

---

*compounded or vulcanized* ---  
*content*

---

## 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 8054 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 8054:1988), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bccc4f0-fdeb-4fc6-aaa7-57f872b6d799/iso-8054-1996>

© ISO 1996

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

## Introduction

Dans les caoutchoucs mélangés non vulcanisés, le soufre sous forme de sulfure présent est généralement dû aux sulfures métalliques contenus dans les charges (par exemple le lithopone).

Dans les vulcanisats, la teneur en sulfures croît avec le degré de vulcanisation et peut donc servir à déterminer le degré de réticulation des produits pour lesquels il est critique, à condition qu'il n'y ait pas de grandes quantités de charges contenant des sulfures métalliques.

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

[ISO 8054:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bccc4f0-fdeb-4fc6-aaa7-57f872b6d799/iso-8054-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bccc4f0-fdeb-4fc6-aaa7-57f872b6d799/iso-8054-1996>

Page blanche

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

ISO 8054:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bccc4f0-fdeb-4fc6-aaa7-57f872b6d799/iso-8054-1996>

# Caoutchouc vulcanisé ou non vulcanisé — Dosage du soufre sous forme de sulfure — Méthode iodométrique

**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.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique pour le dosage des sulfures dans les caoutchoucs mélangés non vulcanisés et dans les vulcanisats.

Elle est applicable aux caoutchoucs chlorés, aux caoutchoucs nitriles et aux caoutchoucs hydrocarbonés (y compris les caoutchoucs naturels).

## 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 383:1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 1407:1992, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*.

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

ISO 4799:1978, *Verrerie de laboratoire — Réfrigérants*.

## 3 Principe

Le caoutchouc est extrait à l'acétone et l'extrait obtenu est traité par un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide acétique afin de décomposer les sulfures métalliques. L'hydrogène sulfuré obtenu est absorbé par une solution tamponnée d'acétate de cadmium et le sulfure de cadmium ainsi formé est dosé par iodométrie.

## 4 Réactifs et produits

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.

### 4.1 Acétone.

### 4.2 Acide chlorhydrique/acide acétique, mélange.

Mélanger 5 volumes d'acide acétique cristallisable ( $\rho = 1,05 \text{ g/cm}^3$ ), 1 volume d'acide chlorhydrique concentré [36 % (m/m),  $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$ ] et 1 volume d'eau.

#### 4.3 Acétate de cadmium, solution tampon.

Dissoudre 25 g d'acétate de cadmium dihydraté  $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cd}\cdot 2\text{H}_2\text{O}]$  et 25 g d'acétate de sodium trihydraté  $(\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O})$  dans de l'eau, ajouter  $100\text{ cm}^3$  d'acide acétique cristallisable ( $\rho = 1,05\text{ g/cm}^3$ ) et diluer à  $1\text{ dm}^3$  avec de l'eau.

#### 4.4 Agent tensioactif, solution.

Préparer une solution aqueuse à approximativement 2 % (*m/m*) d'un agent tensioactif ne réagissant pas avec l'iode. Filtrer la solution à travers un papier filtre Whatman n° 1<sup>1)</sup>, ou équivalent, avant emploi.

NOTE 1 La gomme ghatti et le polyéthoxalate nonyle de phénol constituent des exemples d'agents tensioactifs appropriés.

#### 4.5 Iode, solution, $c(\text{I}_2) \approx 0,025\text{ mol/dm}^3$ .

Dissoudre 6,35 g d'iode et 40 g d'iodure de potassium dans de l'eau et diluer à  $1\text{ dm}^3$ .

#### 4.6 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0,05\text{ mol/dm}^3$ .

#### 4.7 Amidon, solution à 1 g par $100\text{ cm}^3$ d'eau.

#### 4.8 Source d'azote pur.

#### 4.9 Glycérol.

### 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Appareil pour extraction**, entièrement en verre, tel que celui prescrit dans l'ISO 1407 (voir figure 1), comprenant les éléments décrits en 5.1.1 à 5.1.3.

**5.1.1 Fiole pour extraction**, de  $150\text{ cm}^3$  de capacité, munie d'un raccord femelle 34/35 conforme aux prescriptions de l'ISO 383 (voir aussi 5.2.1).

**5.1.2 Tube extracteur de Bersch**, muni de préférence d'un raccord femelle 34/35 et d'un raccord mâle 34/35.

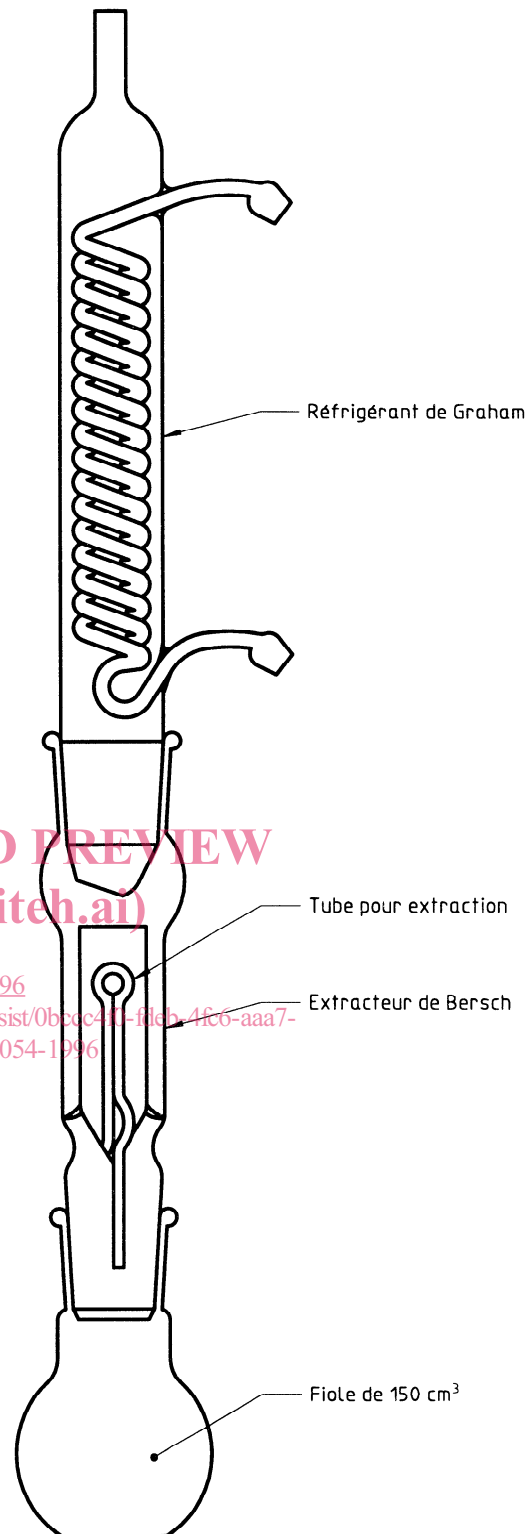


Figure 1 — Appareil pour extraction

1) Whatman n° 1 est un exemple de papier filtre approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du papier filtre ainsi désigné.

**5.1.3 Réfrigérant de Graham**, de 400 mm de longueur nominale d'enceinte, muni d'un tube à joint rodé conique mâle 34/35 à bec d'écoulement, conforme aux prescriptions de l'ISO 4799.

D'autres appareils peuvent être utilisés à la place de ceux-ci, à la condition qu'ils aient la même fonction.

**5.2 Appareil pour la production et l'absorption de l'hydrogène sulfuré**, entièrement en verre (voir figure 2), comprenant les éléments décrits en 5.2.1 à 5.2.8.

**5.2.1 Fiole pour extraction (A)**, de 150 cm<sup>3</sup> de capacité, munie d'un raccord femelle 34/35 conforme aux prescriptions de l'ISO 383 (voir aussi 5.1.1).

**5.2.2 Adaptateur (D)**, muni d'un raccord femelle 14/23 et d'un raccord mâle 34/35, avec un tube d'amenée de gaz devant descendre à 3 mm du fond de la fiole pour extraction (5.2.1) lorsqu'il est assemblé.

**5.2.3 Fiole conique (J)**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité, munie d'un raccord femelle 24/29.

**5.2.4 Flacons laveurs de gaz (K et L)**.

**5.2.5 Allonge (E)**, munie d'un raccord femelle 10/19 et d'un raccord mâle 24/29, avec un tube plongeur intérieur fermé.

**5.2.6 Réfrigérant type Liebig (F)**, d'environ 250 mm de longueur nominale d'enceinte, muni d'un tube à joint rodé conique mâle 14/23 à bec d'écoulement, d'un raccord femelle 14/23 et d'une tubulure latérale avec raccord mâle 10/19.

**5.2.7 Ampoule à introduire (G)**, de 100 cm<sup>3</sup> de capacité, munie d'un raccord mâle 14/23, d'une tige modifiée et d'un bouchon 14/23.

**5.2.8 Filtre plongeur à microfiltration (type Emich) (H)**, muni d'une tige d'environ 75 mm de longueur et d'un disque de 10 mm de diamètre, série de porosité P 40 (voir ISO 4793).

## 6 Échantillonnage, préparation de l'échantillon et choix de la prise d'essai

**6.1** Prélever, sur plusieurs surfaces de l'échantillon, une prise d'essai de 0,5 g à 2,0 g, selon la teneur présumée en sulfures.

**6.2** Passer la prise d'essai six fois entre les cylindres froids d'un mélangeur de laboratoire dont l'écartement ne dépasse pas 0,5 mm. S'il n'est pas possible de faire passer la prise d'essai par le mélangeur, on peut couper la prise d'essai en morceaux de moins de 1 mm de côté. Peser la prise d'essai à 1 mg près.

**6.3** Extraire la prise d'essai à l'aide d'acétone (4.1) et de l'appareil (5.1), comme prescrit dans l'ISO 1407.

**6.4** Transférer la prise d'essai ainsi extraite du tube extracteur de Bersch (5.1.2) dans un verre de montre et procéder à l'évaporation de l'acétone dans une étuve durant 15 min à 70 °C. Transférer l'échantillon sec dans la fiole (A).

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Dosage

**7.1.1** Raccorder la fiole (A) à l'appareillage de la figure 2, en prenant soin de lubrifier au glycérol (4.9) tous les joints en verre rodé, introduire 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'acétate de cadmium (4.3) et 1 cm<sup>3</sup> de la solution d'agent tensioactif (4.4) dans la fiole conique (J) et remplir à moitié les flacons laveurs de gaz (K et L) avec de la solution d'acétate de cadmium. Faire passer un courant d'azote (4.8) dans l'appareillage de manière à chasser l'air et, ensuite, régler le flux de gaz de manière que l'on voit apparaître environ une bulle par seconde dans la fiole conique (J).

**7.1.2** Verser 50 cm<sup>3</sup> du mélange d'acide chlorhydrique/acide acétique (4.2) lentement de l'ampoule à introduire (G) dans la fiole (A), chauffer lentement jusqu'à ébullition et maintenir l'ébullition durant 30 min à 40 min. Vers la fin de cette période, augmenter le courant d'azote de façon à se débarrasser de toutes les traces d'hydrogène sulfuré. La solution contenue dans le flacon laveur (K) doit être limpide et incolore; si tel n'est pas le cas, cela est la preuve que le courant d'azote a été trop rapide et il faut renouveler la détermination en utilisant une prise d'essai plus petite, ou un débit d'azote plus lent. Déconnecter l'adaptateur de l'allonge (E) du tube et, tout en le tenant en biais, ajouter, à l'aide d'une pipette, un volume mesuré  $V_0$  de la solution d'iode (4.5) (habituellement 25 cm<sup>3</sup> représentent une quantité appropriée) dans la fiole conique (J), de manière à avoir un excès d'iode.

**7.1.3** Laisser l'iode réagir avec le précipité adhérent au tube d'entrée et, lorsque tout le précipité est dissous, enlever le tube et le rincer; refroidir la solution à 15 °C et titrer l'iode en excès à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium (4.6) et de la solution d'amidon (4.7) comme indicateur. Soit  $V_1$  le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé.

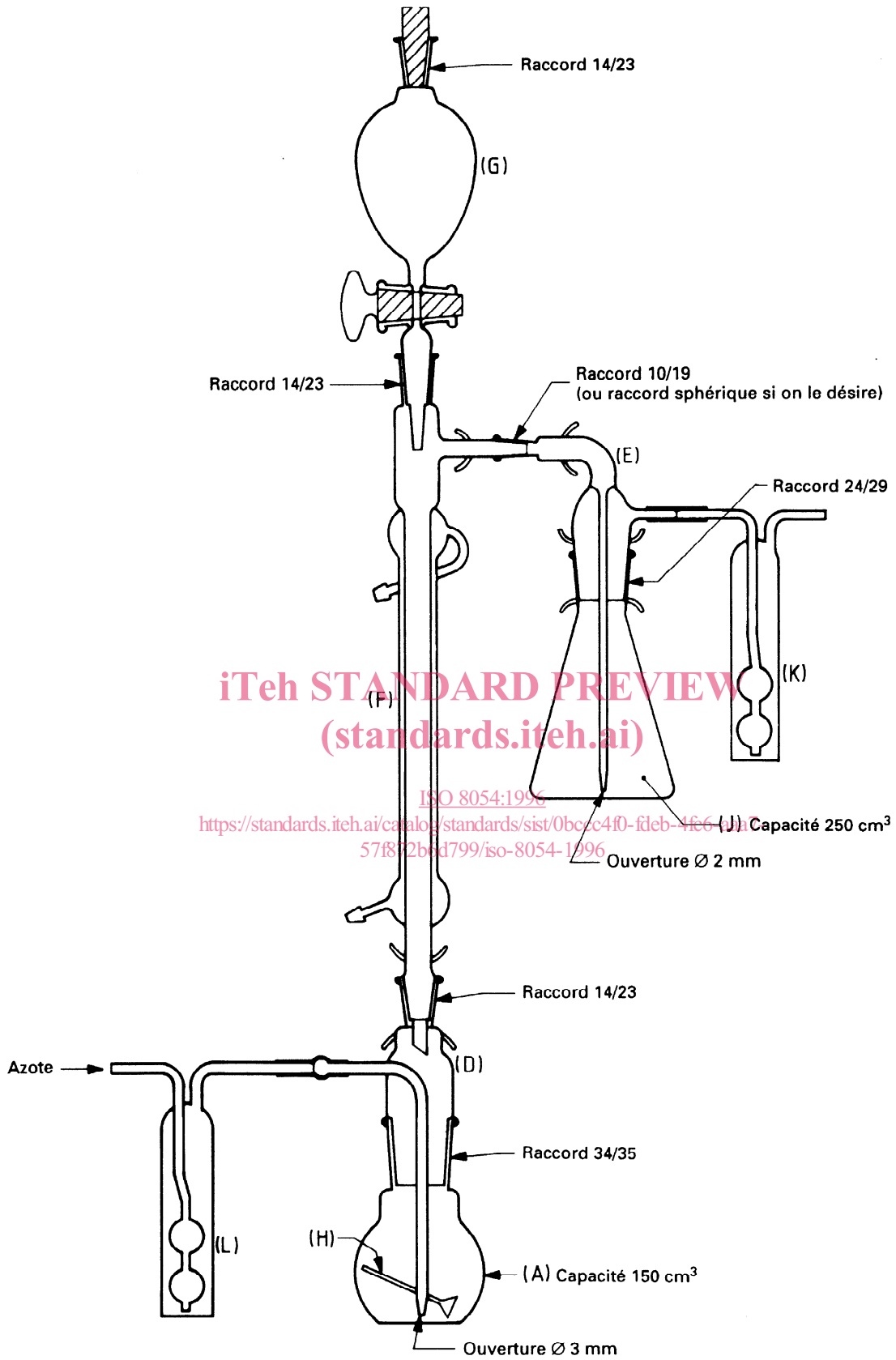


Figure 2 — Appareil type pour la production et l'absorption de l'hydrogène sulfuré



## 7.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage décrit en 7.1, un essai à blanc en titrant  $V_0$  cm<sup>3</sup> de la solution d'iode à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium et de la solution d'amidon comme indicateur, en présence de 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'acétate de cadmium (4.3). Soit  $V_2$  le volume de solution de thiosulfate de sodium utilisé.

## 8 Expression des résultats

Calculer la teneur en sulfures, exprimée en pourcentage en masse de S, à l'aide de la formule

$$\frac{1,6(V_2 - V_1)c}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (4.6) utilisé pour le titrage décrit en 7.1.3;

$V_2$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (4.6) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc décrit en 7.2;

$c$  est la concentration réelle, exprimée en moles de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium (4.6);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1).

Prendre comme résultat la moyenne de deux dosages, arrondie à la première décimale.

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence à la présente Norme internationale;
- tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- résultats et mode d'expression utilisé;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- date de l'essai.

ISO 8054:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0bccc4f0-fdeb-4fc6-aaa7-57f872b6d799/iso-8054-1996>