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

Rubber compounding ingredients — Sulfur — Methods of test

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8332:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87f376-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87f376-ef4-4ef8-9570-
d307b5d354a2/iso-8332-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87f376-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8332:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87f376-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction.....	vi
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 Fidélité	3
5 Détermination du refus sur tamis	4
5.1 Principe	4
5.2 Méthode A	4
5.3 Méthode B	6
6 Détermination de la teneur en huile du soufre traité à l'huile	7
6.1 Principe	7
6.2 Mode opératoire à l'hexane pur	7
6.3 Mode opératoire à l'hexane saturé de soufre	8
7 Détermination de la teneur en soufre insoluble	8
7.1 Principe	8
7.2 Mode opératoire de référence utilisant du toluène	9
7.3 Mode opératoire optionnel utilisant du sulfure de carbone	9
8 Détermination de la réversion thermique du soufre insoluble	10
8.1 Généralités	10
8.2 Méthode A	11
8.3 Méthode B	14
8.4 Fidélité	16
9 Détermination de la perte de masse à 80 °C	17
9.1 Principe	17
9.2 Appareillage	17
9.3 Mode opératoire	17
9.4 Expression des résultats	18
9.5 Fidélité	18
10 Détermination des cendres de 850 °C à 900 °C	18
10.1 Principe	18
10.2 Appareillage	18
10.3 Mode opératoire	18
10.4 Expression des résultats	19
10.5 Fidélité	19
11 Détermination de l'acidité	19
12 Détermination de la teneur en arsenic	19
13 Rapport d'essai	19
Annexe A (informative) Valeurs types pour les propriétés du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc	21

Annexe B (informative) Fidélité	23
Bibliographie	26

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 8332:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87b76-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87b76-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011>

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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 8332:2006), dans laquelle les modifications suivantes ont été réalisées: [ISO 8332:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87b76-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011)

- a) la méthode pour la détermination du refus sur tamis par voie sèche a été supprimée;
- b) les données de fidélité ont été déplacées dans une Annexe informative B;
- c) l'ancienne Annexe B donnant des indications pour l'utilisation des résultats de fidélité a été supprimée.

Introduction

Il existe trois formes allotropiques de soufre:

- a) soufre orthorhombique;
- b) soufre monoclinique;
- c) 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'autres matériaux, ce qui aide à la dispersion dans le mélange de caoutchouc. Le soufre est disponible avec des degrés variés de finesse.

Le soufre amorphe (soufre insoluble) est habituellement produit par le refroidissement rapide du soufre fondu dans l'industrie et peut également contenir du soufre orthorhombique (soufre soluble) dans la mesure où le soufre insoluble tend à revenir à l'état orthorhombique lorsqu'il est stocké. Le soufre insoluble est important pour l'industrie du caoutchouc en tant qu'agent de vulcanisation puisqu'il peut préserver les mélanges de caoutchouc, lorsqu'il est appliqué, de l'efflorescence au stockage ou lors du processus de fabrication sans impact défavorable dans la vulcanisation, en général. Certaines qualités avec divers teneurs en soufre insoluble sont aujourd'hui disponibles comme matière première pour le caoutchouc pour contrôler l'efflorescence (voir l'Annexe A).

[ISO 8332:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87b76-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce87b76-ef4-4ef8-9570-d307b5d354a2/iso-8332-2011>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale 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, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

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 Des niveaux types pour les propriétés adéquates du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc sont présentés dans l'Annexe A, à titre informatif uniquement.

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

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

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

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

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

ISO 15528, *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)]	Article 11 (ISO 3704)
Arsenic [mg/kg]	Article 12 (ISO 3705 et ISO 2590)

NOTE La détermination de la teneur en arsenic n'est pas nécessaire lorsqu'un échantillon de soufre est produit par hydrodésulfuration à partir de ressources naturelles telles que le pétrole ou le gaz naturel.

4 Détermination de la teneur totale en soufre

4.1 Principe

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 massique).

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 soufre traité à 20 % à l'huile 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 en 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 suivante:

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

où

V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (4.2.3), utilisé 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), utilisé 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 Fidélité

Voir B.3.2.

5 Détermination du refus sur tamis

5.1 Principe

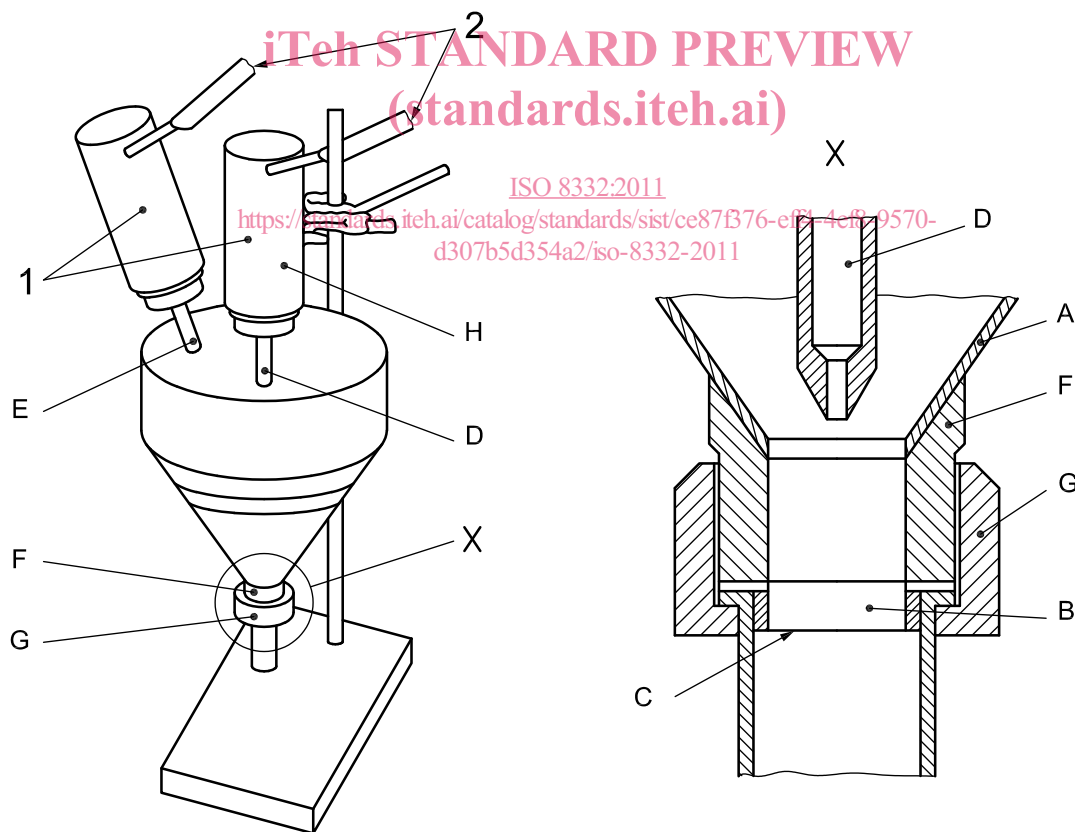
Une prise d'essai est passée, à l'aide d'eau, à travers des tamis d'ouverture de maille spécifiée et le résidu est pesé. Deux méthodes sont spécifiées:

- a) méthode A, utilisant un tamis placé dans un entonnoir métallique, et un jet d'eau haute pression (voir Figure 1);
- b) méthode B, consistant à verser de l'eau sur du soufre dans un tamis pendant que ce dernier est secoué manuellement.

5.2 Méthode A

5.2.1 Appareillage

5.2.1.1 Entonnoir métallique (A), d'environ 200 mm de diamètre, comportant à sa base une sortie cylindrique courte (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 par 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 toutes les particules solides de l'eau; 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.



Légende

- 1 filtres
- 2 arrivées d'eau

A à E et H sont tels que décrits en 5.2.1.1.

F et G sont décrits en 5.2.2.

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

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

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

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

5.2.1.4 Dessiccateur.

5.2.2 Mode opératoire

Monter dans l'appareillage la coupelle filtrante (B) avec le tamis (C) à l'ouverture requise (c'est-à-dire un des deux tamis spécifiés en 5.2.1.2), ou avec des ouvertures comme convenu entre les parties intéressées. Laisser l'eau provenant des tubes D et E traverser la coupelle pendant 3 min. Examiner le tamis pour détecter la présence de particules; s'il n'y en a pas, l'appareillage est prêt à l'emploi. Sécher la coupelle filtrante à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 30 min. La laisser refroidir dans un dessiccateur (5.2.1.4), puis la peser à 0,1 mg près. Répéter cette opération jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 1 mg, enregistrer la masse de la coupelle filtrante et la monter 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 dans 300 cm³ d'une solution aqueuse d'alkylarylsulfonate à 20 g/dm³ 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 alors 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) en 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 devienne clair (habituellement après 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 (5.2.1.3) et laver le résidu à travers le tamis. Laver ensuite les grosses particules résiduelles dans la coupelle.

Dévisser l'écrou-union moleté (G), enlever le tube d'écoulement et la coupelle filtrante, et laver le contenu de cette dernière avec de l'eau distillée. Sécher la coupelle filtrante et son contenu à $80\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant 30 min. La laisser refroidir dans un dessiccateur (5.2.1.4), puis la peser à 0,1 mg près. Répéter cette opération jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 1 mg et enregistrer la masse de la coupelle filtrante et de son contenu. Cette masse, moins la masse initiale de la coupelle, est égale à la masse du refus sur tamis (m_2).

Répéter le mode opératoire avec l'autre tamis spécifié en 5.2.1.2, ou avec un autre tamis avec une ouverture comme convenu entre les parties intéressées.

5.2.3 Expression des résultats

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

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

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.

5.3 Méthode B

5.3.1 Appareillage

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

5.3.1.2 Pinceau plat, en poil de chameau ou équivalent, de 10 mm à 25 mm de largeur.

5.3.1.3 Dessiccateur.

5.3.2 Mode opératoire

Sécher l'un des tamis spécifié en 5.3.1.1, ou un tamis avec l'ouverture convenue entre les parties intéressées, à $80\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 30 min. Le laisser refroidir dans un dessiccateur (5.3.1.3), puis le peser à 0,1 mg près. Répéter cette opération jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 1 mg et noter la masse du tamis. À partir de l'échantillon préalablement débarrassé des agglomérats, peser à 0,1 mg près environ 10 g (m_3) pour le tamis de moins de 100 μm ou environ 30 g (m_3) pour le tamis de plus de 100 μm , et le placer dans un bécher.

À partir de la prise d'essai, préparer dans le bécher une suspension avec 100 cm^3 ou 300 cm^3 (selon la taille de la prise d'essai) de solution aqueuse d'alkylarylsulfonate à 20 g/dm^3 , et le presser légèrement avec une tige en verre pour écraser les grumeaux. Après l'avoir suffisamment agité, 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 broser la surface du tamis avec un pinceau (5.3.1.2).

Retirer le tamis de la capsule, enlever l'eau résiduelle des ouvertures du tamis et renouveler l'eau dans la capsule. Répéter cette opération jusqu'à dissolution complète de l'échantillon dans l'eau de la capsule. Laver toutes les particules solides adhérant au pinceau avec de l'eau pour les faire tomber sur le tamis et sécher le tamis et son contenu à $80\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ pendant 30 min. Le laisser refroidir dans un dessiccateur (5.3.1.3), puis le peser à 0,1 mg près. Répéter cette opération jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 1 mg et enregistrer la masse du tamis et de son contenu. La masse finale moins la masse initiale du tamis est égale à la masse du refus sur tamis (m_4).

Répéter le mode opératoire avec l'autre tamis spécifié en 5.3.1.1, ou avec un autre tamis avec une ouverture comme convenu entre les parties intéressées.

5.3.3 Expression des résultats

Calculer le refus sur tamis (W_{rB}), exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation suivante:

$$W_{\text{rB}} = \frac{m_4}{m_3} \times 100$$

où

m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_4 est la masse, en grammes, du refus sur le tamis.

5.3.4 Fidélité

Voir B.3.3.