

PROJET  
FINAL

NORME  
INTERNATIONALE

ISO/FDIS  
3262-20

ISO/TC 256

Secrétariat: DIN

Début de vote:  
**2020-12-24**

Vote clos le:  
**2021-02-18**

---

---

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

### Partie 20: Silice pyrogénée

*Extenders — Specifications and methods of test —*

*Part 20: Fumed silica*  
**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO/FDIS 3262-20

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-505e8f39065e/iso-fdis-3262-20>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

**TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN**



Numéro de référence  
ISO/FDIS 3262-20:2020(F)

© ISO 2020

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

ISO/FDIS 3262-20

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-505e8f39065e/iso-fdis-3262-20>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2020

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](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Exigences et méthodes d'essai</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Détermination de la teneur en silice</b> .....	<b>3</b>
6.1   Principe.....	3
6.2   Réactifs.....	3
6.3   Appareillage.....	3
6.4   Mode opératoire.....	3
6.4.1   Nombre de déterminations.....	3
6.4.2   Prise d'essai.....	3
6.4.3   Détermination.....	3
6.5   Expression des résultats.....	4
6.6   Fidélité.....	4
<b>7</b> <b>Détermination de la teneur en oxyde d'aluminium, en oxyde de titane (IV) et en oxyde de fer (III) par spectrométrie</b> .....	<b>4</b>
7.1   Principe.....	4
7.2   Réactifs et matériaux.....	4
7.3   Appareillage.....	5
7.4   Mode opératoire.....	6
7.4.1   Préparation des solutions témoins.....	6
7.4.2   Mesurage spectrométrique.....	6
7.4.3   Courbe d'étalonnage.....	7
7.4.4   Préparation de la solution d'essai.....	7
7.4.5   Détermination de la teneur en aluminium, titane et fer.....	7
7.4.6   Détermination de la perte au feu totale.....	7
7.5   Expression des résultats.....	8
7.5.1   Calcul de la concentration de chaque élément.....	8
7.5.2   Calcul de la teneur en oxyde de chaque élément.....	8
7.6   Fidélité.....	9
<b>8</b> <b>Détermination de la teneur en carbone</b> .....	<b>9</b>
8.1   Principe.....	9
8.2   Réactifs et matériaux.....	9
8.3   Appareillage.....	9
8.4   Mode opératoire.....	10
8.4.1   Préparation de l'appareillage.....	10
8.4.2   Étalonnage.....	10
8.4.3   Détermination.....	10
8.5   Expression des résultats.....	10
8.6   Fidélité.....	11
<b>9</b> <b>Détermination de la teneur en chlorure</b> .....	<b>11</b>
9.1   Principe.....	11
9.2   Réactifs.....	11
9.3   Appareillage.....	11
9.4   Mode opératoire.....	12
9.4.1   Nombre de déterminations.....	12
9.4.2   Prise d'essai.....	12
9.4.3   Détermination.....	12
9.5   Expression des résultats.....	12

9.6	Fidélité .....	13
<b>10</b>	<b>Rapport d'essai .....</b>	<b>13</b>

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

[ISO/FDIS 3262-20](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-505e8f39065e/iso-fdis-3262-20)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-505e8f39065e/iso-fdis-3262-20>

## 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](http://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 tenu 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/patents](http://www.iso.org/patents)).

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 le lien suivant: [www.iso.org/iso/foreword.html](http://www.iso.org/iso/foreword.html).

Le présent document a été préparé 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 3262-20:2000), 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 [6.3.4](#), le perchlorate de magnésium est désormais mentionné comme exemple d'agent desséchant;
- en [8.2.3](#), 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 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/members.html](http://www.iso.org/members.html).

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

ISO/FDIS 3262-20

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-505e8f39065e/iso-fdis-3262-20>

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

## Partie 20: Silice pyrogénée

### 1 Domaine d'application

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

### 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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 787-2, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 degrés C* (standards.iteh.ai)

ISO 787-9, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 9: Détermination du pH d'une suspension aqueuse* ISO/FDIS 3262-20

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* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/303f678b-7ea0-4370-ac4d-305631497c40-iso-787-11-2020>

ISO 787-18, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 18: Détermination du refus sur tamis — Méthode mécanique avec liquide d'entraînement*

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

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 3819, *Verrerie de laboratoire — Bêchers*

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 pyrogénée**

silice amorphe obtenue par hydrolyse d'halogénures de silicium dans une flamme à haute température

**4 Exigences et méthodes d'essai**

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

Afin de déterminer la valeur du pH dans une suspension aqueuse de Qualité B, 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)	99,8		<a href="#">Article 6</a>
Teneur en oxydes		max. 0,05		<a href="#">Article 7</a>
— Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		max. 0,03		
— TiO <sub>2</sub>		max. 0 003		
— Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>				
Teneur en carbone <sup>a</sup>		< 0,3	≥ 0,3 <sup>b</sup>	<a href="#">Article 8</a>
Teneur en chlorure		max. 0 025		<a href="#">Article 9</a>
Traitement de surface organique ou revêtement de surface	—	Non	Oui	<a href="#">Article 8</a>
Refus sur tamis de 45 µm	% (fraction massique)	max. 0,05	Non applicable	ISO 787-18
Matières volatiles à 105 °C	% (fraction massique)	max. 3	max. 1	ISO 787-2
Perte au feu	% (fraction massique)	max. 2,5	max. 10	ISO 3262-1
pH de la suspension aqueuse	—	3,6 à 4,5	3,4 à 8	ISO 787-9
La teneur en carbone est également comprise dans la perte au feu.				
bEn général, n'excède pas 15 %.				

**Tableau 2 — Exigences conditionnelles et méthodes d'essai**

Caractéristique	Unité	Exigence		Méthode d'essai selon
		Qualité A	Qualité B	
Masse volumique apparente après tassement	g/ml	À convenir entre les parties concernées		ISO 787-11
Surface spécifique	m <sup>2</sup> /g			À convenir entre les parties concernées

**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 calcinée, pesée et traitée à l'acide sulfurique et à l'acide fluorhydrique. Le tétrafluorure de silicium obtenu est évaporé et il n'est pas nécessaire de calculer la teneur en silice provenant des impuretés.

### 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 des 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 sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), CAS-No 7664-93-9<sup>1)</sup>, 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.

#### 6.2.2 Acide fluorhydrique (HF), CAS 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 Creuset en platine.

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

#### 6.3.3 Évaporateur à infrarouge.

#### 6.3.4 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 en platine ([6.3.1](#)) tarée.

#### 6.4.3 Détermination

Calciner la prise d'essai dans le four à moufle ([6.3.2](#)) à  $(1\ 000 \pm 20)$  °C jusqu'à masse constante (compter environ 2 h) et la laisser refroidir dans le dessiccateur ([6.3.4](#)). Peser de nouveau la prise d'essai ( $m_1$ ).

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

Mouiller la prise d'essai calcinée dans la capsule en platine avec 2 ml à 3 ml d'eau, ajouter 1 ml d'acide sulfurique (6.2.1) et 15 ml d'acide fluorhydrique (6.2.2) et évaporer jusqu'à consistance sirupeuse sous l'évaporateur à infrarouge (6.3.3), 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 ( $m_2$ ).

## 6.5 Expression des résultats

Calculer la teneur en silice  $w$  ( $\text{SiO}_2$ ), exprimée en pourcentage de fraction massique, au moyen de la Formule (1):

$$w(\text{SiO}_2) = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai après calcination;

$m_2$  est la masse, en grammes, après traitement de la prise d'essai à l'acide fluorhydrique et calcination.

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

## 6.6 Fidélité

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

## 7 Détermination de la teneur en oxyde d'aluminium, en oxyde de titane (IV) et en oxyde de fer (III) par spectrométrie

### 7.1 Principe

Une prise d'essai est traitée à l'acide sulfurique et à l'acide fluorhydrique, dans une capsule en platine. Le tétrafluorure de silicium obtenu est évaporé, et le résidu est dissous dans de l'acide chlorhydrique. Après dilution dans l'eau à un volume constant connu, les impuretés de Al, Ti et Fe sont analysées, soit par spectrométrie d'absorption atomique de flamme (FAAS), soit par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), selon les possibilités du laboratoire.

La méthode ICP-AES présente des avantages, notamment du point de vue de leur large gamme dynamique et de leurs possibilités d'analyse multi-éléments. Les deux méthodes (FAAS et ICP-AES) sont des techniques d'analyse relative. Pour des analyses quantitatives, les deux méthodes de mesure doivent être étalonnées à l'aide de solutions témoins.

### 7.2 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, à l'exception des acides, qui doivent être ultrapurs, et de l'eau d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

#### 7.2.1 Acide sulfurique ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), 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.

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

**7.2.3 Acide chlorhydrique (HCl)**, CAS-No 7647-01-0, concentré à environ 30 % (fraction massique),  $\rho \approx 1,15$  g/ml.

**7.2.4 Acide chlorhydrique (HCl)**, CAS-No 7647-01-0, dilué à environ 3 % (fraction massique),  $\rho \approx 1,01$  g/ml.

### 7.2.5 Solution tampon de chlorure de césium

Dissoudre 50 g de chlorure de césium dans environ 500 ml d'eau et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.2.3). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et bien mélanger.

**7.2.6 Solutions étalons mères**, contenant respectivement 1,000 g/l d'aluminium, de titane et de fer.

Conserver chaque solution dans une bouteille en polyéthylène/polypropylène fluoré (EPF).

**7.2.7 Solutions étalons**, contenant 10 mg de l'élément par litre.

Préparer ces solutions le jour même.

Introduire à l'aide d'une pipette 1 ml de la solution étalon mère appropriée (voir 7.2.6) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.2.3), compléter au volume avec de l'eau et bien mélanger.

1 ml de la solution étalon contient 10  $\mu$ g de l'élément concerné.

Selon la concentration de Al, Ti ou Fe dans le produit soumis à l'essai, préparer, si nécessaire, une solution étalon plus ou moins concentrée.

**7.2.8 Éthanol**, 96 % (fraction volumique).

**7.2.9 Acétylène (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>)**, de qualité commerciale, dans une bouteille en acier.

**7.2.10 Air comprimé.**

**7.2.11 Protoxyde d'azote (N<sub>2</sub>O)**, de qualité commerciale, dans une bouteille en acier.

## 7.3 Appareillage

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

**7.3.1 Spectromètre d'absorption atomique dans la flamme (FAAS)**, permettant d'effectuer des mesurages avec les raies de résonance suivantes:

- 309,3 nm pour l'aluminium (Al),
- 364,3 nm pour le titane (Ti),
- 248,3 nm pour le fer (Fe),

équipé d'un brûleur approprié alimenté avec

- un mélange de N<sub>2</sub>O/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pour les déterminations du Al et du Ti,
- un mélange air/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> pour les déterminations du Fe,