
**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Soufre — Méthodes d'essai**

Rubber compounding ingredients — Sulfur — Methods of test

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8332:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>



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 8332:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

© 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

Version française parue en 2007

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Propriétés physiques et chimiques	2
4 Détermination de la teneur totale en soufre	2
4.1 Principe	2
4.2 Réactifs	2
4.3 Mode opératoire	3
4.4 Expression des résultats	3
4.5 Résultats de fidélité	4
5 Détermination du refus sur tamis	4
5.1 Principe	4
5.2 Mode opératoire par voie humide	4
5.3 Mode opératoire par voie sèche	8
6 Détermination de la teneur en huile du soufre traité à l'huile	9
6.1 Principe	9
6.2 Mode opératoire utilisant de l'hexane pur	10
6.3 Mode opératoire utilisant de l'hexane saturé de soufre	10
7 Détermination de la teneur en soufre insoluble	11
7.1 Principe	11
7.2 Mode opératoire de référence utilisant du toluène	11
7.3 Mode opératoire utilisant du sulfure de carbone	12
8 Détermination de la réversion thermique du soufre insoluble	13
8.1 Généralités	13
8.2 Méthode A	13
8.3 Méthode B	16
8.4 Fidélité	19
9 Détermination de la perte de masse à 80 °C	21
9.1 Principe	21
9.2 Appareillage	21
9.3 Mode opératoire	21
9.4 Expression des résultats	22
9.5 Résultats de fidélité	22
10 Détermination des cendres de 850 °C à 900 °C	22
10.1 Principe	22
10.2 Appareillage	22
10.3 Mode opératoire	23
10.4 Expression des résultats	23
10.5 Résultats de fidélité	23
11 Rapport d'essai	24
Annexe A (informative) Valeurs types pour les propriétés du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc	25
Annexe B (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité	27

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 8332 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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 8332:1997), dans laquelle les changements suivants ont été introduits:

- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1e959f1902a1/iso-8332-2006>
- a) les méthodes pour la détermination de la teneur totale en soufre et du refus sur tamis ont été révisées;
 - b) la méthode B pour la détermination du refus sur tamis a été ajoutée;
 - c) les méthodes pour la détermination de la perte de masse à 80 °C ont été ajoutées;
 - d) la méthode pour la détermination des cendres de 850 °C à 900 °C a été ajoutée.

Introduction

Il existe trois formes allotropiques de soufre:

- a) le soufre orthorhombique,
- b) le soufre monoclinique,
- c) le soufre amorphe (insoluble dans CS₂).

Les formes a) et c) sont utilisées comme ingrédients de mélange du caoutchouc. Ces deux types peuvent être utilisés sous leur forme naturelle ou peuvent être enrobés. Le soufre peut être enrobé d'huile, de MgCO₃, de silice ou d'un autre élément qui aide à la dispersion dans le mélange de caoutchouc. On peut trouver du soufre avec des degrés variés de finesse. Le soufre insoluble peut aussi contenir une certaine quantité de soufre orthorhombique, dans la mesure où le soufre insoluble tend à revenir à l'état orthorhombique lorsqu'il est stocké.

Ces considérations font chacune l'objet des méthodes d'essai spécifiées dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 8332:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8332:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Soufre — Méthodes d'essai

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale soient familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente norme n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité éventuels concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de s'assurer de leur conformité à toutes les restrictions réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'essai pour la détermination des principales propriétés physiques et chimiques du soufre servant pour la formulation du caoutchouc sec.

NOTE Les niveaux types pour les propriétés adéquates du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc sont présentés dans l'Annexe A, pour information seulement.

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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 2590:1973, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent*

ISO 3704:1976, *Soufre à usage industriel — Détermination de l'acidité — Méthode titrimétrique*

ISO 3705:1976, *Soufre à usage industriel — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylthiocarbamate d'argent*

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

ISO/TR 9272:2005, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité des méthodes d'essai normalisées*

ISO 15528:2000, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

3 Propriétés physiques et chimiques

Après échantillonnage à l'aide d'un outil d'échantillonnage en acier inoxydable conformément à l'ISO 15528, les propriétés physiques et chimiques du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc doivent être déterminées selon les méthodes d'essai suivantes:

Propriété	Méthode d'essai
Soufre total [% (fraction massique)]	Article 4
Finesse (refus sur tamis) [% (fraction massique)]	Article 5
Teneur en huile [% (fraction massique)]	Article 6
Soufre insoluble [% (fraction massique)]	Article 7
Réversion thermique (%)	Article 8
Perte de masse à 80 °C [% (fraction massique)]	Article 9
Cendres [% (fraction massique)]	Article 10
Acidité [en H ₂ SO ₄ , % (fraction massique)]	ISO 3704
Arsenic (mg/kg)	ISO 3705 et ISO 2590

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Détermination de la teneur totale en soufre

4.1 Principe

ISO 8332:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

Le soufre contenu dans une prise d'essai est tout d'abord converti en thiosulfate, auquel est ajouté un volume excédentaire de solution d'iode, puis déterminé par titrage en retour à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium.

4.2 Réactifs

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.

4.2.1 Solution de sulfite de sodium, 50 g/dm³. Dissoudre 50 g de sulfite anhydre de sodium dans 1 dm³ d'eau.

4.2.2 Solution titrée d'iode, $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, fraîchement préparée et étalonnée.

4.2.3 Solution titrée de thiosulfate de sodium, 0,1 mol/dm³, fraîchement préparée et étalonnée.

4.2.4 Solution de formaldéhyde, 37 % (fraction volumique).

4.2.5 Acide acétique glacial.

4.2.6 Solution de mouillage, constituée d'une solution aqueuse d'alkylarylsulfonate (par exemple dodécylbenzène sulfonate de sodium) à 20 g/dm³.

4.2.7 Solution d'empois d'amidon, fraîchement préparée.

4.3 Mode opératoire

4.3.1 Peser, à 0,1 mg près, 0,2 g de l'échantillon de soufre (m_0) sur un verre de montre préalablement taré. Ajouter environ 1 cm³ de solution de mouillage (4.2.6) à l'aide d'une pipette Pasteur. Transférer le mélange dans une fiole de 200 cm³ par l'intermédiaire d'un petit entonnoir en verre, en utilisant un courant de solution de sulfite de sodium (4.2.1) provenant d'une éprouvette graduée de 50 cm³. Ajouter quelques granulés régulateurs d'ébullition, mettre un réfrigérant à air en position et placer l'ensemble sur un bain d'huile chauffé électriquement.

Régler la température du bain d'huile à 130 °C. Agiter le contenu de la fiole pendant 1 h à reflux jusqu'à achèvement de la réaction. Si du soufre non dissous reste visible dans la fiole, poursuivre la dessiccation aussi longtemps que nécessaire. Laver les parois du réfrigérant avec de l'eau et recueillir l'eau de lavage dans la fiole. Refroidir le contenu de la fiole à 25 °C. Transférer le contenu de la fiole dans une fiole jaugée de 100 cm³. Compléter avec de l'eau au trait repère de 100 cm³.

NOTE La réaction de produits traités à l'huile à 20 % prend environ de 3 h à 4 h.

4.3.2 Placer exactement 30 cm³ de la solution d'iode (4.2.2) dans une fiole conique de 200 cm³ provenant d'une burette et ajouter 10 cm³ d'acide acétique (4.2.5) à l'aide d'une pipette.

4.3.3 Placer 10 cm³ de la solution de la fiole jaugée de 100 cm³ (4.3.1), à l'aide d'une pipette, et la verser dans un bécher de 100 cm³. Ajouter 2 cm³ de la solution de formaldéhyde (4.2.4) et mélanger au moyen d'un agitateur magnétique pendant 2 min. Laisser reposer 5 min, puis ajouter la solution dans la fiole conique (4.3.2). Laver les parois du bécher et ajouter l'eau de lavage dans la fiole conique. Tout en agitant la fiole conique, ajouter 1 cm³ de l'empois d'amidon (4.2.7) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (4.2.3) jusqu'à obtenir une couleur bleue foncée. V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour le titrage.

4.3.4 Effectuer une détermination à blanc sans prise d'essai. V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour le titrage.

4.4 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en soufre (TS_{ts}), exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'Équation

$$TS_{ts} = \frac{(V_0 - V_1)}{m_0} \times c \times 10 \times 3,2$$

où

V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (4.2.3), utilisée pour le titrage à blanc (voir 4.3.4);

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (4.2.3), utilisée pour le titrage de la prise d'essai (voir 4.3.3);

c est la concentration exacte, en moles de Na₂S₂O₃ par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium (4.2.3);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 4.3.1).

4.5 Résultats de fidélité

Trois laboratoires ont participé à un programme d'essais interlaboratoires pour évaluer les données de fidélité. La teneur totale en soufre a été mesurée sur deux échantillons différents de soufre (soufre soluble, soufre insoluble à 20 % traité à l'huile). Le nombre de réplifications intralaboratoires était de deux et la durée nécessaire pour la répétabilité était de 7 jours. Les données de fidélité ont été calculées conformément aux méthodes statistiques normalisées. Les résultats de fidélité pour la teneur en soufre sont donnés dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité pour la teneur en soufre

Échantillon	Niveau moyen %	Essais intralaboratoires			Essais interlaboratoires		
		s_r	r	(r)	s_R	R	(R)
Soufre soluble	99,94	0,14	0,38	0,38	0,27	0,77	0,77
Soufre insoluble à 20 % traité à l'huile	79,92	0,17	0,49	0,61	0,35	1,00	1,25

($p = 3, q = 2, n = 2$)
 s_r = Écart-type intralaboratoire
 s_R = Écart-type interlaboratoires
 r = Répétabilité, en unités de mesure
(r) = Répétabilité, en pourcentage ^a
 R = Reproductibilité, en unités de mesure
(R) = Reproductibilité, en pourcentage ^a

^a Ces valeurs représentent un pourcentage relatif, c'est-à-dire le pourcentage d'un pourcentage.

STANDARD PREVIEW
standards.itech.ai

ISO 8332:2006

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

5 Détermination du refus sur tamis

5.1 Principe

Une prise d'essai est passée à travers des tamis d'ouverture de maille spécifiée et le résidu est pesé. Deux modes opératoires sont spécifiés:

- a) un mode opératoire par voie humide pour toutes les qualités de soufre traitées à l'huile;
- b) un mode opératoire par voie sèche pour toutes les autres qualités (c'est-à-dire non traitées à l'huile).

Dans le cas de sulfures extrêmement fins, le mode opératoire par voie humide doit être utilisé.

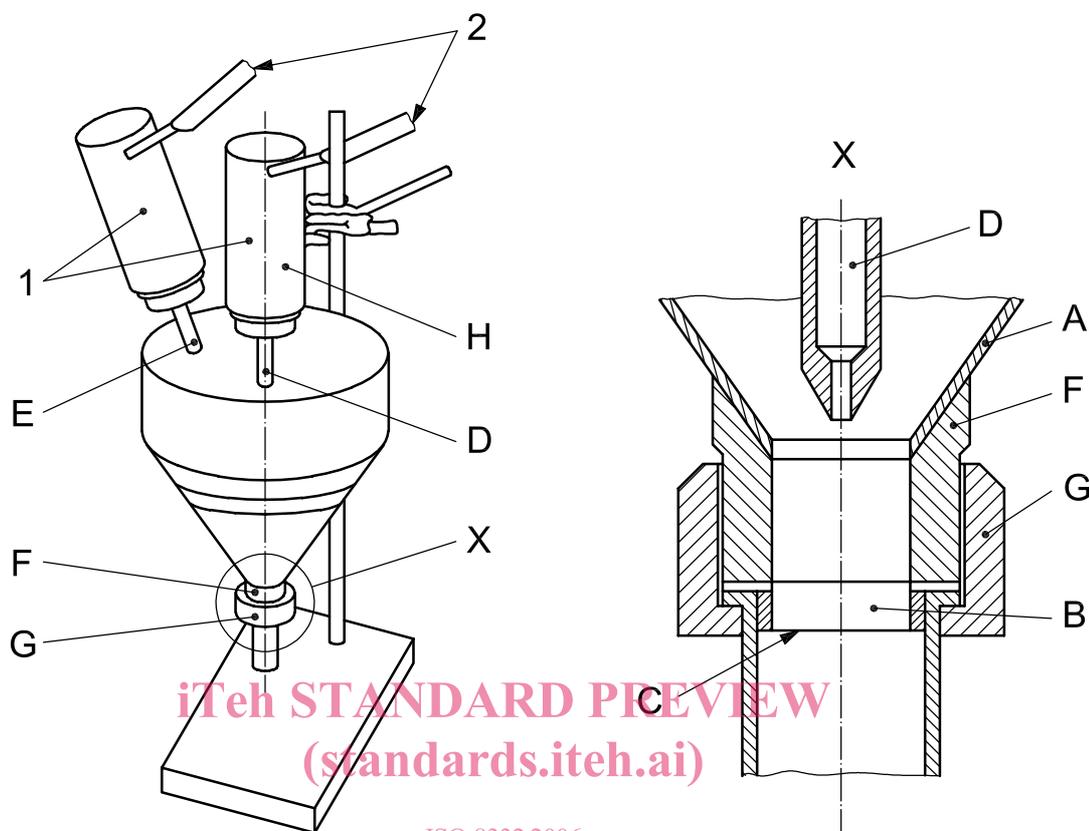
5.2 Mode opératoire par voie humide

5.2.1 Méthode A

5.2.1.1 Appareillage

5.2.1.1.1 Entonnoir en métal (A), d'un diamètre d'environ 200 mm, comportant à sa base un orifice cylindrique court (voir Figure 1) où est insérée une coupelle démontable peu profonde (B), au fond de laquelle est soudé un tamis en toile métallique (C) (5.2.1.2) de 25 mm de diamètre. De l'eau sous pression est fournie à un tube (D) muni d'une buse devant délivrer un jet de dispersion dans le tamis; on peut régler la distance de l'orifice du tamis. La pression d'eau minimale recommandée s'élève à 200 kPa (2 bar). Le tube est muni d'un filtre (H) afin d'enlever de l'eau toutes les particules solides; ce filtre doit être en toile métallique au moins aussi fine que celle du tamis (C) et doit être d'une largeur suffisante pour empêcher des chutes excessives de pression.

Une disposition similaire est prévue pour un autre tube (E) servant à fournir un flux modéré d'eau pour mouiller la poudre et maintenir constant le volume de liquide dans l'entonnoir au cours de l'essai.



ISO 8332:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a959f4902e1/iso-8332-2006>

Légende

- 1 filtres
- 2 arrivées d'eau

A à E et H sont tels que décrits en 5.2.1.1.1.

F et G sont décrits en 5.2.1.2.

Figure 1 — Appareillage pour la détermination du refus sur tamis (mode opératoire par voie humide: méthode A)

5.2.1.1.2 Deux tamis, en toile métallique, de 180 μm et de 125 μm d'ouverture nominale respective, conformément à l'ISO 565.

5.2.1.1.3 Pinceau plat, en poils de chameau ou équivalent, d'environ 7 mm de largeur.

5.2.1.2 Détermination

Monter la coupelle filtrante (B) avec le tamis (C) à l'ouverture requise, ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées, dans l'appareillage. Laisser l'eau traverser la coupelle pendant 3 min, eau provenant des tubes D et E. Examiner le tamis pour déceler la présence de particules; s'il n'y en a pas, l'appareillage est prêt à l'emploi. Sécher la coupelle filtrante à masse constante à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, la peser à 0,1 mg près et la monter de nouveau dans l'appareillage, en la maintenant en place à l'aide d'un écrou-union moleté (G). Peser, à 0,1 mg près, environ 25 g (m_1) de l'échantillon, délayer avec 300 cm^3 d'une solution aqueuse d'alkylarylsulfonate à 20 g/dm^3 dans un bécher et transférer quantitativement dans l'entonnoir (A).

Remplir l'entonnoir à moitié d'eau provenant du tube E. Ouvrir lentement le jet haute pression (D) à fond et régler la position de la buse sous le liquide, en fonction du tamis, jusqu'à ce qu'il n'y ait que peu ou pas de

turbulences sur la surface et que le niveau diminue. Utiliser maintenant l'alimentation à partir du tube E afin de maintenir le niveau constant et laver au jet toute matière solide adhérant aux parois.

NOTE Lorsque les meilleures conditions de fonctionnement ont été ainsi atteintes, le tube d'écoulement F au-dessous du tamis est entièrement rempli d'eau; l'augmentation de la longueur de cette colonne de liquide par l'ajout d'une longueur de tuyau en caoutchouc améliore l'efficacité de l'appareillage.

Recueillir un échantillon de l'eau d'écoulement de temps en temps lors de l'essai et, lorsqu'il est exempt de matière en suspension, réduire le débit du jet. Laver pour enlever toute matière résiduelle adhérant sur les parois de l'entonnoir dans la partie inférieure de l'appareillage, puis régler le jet à un débit qui maintienne la partie cylindrique remplie d'eau vivement agitée. Lorsque la matière résiduelle a été entièrement lavée de cette façon jusqu'à ce que l'effluent s'écoule clair (ce qui nécessite habituellement de 3 min à 4 min), arrêter le jet et laver les grosses particules dans la coupelle. Vérifier la présence de soufre résiduel, briser tout agglomérat meuble en brossant légèrement au moyen du pinceau (5.2.1.1.3) et laver le résidu à travers le filtre. Laver ensuite les grosses particules résiduelles dans la coupelle.

Dévisser l'écrou-union moleté (G), enlever le tube d'écoulement et la coupelle et laver le contenu de cette dernière avec de l'eau distillée. Sécher la coupelle et son contenu à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 30 min et peser à 0,1 mg près. Cette masse, moins la masse initiale de la coupelle, équivaut à la masse du refus sur tamis (m_2).

5.2.1.3 Expression des résultats (mode opératoire par voie humide: méthode A)

Calculer le refus sur tamis (W_{rA}), exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'Équation

$$W_{rA} = \frac{m_2}{m_1} \times 100$$

où

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

m_2 est la masse, en grammes, du refus sur le tamis.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/82393ab2-27e5-41b2-8c2a-1a9594902e1/iso-8332-2006>

5.2.2 Méthode B

5.2.2.1 Appareillage

5.2.2.1.1 **Deux tamis**, en toile métallique, de 180 μm et de 125 μm d'ouverture nominale respective, conformément à l'ISO 565.

5.2.2.1.2 **Pinceau plat**, en poil de chameau ou équivalent, d'environ 25 mm de largeur.

5.2.2.1.3 **Dessiccateur**.

5.2.2.2 Détermination

Sécher le tamis de l'ouverture requise dans une étuve à la température de $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, le laisser refroidir dans un dessiccateur (5.2.2.1.3) et le peser. Répéter cette opération et noter la masse du tamis lorsque la différence de masse n'excède pas 1 mg après chauffage pendant 15 min et refroidissement à température ambiante. À partir de l'échantillon préalablement débarrassé des agglomérats, peser à 0,1 mg près environ 10 g (m_3) pour le tamis de 100 μm ou environ 30 g (m_3) pour le tamis de plus de 100 μm , et le placer dans un bécher de 100 ml.

Mouiller l'échantillon avec un peu de solution aqueuse d'alkylarylsulfonate à 20 g/dm³, et le presser légèrement avec une tige en verre pour écraser les grumeaux. Puis ajouter environ 100 cm³ d'eau et agiter suffisamment, verser la suspension sur le tamis. Secouer légèrement le tamis en versant l'eau petit à petit pour laisser passer la plus grande partie de l'échantillon. Placer ensuite le tamis dans une capsule d'évaporation remplie d'eau jusqu'à une hauteur de 10 mm à 15 mm et brosser la surface du tamis avec un pinceau (5.2.2.1.2).