# NORME INTERNATIONALE

ISO 7269

Première édition 1987-11-01



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Caoutchouc — Détermination du soufre libre

Rubber - Determination of free sulfur

Numéro de référence ISO 7269: 1987 (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 normalement 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7269 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, Élastomères et produits à base d'élastomères.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

# Caoutchouc — Détermination du soufre libre

#### 0 Introduction

- **0.1** La teneur en soufre libre 1) d'un mélange à base de caoutchouc non vulcanisé doit représenter la totalité du soufre élémentaire ajouté. Au cours du processus de vulcanisation et à mesure que le soufre se combine progressivement au caoutchouc, la teneur en soufre libre décroît, de sorte que cette teneur, dans un produit particulier, est liée en partie au degré de vulcanisation de ce produit, à la condition que la formulation soit connue et que la proportion correcte de soufre élémentaire (et d'autres ingrédients) ait été incorporée.
- **0.2** Les vulcanisats contenant des quantités de soufre libre supérieures à celles que le caoutchouc est capable de dissoudre, sont susceptibles de présenter des efflorescences de soufre, c'est pourquoi certaines spécifications de produit proscrivent un taux maximal de soufre libre.

## 1 Objet et domaine d'application

- 1.1 La présente Norme internationale spécifie trois méthodes de détermination du soufre libre dans le caoutchouc vulcanisé : deux versions de la méthode à la spirale de cuivre et la méthode au sulfite de sodium.
- **1.2** Les méthodes à la spirale de cuivre sont également applicables, sous réserve des restrictions-limitations indiquées dans le chapitre 4 aux mélanges non vulcanisés.

NOTE – L'annexe indique, dans un tableau, l'interférence à ces méthodes de dosage des apports de soufre, en pourcentage en masse, provenant de divers accélérateurs du commerce.

Le tableau ne nécessite pas d'explications, les résultats sont dus au travail du Laboratoire Tun Abdul Razak de l'Association de Recherche des Producteurs de Caoutchouc de Malaisie.

#### 2 Références

ISO 383, Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables.

ISO 1382, Caoutchouc - Vocabulaire.

ISO 1407, Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants.

## 3 Principes

## 3.1 Méthodes A et B à la spirale de cuivre

ISO 7269: 1987 (F)

#### 3.1.1 Méthode A

Le soufre libre présent dans une prise d'essai est extrait par l'acétone comme dans la détermination de l'extrait par les solvants, décrite dans l'ISO 1407, sauf que dans ce cas une spirale de grille en cuivre propre est placée dans le ballon contenant l'acétone. Le cuivre réagit avec le soufre extrait, formant du sulfure de cuivre. Lorsque l'extraction est terminée, la solution d'acétone est filtrée et jetée. Le cuivre insoluble dans l'acétone et le sulfure de cuivre restant dans le ballon sont traités par l'acide chlorhydrique. L'hydrogène sulfuré est recueilli par barbottage dans une solution d'acétate de cadmium, et le suflure de cadmium formé est dosé par iodométrie.

#### 3.1.2 Méthode B

La méthode B rapide à la spirale de cuivre est la même que la méthode A à la spirale de cuivre, à la différence que le temps d'extraction est réduit par l'utilisation d'une nacelle d'extraction Soxhlet placée dans la jaquette des vapeurs de solvant (6 cm<sup>3</sup>) permettant d'augmenter la température d'extraction.

## 3.2 Méthode au sulfite

Le soufre libre présent dans une prise d'essai réagit avec une solution aqueuse de sulfite de sodium; le thiosulfate de sodium formé est dosé par iodométrie.

## 4 Restrictions-limitations

**4.1** Les méthodes à la spirale de cuivre ne permettent, en général, de déterminer que le soufre élémentaire, bien que certains agents de vulcanisation «donneurs» de soufre, tels que le disulfure de thiurame et les diaminosulfures peuvent donner des résultats sensiblement plus élevés. De plus, les méthodes à la spirale de cuivre ne conviennent pas pour les composés non vulcanisés, si le soufre élémentaire ajouté est du type insoluble dans l'acétone, c'est-à-dire un soufre dit «insoluble» ou amorphe. La masse totale de soufre libre dans la prise d'essai doit être comprise entre 0,2 et 10 mg.

soufre libre : Soufre non combiné dans un mélange à base de caoutchouc ou dans un vulcanisat.

<sup>1)</sup> L'ISO 1382 donne la définition suivante pour le soufre libre :

- **4.2** La méthode au sulfite est extrêmement sensible à la présence des agents de vulcanisation donnant du soufre et aux antioxydants, et elle ne doit pas être utilisée pour les mélanges non vulcanisés.
- **4.3** En l'absence d'agents de vulcanisation donneurs de soufre, les méthodes sont comparables en ce qui concerne la fiabilité et la précision.

NOTE — Dans la pratique, en plus de la détermination du soufre élémentaire libre, certains soufres réactifs liés par coordination, tels que ceux du disulfure de thiurame et des polysulfures, peuvent aussi donner des réponses positives.

## 5 Méthode A à la spirale de cuivre

#### 5.1 Réactifs et matériaux

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

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions reconnues relatives à l'hygiène et à la sécurité doivent être prises lorsque l'on procède aux opérations indiquées dans la présente Norme internationale.

- 5.1.1 Acétone.
- 5.1.2 Acétate de cadmium, solution tamponnée.

Dissoudre 25 g d'acétate de cadmium dihydraté  $[(CH_3COO)_2Cd,2H_2O]$  et 25 g d'acétate de sodium trihydraté  $(CH_3COO)_3Cd,3H_2O)$  dans de l'eau, ajouter 100 cm³ d'acide acétique cristallisable et compléter à 1 dm³ avec de l'eau.

- 5.1.3 Grille de cuivre, 250 à 420 µm (maille 40 à maille 60).
- **5.1.4** Papier filtre ou tissu de polyamide, pour envelopper la prise d'essai de caoutchouc.
- 5.1.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Ajouter 1 volume d'acide chlorhydrique concentré à 36 % (m/m),  $c({\rm HCl})=10~{\rm mol/dm^3}$   $(\varrho_{20}=1,18~{\rm Mg/m^3})$ , à 1 volume d'eau.

**5.1.6** Acide nitrique,  $c(HNO_3) = 10 \text{ mol/dm}^3$ .

Ajouter 10 volumes d'acide nitrique concentré à 70 % (m/m),  $c(\text{HNO}_3) = 16 \, \text{mol/dm}^3 \, (\varrho_{20} = 1,42 \, \text{Mg/m}^3)$ , à 6 volumes d'eau.

**5.1.7** lode, solution,  $c(l_2) \approx 0.025 \text{ mol/dm}^3$ .

- **5.1.8** Thiosulfate de sodium, solution titrée avec précision,  $c(Na_2S_2O_3) = 0.05 \text{ mol/dm}^3$ .
- 5.1.9 Amidon, solution à 1 g/100 cm<sup>3</sup>.
- 5.1.10 Azote gazeux pur.
- 5.1.11 Glycérol (qualité pour laboratoire).

#### 5.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et éléments d'appareil indiqués ci-après pour réaliser les montages représentés aux figures 1 et 2. D'autres matériels peuvent être utilisés à condition qu'ils remplissent les mêmes fonctions que les appareils indiqués. Tous les joints rodés en verre 11 doivent être lubrifiés par du glycérol (5.1.11) avant montage.

- 5.2.1 Ballon d'extraction (A), de 150 cm<sup>3</sup> de capacité, avec joint rodé 34/35.
- **5.2.2 Extracteur de Soxhlet** (Y), avec joint rodé femelle 34/35 et joint rodé mâle 34/35. Capacité de la cartouche d'extraction (P) = 20 à 30 cm<sup>3</sup>.
- **5.2.3 Réfrigérant de Graham** (Z), avec joint conique rodé mâle 34/35 et bec d'écoulement.
- **5.2.4** Adaptateur de réduction (D), avec joint rodé femelle 14/23, joint rodé mâle 34/35 et tube d'entrée de gaz cintré à 90° devant parvenir à 3 mm du fond du ballon d'extraction (5.2.1) lorsqu'il est assemblé.
- **5.2.5** Fiole conique, (J), de 250 cm<sup>3</sup> de capacité, avec joint rodé 24/29.
- 5.2.6 Flacons laveurs pour gaz (K) et (L).
- **5.2.7** Allonge pour décantation (E), avec joint rodé femelle 10/19, joint rodé mâle 24/29 et tube plongeur intérieur.
- **5.2.8 Réfrigérant, type Liebig** (F), d'environ 22 cm de longueur efficace, avec tube à joint conique rodé mâle 14/23 et bec d'écoulement et joint conique rodé femelle 14/23, et à la partie haute, tubulure latérale d'angle avec joint rodé mâle 10/19.
- **5.2.9** Ampoule à brome (G), de 100 cm<sup>3</sup> de capacité, avec joint rodé mâle 14/23, tige modifiée et bouchon 14/23.
- **5.2.10** Filtre à micro-immersion (modèle Emich) (H), avec tige d'environ 75 mm de longueur et disque de 10 mm de diamètre, porosité n° 3.
- 5.2.11 Broyeur de laboratoire.

<sup>)</sup> Joints coniques rodés en verre conformes aux spécifications de l'ISO 383 et désignés comme recommandé dans l'ISO 383.

ISO 7269: 1987 (F)

## 5.3 Mode opératoire

## 5.3.1 Préparation de la spirale de cuivre

**5.3.1.1** Couper environ 5 g de grille de cuivre (5.1.3) de manière à former une bande de 10 mm de largeur et l'enrouler sans serrer pour obtenir une spirale d'environ 20 mm de diamère, les spires étant maintenues en place par un nœud de fil de cuivre.

**5.3.1.2** Nettoyer la spirale immédiatement avant usage, en la plongeant dans de l'acide nitrique dilué (5.1.6) froid durant quelques secondes, ce qui suffit pour que le cuivre soit propre et brillant. Enlever toute trace d'acide en lavant à l'eau à fond plusieurs fois. Laver à l'acétone (5.1.1) et sécher.

#### 5.3.2 Extraction du soufre libre

**5.3.2.1** Préparer le caoutchouc en le coupant menu de manière qu'il passe au travers d'un tamis à mailles de 1,70 mm ou en le broyant jusqu'à ce que la grosseur du grain ne dépasse pas 0,5 mm. Peser une prise d'essai d'environ 1 g à 0,1 mg près (masse = m g). En cas d'apparition d'efflorescence de soufre, peser une prise d'essai de 0,5 g avec la même tolérance.

Si le caoutchouc n'est pas vulcanisé, peser une prise d'essai qui ne devra pas contenir plus de 10 mg de soufre libre.

**5.3.2.2** Placer la spirale de cuivre spécialement préparée (5.3.1.2) dans le ballon d'extraction de 150 cm<sup>3</sup> (A) de la figure 1 et procéder à l'extraction de la prise d'essai durant au moins 4 h, en suivant le mode opératoire spécifié en 5.3.2.3.

**5.3.2.3** Envelopper la prise d'essai pesée dans du papier filtre ou du tissu polyamide (5.1.4) (préalablement extrait à l'acétone) de manière à former un rouleau lâche dont le caoutchouc ne puisse sortir et en évitant la formation d'agglomérats de caoutchouc. Placer le rouleau dans l'extracteur de Soxhlet (5.2.2) et verser 75 cm³ d'acétone dans le ballon d'extraction (A). Monter l'appareil et régler le chauffage de manière que la quantité d'acétone distillée remplisse l'extracteur 10 ou 20 fois par heure.

**5.3.2.4** Si, à la fin de la période d'extraction, la spirale est très noircie, ajouter une deuxième spirale préparée comme spécifié en 5.3.1 et poursuivre l'extraction durant encore 2 h. S'il n'y a pas noircissement, ajouter un morceau carré de grille de cuivre d'environ 10 mm de côté et poursuivre l'extraction durant 1 h.

**5.3.2.5** Démonter le ballon d'extraction, retirer l'adaptateur de réduction (D) (5.2.4) et enlever l'acétone en la filtrant sur le filtre à micro-immersion (H) (5.2.10). Laver trois fois la spirale avec environ 20 cm<sup>3</sup> d'acétone chaude. Faire passer les liquides de lavage sur le filtre à micro-immersion.

#### 5.3.3 Détermination du soufre libre extrait

**5.3.3.1** Monter le ballon d'extraction (A) qui contient la spirale de cuivre, ainsi que le filtre à micro-immersion (H) et l'adaptateur de réduction (D), sur l'appareil représenté à la figure 2. Introduire 100 cm³ de la solution d'acétate de cadmium (5.1.2) dans la fiole réceptrice (J) (5.2.5) et remplir les flacons laveurs (K) et (L) (5.2.6) jusqu'à une hauteur de 10 mm avec la même solution. Faire passer un courant d'azote (5.1.10) au travers de l'appareil de manière à chasser l'air et ensuite régler le flux à la fréquence d'une bulle par seconde environ dans la fiole (J).

5.3.3.2 Introduire 50 cm<sup>3</sup> de l'acide chlorhydrique dilué (5.1.5) en le faisant passer lentement de l'ampoule à brome (G) (5.2.9) dans le ballon (A), chauffer lentement jusqu'à ébullition et faire bouillir doucement durant 20 à 30 min. Vers la fin de cette période, augmenter le courant d'azote afin de chasser toutes traces de sulfure d'hydrogène. La solution qui se trouve dans le flacon laveur (K) devrait être claire et incolore; si tel n'est pas le cas, cela montre que le courant de gaz a été trop rapide et il faut procéder de nouveau à la détermination en utilisant une prise d'essai plus petite ou bien une vitesse plus faible du flux du gaz. Déconnecter l'allonge pour décantation (E) (5.2.7) de la dérivation latérale du réfrigérant, et, tandis qu'on soulève la partie coudée, ajouter à l'aide d'une pipette un volume mesuré, V, de la solution d'iode (5.1.7) (habituellement, 20 cm<sup>3</sup> représentent une quantité appropriée) dans la fiole (J) de manière à avoir un excès d'iode.

**5.3.3.3** Laisser l'iode réagir avec tout le précipité adhérant à l'entrée du tube et, lorsque le précipité est dissous, enlever le tube et le rincer. Refroidir la solution à environ 15 °C. Titrer l'excès d'iode avec la solution de thiosulfate de sodium (5.1.8) (volume =  $V_1$  cm³), en utilisant la solution d'amidon (5.1.9) comme indicateur.

Réaliser un essai à blanc en utilisant tous les réactifs y compris un volume V (voir 5.3.3.2) de la solution d'iode (5.1.7) et 100 cm³ de la solution d'acétate de cadmium (5.1.2), mais en omettant la prise d'essai. Le volume de la solution de thiosulfate de sodium dont on a besoin est égal à  $V_2$  cm³.

**5.3.3.4** La différence entre le volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc et le volume utilisé pour la détermination correspond à l'iode qui a réagi avec le sulfure de cadmium.

#### 5.4 Expression des résultats

La teneur en soufre libre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3,2\,(V_2-V_1)\,c}{m}$$

ΟÚ

 $V_1$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (5.1.8) qui a réagi avec l'excès d'iode au cours de la détermination;

 $V_2$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (5.1.8) correspondant à  $V \text{ cm}^3$  de la solution d'iode (5.1.7) utilisée pour l'essai à blanc;

c est la concentration réelle, exprimée en moles par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium (5.1.8) utilisée;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

## 6 Méthode B à la spirale de cuivre

#### 6.1 Réactifs

Voir 5.1.

#### 6.2 Appareillage

Monter l'appareillage suivant comme représenté à la figure 3. D'autres matériels peuvent être utilisés à condition qu'ils remplissent les mêmes fonctions que les appareils indiqués. Tous les joints rodés en verre doivent être lubrifiés par du glycérol avant montage.

- **6.2.1** Ballon d'extraction (A), de 150 cm<sup>3</sup> de capacité, avec joint rodé 34/35.
- **6.2.2 Extracteur de Soxhlet** (B), avec joint rodé femelle 19/23 et joint rodé mâle 14/19. Capacité de la nacelle d'extraction : environ 6 cm<sup>3</sup>.

À la place d'un Soxhlet, on peut utiliser le type de Soxhlet représenté à la figure 2 de l'ISO 1407.

- **6.2.3 Réfrigérant de Graham** (C), avec joint rodé mâle 19/26 et bec d'écoulement.
- **6.2.4** Adaptateur de réduction (X), avec joint rodé femelle 14/19 et joint rodé mâle 34/35.

#### 6.3 Mode opératoire

Le mode opératoire est le même que celui décrit en 5.3, sauf pour 5.3.2.2 qui devient

«Placer la spirale de cuivre spécialement préparée dans le ballon d'extraction de 150 cm³ (A) de la figure 3 et procéder à l'extraction de la prise d'essai durant au moins 1 h en suivant le mode opératoire spécifié en 5.3.2.3.»

## pour 5.3.2.4 qui devient

«Si, à la fin de la période d'extraction, la spirale est très noircie, ajouter une deuxième spirale spécialement préparée et poursuivre l'extraction durant encore 10 min. S'il n'y a pas noircissement, ajouter un morceau carré de grille de cuivre d'environ 10 mm de côté et poursuivre l'extraction durant 10 min.

#### et pour 5.3.2.5 qui devient

«Démonter le ballon d'extraction, retirer l'adaptateur de réduction (X) (6.2.4) et enlever l'acétone en la filtrant sur le filtre à micro-immersion (H) (5.2.10). Laver trois fois la spirale avec environ 20 cm³ d'acétone chaude. Faire passer les liquides de lavage sur le filtre à micro-immersion.»

## 6.4 Expression des résultats

Voir 5.4.

#### 7 Méthode au sulfite

#### 7.1 Réactifs et matériaux

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

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions reconnues relatives à l'hygiène et à la sécurité doivent être prises lorsque l'on procède aux opérations indiquées dans la présente Norme internationale.

#### 7.1.1 Sulfite de sodium, solution.

Dissoudre 50 g de sulfite de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>) ou 100 g de sulfite de sodium heptahydraté (Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub>,7H<sub>2</sub>O) dans 1 dm<sup>3</sup> d'eau.

Renouveler cette solution une fois par semaine.

- 7.1.2 Huile de paraffine.
- **7.1.3** Charbon de bois, pour absorption de gaz, en grain activité par chauffage à 250 à 300 °C durant 45 min.
- 7.1.4 Formaldéhyde, solution à 300 à 400 g/dm<sup>3</sup>.
- 7.1.5 Acide acétique, cristallisable.
- **7.1.6** lode, solution,  $c(l_2) \approx 0.025 \text{ mol/dm}^3$ .
- **7.1.7** Thiosulfate de sodium, solution titrée avec précision,  $c (\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.05 \text{ mol/dm}^3$ .
- 7.1.8 Amidon, solution à 1 g/100 cm<sup>3</sup>.
- 7.1.9 Diatomite<sup>1)</sup>, comme adjuvant de filtration.

#### 7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

- 7.2.1 Fiole conique en verre borosilicaté, de 500 cm<sup>3</sup> de capacité.
- 7.2.2 Entonnoir de Buchner, de 60 mm.
- 7.2.3 Fiole de Buchner.
- 7.2.4 Plaque chauffante.

<sup>1)</sup> Une diatomite acceptable, diffusée sur le marché, est la Célite 545. Cette information est donnée pour la commodité des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie pas que l'ISO approuve ce produit.

#### 7.2.5 Broyeur de laboratoire.

## 7.3 Mode opératoire

- **7.3.1** Préparer le caoutchouc en le coupant menu de manière qu'il passe au travers d'un tamis à mailles de 1,70 mm ou en le broyant jusqu'à ce que la grosseur du grain ne dépasse pas 0,5 mm. Peser une prise d'essai d'environ 2 g à 0,1 mg près (masse = m g). La placer dans la fiole conique en verre borosilicaté (7.2.1), et ajouter  $100 \text{ cm}^3$  de la solution de sulfite de sodium (7.1.1) et, afin d'éviter la formation de mousse, 3 à  $100 \text{ cm}^3$  d'huile de paraffine (7.1.2). Couvrir l'ouverture de la fiole avec un verre de montre et faire bouillir doucement sur la plaque chauffante (7.2.4) durant 4 h.
- **7.3.2** Refroidir, ajouter 5 g de charbon de bois activé (7.1.3) et laisser reposer 30 min, temps durant lequel les résidus de l'accélérateur sont adsorbés sur le charbon de bois.
- **7.3.3** Enlever toutes les matières insolubles par filtrage sous vide, au travers de l'entonnoir de Buchner (7.2.2) contenant une couche filtrante de diatomite (7.1.9), d'une épaisseur d'environ 5 mm, placée sur un papier filtre de qualité pour analyse. Laver la fiole conique en faisant passer successivement trois fois un volume de 25 cm³ d'eau chaude et en recueillant les liquides de lavage dans la fiole de Buchner (7.2.3). Laver le résidu restant sur le filtre avec 25 cm³ d'eau chaude.
- **7.3.4** Ajouter  $10 \text{ cm}^3$  de la solution de formaldéhyde (7.1.4) au filtrat qui se trouve dans la fiole de Buchner, laisser reposer 5 min et ajouter  $5 \text{ cm}^3$  d'acide acétique cristallisable (7.1.5). Mélanger en faisant tourner le liquide par rotation de la fiole, refroidir jusqu'à environ  $15 \, ^{\circ}\text{C}$  et ajouter un volume mesuré avec précision de la solution d'iode (7.1.6) de manière à avoir un excès d'iode. Bien mélanger, ajouter quelques gouttes de la solution d'amidon (7.1.8) et titrer l'excès d'iode avec la solution de thiosulfate de sodium (7.1.7) (volume =  $V_3 \text{ cm}^3$ ).
- **7.3.5** Réaliser un essai à blanc sur les réactifs. Le volume de la solution de thiosulfate de sodium dont on a besoin est égal à  $V_4 \, {\rm cm}^3$ .

## 7.4 Expression des résultats

La teneur en soufre libre, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3,2\,(V_3-V_4)c}{m}$$

οù

- $V_3$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (7.1.7) utilisé pour le titrage de la prise d'essai:
- $V_4$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (7.1.7) utilisé pour l'essai à blanc;
- c est la concentration réelle, exprimée en moles par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium (7.1.7) utilisée:
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

#### 8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) référence à la présente Norme internationale;
- c) méthode utilisée : méthode à la spirale de cuivre (A ou
  B) ou méthode au sulfite;
- d) résultats de la détermination;
- e) toute modification apportée au mode opératoire spécifié dans la présente Norme internationale ainsi que les incidents notés au cours de la détermination susceptibles d'avoir eu une incidence sur les résultats;
- f) date de l'essai.

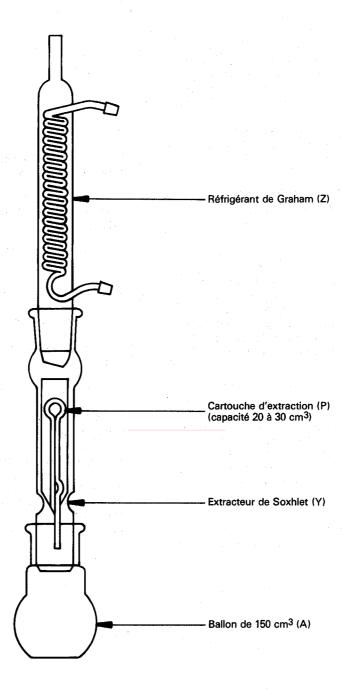


Figure 1 - Appareil type pour la détermination du soufre libre par la méthode A à la spirale de cuivre

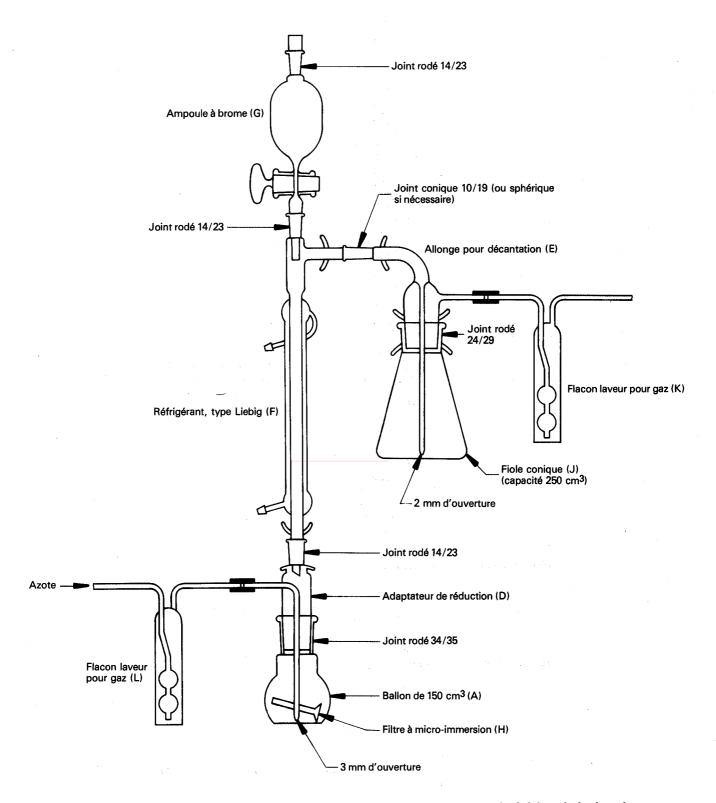


Figure 2 — Appareil type pour la détermination du soufre libre par la méthode A à la spirale de cuivre

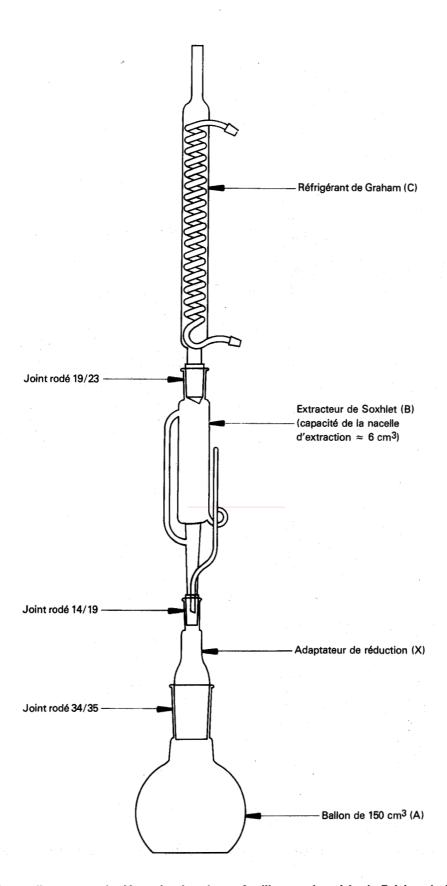


Figure 3 — Appareil type pour la détermination du soufre libre par la méthode B à la spirale de cuivre