

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**9298**

Première édition  
1995-11-15

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Oxyde de zinc — Méthodes d'essai**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubber compounding ingredients — Zinc oxide — Test methods*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9298:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47d0b8af-4d34-4dcf-b249-80a3f8f9992a/iso-9298-1995>



Numéro de référence  
ISO 9298:1995(F)

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9298 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 3, *Matières premières (y compris le latex) à l'usage de l'industrie des élastomères*.

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente Norme internationale. L'annexe D est donnée uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 9298:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47d0b8af-4d34-4dcf-b249-80a3f8f9992a/iso-9298-1995>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Oxyde de zinc — Méthodes d'essai

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

### 1 Domaine d'application

**1.1** La présente Norme internationale prescrit les méthodes à utiliser pour l'évaluation de l'oxyde de zinc destiné à l'industrie du caoutchouc.

**1.2** Les méthodes analytiques sont applicables à toutes les classes commerciales d'oxyde de zinc, par exemple:

- type direct (procédé américain);
- type indirect (procédé français);
- d'autres types produits par différentes méthodes chimiques, c'est-à-dire par précipitation en calcination.

L'oxyde de zinc peut aussi être enrobé de matériaux organiques, tels que acides gras, huile, agents mouillants, etc., pour améliorer la dispersion dans le caoutchouc.

### 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente

Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 787-2:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.*

ISO 787-4:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 4: Détermination de l'acidité ou de l'alcalinité de l'extrait aqueux.*

ISO 787-7:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 7: Détermination du refus sur tamis — Méthode à l'eau — Méthode manuelle.*

ISO 787-8:1979, *Méthodes générales d'essai des pigments et des matières de charge — Partie 8: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à froid.*

ISO 1124:1988, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Procédures d'échantillonnage sur des livraisons de noir de carbone.*

ISO 5794-1:1994, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1: Essais sur le produit brut.*

### 3 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être réalisé conformément à l'ISO 1124 pour les poudres sèches.

## 4 Méthodes d'essai pour la détermination des propriétés physiques et chimiques

### 4.1 Généralités

Les oxydes de zinc enrobés doivent être essayés conformément aux méthodes indiquées dans le tableau 1, sans calcination ou extraction préalable car il y aurait une influence sur la détermination des matières volatiles, des matières solubles dans l'eau ou de l'acidité, si l'enrobage est éliminé.

### 4.2 Matières volatiles à 105 °C

Déterminer la perte au chauffage à 105 °C conformément à l'ISO 787-2.

### 4.3 Matières solubles dans l'eau

Déterminer le pourcentage de matières solubles dans l'eau conformément à l'ISO 787-8.

### 4.4 Acidité ou alcalinité

Déterminer l'acidité ou l'alcalinité, exprimée en centimètres cubes de solution titrée à 0,1 mol/dm<sup>3</sup> par 100 g d'échantillon, conformément à l'ISO 787-4, sauf que le résultat doit être exprimé en grammes d'acide sulfurique par 100 g (g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/100 g) en multipliant par 4,9 × 10<sup>-3</sup> le résultat obtenu.

### 4.5 Refus sur tamis

Déterminer le refus sur tamis conformément à l'ISO 787-7.

### 4.6 Surface spécifique par adsorption d'azote

Déterminer la surface spécifique par adsorption d'azote conformément à l'ISO 5794-1. La prise d'essai doit être comprise entre 0,7 g et 1,0 g, ou davantage selon les indications de l'essai initial ou de l'expérience acquise.

Tableau 1

Propriété	Unité	Méthode d'essai
Matières volatiles à 105 °C	% (m/m)	ISO 787-2
Matières solubles dans l'eau	% (m/m)	ISO 787-8
Acidité ou alcalinité (équivalent H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	g H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /100 g	ISO 787-4
Refus sur tamis	% (m/m)	ISO 787-7
Surface spécifique par adsorption d'azote	m <sup>2</sup> /g	ISO 5794-1
Oxyde de zinc	% (m/m)	Annexe A
Plomb	% (m/m)	Annexe B
Cadmium	% (m/m)	Annexe B
Cuivre	% (m/m)	Annexe B
Manganèse	% (m/m)	Annexe B
Insolubles dans l'acide	% (m/m)	Annexe C

} de la présente Norme internationale

## 5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) teneur en oxyde de zinc de l'échantillon;
- d) teneurs en plomb, cadmium, cuivre et manganèse de l'échantillon;
- e) teneur en matières solubles dans l'eau de l'échantillon;
- f) acidité (ou alcalinité) de l'échantillon;
- g) refus sur tamis;
- h) surface spécifique par adsorption d'azote;
- i) teneur en insolubles dans l'acide de l'échantillon;
- j) date de l'essai;
- k) tout écart par rapport aux modes opératoires prescrits dans la présente Norme internationale.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 9298:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47d0b8af-4d34-4dcf-b249-80a3f8f9992a/iso-9298-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47d0b8af-4d34-4dcf-b249-80a3f8f9992a/iso-9298-1995>

## Annexe A (normative)

### Détermination de la teneur en oxyde de zinc

#### A.1 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau distillée, déionisée ou distillée et déionisée pour les préparations et dilutions requises.

**A.1.1 Acide nitrique**,  
à 65 % (m/m),  $\rho \approx 1,4 \text{ Mg/m}^3$ .

**A.1.2 Acide chlorhydrique**,  
à 20 % (m/m),  $\rho \approx 1,1 \text{ Mg/m}^3$ .

**A.1.3 Ammoniaque**,  
solution à 25 % (m/m),  $\rho \approx 0,91 \text{ Mg/m}^3$ .

**A.1.4 Peroxyde d'hydrogène**,  
solution à 3 % (m/m).

**A.1.5 Fer(III)**, solution.

Dissoudre 86 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) dans de l'eau et diluer à  $1\,000 \text{ cm}^3$ .

**A.1.6 Chlorure d'ammonium**, solution.

Dissoudre 250 g de chlorure d'ammonium dans de l'eau et diluer à  $1\,000 \text{ cm}^3$ .

**A.1.7 Solution complexante**.

Dissoudre 30 g de fluorure d'ammonium, 100 g de thiosulfate d'ammonium et 250 g d'acétate d'ammonium dans de l'eau et diluer à  $1\,000 \text{ cm}^3$ .

**A.1.8 Bleu de bromothymol**, solution.

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromothymol dans  $100 \text{ cm}^3$  d'éthanol.

**A.1.9 Xylénolorange**, solution.

Dissoudre 0,2 g de sel tétrasodique de xylénolorange dans  $100 \text{ cm}^3$  d'eau.

**A.1.10 EDTA**, solution titrée,  
 $c(\text{EDTA}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ .

Dissoudre 37,225 g de sel disodique de l'acide éthylènedinitrilotétraacétique ( $\text{Na}_2\text{EDTA}$ ), pesé à  $\pm 1 \text{ mg}$ , dans de l'eau contenue dans une fiole jaugée de  $1\,000 \text{ cm}^3$ , diluer jusqu'au trait repère et homogénéiser. En alternative, des solutions étalons commerciales peuvent être utilisées.

**A.1.11 Zinc métallique**, de pureté minimale 99,995 % (m/m).

#### A.2 Appareillage

**A.2.1 Fioles jaugées**, de classe A, de  $250 \text{ cm}^3$ ,  $500 \text{ cm}^3$  et  $1\,000 \text{ cm}^3$  de capacité respective.

**A.2.2 Pipettes**, de classe A, de  $50 \text{ cm}^3$  et  $100 \text{ cm}^3$  de capacité respective.

**A.2.3 Burette**, de classe A, de  $50 \text{ cm}^3$  de capacité.

**A.2.4 Balance**, de 250 g de portée, avec une précision minimale de  $\pm 1 \text{ mg}$ .

**A.2.5 Dispositif de chauffage**, par exemple: plaque chauffante.

**A.2.6 Papier filtre**, lavé à l'acide.

**A.2.7 Bêchers**, de  $600 \text{ cm}^3$  et  $1\,000 \text{ cm}^3$  de capacité respective.

**A.2.8 Fioles coniques**, de  $500 \text{ cm}^3$  et  $1\,000 \text{ cm}^3$  de capacité respective.

#### A.3 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif conformément à l'ISO 1124.

#### A.4 Mode opératoire

Mettre en suspension dans  $100 \text{ cm}^3$  d'eau contenus dans un bêcher de  $1\,000 \text{ cm}^3$  (A.2.7), 20 g de

l'échantillon d'oxyde de zinc, pesé à  $\pm 0,01$  g, et le dissoudre avec précaution dans approximativement  $90 \text{ cm}^3$  d'acide nitrique (A.1.1). Quand l'oxyde de zinc est dissous, porter à ébullition pour un court instant, refroidir la solution et la transférer dans une fiole jaugée de  $500 \text{ cm}^3$  (A.2.1). Diluer avec précaution jusqu'au trait repère avec de l'eau et agiter.

Pipetter  $50 \text{ cm}^3$  de cette solution dans une fiole jaugée de  $250 \text{ cm}^3$  (A.2.1). Ajouter  $10 \text{ cm}^3$  de la solution de fer(III) (A.1.5). Agiter et ajouter successivement  $5 \text{ cm}^3$  de la solution de peroxyde d'hydrogène (A.1.4),  $60 \text{ cm}^3$  de la solution de chlorure d'ammonium (A.1.6) et  $30 \text{ cm}^3$  de la solution d'ammoniaque (A.1.3).

Agiter rapidement et refroidir. Amener au trait repère et filtrer sur papier filtre sec (A.2.6) dans une fiole conique sèche de  $500 \text{ cm}^3$  (A.2.8). Transférer  $50 \text{ cm}^3$  de cette solution à l'aide d'une pipette (A.2.2) dans un bécher de  $600 \text{ cm}^3$  (A.2.7) et diluer avec de l'eau jusqu'à environ  $300 \text{ cm}^3$ .

Ajouter 4 gouttes de la solution de bleu de bromothymol (A.1.8) et neutraliser à l'acide chlorhydrique (A.1.2). La couleur passe du bleu au jaune clair. Ajouter 2 gouttes d'acide chlorhydrique en excès. Après addition de  $20 \text{ ml}$  de la solution complexante (A.1.7) et de 7 gouttes de la solution de xylénolorange (A.1.9), titrer avec la solution d'EDTA (A.1.10) jusqu'au virage de couleur du rouge pourpre au jaune-orange.

Après addition au goutte à goutte de  $0,5 \text{ cm}^3$  à  $1 \text{ cm}^3$  supplémentaire, la couleur vire au vert jaunâtre pâle. Soit  $V_1$  le volume total de solution d'EDTA utilisé.

## A.5 Étalonnage

Diluer l'acide nitrique (A.1.1) à une concentration voisine de 30 % (*m/m*),  $\rho \approx 1,2 \text{ Mg/m}^3$ .

**AVERTISSEMENT — L'acide doit être ajouté à l'eau avec précaution.**

Dissoudre ensuite  $20 \text{ g}$  de zinc raffiné (A.1.11), pesé à  $\pm 0,01 \text{ g}$ , par chauffage dans un bécher avec  $40 \text{ cm}^3$  de la solution d'acide nitrique dilué. Laisser refroidir la solution, la transférer dans une fiole jaugée de  $1\,000 \text{ cm}^3$  (A.2.1) et diluer jusqu'au trait repère. Procéder ensuite comme décrit en A.4, à partir du deuxième alinéa, jusqu'à obtention du volume  $V_2$ .

$1 \text{ cm}^3$  de solution d'EDTA à  $0,1 \text{ mol/dm}^3$  correspond à  $0,006\,537 \text{ g}$  de zinc ou  $0,008\,138 \text{ g}$  d'oxyde de zinc.

## A.6 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en oxyde de zinc,  $w_{\text{ZnO}}$ , exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w_{\text{ZnO}} = \frac{V_1 \times 100 \times 1,245}{V_2}$$

où

$V_1$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'EDTA (A.1.10) utilisé pour le titrage du zinc dans la prise d'essai en A.4;

$V_2$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'EDTA (A.1.10) utilisé pour le titrage du zinc lors de l'étalonnage en A.5;

1,245 est le rapport de la masse moléculaire relative de l'oxyde de zinc à la masse atomique relative du zinc.

## A.7 Interférences

Le plomb et le fer sont précipités sous forme d'hydroxydes lors de l'addition d'ammoniaque. Le cuivre est masqué par le thiosulfate d'ammonium. L'aluminium est masqué par le fluorure d'ammonium. Le cadmium est également titré par la solution d'EDTA mais, étant donné que la concentration de cadmium est habituellement inférieure à 0,1 % (*m/m*) dans les qualités d'oxyde de zinc pour caoutchouc, cette erreur par excès est négligeable.

## Annexe B (normative)

### Détermination des teneurs en plomb, cadmium, cuivre et manganèse

#### B.1 Principe et plage d'application

**B.1.1** Une prise d'essai est mise en solution dans l'acide chlorhydrique. De l'acide nitrique est ajouté et chaque ion métallique est déterminé par spectroscopie d'absorption atomique aux longueurs d'onde respectives suivantes:

cadmium	228,8 nm
cuivre	324,7 nm
plomb	283,3 nm
manganèse	279,5 nm

**B.1.2** Tout oxyde de zinc, adapté à la formulation du caoutchouc et ne contenant pas plus de 1,0 % de plomb, peut être analysé par cette méthode.

**B.1.3** La méthode ne convient pas pour des oxydes de zinc contenant plus de 1,0 % de plomb en raison de problèmes de mise en solution.

#### B.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau distillée, déionisée ou distillée et déionisée pour les préparations et dilutions requises.

**B.2.1 Plomb, cadmium, cuivre et manganèse**, solutions étalons.

Les solutions étalons pour les métaux à doser dans chaque qualité d'oxyde peuvent être préparées, soit à partir de métaux purs, soit à partir de composés métalliques, ou achetées en tant que solutions étalons à un fournisseur de produits chimiques. La concentration habituelle de ces solutions est de 1 µg de métal par centimètre cube de solution. Une dilution convenable avec de l'eau amènera ces solutions dans la zone d'utilisation linéaire de l'appareil (B.3.7). Il est recommandé que les solutions étalons dont la concentration de métal est inférieure à 1 µg/cm<sup>3</sup> soient préparées de fraîche date, avant leur emploi, tandis que celles de concentrations supérieures ou

égales à 1 µg/cm<sup>3</sup> peuvent être stockées dans des bouteilles en plastique (B.3.6).

Il faut s'assurer que toutes les prises d'essai et les solutions étalons utilisées conjointement avec elles aient la même concentration d'acide(s).

**B.2.2 Acide chlorhydrique**, 36 % (m/m), ρ ≈ 1,18 Mg/m<sup>3</sup>.

**B.2.3 Acide nitrique**, à 65 % (m/m), ρ ≈ 1,4 Mg/m<sup>3</sup>.

#### B.3 Appareillage

**B.3.1 Balance**, avec une précision de ± 0,1 mg, en fonction de la masse à peser.

**B.3.2 Plaque chauffante**.

**B.3.3 Verrerie classique en borosilicate**, en particulier fioles jaugées de 10 cm<sup>3</sup>, 100 cm<sup>3</sup>, 200 cm<sup>3</sup> et 500 cm<sup>3</sup> de capacité respective.

**B.3.4 Pipettes**, de 1 cm<sup>3</sup>, 2 cm<sup>3</sup>, 5 cm<sup>3</sup> et 10 cm<sup>3</sup> de capacité respective.

**B.3.5 Seringues**, de 1 mm<sup>3</sup> et 10 mm<sup>3</sup> de capacité respective.

**B.3.6 Bouteilles en plastique**, pour le stockage des solutions étalons.

**B.3.7 Spectromètre d'absorption atomique**, travaillant en mode flamme.

L'appareil doit être manipulé selon les instructions du fabricant pour une utilisation optimale de la flamme.

Les méthodes de calibrage de l'appareil (si possible avec des équipements modernes) doivent être réalisées selon les instructions du fabricant.

#### B.4 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif conformément à l'ISO 1124.

## B.5 Mode opératoire

**B.5.1** Peser 0,2 g à 10,0 g de l'échantillon d'oxyde de zinc (voir B.5.2, deuxième alinéa) dans un bécher de 150 cm<sup>3</sup>. Peser à  $\pm 0,1$  mg pour les petites prises d'essai (0,2 g à 2,0 g) et à  $\pm 0,01$  g pour les prises d'essai plus importantes (2,0 g à 10,0 g). Ajouter de l'eau pour obtenir une pâte épaisse. Ajouter de l'acide chlorhydrique (B.2.2) pour obtenir la mise en solution complète de la prise d'essai. Pour les petites prises d'essai, 10 cm<sup>3</sup> suffiront, pour les plus importantes, 30 cm<sup>3</sup> peuvent être nécessaires.

NOTE 1 Dans cette opération, il y a lieu d'éviter d'obtenir un gâteau dur d'oxyde de zinc qui sera difficile à dissoudre dans le mélange eau/acide.

**B.5.2** Chauffer la solution sur la plaque chauffante (B.3.2) jusqu'à ébullition, puis ajouter avec précaution 1 cm<sup>3</sup> à 2 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique concentré (B.2.3). Poursuivre le chauffage durant 5 min au maximum. Enlever le bécher de la plaque chauffante, le laisser refroidir, transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 cm<sup>3</sup> (voir B.3.3) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

Les variations dans la masse de la prise d'essai et le volume final de solution sont laissés à l'appréciation de l'analyste et doivent être fixés par une connaissance préalable de la teneur approximative en plomb, cadmium, cuivre et manganèse du type d'oxyde de zinc à analyser.

**B.5.3** Effectuer un essai à blanc en répétant le mode opératoire complet, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs, mais en omettant la prise d'essai. Soustraire de façon appropriée toute valeur positive de l'essai à blanc avant de calculer la teneur en plomb, cadmium, cuivre ou manganèse de l'oxyde de zinc analysé.

**B.5.4** Terminer l'analyse en utilisant les techniques courantes de l'absorption atomique de flamme appropriées à l'appareil et en suivant les instructions du fabricant pour une utilisation optimale.

La solution d'oxyde de zinc à mesurer doit tomber à l'intérieur de la partie linéaire de la courbe d'étalonnage. Toute solution ne répondant pas à ce critère doit être diluée de façon à tomber dans cette partie linéaire.

## B.6 Expression des résultats

Les calculs peuvent être réalisés par graphique, équation ou techniques de calibrage appropriées au spectromètre d'absorption atomique utilisé.

Exprimer la teneur en métal en pourcentage en masse si celle-ci est supérieure ou égale à 0,1 % (m/m), ou en milligrammes par kilogramme si elle est inférieure à 0,1 % (m/m).

NOTE 2 Microgramme par gramme, partie par million et milligramme par kilogramme sont des unités de teneur équivalentes, milligramme par kilogramme étant l'unité SI préférée.