

---

---

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

*Rubber compounding ingredients — Zinc oxide — Test methods*

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

[ISO 9298:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>



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

ISO 9298:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## 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>1</b>
<b>4</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques physiques et chimiques</b> .....	<b>2</b>
5.1    Généralités.....	2
5.2    Matières volatiles à 105 °C.....	2
5.3    Matières solubles dans l'eau.....	2
5.4    Acidité/alcalinité.....	2
5.5    Refus sur tamis.....	2
5.6    Surface spécifique par adsorption d'azote.....	3
<b>6</b> <b>Classification et valeurs types des oxydes de zinc</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>3</b>
<b>Annexe A (normative) Détermination de la teneur en oxyde de zinc</b> .....	<b>4</b>
<b>Annexe B (normative) Détermination de la teneur en plomb, en cadmium, en cuivre et en manganèse</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe C (normative) Détermination des matières insolubles dans l'acide</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe D (informative) Oxydes de zinc utilisés comme ingrédients de mélange du caoutchouc — Classification et valeurs types</b> .....	<b>12</b>

ISO 9298:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>

## 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 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. 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.

(standards.iteh.ai)

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

Le présent document a été élaboré 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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 9298:1995), qui a fait l'objet d'une révision technique. La principale modification est la référence à l'ISO 18852 en tant que méthode pour l'adsorption d'azote pour déterminer la surface spécifique.

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes à utiliser pour l'évaluation de l'oxyde de zinc destiné à l'industrie du caoutchouc.

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 et 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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>

## 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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 des matières volatiles à 105 °C*

ISO 787-4, *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, *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, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 8: Détermination des matières solubles dans l'eau — Méthode par extraction à froid*

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

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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

## 4 Échantillonnage

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

## 5 Méthodes d'essai pour la détermination des caractéristiques physiques et chimiques

### 5.1 Généralités

Les oxydes de zinc enrobés doivent être évalués selon les méthodes spécifiées dans le [Tableau 1](#).

Cette évaluation doit être faite sans calcination ou extraction préalable, car il n'est pas utile d'éliminer l'enrobage pour la détermination des matières volatiles, des matières solubles dans l'eau ou de l'acidité.

**Tableau 1 — Méthodes pour l'évaluation de la surface des oxydes de zinc enrobés**

Caractéristiques	Unités	Méthode d'essai
Matières volatiles à 105 °C	% (m/m)	ISO 787-2
Matières solubles dans l'eau	% (m/m)	ISO 787-8
Acidité/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 18852
Oxyde de zinc	% (m/m)	<a href="#">Annexe A</a>
Plomb	% (m/m)	<a href="#">Annexe B</a>
Cadmium	% (m/m)	<a href="#">Annexe B</a>
Cuivre	% (m/m)	<a href="#">Annexe B</a>
Manganèse	% (m/m)	<a href="#">Annexe B</a>
Matières insolubles dans l'acide	% (m/m)	<a href="#">Annexe C</a>

### 5.2 Matières volatiles à 105 °C

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

### 5.3 Matières solubles dans l'eau

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

### 5.4 Acidité/alcalinité

Déterminer l'acidité/l'alcalinité, en cm<sup>3</sup> de de solution titrée à 0,1 mol/dm<sup>3</sup> par 100 g d'échantillon, conformément à l'ISO 787-4. 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 le résultat par 4,9 × 10<sup>-3</sup>.

### 5.5 Refus sur tamis

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

## 5.6 Surface spécifique par adsorption d'azote

Déterminer la surface spécifique conformément à l'ISO 18852. La prise d'essai doit être comprise entre 0,7 g et 1,0 g, ou plus selon les indications de l'essai initial ou de l'expérience acquise.

## 6 Classification et valeurs types des oxydes de zinc

Trois types d'oxyde de zinc sont utilisés dans l'industrie du caoutchouc et sont décrits dans l'[Annexe D](#).

Des valeurs types pour certains des différents types d'oxyde de zinc sont données dans l'[Annexe D](#).

## 7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir ce qui suit:

- a) une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 9298;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) la teneur en oxyde de zinc de l'échantillon;
- d) la teneur en plomb, en cadmium, en cuivre et en manganèse de l'échantillon;
- e) la teneur en matières solubles dans l'eau de l'échantillon;
- f) l'acidité/alcalinité de l'échantillon;
- g) le refus sur tamis;
- h) la surface spécifique par adsorption d'azote;
- i) la teneur en matières insolubles dans l'acide;
- j) les dates des essais;
- k) les détails relatifs à tout écart par rapport aux modes opératoires spécifiés dans le présent document.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c713cfb4211/iso-9298-2017>

## Annexe A (normative)

### Détermination de la teneur en oxyde de zinc

#### A.1 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée, déionisée ou distillée/déionisée pour la préparation des échantillons et des dilutions requises.

**A.1.1 Acide nitrique**, à 65 % (m/m),  $d \approx 1,4$  Mg/m<sup>3</sup>.

**A.1.2 Acide chlorhydrique**, à 20 % (m/m),  $d \approx 1,1$  Mg/m<sup>3</sup>.

**A.1.3 Ammoniaque**, solution à 25 % (m/m),  $d \approx 0,91$  Mg/m<sup>3</sup>.

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

**A.1.5 Fer(III), solution.** iTeh STANDARD PREVIEW

Dissoudre 86 g de sulfate d'ammonium et de fer(III) dans de l'eau et diluer à 1 000 cm<sup>3</sup>.  
(standards.iteh.ai)

**A.1.6 Chlorure d'ammonium, solution.** ISO 9298:2017

Dissoudre 250 g de chlorure d'ammonium dans de l'eau et diluer à 1 000 cm<sup>3</sup>.  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fe09e7-daac-47bb-9fe7-7c7f5c842f17/iso-9298-2017>

**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 cm<sup>3</sup>.

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

Dissoudre 0,1 g de bleu de bromothymol dans 100 cm<sup>3</sup> d'éthanol.

**A.1.9 Xylénolorange, solution.**

Dissoudre 0,2 g de sel tétrasodique de xylénolorange dans 100 cm<sup>3</sup> d'eau.

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

Dissoudre 37,225 g de sel disodique de l'acide éthylènedinitrilotétraacétique (Na<sub>2</sub>EDTA), dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>, 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

Appareillage usuel de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

**A.2.1 Fioles jaugées**, de classe A, de capacité 250 cm<sup>3</sup>, 500 cm<sup>3</sup> e 1 000 cm<sup>3</sup>.

**A.2.2 Pipettes**, de classe A, de capacité 50 cm<sup>3</sup> et 100 cm<sup>3</sup>.

**A.2.3 Burette**, de classe A, de capacité 50 cm<sup>3</sup>.

**A.2.4 Balance**, de capacité 250 g, avec une précision minimale de ±1 mg.

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

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

**A.2.7 Bêchers**, de capacité de 600 cm<sup>3</sup> et 1 000 cm<sup>3</sup>.

**A.2.8 Fioles coniques**, de capacité de 500 cm<sup>3</sup> et 1 000 cm<sup>3</sup>.

### A.3 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif conformément à l'ISO 1124.

### A.4 Mode opératoire

**A.4.1** Mettre en suspension 20 g d'échantillon d'oxyde de zinc pesé à ±0,01 g près, dans 100 cm<sup>3</sup> d'eau dans un bécher de 1 000 cm<sup>3</sup> (A.2.7) et le dissoudre avec précaution dans approximativement 90 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique (A.1.1). Lorsque l'oxyde de zinc est dissous, porter à ébullition pour une courte période, refroidir la solution et la transférer dans une fiole jaugée de 500 cm<sup>3</sup> (A.2.1). Diluer avec précaution jusqu'au trait repère avec de l'eau et agiter.

**A.4.2** Pipetter 50 cm<sup>3</sup> de cette solution dans une fiole jaugée de 250 cm<sup>3</sup> (A.2.1). Ajouter 10 cm<sup>3</sup> de la solution de fer(III) (A.1.5). Agiter et puis ajouter successivement 5 cm<sup>3</sup> de la solution de peroxyde d'hydrogène (A.1.4), 60 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'ammonium (A.1.6) et 30 cm<sup>3</sup> de la solution d'ammoniaque (A.1.3).

**A.4.3** Agiter rapidement et refroidir. Amener au trait repère et filtrer sur papier filtre sec plié (A.2.6) dans une fiole conique sèche de 500 cm<sup>3</sup> (A.2.8). Pipetter 50 cm<sup>3</sup> de cette solution dans un bécher de 600 cm<sup>3</sup> et diluer avec de l'eau jusqu'à environ 300 cm<sup>3</sup>.

**A.4.4** Ajouter quatre 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 deux gouttes d'acide chlorhydrique en excès. Après ajout de 20 ml de la solution complexante (A.1.7) et de sept gouttes de la solution de xylénorange (A.1.9), titrer avec la solution d'EDTA (A.1.10) jusqu'au virage de couleur du rouge pourpre au jaune-orange.

**A.4.5** Après ajout au goutte à goutte de 0,5 cm<sup>3</sup> à 1 cm<sup>3</sup> de solution d'EDTA, la couleur vire au vert jaunâtre pâle. Le volume total de solution d'EDTA utilisé est  $V_1$ .

### A.5 Mode opératoire d'étalonnage

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

**AVERTISSEMENT — Il convient d'ajouter avec précaution l'acide à l'eau.**