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

*Rubber compounding ingredients — Magnesium oxide — Methods of
test*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21869:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-
a24b509d1d0b/iso-21869-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

© ISO 2006

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Échantillonnage	1
4 Teneur en humidité, en hydroxyde de magnésium et en carbonate de magnésium	1
5 Détermination de la surface spécifique	5
6 Détermination de la teneur en cuivre et de la teneur en manganèse	5
7 Détermination du refus sur tamis	10
8 Détermination de la teneur en chlorures et en sulfates	11
9 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Valeurs typiques des oxydes de magnésium utilisés comme ingrédient de mélange	14

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée 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 tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 21869 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*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 21869:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

Introduction

L'oxyde de magnésium est utilisé par l'industrie du caoutchouc comme stabilisateur, comme agents modifiant dans le procédé de vulcanisation et pour renforcer la résistance à la chaleur de certains articles en caoutchouc. Les performances de l'oxyde de magnésium ayant ce rôle dépendent de la taille de ses particules, de ses caractéristiques de surface et de sa pureté. La présente Norme Internationale spécifie les méthodes d'essai de ces caractéristiques. Elle est basée sur la NF T 45-006 (France).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 21869:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Oxyde de magnésium — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale soient familiarisées avec les pratiques normales de laboratoire. La présente norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité, s'il y en a, que son utilisation occasionne. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité et de s'assurer que les conditions réglementaires nationales sont respectées.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes d'essai à appliquer à l'oxyde de magnésium utilisé dans l'industrie du caoutchouc comme agent de stabilisation et de vulcanisation.

Le choix des critères d'évaluation et le niveau des valeurs retenues doivent faire l'objet d'un accord entre les parties.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 3819, *Verrerie de laboratoire — Bêchers*

ISO 4652-1, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — Partie 1: Modes opératoires à un point de mesure*

ISO 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

ISO 18852, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Détermination de la surface par adsorption d'azote (NSA) et de la surface par épaisseur statistique (STSA) par méthode multipoints*

3 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être exécuté conformément à l'ISO 15528.

4 Teneur en humidité, en hydroxyde de magnésium et en carbonate de magnésium

Deux méthodes ont été retenues: la thermogravimétrie et la perte à la chaleur.

4.1 Thermogravimétrie

4.1.1 Mode opératoire

Les essais sont réalisés à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique pouvant tenir une température de $105\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$, $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ et $750\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

Les essais sont réalisés sous air ou sous azote avec un débit de $100\text{ cm}^3/\text{min} \pm 20\text{ cm}^3/\text{min}$. Il est recommandé que le taux d'augmentation de la température se situe entre $20\text{ °C}/\text{min}$ et $40\text{ °C}/\text{min}$, avec un balayage de la température ambiante devant aller de la température ambiante jusqu'à 800 °C .

4.1.2 Expression des résultats

4.1.2.1 Teneur en humidité (perte de masse de l'ambiante à 105 °C)

$$\text{Teneur en humidité (\%)} = 100 \times (m_1 - m_2)/m_1$$

où

m_1 est la masse de la prise d'essai, en grammes;

m_2 est la masse après chauffage entre 95 °C et 115 °C de la prise d'essai, en grammes.

4.1.2.2 Teneur en hydroxyde de magnésium (perte de masse entre 105 °C et 390 °C)

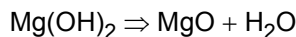
$$\text{Mg(OH)}_2 \text{ teneur (\%)} = 100 \times 3,2(m_2 - m_3)/m_1$$

où

m_1 et m_2 sont tels que définis en 4.1.2.1; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-24b509d1d0b/iso-21869-2006>

m_3 est la masse après chauffage entre 370 °C et 410 °C de la prise d'essai, en grammes;

3,2 est le rapport entre 58, la masse moléculaire de l'hydroxyde de magnésium, et 18, la masse moléculaire de l'eau, calculé sur la base de la réaction suivante:



4.1.2.3 Teneur en carbonate de magnésium (perte de masse entre 390 °C et 750 °C)

$$\text{MgCO}_3 \text{ teneur (\%)} = 100 \times 1,9(m_3 - m_4)/m_1$$

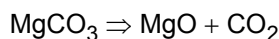
où

m_1 est tel que défini en 4.1.2.1;

m_3 est tel que défini en 4.1.2.2;

m_4 est la masse après chauffage au-dessus de 700 °C de la prise d'essai, en grammes;

1,9 est le rapport entre 84, la masse moléculaire du carbonate de magnésium, et 44, la masse moléculaire du dioxyde de carbone, calculé sur la base de la réaction suivante:



4.1.2.4 Précision

La répétabilité des mesures de masse est de $\pm 2\%$.

4.2 Perte à la chaleur

4.2.1 Teneur en humidité

4.2.1.1 Appareillage

4.2.1.1.1 Capsule de pesée, forme basse, de 70 mm de diamètre et 30 mm de hauteur environ (tarée);

4.2.1.1.2 Étuve, réglée à $115\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$;

4.2.1.1.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg près.

4.2.1.2 Mode opératoire

Peser dans la capsule de pesée tarée 5 g d'oxyde de magnésium, à 1 mg près.

Étendre la prise d'essai en couche uniforme sur le fond de la capsule. Placer cette dernière, sans son couvercle, dans l'étuve dont la température a été préalablement réglée à $115\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ et sécher jusqu'à masse constante (à 1 mg près).

Poser le couvercle sur la capsule dès la sortie de l'étuve. Refroidir au dessiccateur. Peser.

La perte de masse représente la teneur en humidité.

4.2.1.3 Expression des résultats

La teneur en humidité est donnée par l'équation:

$$\text{Teneur en humidité (\%)} = \omega_m = 100(\Delta m_1/m_{01})$$

où

Δm_1 est la perte de masse après étuvage, en grammes;

m_{01} est la masse d'essai avant étuvage, en grammes.

4.2.2 Teneur en hydroxyde de magnésium

4.2.2.1 Appareillage

4.2.2.1.1 Creuset (taré), en platine ou porcelaine. (Dans le cas d'utilisation d'un creuset en porcelaine, le chauffer à $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ et le refroidir dans un dessiccateur avant l'essai.)

4.2.2.1.2 Four, pouvant atteindre la température de $450\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$.

4.2.2.1.3 Balance analytique, précise à 0,1 mg près.

4.2.2.2 Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 2 g d'oxyde de magnésium dans le creuset taré.

Introduire le creuset contenant l'oxyde de magnésium dans le four réglé à $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$.

Lorsqu'on utilise un creuset en porcelaine, élever la température progressivement. Maintenir pendant 2 h à 390 °C en atmosphère oxydante. Sortir du four le creuset, refroidir dans un dessiccateur et peser.

Vérifier par une deuxième calcination si la masse reste constante.

Pour un creuset en porcelaine, il est préférable de laisser le creuset se refroidir lentement dans le four avant de l'introduire dans le dessiccateur.

La perte de masse représente la teneur en humidité et en hydroxyde de magnésium.

4.2.2.3 Expression des résultats

La teneur en hydroxyde de magnésium est donnée par l'équation:

$$\text{Mg(OH)}_2 (\%) = 3,2 \times [100(\Delta m_2/m_{02}) - \omega_m] = \omega_h$$

où

Δm_2 est la perte de masse après traitement à 390 °C , en grammes;

m_{02} est la masse initiale de la prise d'essai, en grammes;

ω_m est le pourcentage d'humidité (déterminé comme spécifié en 4.2.1), en grammes;

3,2 est le rapport entre 58, la masse moléculaire de l'hydroxyde de magnésium, et 18, la masse moléculaire de l'eau, calculé sur la base de la réaction suivante:



4.2.3 Teneur en carbonate de magnésium

4.2.3.1 Appareillage

4.2.3.1.1 Creuset (taré), en platine ou porcelaine. (Dans le cas d'utilisation d'un creuset en porcelaine, le chauffer à plus de 700 °C et le refroidir dans un dessiccateur avant l'essai.)

4.2.3.1.2 Four, pouvant atteindre une température supérieure à 700 °C .

4.2.3.1.3 Balance analytique, précise à $0,1\text{ mg}$ près.

4.2.3.2 Mode opératoire

Peser, à 1 mg près, 2 g d'oxyde de magnésium dans le creuset taré.

Introduire le creuset contenant l'hydroxyde de magnésium dans un four réglé au-dessus de 700 °C .

Lorsqu'on utilise un creuset en porcelaine, élever la température progressivement. Maintenir pendant 2 h au-dessus de 700 °C en atmosphère oxydante. Sortir du four le creuset, le refroidir dans un dessiccateur et peser.

Vérifier par une deuxième calcination si la masse reste constante.

Pour un creuset en porcelaine, il est préférable de laisser le creuset se refroidir lentement dans le four avant de l'introduire dans le dessiccateur.

La perte de masse représente la teneur en hydroxyde de magnésium et en carbonate de magnésium.

4.2.3.3 Expression des résultats

La teneur en carbonate de magnésium est donnée par l'équation:

$$\text{MgCO}_3 (\%) = 1,9 \times [100(\Delta m_3/m_{03}) - \omega_m - \omega_h]$$

où

Δm_3 est la perte de masse après traitement à 700 °C, en grammes;

m_{03} est la masse initiale de la prise d'essai, en grammes;

ω_m est le pourcentage d'humidité (déterminé comme spécifié en 4.2.1), en grammes;

ω_h est le pourcentage de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ (déterminé comme spécifié en 4.2.2), en grammes;

1,9 est le rapport entre 84, la masse moléculaire du carbonate de magnésium, et 44, la masse moléculaire du dioxyde de carbone, calculé sur la base de la réaction suivante:



4.2.4 Précision

Avec une balance analytique offrant une précision de 0,1 mg pour 5 g, la répétabilité des mesures de masse peut être considérée comme étant de ± 1 %.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2006

5 Détermination de la surface spécifique

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cc36dd7a-c127-414f-9632-a24b509d1d0b/iso-21869-2006>

La surface spécifique doit être déterminée selon la méthode décrite dans l'ISO 4652-1 ou dans l'ISO 18852.

6 Détermination de la teneur en cuivre et de la teneur en manganèse

6.1 Principe

Une prise d'essai est dissoute dans l'acide chlorhydrique et la solution obtenue est analysée soit par spectrométrie d'absorption atomique, soit par spectrométrie d'émission atomique. Les silicates éventuellement présents sont éliminés à l'aide d'acides sulfurique et fluorhydrique.

6.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnu, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

6.2.1 Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19 \text{ Mg/m}^3$.

6.2.2 Acide chlorhydrique, dilué 1+2.

Diluer 1 volume d'acide chlorhydrique (6.2.1) avec 2 volumes d'eau.

6.2.3 Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84 \text{ Mg/m}^3$.

6.2.4 Acide sulfurique, dilué 1+3.