ 0,3b	Voir Article 7
Traitement de surface organique et revêtement de surface	—	Non	Oui	Voir Article 7
Matières volatiles à 105 °C	% (fraction massique)	max. 8		ISO 787-2
Perte au feu	% (fraction massique)	3 à 8	3 à 15	ISO 3262-1
Prise d'huilec	g/100 g	120		ISO 787-5
pH de la suspension aqueuse	—	3,5 à 9		ISO 787-9

a La teneur en carbone est également comprise dans la perte au feu.
b En général, n'excède pas 15 %.
c Une méthode d'essai permettant une meilleure reproductibilité et une meilleure répétabilité est décrite dans la norme ASTM D2414. Les résultats ne peuvent cependant pas être comparés directement avec ceux de la prise d'huile selon l'ISO 7875.

Tableau 2 — Exigences conditionnelles et méthodes d'essai

Caractéristique	Unité	Exigence		Méthode d'essai selon
		Qualité A	Qualité B	
Refus sur tamis de 45 µm, max.	% (fraction massique)	À convenir entre les parties concernées	Non applicable	Méthode par pulvérisation (Article 8) ^a
Répartition granulométrique (méthode instrumentale)	% (fraction massique)	À convenir entre les parties concernées		
Masse volumique apparente après tassement	g/ml	À convenir entre les parties concernées		ISO 787-11
Surface spécifique	m ² /g			ISO 5794-1:2010, Annexe D

^a Seulement pour matériaux hydrophiles.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à essai, conformément à 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, le chauffer 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

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est corrosif et toxique. Les opérations associées à ce produit doivent être effectuées sous une hotte. Le présent document ne mentionne pas tous les problèmes de sécurité potentiels. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de prendre les mesures de sécurité et sanitaires appropriées ainsi que de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant toute utilisation.

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 (HCl), CAS-No 7647-01-0¹⁾, concentré à environ 32 % (fraction massique), $\rho \approx 1,16$ g/ml.

6.2.2 Acide chlorhydrique (HCl), CAS-No 7647-01-0, dilué 1 + 1.

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

6.2.3 Acide sulfurique (H₂SO₄), CAS-No 7664-93-9, dilué 1 + 1.

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

6.2.4 Acide fluorhydrique (HF), CAS-No 7664-39-3, concentré à environ 40 % (fraction massique), $\rho \approx 1,13$ g/ml.

6.3 Appareillage

Utiliser un appareillage et la verrerie courants de laboratoire, avec les éléments suivants.

6.3.1 Capsule.

6.3.2 Creuset en platine.

6.3.3 Bain-marie, 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.

1) CAS-No – Chemical Abstracts Service Registry Number.

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 en permettant néanmoins une filtration rapide²⁾.

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

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 de 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](#)) et porter au bain-marie ([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 des rinçures.

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-marie 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 cela 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 et calciner dans le four à moufle ([6.3.5](#)) à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (compter 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, ajouter 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 la capsule et 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 de nouveau 10 ml d'acide fluorhydrique et évaporer de nouveau.

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

2) Whatman No. 40 ou 41 ou Schleicher und Schüll No. 589/2 «Weißband» sont des exemples de produits appropriés et disponibles sur le marché. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

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 un 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 perte au feu totale.

Calciner la prise d'essai dans le four à moufle à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (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_{TLI} , exprimée en pourcentage de fraction massique, au moyen de la [Formule \(1\)](#):

$$w_{\text{TLI}} = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100 \quad (1)$$

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 (SiO_2), exprimée en pourcentage de fraction massique, au moyen de la [Formule \(2\)](#):

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0 \times \left[1 - \frac{w_{\text{TLI}}}{100} \right]} \times 100 \quad (2)$$

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 après traitement à l'acide fluorhydrique et calcination jusqu'à masse constante (voir [6.4.3](#));

w_{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 il peut être attendu 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 le présent document, r est de 0,6 %, avec une probabilité de 95 %.

6.6.2 Reproductibilité, *R*

Aucune donnée concernant la reproductibilité n'est disponible au moment de la publication du présent document.

7 Détermination de la teneur en carbone

7.1 Principe

Une prise d'essai placée dans un creuset est recouverte, si nécessaire, d'un catalyseur adéquat et brûlée dans un courant d'oxygène, dans un four à induction.

Les produits de combustion sont débarrassés des composés sulfurés ou halogénés et de la vapeur d'eau, et passés ensuite sur un catalyseur en platine (pour transformer le monoxyde de carbone en dioxyde de carbone); la concentration de dioxyde de carbone est mesurée au moyen d'un détecteur à infrarouge.

La teneur en carbone peut également être déterminée par mesurage de la conductivité. Dans ce cas, les produits de combustion spécifiés sont passés sur un catalyseur en platine et le dioxyde de carbone présent est absorbé dans une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH). La variation de la conductivité (causée par la transformation d'une quantité de NaOH en carbonate de sodium, Na₂CO₃) est mesurée.

7.2 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

7.2.1 Oxygène, CAS-No 7782-44-7, de pureté au moins égale à 99,99 %.

7.2.2 Catalyseur, comportant de la tournure de fer et un mélange composé de 9 parties en masse de tungstène et 1 partie en masse de poudre d'étain³⁾.

NOTE Le catalyseur est à utiliser en quantité nécessaire pour donner des résultats satisfaisants.

7.2.3 Matériaux de référence de teneur en carbone (aciers au carbone)⁴⁾.

7.2.4 Catalyseur en pastilles de platine, utilisables entre 400 °C et 450 °C, pour transformer le monoxyde de carbone en dioxyde de carbone.

7.3 Appareillage

Utiliser un appareillage et la verrerie courants de laboratoire, avec les éléments suivants.

7.3.1 Analyseur pour faible teneur en carbone, constitué d'un four à induction pouvant fonctionner à environ 1 800 °C, d'un dispositif de nettoyage, d'un catalyseur en platine fonctionnant à environ 450 °C

3) Lecocel II® est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.

4) NIST SRM 131h (contenant 0,000 78 % C); BAM CRM-No D 231-2 (contenant 0,014 % C); NIST SRM 139b (contenant 0,403 % C) et BAM CRM 476-3 (contenant 3,39 % C) sont des exemples de produits appropriés et disponibles sur le marché. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement du ISO à l'égard de ce produit.