

---

---

**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 21869:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff8d505a-7b48-45cf-8816-4e3f3b3ee4e3/iso-21869-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff8d505a-7b48-45cf-8816-4e3f3b3ee4e3/iso-21869-2022>



**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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>v</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>vi</b>
<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>1</b>
<b>5</b> <b>Teneur en humidité, en hydroxyde de magnésium et en carbonate de magnésium</b> .....	<b>2</b>
5.1    Thermogravimétrie .....	2
5.1.1    Mode opératoire .....	2
5.1.2    Expression des résultats .....	2
5.2    Perte en masse lors du chauffage à l'étuve .....	3
5.2.1    Teneur en humidité .....	3
5.2.2    Teneur en hydroxyde de magnésium .....	4
5.2.3    Teneur en carbonate de magnésium .....	5
<b>6</b> <b>Perte à la chaleur</b> .....	<b>6</b>
6.1    Principe .....	6
6.2    Appareillage .....	6
6.3    Mode opératoire d'essai .....	6
6.4    Calcul .....	6
<b>7</b> <b>Teneur en oxyde de magnésium</b> .....	<b>7</b>
7.1    Principe .....	7
7.2    Détermination de la quantité totale d'oxyde de magnésium et de la teneur en oxyde de calcium .....	7
7.2.1    Réactifs .....	7
7.2.2    Appareillage .....	9
7.2.3    Mode opératoire d'essai .....	9
7.3    Détermination de la teneur en oxyde de calcium .....	9
7.3.1    Détermination de la teneur par AAS ou ICP-AES .....	9
7.3.2    Conversion de la teneur par AAS ou par ICP-AES en volume de titrage d'EDTA .....	10
7.4    Calcul de la teneur en oxyde de magnésium .....	10
<b>8</b> <b>Détermination de la surface spécifique</b> .....	<b>10</b>
<b>9</b> <b>Détermination du refus sur tamis</b> .....	<b>10</b>
9.1    Réactif .....	10
9.2    Appareillage .....	11
9.3    Mode opératoire .....	11
9.4    Expression des résultats .....	11
<b>10</b> <b>Détermination de la teneur en chlorures</b> .....	<b>11</b>
10.1   Principe .....	11
10.2   Réactifs .....	12
10.3   Appareillage .....	12
10.4   Mode opératoire .....	12
10.5   Expression des résultats .....	12
<b>11</b> <b>Détermination de la teneur en sulfates</b> .....	<b>12</b>
11.1   Principe .....	12
11.2   Réactifs .....	12
11.3   Appareillage .....	13
11.4   Mode opératoire .....	13
11.5   Expression des résultats .....	13

<b>12</b>	<b>Cendres de matières insolubles dans l'acide chlorhydrique</b> .....	<b>13</b>
12.1	Principe.....	13
12.2	Réactifs.....	13
12.3	Appareillage.....	14
12.4	Mode opératoire.....	14
12.5	Expression des résultats.....	14
<b>13</b>	<b>Teneur en matières solubles dans l'eau</b> .....	<b>15</b>
13.1	Principe.....	15
13.2	Réactifs.....	15
13.3	Appareillage.....	15
13.4	Mode opératoire.....	15
13.5	Expression des résultats.....	16
<b>14</b>	<b>Masse volumique apparente</b> .....	<b>16</b>
14.1	Principe.....	16
14.2	Appareillage.....	16
14.3	Mode opératoire.....	17
14.4	Expression des résultats.....	17
<b>15</b>	<b>Rapport d'essai</b> .....	<b>17</b>
<b>Annexe A (informative) Détermination de la teneur en oxyde de calcium</b> .....		<b>19</b>
<b>Annexe B (informative) Valeurs typiques des propriétés des oxydes de magnésium utilisés comme ingrédient de mélange du caoutchouc</b> .....		<b>24</b>
<b>Bibliographie</b> .....		<b>25</b>

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 21869:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff8d505a-7b48-45cf-8816-4e3f3b3ee4e3/iso-21869-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff8d505a-7b48-45cf-8816-4e3f3b3ee4e3/iso-21869-2022>

## 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 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.

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

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 septième édition annule et remplace la sixième édition (ISO 21869:2006), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- un nouvel [Article 6](#), Perte à la chaleur et un nouvel [Article 7](#), Teneur en oxyde de magnésium, ont été ajoutés;
- les informations sur la détermination de la teneur en cuivre et de la teneur en manganèse ont été déplacées en [Annexe B](#);
- une ouverture de maille du tamis de 75 µm a été ajoutée en option en [9.2](#);
- les nouveaux [Article 12](#), Cendres des matières insolubles dans l'acide chlorhydrique, [Article 13](#), Teneur en matières solubles dans l'eau et [Article 14](#), Masse volumique apparente, ont été ajoutés;
- une nouvelle [Annexe A](#), Détermination de la teneur en oxyde de calcium, a été ajoutée;
- les activités élevée, moyenne et faible pour  $\alpha$ ,  $\beta$ , et  $\gamma$ , respectivement, ont été spécifiées dans l'[Annexe B](#).

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

L'oxyde de magnésium est utilisé par l'industrie du caoutchouc comme stabilisateur, comme agent 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 ces rôles dépendent de la taille de ses particules, de ses caractéristiques de surface et de sa pureté. Le présent document spécifie les méthodes d'essai utilisées pour déterminer ces caractéristiques.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 21869:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ff8d505a-7b48-45cf-8816-4e3f3b3ee4e3/iso-21869-2022>

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs du présent document connaissent 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.

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes d'essai à appliquer à l'oxyde de magnésium prévu pour être utilisé dans l'industrie du caoutchouc comme agent de stabilisation et de vulcanisation.

Le choix des propriétés à déterminer et des valeurs requises font l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

## 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 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 3819, *Verrerie de laboratoire — Bêchers*

ISO 4652, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — 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 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:

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

## 4 Échantillonnage

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

## 5 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.

### 5.1 Thermogravimétrie

#### 5.1.1 Mode opératoire

Les essais sont réalisés à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique pouvant maintenir une température à  $105\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ ,  $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$  et  $750\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ .

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 convient que la vitesse de montée en température soit comprise entre  $20\text{ °C}/\text{min}$  et  $40\text{ °C}/\text{min}$ , alors que le balayage en température doit être compris entre la température et  $800\text{ °C}$ .

#### 5.1.2 Expression des résultats

##### 5.1.2.1 Teneur en humidité (perte de masse entre l'ambiante et $105\text{ °C}$ )

La teneur en humidité,  $M$ , est donnée par la [Formule \(1\)](#):

$$M = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

où

$M$  est la teneur en humidité, en % de fraction massique;

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

$m_2$  est la masse après chauffage dans la plage de température de  $95\text{ °C}$  à  $115\text{ °C}$ , en grammes.

##### 5.1.2.2 Teneur en hydroxyde de magnésium (perte de masse entre $105\text{ °C}$ et $390\text{ °C}$ )

La teneur en hydroxyde de magnésium,  $w_h$ , est donnée par la [Formule \(2\)](#):

$$w_h = 3,2 \times \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

où

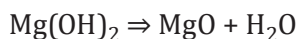
$w_h$  est la teneur en hydroxyde de magnésium, en % de fraction massique;

$m_1$  tel que défini en [5.1.2.1](#);

$m_2$  tel que défini en [5.1.2.1](#);

$m_3$  est la masse après chauffage dans la plage de température de  $370\text{ °C}$  à  $410\text{ °C}$ , 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:





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

La teneur en carbonate de magnésium,  $w_c$ , est donnée par la [Formule \(3\)](#):

$$w_c = 1,9 \times \frac{(m_3 - m_4)}{m_1} \times 100 \quad (3)$$

où

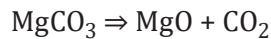
$w_c$  est la teneur en carbonate de magnésium, en % de fraction massique;

$m_1$  tel que défini en [5.1.2.1](#);

$m_3$  tel que défini en [5.1.2.2](#);

$m_4$  est la masse après chauffage au-dessus de 700 °C, 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:



## 5.2 Perte en masse lors du chauffage à l'étuve

### 5.2.1 Teneur en humidité

#### 5.2.1.1 Appareillage

**5.2.1.1.1 Capsule de pesée**, forme basse, d'environ 70 mm de diamètre et 30 mm de hauteur (tarée);

**5.2.1.1.2 Étuve**, capable de contrôler la température à  $115 \text{ °C} \pm 10 \text{ °C}$ ;

**5.2.1.1.3 Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.

#### 5.2.1.2 Mode opératoire

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

Étendre la prise d'essai pour former une couche uniforme sur le fond de la capsule. Placer la capsule, 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).

À la sortie de l'étuve, toujours placer le couvercle sur la capsule de pesée. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser, la perte en masse représente la teneur en humidité.

#### 5.2.1.3 Expression des résultats

La teneur en humidité,  $\omega_m$ , est donnée par la [Formule \(4\)](#):

$$\omega_m = \left( \frac{\Delta m_1}{m_{01}} \right) \times 100 \quad (4)$$

où

$\omega_m$  est la teneur en humidité, en % de fraction massique;

$\Delta m_1$  est la perte en masse après chauffage, en grammes;

$m_{01}$  est la masse initiale de la prise d'essai, en grammes.

## 5.2.2 Teneur en hydroxyde de magnésium

### 5.2.2.1 Appareillage

**5.2.2.1.1 Creuset (taré)**, en platine ou en porcelaine. Si un creuset en porcelaine est utilisé, il doit être chauffé à  $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$  et refroidi dans un dessiccateur avant essai.

**5.2.2.1.2 Four**, pouvant atteindre  $450\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ .

**5.2.2.1.3 Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.

**5.2.2.1.4 Dessiccateur**, avec des agents dessiccateurs (gel de silice) à l'intérieur.

### 5.2.2.2 Mode opératoire

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

Placer le creuset contenant l'échantillon d'oxyde de magnésium dans le four et régler à  $390\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ .

Si un creuset en porcelaine est utilisé, augmenter la température progressivement. Lorsqu'elle atteint  $390\text{ °C}$ , la maintenir pendant 2 h en atmosphère oxydante. Sortir le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

Répéter la calcination pour vérifier qu'une masse constante a été atteinte.

Il est préférable de laisser un creuset en porcelaine refroidir lentement dans le four avant de le placer dans le dessiccateur.

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

### 5.2.2.3 Expression des résultats

La teneur en hydroxyde de magnésium,  $\omega_h$ , est donnée par la [Formule \(5\)](#):

$$\omega_h = 3,2 \times \left[ \frac{\Delta m_2}{m_{02}} \times 100 - \omega_m \right] \quad (5)$$

où

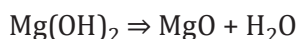
$\omega_h$  est la teneur en hydroxyde de magnésium, en % de fraction massique;

$\Delta m_2$  est la perte en masse après chauffage à  $390\text{ °C}$ , en grammes;

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

$\omega_m$  est la teneur en humidité (déterminée comme spécifié en [5.2.1.3](#)), en % de fraction massique;

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:



### 5.2.3 Teneur en carbonate de magnésium

#### 5.2.3.1 Appareillage

5.2.3.1.1 **Creuset (taré)**, en platine ou porcelaine.

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

5.2.3.1.3 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.

5.2.3.1.4 **Dessiccateur**, avec des agents dessiccateurs (gel de silice) à l'intérieur.

#### 5.2.3.2 Mode opératoire

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

Placer le creuset contenant l'échantillon d'hydroxyde de magnésium dans un four et régler au-dessus de 700 °C.

Si un creuset en porcelaine est utilisé, augmenter la température progressivement. Lorsqu'elle atteint 700 °C, la maintenir pendant 2 h en atmosphère oxydante. Sortir le creuset du four, le laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.

Répéter la calcination pour vérifier qu'une masse constante a été atteinte.

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

#### 5.2.3.3 Expression des résultats

La teneur en carbonate de magnésium,  $w_c$ , est donnée par la [Formule \(6\)](#):

$$w_c = 1,9 \times \left[ \left( \frac{\Delta m_3}{m_{03}} \right) \times 100 - \omega_m - \omega_h \right] \quad (6)$$

où

$w_c$  est la teneur en carbonate de magnésium, en % de fraction massique;

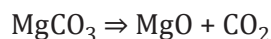
$\Delta m_3$  est la perte en masse après chauffage à plus de 700 °C, en grammes;

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

$\omega_m$  est la teneur en humidité (déterminée comme spécifié en [5.2.1.3](#)), en % de fraction massique;

$\omega_h$  est la teneur en hydroxyde de magnésium (déterminée comme spécifié en [5.2.2.3](#)), en % de fraction massique;

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:



## 6 Perte à la chaleur

### 6.1 Principe

Enflammer une prise d'essai à une température comprise entre 900 °C et 1 000 °C pendant plus de 2 h et mesurer la perte. La prise d'essai après allumage est utilisée pour la mesure de la teneur en oxyde de magnésium dans l'[Article 7](#).

NOTE Bien que la mesure de la perte à la chaleur soit l'une des étapes du mode opératoire d'essai de la teneur en oxyde de magnésium, elle est décrite dans un article indépendant en considération de son importance comme indice du degré de combustion dans un procédé de fabrication de calcination.

### 6.2 Appareillage

**6.2.1 Balance analytique**, précise à 0,1 mg près.

**6.2.2 Creuset**, en platine ou en porcelaine, de capacité nominale de 15 cm<sup>3</sup>.

**6.2.3 Dessiccateur**, avec des agents dessiccateurs (gel de silice) à l'intérieur.

**6.2.4 Four électrique**, pouvant contrôler la température avec exactitude à ± 25 °C près dans une plage de 900 °C à 1 000 °C.

### 6.3 Mode opératoire d'essai

Le mode opératoire est le suivant:

- a) Calciner le creuset ([6.2.2](#)) pendant 30 min à la température de calcination pour l'essai.
- b) Laisser le creuset refroidir à température de laboratoire dans le dessiccateur ([6.2.3](#)) et peser la masse du creuset à 0,1 mg près. Enregistrer la masse comme  $m_5$ .
- c) Prendre une prise d'essai à partir de l'échantillon et la mettre dans le creuset jusqu'à environ 2/3 de sa capacité et peser la masse du creuset, comprenant la prise d'essai, à 0,1 mg près. Enregistrer la masse comme  $m_6$ .

NOTE La masse de la prise d'essai à peser dans ce mode opératoire, qui diffère selon la masse volumique apparente, est d'environ 2 g à 3 g.

- d) Placer le creuset dans un four électrique ([6.2.4](#)) et le calciner à une température choisie entre 900 °C et 1 000 °C. La durée de calcination recommandée à une température comprise entre 900 °C et 1 000 °C est de plus de 2 h.
- e) Retirer le creuset du four électrique, le laisser refroidir dans un dessiccateur et peser la masse 0,1 mg près. Enregistrer la masse comme  $m_7$ .
- f) Conserver la portion d'essai dans le dessiccateur pour éviter l'absorption d'humidité et l'utiliser dans la mesure spécifiée à l'[Article 7](#).

### 6.4 Calcul

Calculer la perte à la chaleur,  $I$ , à l'aide de la [Formule \(7\)](#), avec le résultat arrondi à une décimale.

$$I = \frac{m_6 - m_7}{m_6 - m_5} \times 100 \quad (7)$$

où