

NORME
INTERNATIONALE

ISO
3262-18

Deuxième édition
2023-07

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

Partie 18:
Silicoaluminate de sodium précipité

Extenders — Specifications and methods of test —

Part 18: Precipitated sodium aluminium silicate

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-18:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/131b9927-42be-4e9e-b2bf-ba4b1250b850/iso-3262-18-2023>



Numéro de référence
ISO 3262-18:2023(F)

© ISO 2023

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3262-18:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/131b9927-42be-4e9e-b2bf-ba4b1250b850/iso-3262-18-2023>



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 silice	2
6.1 Principe	2
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 composition par spectrométrie	6
7.1 Principe	6
7.2 Réactifs et matériaux	6
7.3 Appareillage	7
7.4 Mode opératoire	8
7.4.1 Préparation des solutions témoins	8
7.4.2 Mesurage spectrométrique	8
7.4.3 Courbe d'étalonnage	9
7.4.4 Préparation de la solution d'essai	9
7.4.5 Détermination	9
7.5 Expression des résultats	9
7.5.1 Concentration des éléments Al, Na et Si	9
7.5.2 Calcul de la teneur en oxyde de chaque élément	10
7.6 Fidélité	10
7.6.1 Répétabilité, r	10
7.6.2 Reproductibilité, R	10
8 Détermination du refus sur tamis	10
8.1 Principe	10
8.2 Matériau	11
8.3 Appareillage	11
8.4 Mode opératoire	11
8.4.1 Nombre de déterminations	11
8.4.2 Prise d'essai	11
8.4.3 Détermination	11
8.5 Expression des résultats	12
8.6 Fidélité	12
9 Rapport d'essai	12
Bibliographie	13

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 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 3262-18:2000), 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»;
- 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 18: Silicoaluminate de sodium précipité

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les exigences relatives au silicoaluminate de sodium précipité 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 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

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 787-5, *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 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 5794-1:2022, *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 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 silicoaluminat de sodium précipité
silicate amorphe précipité par réaction d'une solution de silicate de sodium avec un acide minéral et/ou un sel d'aluminium

4 Exigences et méthodes d'essai

Pour le silicoaluminat de sodium précipité 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 silice, min.	Fraction massique en pourcentage	75	Voir Article 6 ou 7
Teneur en oxydes — Na ₂ O		3 à 10	Voir Article 7
— Al ₂ O ₃		5 à 15	
Refus sur tamis de 45 µm, max.	Fraction massique en pourcentage	2	Voir Article 8
Clarté, min.	%	95	Méthode d'essai en cours d'élaboration
Matières volatiles à 105 °C, max.	Fraction massique en pourcentage	10	ISO 787-2
Perte au feu	Fraction massique en pourcentage	3 à 12	ISO 3262-1
Prise d'huile ^a , min.	g/100 g	70	ISO 787-5
Valeur du pH de la suspension aqueuse	—	7 à 12	ISO 787-9

^a 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 directement comparés aux valeurs de la prise d'huile déterminées conformément à l'ISO 787-5.

Tableau 2 — Exigences conditionnelles

Caractéristique	Unité	Exigence	Méthode d'essai
Distribution granulométrique (méthode instrumentale)	Fraction massique en pourcentage	À convenir entre les parties intéressées	À convenir entre les parties intéressées
Surface spécifique	m ² /g		ISO 5794-1:2022, Annexe D

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, il est ensuite chauffé pendant 2 h

à (140 ± 5) °C. Tous 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 induite.

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 32 % (fraction massique), $\rho \approx 1,16$ g/ml].

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

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

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

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

6.2.4 Acide fluorhydrique, numéro de registre CAS[®] 7664-39-3, concentré, [à environ 40 % (fraction massique), $\rho \approx 1,13$ g/ml].

6.3 Appareillage

Utiliser la verrerie et un appareillage de laboratoire courants, ainsi que les instruments 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) Le *Chemical 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.

6.3.7 Papier-filtre

Le papier-filtre utilisé pour la filtration de la silice doit avoir une texture qui retient les plus petites particules de précipité et permet néanmoins une filtration rapide. Par exemple, il est possible d'utiliser des papiers Whatman n° 40 ou n° 41 ou Schleicher und Schüll n° 589/2 «Bande blanche».²⁾

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

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

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 une capsule ([6.3.1](#)).

6.4.3 Détermination

Ajouter lentement 20 ml d'acide chlorhydrique concentré ([6.2.1](#)) et laisser 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 50 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 ([6.2.2](#)) au résidu dans la capsule et chauffer dans un bain-marie ([6.3.3](#)) à 100 °C pendant environ 20 min. Filtrer en utilisant un papier-filtre approprié ([6.3.7](#)) et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à neutralité des eaux de lavage.

Verser le filtrat et les eaux de lavage dans la capsule de départ, et laisser évaporer jusqu'à siccité. Répéter l'étape d'évaporation deux fois de plus en ajoutant à 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 20 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 au résidu dans la capsule et chauffer dans un bain-marie à 100 °C pendant environ 10 min. Filtrer en utilisant un papier-filtre neuf et laver le résidu sur le filtre avec de l'eau chaude jusqu'à neutralité des eaux de lavage.

Si cette étape est jugée nécessaire, vérifier si le filtrat contient du silicium qui peut avoir été retenu par le filtre.

Placer les deux papiers-filtres avec les précipités lavés dans le creuset en platine ([6.3.2](#)). Faire sécher et réduire en cendres à basse température, et calciner dans le four à moufle ([6.3.5](#)) à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (il convient que cela dure 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 laisser évaporer jusqu'à consistance sirupeuse, en prenant soin d'éviter des pertes par projection. Laisser refroidir le creuset et, en le retournant, laver les côtés avec de petites quantités d'eau. Ajouter 10 ml d'acide fluorhydrique supplémentaire et laisser évaporer jusqu'à siccité. Si le tétrafluorure de silicium n'est pas complètement évaporé, ajouter encore 10 ml d'acide fluorhydrique et laisser évaporer de nouveau jusqu'à siccité.

2) Whatman n° 40 ou n° 41 ou Schleicher und Schüll n° 589/2 «Bande blanche» sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. 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 des produits ainsi désignés.

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

6.4.4 Détermination de la perte au feu totale

Peser, à 0,2 mg près, environ 1 g (m_3) d'échantillon (voir [Article 5](#)) dans le creuset en platine.

NOTE Il est admis de procéder en même temps à la pesée des prises d'essai pour la détermination de la teneur en silice (voir en [6.4.2](#)) et pour la détermination de 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 (il convient que cela dure 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 en masse, à l'aide de la [Formule \(1\)](#):

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

où

m_3 est la masse, exprimée en grammes, de la prise d'essai avant calcination;

m_4 est la masse, exprimée 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 $w(\text{SiO}_2)$, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide 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, exprimée en grammes, de la prise d'essai (voir en [6.4.2](#));

m_1 est la masse, exprimée en grammes, de la silice impure déshydratée après calcination à $(1\ 000 \pm 20)$ °C jusqu'à masse constante (voir en [6.4.3](#));

m_2 est la masse, exprimée en grammes, de la silice après traitement à l'acide fluorhydrique et calcination jusqu'à masse constante (voir en [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 en dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai distincts (chaque résultat étant égal à la moyenne des essais en double) peut être attendue, quand cette méthode est utilisée dans des conditions de répétabilité. Dans ce cas, les résultats d'essai sont obtenus sur un même matériau, par un même opérateur, au sein d'un même laboratoire et pendant un court intervalle de temps. Dans le cadre du présent document, r est égal à 0,6 % avec une probabilité de 95 %.

6.6.2 Reproductibilité, *R*

Aucune donnée relative à la reproductibilité n'est disponible à l'heure actuelle.

7 Détermination de la composition par spectrométrie

7.1 Principe

Cette méthode spectrométrique donne la teneur en oxydes d'aluminium et de sodium et la teneur en silicate d'aluminium. Toutefois, la fidélité de la détermination de la teneur en silicate d'aluminium peut être moins bonne que celle de la méthode décrite à l'[Article 6](#).

Les éléments aluminium, sodium et silicium sont analysés soit par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme (FAAS, de l'anglais *Flame atomic absorption spectrometry*), soit par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-AES, de l'anglais *Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry*), en fonction des instruments disponibles dans le laboratoire.

La solution d'essai est préparée en faisant fondre une prise d'essai de silicoaluminat de sodium précipité avec du métaborate de lithium et en dissolvant le tout dans un mélange d'acide nitrique et d'acide tartrique.

La méthode ICP-AES présente des avantages en ce qui concerne la vaste étendue de sa gamme dynamique et ses capacités de mesurage multi-éléments. Les deux méthodes (FAAS et ICP-AES) sont des techniques d'analyse relative. Pour obtenir des résultats d'analyse quantitative, les deux techniques de mesurage doivent être étalonnées à l'aide de solutions témoins.

7.2 Réactifs et matériaux

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

7.2.1 Métaborate de lithium, numéro de registre CAS® 13453-69-5.

7.2.2 Mélange d'acides.

Ajouter successivement 50 ml d'acide nitrique [numéro de registre CAS® 7697-37-2, à environ 65 % (fraction massique), $\rho \approx 1,40$ g/ml], 17 g d'acide tartrique (numéro de registre CAS® 526-83-0) à 500 ml d'eau. Après dissolution, compléter à 1 000 ml avec de l'eau et bien mélanger.

7.2.3 Solution tampon de chlorure de césium.

Dissoudre 50 g de chlorure de césium (numéro de registre CAS® 7647-17-8) dans environ 500 ml d'eau et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique [numéro de registre CAS® 7647-01-0, à environ 30 % (fraction massique), $\rho \approx 1,15$ g/ml]. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et bien mélanger.

7.2.4 Solutions étalons mères, contenant respectivement 1,000 g/l d'aluminium, de sodium et de silicium.

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

7.2.5 Solution matricielle, sans aluminium, ni sodium, ni silicium.

Dissoudre 2 g de métaborate de lithium (numéro de registre CAS® 13453-69-5) dans une fiole jaugée à un trait de 200 ml en polypropylène ([7.3.7](#)) avec 60 ml du mélange d'acides ([7.2.2](#)). Compléter à 200 ml avec de l'eau et bien mélanger.