

---

---

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

**Partie 9:  
Argile calcinée**

*Extenders — Specifications and methods of test —*

*Part 9: Calcined clay*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-9:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5cb60b8-b0db-4714-8011-318f61dd73a1/iso-3262-9-2023>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-9:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5cb60b8-b0db-4714-8011-318f61dd73a1/iso-3262-9-2023>



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<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>3</b>
<b>6</b> <b>Détermination de la distribution granulométrique</b> .....	<b>3</b>
6.1    Généralités .....	3
6.2    Principe .....	3
6.3    Réactifs .....	3
6.3.1    Agent de dispersion .....	3
6.4    Appareillage .....	3
6.5    Préparation de l'essai .....	6
6.5.1    Étalonnage de la pipette .....	6
6.5.2    Étalonnage du récipient de sédimentation .....	6
6.6    Mode opératoire .....	6
6.6.1    Nombre de déterminations .....	6
6.6.2    Prise d'essai .....	6
6.6.3    Sédimentation .....	6
6.6.4    Calcul du moment de prélèvement .....	7
6.7    Calcul du pourcentage cumulé des particules de diamètre inférieur au diamètre spécifié .....	7
6.8    Acceptation des valeurs d'essai .....	8
6.9    Expression des résultats .....	8
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>9</b>

## 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'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](http://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](http://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 3262-9:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- modification de la première partie du titre en «Matières de charge»;
- dans le [Tableau 1](#), ajout d'une deuxième méthode de détermination de la teneur en silicate d'aluminium: la méthode de fusion alcaline;
- dans le [Tableau 2](#), modification de la méthode d'essai relative à la distribution granulométrique pour adopter celle de l'ISO 8130-13;
- 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](http://www.iso.org/fr/members.html).

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

## Partie 9: Argile calcinée

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les exigences relatives à l'argile calcinée 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 787-9, *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 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 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 8130-13, *Poudres pour revêtement — Partie 13: Analyse granulométrique par diffraction laser*

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 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 argile calcinée**  
silicate d'aluminium ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) lamellaire dont l'analyse par diffraction des rayons X révèle une structure sensiblement amorphe, obtenu par déshydratation thermique d'argile naturelle et en partie composé de mullite cristalline ( $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ )

**4 Exigences et méthodes d'essai**

Pour l'argile calcinée 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 selon la qualité			Méthode d'essai
		A	B	C	
Teneur en $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$	Fraction massique en pourcentage min.	90			Fluorescence par rayons X ou fusion alcaline
Refus sur tamis de 45 $\mu m$	Fraction massique en pourcentage max.	0,02	0,05	0,1	ISO 787-18
Distribution granulométrique (méthode d'Andreasen) <2 $\mu m$	Fraction massique en pourcentage min.	90	70	40	Voir <a href="#">Article 6</a>
Matières volatiles à 105 °C	Fraction massique en pourcentage max.	0,5			ISO 787-2 <sup>a</sup>
Perte au feu	Fraction massique en pourcentage max.	1			ISO 3262-1
Matières solubles dans l'eau (méthode par extraction à chaud)	Fraction massique en pourcentage max.	0,2			ISO 787-3
Valeur du pH d'une suspension aqueuse		5 à 9			ISO 787-9

<sup>a</sup> Après accord entre les parties intéressées, des prises d'essai de masse autre que 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	ISO 8130-13
Couleur			ISO 3262-1
Clarté			À convenir entre les parties intéressées
Résistivité de l'extrait aqueux	$\Omega \cdot m$		ISO 787-14

## 5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à essai, conformément à l'ISO 15528.

## 6 Détermination de la distribution granulométrique

### 6.1 Généralités

La méthode d'Andreasen<sup>[1]</sup> est donnée comme méthode de référence en raison de son mode opératoire simple et de sa bonne reproductibilité. D'autres méthodes peuvent toutefois être utilisées après accord entre les parties intéressées. Dans ce cas, il est nécessaire que ces dernières s'accordent sur les limites appropriées.

### 6.2 Principe

La vitesse de chute de particules sphériques dans un milieu dans lequel elles sont dispersées est proportionnelle au carré de leur diamètre (loi de Stokes). Cette relation est utilisée dans la méthode d'Andreasen servant à déterminer la distribution granulométrique; la distribution granulométrique y est exprimée en fonction de la répartition des particules sphériques ayant la même vitesse de décantation. Une suspension est préparée et sa concentration de solides à une distance fixe, sous la surface, est déterminée selon une série d'intervalles de temps choisis de manière à correspondre à une série de diamètres sphériques définis.

### 6.3 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.

#### 6.3.1 Agent de dispersion

Dissoudre 0,2 g de carbonate de sodium (numéro de registre CAS<sup>®</sup><sup>[1]</sup> 471-34-1) et 0,1 g d'hexamétaphosphate de sodium (numéro de registre CAS<sup>®</sup> 10124-56-8) dans 750 ml d'eau.

### 6.4 Appareillage

Voir la [Figure 1](#). Utiliser la verrerie et un appareillage de laboratoire courants, ainsi que les instruments suivants.

1) Le *Chemical Abstracts Service (CAS) Registry Number*<sup>®</sup> (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.

**6.4.1 Récipient de sédimentation**, en verre, d'un diamètre intérieur de 56 mm, avec une graduation de 0 mm à 200 mm figurant sur le côté. La ligne de graduation indiquant zéro doit se trouver à au moins 25 mm du fond du récipient. Lorsque la ligne de graduation indique 200 mm, la capacité du récipient doit être comprise entre 550 ml et 620 ml.

**6.4.2 Pipette**, pourvue d'un robinet à deux voies et d'un tube latéral d'évacuation.

NOTE Pour des raisons d'ordre pratique, la capacité de la pipette au niveau de la ligne de graduation est de 10 ml.

Un dôme en forme de cloche, doté d'un joint de verre dépoli permettant l'adaptation dans le col du récipient de sédimentation doit être soudé à la pipette. Un petit évent doit être aménagé dans ce dôme. L'extrémité de la tige de la pipette doit se situer au niveau de la ligne de graduation indiquant zéro sur le récipient de sédimentation. La tige reliant la poire de la pipette à l'extrémité de la pipette doit être un tube capillaire en verre, de diamètre intérieur compris entre 1 mm et 1,3 mm. Au-dessus de la poire de la pipette, le tube doit avoir un diamètre intérieur compris entre 4 mm et 4,5 mm.

**6.4.3 Bain à température constante**, à parois transparentes, d'une capacité d'au moins 15 l, pouvant être maintenu à une température de  $(23 \pm 0,5)$  °C et dans lequel le récipient de sédimentation peut être immergé jusqu'à la ligne de graduation indiquant 200 mm. Le bain doit être placé à l'écart de toute source de vibrations et le système de circulation ne doit pas produire de vibrations.

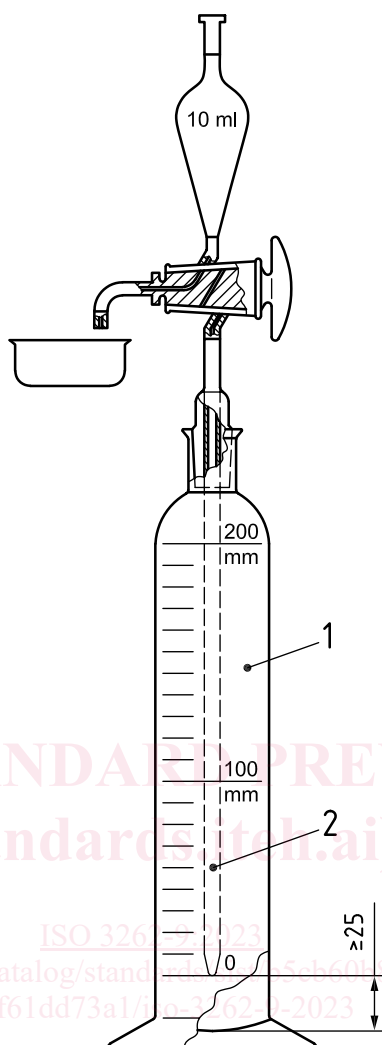
**6.4.4 Agitateur mécanique**, pouvant tourner à une vitesse suffisante pour assurer une dispersion complète [une vitesse de rotation de  $(1\ 000 \pm 100)$  min<sup>-1</sup> est généralement appropriée]. L'agitateur doit pouvoir faire remonter la dispersion sans créer de tourbillon.

NOTE Il est possible de fabriquer un agitateur approprié à partir d'un disque de laiton d'environ 40 mm de diamètre, dans lequel quatre entailles équidistantes auront été pratiquées, les sections formées par les entailles étant tournées vers le haut et formant un angle de 30° avec l'horizontale.

[ISO 3262-9:2023](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5cb60b8-b0db-4714-8011-318f61dd73a1/iso-3262-9-2023)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b5cb60b8-b0db-4714-8011-318f61dd73a1/iso-3262-9-2023>





### Légende

- 1 récipient de sédimentation
- 2 pipette

**Figure 1 — Récipient de sédimentation et pipette**

**6.4.5 Récipient de dispersion**, aux dimensions appropriées, tel qu'un bocal de gaz de 1 000 ml.

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

**6.4.7 Étuve**, pouvant être maintenue dans la plage de température nécessaire à l'évaporation du liquide de la suspension [par exemple,  $(105 \pm 2)$  °C pour l'eau].

**6.4.8 Vases à peser à large col**, permettant l'évaporation, d'une capacité d'au moins 20 ml; ou petite centrifugeuse de laboratoire et tubes centrifugeurs, d'une capacité d'au moins 10 ml, mais de préférence de 20 ml.

**6.4.9 Chronomètre**

## 6.5 Préparation de l'essai

### 6.5.1 Étalonnage de la pipette

Nettoyer à fond la pipette (6.4.2). Remplir en partie le récipient de sédimentation (6.4.1) d'eau distillée. Placer le robinet en position de prélèvement et, à l'aide d'un tube en caoutchouc, aspirer de l'eau dans la poire jusqu'à la ligne de graduation. Remettre le robinet en position d'évacuation et laisser l'eau s'écouler dans un vase à peser (6.4.8) taré. Appliquer une pression dans le tube en caoutchouc pour chasser dans le vase à peser l'eau susceptible d'être restée dans la poire et dans le tube d'évacuation. Peser le vase, à 1 mg près, et en déduire, par calcul, le volume interne  $V_p$  de la pipette.

### 6.5.2 Étalonnage du récipient de sédimentation

Nettoyer à fond le récipient de sédimentation (6.4.1), mettre en place la pipette (6.4.2) et peser l'ensemble, à 0,1 g près. Remplir ensuite le récipient avec de l'eau à  $(23 \pm 0,5)$  °C jusqu'à la ligne de graduation de 200 mm et peser de nouveau l'ensemble. À partir de la masse d'eau, calculer le volume interne  $V_S$  du récipient.

## 6.6 Mode opératoire

### 6.6.1 Nombre de déterminations

Effectuer chaque détermination en double.

### 6.6.2 Prise d'essai

Peser environ 12 g d'échantillon, à 1 mg près. Préparer une suspension en plaçant cette prise d'essai dans le récipient de dispersion (6.4.5) dans lequel est ajouté l'agent de dispersion (6.3.1) à  $(23 \pm 0,5)$  °C de manière à obtenir un volume total d'environ 500 ml. Agiter ensuite pendant 15 min au moyen de l'agitateur mécanique (6.4.4). Verser immédiatement la totalité de la suspension dans le récipient de sédimentation, et ajouter de l'eau jusqu'à ce que le niveau atteigne la ligne de graduation de 200 mm. Placer le récipient de sédimentation dans le bain à température constante (6.4.3) maintenu à  $(23 \pm 0,5)$  °C.

### 6.6.3 Sédimentation

Laisser le récipient de sédimentation immergé au niveau de la ligne de graduation de 200 mm jusqu'à ce qu'il ait atteint la température du bain. Une fois la température d'équilibre atteinte, bien mélanger le contenu, en plaçant un doigt sur l'évent et en retournant le récipient à plusieurs reprises. Immédiatement après avoir effectué ce mélange, remettre le récipient en place et déclencher le chronomètre (6.4.9).

Au moyen de la pipette, extraire de la suspension une série d'échantillons de volume  $V_p$ , aux profondeurs  $h_n$ , à des intervalles de temps croissants après le mélange. Effectuer le premier prélèvement au temps  $t_1$ , correspondant à une granulométrie d'environ 20  $\mu\text{m}$  (calculée conformément à 6.6.4). Poursuivre selon une progression telle que les diamètres limites suivent une progression de  $\sqrt{2}:1$ . Une autre possibilité consiste à effectuer les prélèvements aux moments voulus, selon une progression de 2:1, et à calculer les diamètres exacts des particules sphériques correspondant à chaque échantillon.

Le temps de remplissage de la pipette devrait être d'environ 20 s.

Déverser la suspension présente dans la pipette dans un vase à peser (6.4.8) taré. Lorsque la poire de la pipette est vide, enlever le tube d'aspiration en caoutchouc et verser 5 ml à 7 ml d'eau au moyen d'une pipette ordinaire de 10 ml dans la poire de la pipette de sédimentation, de manière à entraîner dans le vase à peser toute particule ayant adhéré aux parois. La tige de la pipette de sédimentation doit demeurer remplie de suspension. Faire évaporer le contenu du vase à peser à 105 °C, jusqu'à ce que la