

# PROJET DE NORME INTERNATIONALE

## ISO/DIS 3262-18

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 18: Silicoaluminate de sodium précipité

*Extenders — Specifications and methods of test —*

*Part 18: Precipitated sodium aluminium silicate*

ICS: 87.060.10

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 3262-18](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/131b9927-42be-4e9e-b2bf-ba4b1250b850/iso-fdis-3262-18)

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

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 3262-18:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 3262-18

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



**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

Avant-propos.....	iv
<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 teneur en silice.....</b>	<b>3</b>
6.1    Principe.....	3
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.....	6
6.6.1  Répétabilité <i>r</i> .....	6
6.6.2  Reproductibilité <i>R</i> .....	6
<b>7</b> <b>Détermination de la composition par spectrométrie.....</b>	<b>6</b>
7.1    Principe.....	6
7.2    Réactifs et matériel.....	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 <i>r</i> .....	10
7.6.2  Reproductibilité <i>R</i> .....	10
<b>8</b> <b>Détermination du refus sur tamis.....</b>	<b>11</b>
8.1    Principe.....	11
8.2    Matériaux.....	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.....	12
8.5    Expression des résultats.....	12
8.6    Fidélité.....	12
<b>9</b> <b>Rapport d'essai.....</b>	<b>12</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/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

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/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

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 3262-18:2000), 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 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 18 : Silicoaluminatate de sodium précipité

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les exigences relatives au silicoaluminatate 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 5794-1:1994, *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 facultatives dans le Tableau 2. La méthode d'essai dans les Tableaux 1 et 2 doit être conforme aux normes indiquées.

**Tableau 1 — Exigences essentielles**

Caractéristique	Unité	Exigence	Méthode d'essai
Teneur en silice, min.		75	Voir Article 6 ou 7
Teneur en oxydes	% (fraction massique)	3 à 10	Voir Article 7
— Na <sub>2</sub> O		5 à 15	
— Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>			
Refus sur tamis de 45 µm, max.	% (fraction massique)	2	Voir Article 8
Clarté, min.	%	95	Méthode d'essai en cours d'élaboration
Matières volatiles à 105 °C, max.	% (fraction massique)	10	
Perte au feu	% (fraction massique)	3 à 12	
Prise d'huile <sup>a</sup> , min.	g/100 g	70	
pH de la suspension aqueuse	—	7 à 12	

a Une méthode d'essai permettant une meilleure reproductibilité et une meilleure répétabilité est décrite dans la norme ASTM D 2412-97, *Standard test method for carbon black — n-Dibutyl phthalate absorption number*. 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 facultatives**

Caractéristique	Unité	Exigence	Méthode d'essai
Répartition granulométrique (méthode instrumentale)	% (fraction massique)	À convenir entre les parties intéressées	À convenir entre les parties intéressées
Surface spécifique	m <sup>2</sup> /g		ISO 5794-1:1994, 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 chauffé pendant 2 h à  $(140 \pm 5)$  °C. 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 en résultant.

### 6.2 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.

**6.2.1 Acide chlorhydrique**, n° CAS<sup>1</sup> 7664-93-9, concentré, à environ 32 % (fraction massique),  $\rho \approx 1,16$  g/ml.

**6.2.2 Acide chlorhydrique**, n° CAS 7664-93-9, dilué 1 + 1.

Ajouter lentement 1 volume d'acide chlorhydrique concentré (6.2.1) à 1 volume d'eau.

**6.2.3 Acide sulfurique**, n° CAS 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.

**6.2.4 Acide fluorhydrique**, n° 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, ainsi que les éléments suivants :

**6.3.1 Capsule.**

**6.3.2 Creuset en platine.**

**6.3.3 Bain d'eau**, 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.

<sup>1</sup> Chemistry Abstracts Service Registry Number.

**6.3.6 Étuve**, pouvant être maintenue à  $(140 \pm 5)$  °C.

**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.<sup>2</sup>

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

**6.3.9 Balance**, d'une précision de 0,0001 g.

## 6.4 Mode opératoire

### 6.4.1 Nombre de déterminations

Effectuer la 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 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  $(140 \pm 5)$  °C.

Retirer la capsule de l'étuve et laisser refroidir. Ajouter au refus dans la capsule 50 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (6.2.2), porter au bain d'eau (6.3.3) à 100 °C pendant environ 20 min. Filtrer sur un papier filtre approprié (6.3.7) et laver le refus 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 évaporer jusqu'à siccité. Répéter l'évaporation deux autres fois en ajoutant chaque fois 10 ml d'acide chlorhydrique concentré au refus. Après la troisième évaporation, chauffer à  $(140 \pm 5)$  °C pendant 2 h dans l'étuve.

Ajouter au refus dans la capsule 20 ml d'acide chlorhydrique dilué 1 + 1, porter au bain d'eau à 100 °C pendant environ 10 min. Filtrer sur un papier filtre neuf et laver le refus 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 n'aurait pas été retenu par le filtre.

Placer les deux papiers filtres avec les précipités lavés dans le creuset en platine (6.3.2). Sécher à basse température, puis calciner dans le four à moufle (6.3.5) à  $(1\ 000 \pm 20)$  °C jusqu'à masse constante (durée approximative : 1 h) et laisser refroidir dans le dessiccateur (6.3.8). Peser le précipité calciné à 0,2 mg près ( $m_1$ ).

---

<sup>2</sup>Par exemple, Whatman n° 40 ou n° 41 ou Schleicher und Schüll n° 589/2 « Bande blanche ». Ces appellations ou marques commerciales sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné.

Mouiller le précipité calciné dans le creuset en platine avec 2 ml à 3 ml d'eau, 1 ml d'acide sulfurique dilué 1 + 1 (6.2.3) et 15 ml d'acide fluorhydrique (6.2.4) et évaporer jusqu'à consistance sirupeuse, en prenant soin d'éviter des pertes par projection. Laisser refroidir la capsule et, en la retournant, laver les côtés avec de petites quantités d'eau. Ajouter encore 10 ml d'acide fluorhydrique, et laisser évaporer jusqu'à siccité. Si l'évaporation du tétrafluorure de silicium n'est pas complète, ajouter encore 10 ml d'acide fluorhydrique et évaporer de nouveau jusqu'à siccité.

Chauffer le refus jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de dégagement de fumées blanches, puis 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 ( $m_3$ ) de l'échantillon (voir Article 5) dans le creuset en platine.

NOTE Il est admis de procéder en même temps à la pesée de la prise 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 (durée approximative : 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  $w(\text{TLI})$ , exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la Formule (1) :

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

où

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

$m_4$  est la masse, 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, en grammes, de la prise d'essai (voir en 6.4.2) ;

$m_1$  est la masse, 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, en grammes, de la silice après traitement à l'acide fluorhydrique et calcination jusqu'à masse constante (voir en 6.4.3) ;

$w(\text{TLI})$  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 au-dessous de laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai individuels (chaque résultat étant égal à la moyenne d'un essai 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 de 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 de flamme (SAAF), soit par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit par haute fréquence (ICP-AES), 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.

NOTE La méthode ICP-AES présente des avantages en ce qui concerne l'étendue de mesurage et les possibilités multi-éléments. Les deux méthodes (FAAS et ICP-AES) sont des techniques d'analyse relative. Pour des analyses quantitatives, les deux méthodes de mesurage doivent être étalonnées à l'aide de solutions témoins.

### 7.2 Réactifs et matériel

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau d'au moins qualité 3 telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

#### 7.2.1 Métaborate de lithium, n°CAS 13453-69-5.

#### 7.2.2 Mélange d'acides.

Ajouter 50 ml d'acide nitrique (n° CAS 7697-37-2) à environ 65 % (fraction massique), ( $\rho \approx 1,40$  g/ml), puis 17 g d'acide tartrique (n° 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 (n° CAS 7647-17-8) dans environ 500 ml d'eau et ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique (n° CAS 7647-01-0) à 30 % (fraction massique), ( $\rho \approx 1,15$  g/ml). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau et bien mélanger.