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

**Partie 3:
Blanc fixe**

Extenders — Specifications and methods of test —

Part 3: Blanc fixe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-3:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-3:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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 BaSO₄ (gravimétrique) | 3 |
| 6.1 Généralités | 3 |
| 6.2 Réactifs | 3 |
| 6.3 Appareillage | 3 |
| 6.4 Mode opératoire | 4 |
| 6.5 Expression des résultats | 5 |
| 7 Détermination de la teneur en BaSO₄ (analyse par fluorescence de rayons X) | 5 |
| 7.1 Généralités | 5 |
| 7.2 Réactifs | 5 |
| 7.3 Appareillage | 5 |
| 7.4 Mode opératoire | 5 |
| 7.5 Expression des résultats | 6 |
| 8 Rapport d'essai | 6 |
| Bibliographie | 7 |

[ISO 3262-3:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023>

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de propriété.

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 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 3262-3:1998), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- modification du titre en «Matières de charge»;
- ajout d'une méthode supplémentaire pour déterminer la teneur en BaSO₄ (analyse par fluorescence de rayons X);
- simplification de la méthode gravimétrique pour déterminer la teneur en BaSO₄;
- remplacement de la solution de carbonate de sodium par la solution de carbamate d'ammonium dans la méthode gravimétrique;
- mise à jour des références normatives.

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/fr/members.html.

Matières de charge — Spécifications et méthodes d'essai —

Partie 3: Blanc fixe

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les exigences relatives au blanc fixe ainsi que les méthodes d'essai correspondantes.

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 de la teneur en matière volatile à 105 °C*

ISO 787-3, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 3: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à chaud*

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

ISO 787-7, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 7: Détermination du refus sur tamis — Méthode à l'eau — Méthode manuelle*

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

ISO 787-14, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 14: Détermination de la résistivité de l'extrait aqueux*

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 12677, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons X — Méthode de la perle fondue*

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 <https://www.electropedia.org/>

**3.1
blanc fixe**

sulfate de baryum synthétique (par opposition au sulfate de baryum naturel), obtenu par un processus de précipitation

4 Exigences et méthodes d'essai

Pour le blanc fixe conforme au présent document, les exigences essentielles sont spécifiées dans le [Tableau 1](#) et les exigences conditionnelles dans le [Tableau 2](#). Les méthodes d'essai figurant dans les [Tableaux 1](#) et [2](#) doivent s'appliquer.

Tableau 1 — Exigences essentielles

| Caractéristique | Unité | Exigence | Méthode d'essai |
|------------------------------------|----------------------------------|------------------|---|
| Teneur en BaSO ₄ , min. | Fraction massique en pourcentage | 95 | Voir Article 6 ou Article 7^a |
| Refus sur tamis de 45 µm, max. | Fraction massique en pourcentage | 0,2 | ISO 787-7 ^b |
| Matières volatiles à 105 °C, max. | Fraction massique en pourcentage | 0,5 ^c | ISO 787-2 ^d |
| Perte au feu, max. | Fraction massique en pourcentage | 3 ^b | ISO 3262-1 |
| Matières solubles dans l'eau, max. | Fraction massique en pourcentage | 0,5 | ISO 787-3 |
| pH de la suspension aqueuse | | 6 à 10 | ISO 787-9 |

- a Les deux méthodes (analyse gravimétrique ou analyse par fluorescence de rayons X) peuvent être utilisées.
- b Utiliser une brosse pour obtenir des résultats reproductibles.
- c Pour les particules ultra-fines ou dont la surface est traitée, il est possible d'obtenir des valeurs plus élevées. Les exigences relatives à ces types de particules doivent donc être convenues entre les parties intéressées.
- d Si les parties intéressées sont d'accord, des prises d'essai de masse différente de 10 g peuvent être utilisées.

Tableau 2 — Exigences conditionnelles

| Caractéristique | Unité | Exigence | Méthode d'essai |
|--|----------------------------------|---|--|
| Distribution granulométrique (méthode instrumentale) | Fraction massique en pourcentage | À convenir entre les parties intéressées ^a | |
| Couleur | | À convenir entre les parties intéressées | ISO 3262-1 |
| Clarté | | | À convenir entre les parties intéressées |
| Prise d'huile | g/100 g | | ISO 787-5 |
| Résistivité de l'extrait aqueux | Ω m | | ISO 787-14 |

- a Une description générale d'une méthode par sédimentation avec utilisation de l'absorption de rayons X est donnée dans l'EN 725-5.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à essai, comme spécifié dans l'ISO 15528.

6 Détermination de la teneur en BaSO₄ (gravimétrie)

6.1 Généralités

Pour le sulfate de baryum précipité, le baryum insoluble dans l'acide, exprimé en tant que sulfate de baryum, est retenu comme teneur en BaSO₄. Le sulfate de strontium, précipité de la même façon et pouvant également être présent, peut être soustrait par le biais d'une analyse supplémentaire [par exemple, par spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES)]. Il est également possible d'utiliser une analyse par fluorescence de rayons X pour déterminer la teneur en BaSO₄ (voir [Article 7](#)) à la place de la détermination gravimétrie.

NOTE Cette méthode de détermination inclut le sulfate de strontium.

6.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 au moins, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

6.2.1 Acide chlorhydrique, numéro de registre CAS^{®1)} 7647-01-0, concentré, à environ 37 % (fraction massique), $\rho \approx 1,19$ g/ml.

6.2.2 Acide chlorhydrique, numéro de registre CAS[®] 7647-01-0, dilué 1 + 3.

Ajouter un volume d'acide chlorhydrique concentré ([6.2.1](#)) à 3 volumes d'eau.

6.2.3 Acide sulfurique, numéro de registre CAS[®] 7664-93-9, dilué 1 + 9.

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

6.2.4 Solution de carbonate de sodium, numéro de registre CAS[®] 1111-78-0, solution à 10 %.

Dissoudre 10 g de carbonate d'ammonium dans 90 ml d'eau.

6.2.5 Mélange de fusion

Mélanger des masses égales de carbonate de sodium (numéro de registre CAS[®] 497-91-8) et de carbonate de potassium (numéro de registre CAS[®] 584-08-7).

6.2.6 Ammoniaque, numéro de registre CAS[®] 1336-21-6, environ 25 % (fraction massique), $\rho \approx 0,903$ g/ml.

6.2.7 Solution de carbonate de sodium, numéro de registre CAS[®] 7783-20-2, solution à 10 %.

Dissoudre 10 g de sulfate d'ammonium dans 90 ml d'eau.

6.3 Appareillage

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

6.3.1 Creuset en platine, doté d'un couvercle, 40 ml.

1) Le Chemistry Abstracts Service (CAS) Registry Number[®] (numéro de registre du Service des résumés analytiques de chimie) est une marque déposée de l'American Chemical Society (ACS). Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

6.3.2 Creuset en silice frittée

6.3.3 Étuve, pouvant être maintenue à (105 ± 2) °C.

6.3.4 Four à moufle

6.3.5 Balance, d'une précision de 0,000 1 g.

6.3.6 Dessiccateur, contenant un agent desséchant approprié (par exemple, du gel de silice).

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Peser 19 g du mélange de fusion (6.2.5) dans un creuset en platine (6.3.1). Ajouter environ 1 g (m_0), à 0,1 mg près, de l'échantillon d'essai, précédemment séché conformément à l'ISO 787-2. Bien mélanger et ajouter 1 g supplémentaire du mélange de fusion à la surface du mélange contenu dans le creuset.

6.4.2 Porter le creuset muni de son couvercle au rouge vif (800 °C à 900 °C) pendant 15 min, laisser ensuite refroidir.

6.4.3 Remplir un bécher de 500 ml (A) de 250 ml d'eau chaude et y placer le creuset muni de son couvercle. Chauffer doucement pendant au moins 15 min pour extraire la coulée jusqu'à désintégration; retirer ensuite le creuset et son couvercle à l'aide de pinces propres en nickel ou d'autres pinces convenables. Rincer le creuset, le couvercle et les pinces avec un peu d'eau chaude dans le bécher. Éliminer toute trace de résidu blanc dans le creuset à l'aide d'un agitateur en verre à embout en caoutchouc, et rincer de nouveau avec un peu d'eau chaude. Laisser la solution refroidir complètement dans le bécher pendant au moins 4 h ou la nuit.

6.4.4 Introduire 95 ml d'eau et 5 ml d'acide chlorhydrique concentré (6.2.1) dans un deuxième bécher de 500 ml (B) et y placer le creuset et son couvercle.

6.4.5 Laisser reposer l'extrait aqueux de la fusion dans le bécher A. Filtrer la solution sur un papier filtre à texture fine sans cendre de 125 mm. Laver le précipité trois fois par décantation, en utilisant des quantités de 10 ml de solution de carbonate de sodium (6.2.4) et verser sur le papier filtre. Répéter trois fois l'opération de lavage avec des quantités de 5 ml de solution de carbamate d'ammonium et jeter les liquides de lavage.

6.4.6 Retirer le creuset et son couvercle de la solution acide du bécher B et les rincer à l'eau au-dessus du bécher. Transférer cette solution dans le bécher A, duquel la coulée a été extraite, et y ajouter le papier filtre et le résidu. Couvrir avec un verre de montre, faire bouillir pendant 5 min et laisser la solution refroidir.

6.4.7 Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 250 ml. Transvaser 200 ml de cette solution dans une fiole Erlenmeyer de 1 000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'à atteindre 600 ml. Utiliser l'ammoniaque (6.2.6) et l'acide chlorhydrique (6.2.1) pour ajuster le pH aux conditions légèrement acides. Faire chauffer la solution et ajouter 40 ml de sulfate d'ammonium (6.2.7). Agiter la solution en ébullition pendant 30 min. Laisser la solution et le précipité complètement refroidir dans la fiole pendant au moins 4 h ou toute la nuit. Filtrer sur un papier filtre de 125 mm au-dessus d'un bécher. Laver soigneusement le papier filtre six fois avec des quantités de 10 ml d'eau chaude.

6.4.8 Transférer le papier filtre sur le creuset en silice frittée (6.3.2) préalablement séché dans l'étuve (6.3.3) à (105 ± 2) °C, refroidi en dessiccateur (6.3.6) et pesé. Faire chauffer dans le four à moufle (6.3.4) à une température de 800 °C jusqu'à masse constante (environ 4 h). Laisser refroidir dans un dessiccateur. Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique (6.2.3) afin d'oxyder le BaS, qui s'est

potentiellement développé, en BaSO₄. Faire de nouveau chauffer dans le four à moufle à une température de 800 °C jusqu'à masse constante (environ 4 h). Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le précipité à 0,1 mg près (m_1).

6.4.9 Le cas échéant, déterminer la teneur en strontium de la solution restante dans la fiole jaugée, à l'aide de la spectrométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif (ICP-OES) par exemple. Soustraire la teneur en SrSO₄ calculée du résultat total.

6.5 Expression des résultats

Calculer $w(\text{BaSO}_4)$, la teneur en BaSO₄ (qui, dans ce cas, comprend potentiellement du SrSO₄) exprimée en pourcentage en masse de sulfate de baryum, à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

$$w(\text{BaSO}_4) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad (1)$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, du précipité.

7 Détermination de la teneur en BaSO₄ (analyse par fluorescence de rayons X)

7.1 Généralités

Pour le sulfate de baryum précipité, la teneur en baryum dans une coulée de borax (tétraborate de disodium), exprimée en tant que sulfate de baryum, est considérée comme la teneur en BaSO₄. Il est possible d'appliquer la méthode gravimétrique pour déterminer la teneur en BaSO₄ (voir [Article 6](#)), au lieu d'utiliser l'analyse par fluorescence de rayons X.

7.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau de qualité 3 au moins, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

7.2.1 Tétraborate de disodium (borax), numéro de registre CAS® 1330-43-4, Na₂B₄O₇.

7.3 Appareillage

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

7.3.1 Spectromètre de fluorescence de rayons X à analyse dispersive en longueur d'onde

7.3.2 Creuset en platine

7.3.3 Four à moufle

7.3.4 Balance, d'une précision de 0,000 1 g.

7.4 Mode opératoire

Peser 5 g de tétraborate de disodium ([7.2.1](#)) dans un creuset en platine ([7.3.2](#)). Ajouter 0,5 g, à 0,1 mg près, de l'échantillon d'essai. Mélanger soigneusement et chauffer le mélange dans un four à moufle ([7.3.3](#)) à une température de 1 150 °C pendant 1 h. Transférer la coulée dans un moule et la

laisser refroidir. Mesurer ensuite la teneur en Ba à l'aide d'un spectromètre de fluorescence de rayons X à analyse dispersive en longueur d'onde (7.3.1) étalonné, conformément à l'ISO 12677.

7.5 Expression des résultats

Calculer la teneur en BaSO_4 , $w(\text{BaSO}_4)$, à partir de la teneur en Ba élémentaire indiquée par l'analyse par fluorescence de rayons X. Pour les calculs, il doit être pris en compte le fait que le processus de détermination peut englober d'autres composés contenant du baryum (par exemple, BaCO_3 , BaCl_2 et BaO).

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes:

- a) tous les détails nécessaires à l'identification du produit soumis à essai;
- b) une référence au présent document, à savoir l'ISO 3262-3:2023;
- c) les résultats de l'essai, la méthode utilisée et l'indication de conformité ou de non-conformité du produit aux spécifications limites;
- d) tout écart par rapport à la méthode d'essai spécifiée;
- e) tout phénomène inhabituel (anomalie) observé au cours de l'essai;
- f) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3262-3:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/85b029d1-7314-46af-ab5a-53aeac0d479b/iso-3262-3-2023>