

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Noir de carbone — Dosage du soufre  
total**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination  
of sulfur content*

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

[ISO 1138:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-c934cab56c2b/iso-1138-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-  
c934cab56c2b/iso-1138-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-c934cab56c2b/iso-1138-2007)



**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 1138:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-c934cab56c2b/iso-1138-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-c934cab56c2b/iso-1138-2007>

© ISO 2007

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 1138 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1138:1981). La température de l'étuve dans la Méthode A a été changée à 125 °C, une méthode utilisant un analyseur automatique a été ajoutée et le texte a fait l'objet d'une révision de type rédactionnel.

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

ISO 1138:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1a647a5f-a77a-4193-b5b4-c934cab56c2b/iso-1138-2007>

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Dosage du soufre total

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes pour la détermination du soufre total dans tous les types de noirs de carbone utilisés dans l'industrie du caoutchouc:

- Méthode A, utilisant une bombe calorimétrique à oxygène;
- Méthode B, utilisant un four à combustion;
- Méthode C, utilisant un analyseur automatique.

En ce qui concerne les aspects de sécurité et la précision des méthodes, il est préférable d'utiliser des systèmes automatiques. L'analyse chimique classique (méthode A et méthode B) est acceptable dans le cas où un équipement automatique n'est pas disponible.

## 2 Références normatives

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 15671, *Caoutchouc et additifs pour caoutchouc — Dosage du soufre total à l'aide d'un analyseur automatique*

## 3 Méthode A: Bombe calorimétrique à oxygène

### 3.1 Principe

Une prise d'essai de noir de carbone, préalablement séchée et pesée, est calcinée dans une bombe calorimétrique à oxygène. Après l'ouverture de la bombe, les surfaces intérieures de celle-ci sont lavées avec de l'eau; cette eau de lavage est récupérée dans un bécher. Le soufre contenu dans l'eau de lavage est précipité sous forme de sulfate de baryum, qui est recueilli et pesé. On calcule ensuite le pourcentage de soufre.

### 3.2 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.

#### 3.2.1 Chlorure de baryum, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum déshydraté ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et diluer à 1 l.

**3.2.2 Acide chloridrique**,  $\rho_{20}$ , 1,19 g/ml.

**3.2.3 Acide picrique**, solution saturée.

Dissoudre de l'acide picrique introduit en excès dans un flacon contenant de l'eau et muni d'un bouchon en verre. Bien agiter le flacon afin de dissoudre assez d'acide picrique pour saturer la solution. Après saturation, quelques cristaux d'acide picrique doivent rester en contact avec la solution.

**3.2.4 Oxygène.**

Une source d'oxygène, telle qu'une bouteille du commerce, d'une pureté suffisante (exempte de composés de soufre).

### 3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

**3.3.1 Bombe calorimétrique à oxygène**, comprenant un transformateur de mise à feu, un fil de mise à feu, une coupelle en porcelaine pour la calorimétrie des liquides, un seau ovale, une double enveloppe, un agitateur électrique pour la circulation d'eau autour de la bombe et un thermomètre pour calorimétrie, gradué de 19 °C à 35 °C par intervalles de 0,02 °C.

**3.3.2 Bouteille d'oxygène comprimé**, avec régulateur et raccord pour le remplissage de la bombe calorimétrique.

**3.3.3 Creuset**, en porcelaine, de capacité 30 ml.

**3.3.4 Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant être réglée à  $\pm 1$  °C à 125 °C avec une uniformité de la température à  $\pm 5$  °C.

**3.3.5 Four à moufle**, pouvant être réglé à  $925 \pm 25$  °C.

**3.3.6 Entonnoirs à filtre Bunsen**, ayant un angle d'ouverture du pavillon égal à 60°, cannelés, à tige longue.

### 3.4 Mode opératoire

**3.4.1** Sécher une quantité appropriée de l'échantillon pendant 1 h dans l'étuve (3.3.4), maintenue à 125 °C.

**3.4.2** Peser, à 0,1 mg près, 0,5 g environ de l'échantillon séché dans la coupelle du calorimètre (voir 3.3.1). Placer la coupelle contenant la prise d'essai sur l'électrode porte-coupelle et fixer le fil de mise à feu comme il est spécifié dans le mode d'emploi de la bombe calorimétrique à oxygène. Recourber le fil de mise à feu de manière qu'il soit juste au-dessous de la surface du noir de carbone.

**3.4.3** Prélever, à la pipette, 5 ml d'eau et les introduire dans le cylindre de la bombe. Assembler la bombe et la remplir d'oxygène (3.2.4) (pression: 3 MPa).

**3.4.4** Ajouter 2 l d'eau, à la température ambiante, dans le seau calorimétrique. Introduire le sceau dans la cuve du calorimètre, placer la bombe dans le seau, relier le fil électrique à la bombe, fermer le calorimètre avec le thermomètre mis en place et mettre en marche l'agitateur électrique.

Laisser l'agitateur électrique en marche durant 2 min, puis noter la température de l'eau. Fermer le circuit de mise à feu pendant le temps nécessaire pour brûler la charge. Si le système de mise à feu n'est pas pourvu d'une lampe témoin, appuyer sur le bouton de mise à feu durant 5 s, puis le relâcher. Suivre la montée de la température de l'eau. La température doit monter de 2 °C environ en 5 min environ. (Si la température ne s'élève pas, l'essai doit être arrêté et une nouvelle détermination commencée.) Laisser l'agitateur électrique en marche durant 10 min à partir de la calcination.

Enlever la bombe et faire tomber la pression progressivement pendant une durée de 1 min au moins.

**3.4.5** Ouvrir la bombe et laver toutes ses surfaces intérieures avec de l'eau, en recueillant toute l'eau de lavage dans un bécher de 250 ml. Filtrer la solution dans un bécher de 400 ml, en lavant le papier-filtre avec trois volumes de 5 ml d'eau. Ajouter, au filtrat, 5 ml d'acide chlorhydrique (3.2.2), 5 ml de la solution saturée d'acide picrique (3.2.3) et 10 ml de la solution de chlorure de baryum (3.2.1). Laisser macérer le mélange sur une plaque chauffante électrique à basse température durant 15 min environ. Filtrer sur un papier à faible taux de cendres et laver le précipité sur le papier avec des volumes de 10 ml d'eau bouillante. Continuer le lavage jusqu'à disparition de réaction au nitrate d'argent, indiquant l'absence de chlorure dans le filtrat.

**3.4.6** Transférer le papier-filtre avec le précipité dans le creuset en porcelaine (3.3.3), taré à 0,1 mg près. Carboniser et brûler au-dessus d'une petite flamme d'un brûleur à gaz à haute température. Mettre le creuset et son contenu dans le four à moufle (3.3.5), réglé à  $925\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ , durant 30 min. Retirer le tout du four et le placer dans un dessiccateur, laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, puis peser à 0,1 mg près.

### 3.5 Expression des résultats

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

$$\frac{0,1373 (m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai séchée;

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset contenant le précipité après calcination.

### 3.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- une identification de l'échantillon;
- les résultats obtenus.

## 4 Méthode B: Four à combustion

### 4.1 Principe

Une prise d'essai, préalablement séchée et pesée, de noir de carbone est chauffée à une température de  $1\ 425\text{ °C}$  dans un four à combustion traversé par un courant d'oxygène. Les composés de soufre dégagés de la prise d'essai sont récupérés dans une fiole conique contenant une solution d'acide chlorhydrique. Ces composés sont titrés par une solution titrée d'iodure et d'iodate de potassium. Le pourcentage de soufre est calculé.

### 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 Acide chlorhydrique.

Mélanger 2 volume d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20}$  1,19 g/ml) à 13 volumes d'eau.

#### 4.2.2 Iodure et iodate de potassium, solution titrée.

Dissoudre 1,112 5 g d'iodate de potassium ( $\text{KIO}_3$ ), 100 g d'iodure de potassium (KI) et 5 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans 500 ml d'eau environ. Diluer à 1 l dans une fiole jaugée.

La solution d'iodure et d'iodate de potassium doit être conservée dans un flacon en verre brun ou vert. Il est recommandé de préparer une solution fraîche tous les 30 jours.

#### 4.2.3 Amidon, solution d'indicateur.

Dissoudre 2,5 g d'amidon et 5 mg d'iodure de mercure(II) ( $\text{HgI}_2$ ) dans 1 l d'eau.

#### 4.2.4 Oxygène.

Une source d'oxygène, telle qu'une bouteille du commerce, d'une pureté suffisante (exempte de composés de soufre).

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et ce qui suit.

4.3.1 **Four à combustion**, permettant de maintenir une température de  $1\,425\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ .

4.3.2 **Tube à combustion**, de longueur 75 cm environ et ayant un bout effilé.

4.3.3 **Nacelles à combustion**, soit en alumine fondue (alundum), soit en porcelaine.

Calciner toutes les nacelles à combustion neuves durant 1 h à  $1\,425\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$  avant leur utilisation.

4.3.4 **Régulateur de pression et débitmètre**.

4.3.5 **Appareil de purification d'oxygène**, comprenant un flacon laveur de gaz contenant de l'acide sulfurique concentré ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho_{20}$  1,84 g/ml) et un flacon absorbeur rempli d'un mélange d'amiante sodé et de sulfate de calcium anhydre qui a été préalablement saturé de dioxyde de carbone.

4.3.6 **Tube à dispersion de gaz**, en verre fritté poreux.

4.3.7 **Fioles coniques**, de capacité 500 ml environ.

4.3.8 **Bouchon en caoutchouc**, protégé de la chaleur par un déflecteur ou par une paroi en métal ou en matériau réfractaire.

4.3.9 **Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant être réglée à  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

### 4.4 Mode opératoire

4.4.1 Sécher une quantité appropriée de noir de carbone dans l'étuve (4.3.9), maintenue à  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ , durant 1 h. Peser, à 1 mg près, 1 g environ de l'échantillon séché et disposer la prise d'essai dans une nacelle à combustion (4.3.3).

4.4.2 Remplir au tiers une fiole conique (4.3.7) avec la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), ajouter 2 ml de la solution d'indicateur à l'amidon (4.2.3) et, tout en agitant la solution, verser juste assez de solution d'iodure et d'iodate de potassium (4.2.2) pour faire apparaître une couleur perceptible. Introduire le tube à dispersion de gaz (4.3.6) dans la fiole conique.

**4.4.3** Le four à combustion étant maintenu à 1 425 °C et le débit d'oxygène à 1 l/min (voir 4.4.4), introduire la nacelle à combustion contenant le noir de carbone dans la zone chaude du tube à combustion. Boucher immédiatement le tube à combustion, de telle manière que les gaz de combustion dégagés diffusent à travers le tube à dispersion de gaz. Titrer la solution dans la fiole conique par la solution d'iodure et d'iodate de potassium (4.2.2), jusqu'à la persistance stable de la couleur légèrement bleuâtre. Considérer le point final atteint lorsque, pendant les dernières 3 min de barbotage, il n'a pas été nécessaire d'ajouter de la solution d'iodure et d'iodate de potassium pour maintenir la couleur bleuâtre dans la fiole conique.

**4.4.4** Avant chaque série de dosages, il est recommandé de purger l'appareillage à combustion avec de l'oxygène durant 30 min, la température du four étant de 1 425 °C ± 25 °C.

#### 4.5 Expression des résultats

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

$$\frac{V}{20 m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'iodure et d'iodate de potassium (4.2.2) utilisé lors du titrage;

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

#### 4.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à [la présente Norme internationale](https://www.iso.org/standard/1138-2007) ISO 1138:2007   
 https://www.iso.org/standard/1138-2007
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) les résultats obtenus

### 5 Méthode C: Analyseur automatique

Voir l'ISO 15671 pour les spécifications de cette méthode. Trois options différentes sont données pour la détection du dioxyde de soufre généré. Un détecteur par conductivité thermique peut être utilisé, à condition qu'il soit utilisé selon les indications données par le fabricant.