

# PROJET DE NORME INTERNATIONALE

## ISO/DIS 3262-9

ISO/TC 256

Secrétariat: DIN

Début de vote:  
2022-10-04

Vote clos le:  
2022-12-27

---

---

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

### Partie 9: Argile calcinée

*Extenders — Specifications and methods of test —*

*Part 9: Calcined clay*

ICS: 87.060.10

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

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

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

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.

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.

**TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN**



Numéro de référence  
ISO/DIS 3262-9:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 3262-9

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



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2022

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>2</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 répartition granulométrique</b> .....	<b>3</b>
<b>6.1</b> <b>Généralités</b> .....	<b>3</b>
<b>6.2</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6.3</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6.4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>4</b>
<b>6.5</b> <b>Préparation de l'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>6.5.1</b> <b>Étalonnage de la pipette</b> .....	<b>6</b>
<b>6.5.2</b> <b>Étalonnage du récipient de sédimentation</b> .....	<b>6</b>
<b>6.6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
<b>6.6.1</b> <b>Nombre de déterminations</b> .....	<b>6</b>
<b>6.6.2</b> <b>Prise d'essai</b> .....	<b>6</b>
<b>6.6.3</b> <b>Sédimentation</b> .....	<b>6</b>
<b>6.6.4</b> <b>Calcul du moment de prélèvement</b> .....	<b>7</b>
<b>6.7</b> <b>Calcul du pourcentage cumulé des particules de diamètre inférieur au diamètre spécifié</b> .....	<b>8</b>
<b>6.8</b> <b>Acceptation des valeurs d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>6.9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>8</b>
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</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'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 élaboré par le comité technique ISO/TC 256, *Pigments, colorants et matières de charge*.

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 » ;
- modification de la méthode d'essai relative à la répartition granulométrique dans le Tableau 2 pour adopter celle de l'ISO 8130-13 ;
- mise à jour des références normatives et révision rédactionnelle du texte.

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).

# 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 ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) 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 ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ )

### 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 facultatives dans le Tableau 2. Les méthodes d'essai dans les Tableaux 1 et 2 doivent être conformes aux normes indiquées.

**Tableau 1 — Exigences essentielles**

Caractéristique	Unité	Exigence Qualité			Méthode d'essai
		A	B	C	
Teneur en $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	% (fraction massique) min.	90			Fluorescence par rayons X
Refus sur tamis de 45 $\mu\text{m}$	% (fraction massique) max.	0,02	0,05	0,1	ISO 787-18
Répartition granulométrique (méthode d'Andreasen) < 2 $\mu\text{m}$	% (fraction massique) min.	90	70	40	Voir l'Article 6
Matières volatiles à 105 °C	% (fraction massique) max.	0,5			ISO 787-2 <sup>a</sup>
Perte au feu	% (fraction massique) max.	1			ISO 3262-1
Matières solubles dans l'eau (extraction à chaud)	% (fraction massique) max.	0,2			ISO 787-3
pH de la suspension aqueuse		5 à 9			ISO 787-9

<sup>a</sup> Si les parties intéressées sont d'accord, des prises d'essai autres que de 10 g peuvent être utilisées.

Tableau 2 — Exigences facultatives

Caractéristique	Unité	Exigence	Méthode d'essai
Répartition granulométrique (méthode instrumentale)	% (fraction massique)	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 répartition 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). La méthode d'Andreasen servant à déterminer la répartition granulométrique utilise cette relation et exprime la répartition granulométrique 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 d'au moins qualité 3 telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

#### 6.3.1 Agent de dispersion.

Dissoudre 0,2 g de carbonate de sodium et 0,1 g d'hexamétaphosphate de sodium (n° CAS<sup>2)</sup> 10124-56-8) dans 750 ml d'eau.

<sup>1)</sup> Andreasen, A.H.M., Lundberg, I.; « Berichte aus der deutschen Keramischen Gesellschaft » 11 (1930), 5, pages 312 à 323.

<sup>2)</sup> Chemistry Abstracts Service Registry Number.

## 6.4 Appareillage

Voir la Figure 1. Utiliser un appareillage et la verrerie courants de laboratoire, ainsi que les éléments suivants :

**6.4.1 Récipient de sédimentation**, en verre, d'un diamètre intérieur de 56 mm, avec une graduation de 0 mm à 200 mm sur le côté. La graduation indiquant zéro doit se trouver à une distance supérieure ou égale à 25 mm du fond du récipient et la graduation indiquant 200 mm doit correspondre à une capacité de 550 ml à 620 ml.

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

NOTE 1 Pour des raisons d'ordre pratique, la capacité de la pipette au niveau de la graduation est de 10 ml.

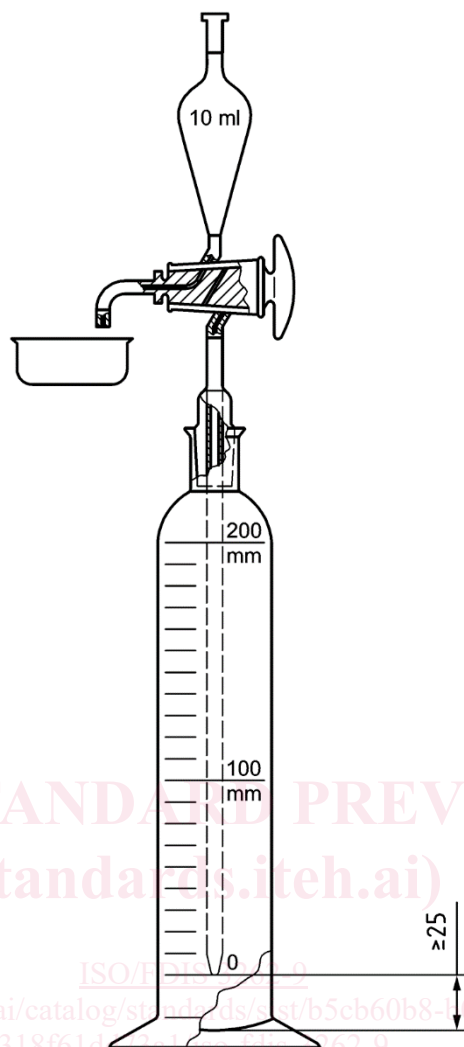
Un dôme en forme de cloche, avec un joint de verre dépoli permettant l'adaptation dans le col du récipient de sédimentation doit être soudé à la pipette. Un petit évent doit être aménagé dans ce dôme. L'orifice d'entrée du tube de la pipette doit se situer au niveau de la graduation zéro du récipient de sédimentation. Le tube reliant le réservoir de la pipette à l'orifice de prélèvement doit être un tube capillaire en verre, de diamètre intérieur compris entre 1 mm et 1,3 mm. Au-dessus du réservoir, 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 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 2 Il est possible de réaliser un agitateur approprié au moyen d'un disque de laiton d'environ 40 mm de diamètre, dans lequel quatre entailles également espacées auront été pratiquées, les sections déterminées par les entailles étant tournées vers le haut et formant un angle de 30° avec l'horizontale.





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

**6.4.5 Récipient de dispersion**, aux dimensions appropriées, tel qu'une cuve de 1 000 ml.

**6.4.6 Balance**, d'une précision de 0,0001 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 de 10 ml, mais de préférence 20 ml.

**6.4.9 Chronomètre**

## 6.5 Préparation de l'essai

### 6.5.1 Étalonnage de la pipette

Bien nettoyer 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 de caoutchouc, aspirer de l'eau dans le réservoir jusqu'à la 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 de caoutchouc pour chasser dans le vase à peser l'eau susceptible d'être restée dans le réservoir 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

Bien nettoyer le récipient de sédimentation (6.4.1), mettre la pipette (6.4.2) en place 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 graduation de 200 mm et peser de nouveau. 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 la 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 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 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).

Extraire de la suspension, au moyen de la pipette, une série d'échantillons de volume  $V_p$  aux profondeurs  $h_n$  à des intervalles de temps croissants après le mélange, en effectuant 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 géométrique de raison 2 ( $\sqrt{2}:1$ ). Une autre possibilité consiste à effectuer les prélèvements aux moments voulus, selon une progression arithmétique de raison 2 (2:1), et à calculer les diamètres exacts des particules sphériques correspondant à chaque échantillon.

NOTE 3 Le temps de remplissage de la pipette devrait être d'environ 20 s.