

---

# Norme internationale



# 1138

---

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

---

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

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

Deuxième édition — 1981-12-15

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

[ISO 1138:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1a08243-0890-4494-b3a1-f86b7f675b75/iso-1138-1981>

---

CDU 678.046.2 : 543.845

Réf. n° : ISO 1138-1981 (F)

**Descripteurs** : industrie des élastomères, noir de carbone, analyse chimique, dosage, soufre, méthode par combustion.

## 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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 1138 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

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

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 1138-1975), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Allemagne, R. F.	Hongrie	Portugal
Australie	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Iran	Suède
Brésil	Israël	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Japon	Thaïlande
Espagne	Nouvelle-Zélande	URSS
France	Pays-Bas	USA
Grèce	Pologne	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

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

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de dosage du soufre total contenu dans tous les types de noir de carbone destinés à l'industrie du caoutchouc :

- méthode A, utilisant une bombe calorimétrique à oxygène;
- méthode B, utilisant un four à combustion.

## Section un : Méthode A — Bombe calorimétrique à oxygène

### 2 Principe

Combustion d'une prise d'essai préalablement séchée et pesée de noir de carbone, dans une bombe calorimétrique à oxygène. Après l'ouverture de la bombe, lavage des surfaces intérieures de celle-ci avec de l'eau et récupération de l'eau de lavage dans un bécher. Précipitation du soufre contenu dans l'eau de lavage en sulfate de baryum, qui est alors recueilli et pesé. Calcul du pourcentage de soufre.

### 3 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.

#### 3.1 Chlorure de baryum, solution à 100 g/dm<sup>3</sup>.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum dihydraté (BaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) dans de l'eau et diluer à 1 dm<sup>3</sup>.

#### 3.2 Acide chlorhydrique, $\rho_{20}$ 1,19 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.3 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.

#### 3.4 Oxygène.

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

### 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

**4.1 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 à 35 °C par intervalles de 0,02 °C.

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

**4.3 Creuset**, en porcelaine, de capacité 30 cm<sup>3</sup>.

**4.4 Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant être réglée à 105 ± 2 °C.

**4.5 Four à moufle**, pouvant être réglé à 925 ± 25 °C.

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

### 5 Mode opératoire

**5.1** Sécher une quantité appropriée de noir de carbone dans l'étuve (4.4), maintenue à 105 ± 2 °C, durant 1 h.

**5.2** Peser, à 0,1 mg près, 0,5 g environ de l'échantillon séché dans la coupelle du calorimètre (voir 4.1). Placer la coupelle contenant la prise d'essai sur l'électrode porte-coupelle et fixer le fil de mise à feu comme il est prescrit par 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.

**5.3** Prélever, à la pipette, 5 cm<sup>3</sup> d'eau et les introduire dans le cylindre de la bombe. Assembler la bombe et la remplir d'oxygène (3.4) (pression : 3 MPa).

**5.4** Ajouter 2 000 cm<sup>3</sup> d'eau, à la température ambiante, dans le seau calorimétrique. Introduire le seau 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.

**5.5** 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 cm<sup>3</sup>. Filtrer la solution dans un bécher de 400 cm<sup>3</sup>, en lavant le papier filtre avec trois volumes de 5 cm<sup>3</sup> d'eau. Ajouter, au filtrat, 5 cm<sup>3</sup> de l'acide chlorhydrique (3.2), 5 cm<sup>3</sup> de la solution saturée d'acide picrique (3.3) et 10 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure de baryum (3.1). 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 cm<sup>3</sup> d'eau bouillante. Continuer le lavage jusqu'à disparition de réaction au nitrate d'argent, indiquant l'absence de chlorure dans le filtrat.

**5.6** Transférer le papier filtre avec le précipité dans le creuset en porcelaine (4.3), 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 (4.5), réglé à 925 ± 25 °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.

## 6 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.

## 7 Procès-verbal d'essai

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

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

## Section deux : Méthode B — Four à combustion

### 8 Principe

Chauffage d'une prise d'essai préalablement séchée et pesée de noir de carbone, à une température de 1 425 °C dans un four à combustion traversé par un courant d'oxygène. Récupération des composés de soufre dégagés de la prise d'essai, dans une fiole conique contenant une solution d'acide chlorhydrique. Titration de ces composés, par une solution titrée d'iodure et d'iodate de potassium. Calcul du pourcentage de soufre.

### 9 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.

#### 9.1 Acide chlorhydrique.

Mélanger 2 volumes d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho_{20}$  1,19 g/cm<sup>3</sup>) à 13 volumes d'eau.

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

Dissoudre 1,112 5 g d'iodate de potassium (KIO<sub>3</sub>), 100 g d'iodure de potassium (KI) et 5 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans 500 cm<sup>3</sup> d'eau environ. Diluer à 1 dm<sup>3</sup> dans une fiole jaugée.

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

**9.3 Amidon**, solution d'indicateur.

Dissoudre 2,5 g d'amidon et 5 mg d'iodure de mercure(II) (Hgl<sub>2</sub>) dans 1 dm<sup>3</sup> d'eau.

**9.4 Oxygène.**

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

**10 Appareillage**

Matériel courant de laboratoire et

**10.1 Four à combustion**, permettant de maintenir une température de  $1\,425 \pm 25$  °C.

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

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

NOTE — Toutes les nacelles à combustion neuves devraient être calcinées durant 1 h à  $1\,425 \pm 25$  °C avant leur utilisation.

**10.4 Régulateur de pression et débitmètre.**

**10.5 Appareil de purification d'oxygène**, comprenant un flacon laveur de gaz contenant de l'acide sulfurique concentré (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, ρ<sub>20</sub> 1,84 g/cm<sup>3</sup>) et un flacon absorbeur rempli d'un mélange d'amianté sodé et de sulfate de calcium anhydre qui a été préalablement saturé de dioxyde de carbone.

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

**10.7 Fioles coniques**, de capacité 500 cm<sup>3</sup> environ.

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

**10.9 Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant être réglée à  $105 \pm 2$  °C.

**11 Mode opératoire**

**11.1** Sécher une quantité appropriée de noir de carbone dans l'étuve (10.9), maintenue à  $105 \pm 2$  °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 (10.3).

**11.2** Remplir au tiers une fiole conique (10.7) avec la solution d'acide chlorhydrique (9.1), ajouter 2 cm<sup>3</sup> de la solution d'indicateur à l'amidon (9.3) et, tout en agitant la solution, verser juste assez de solution d'iodure et d'iodate de potassium (9.2) pour faire apparaître une couleur perceptible. Introduire le tube à dispersion de gaz (10.6) dans la fiole conique.

**11.3** Le four à combustion étant maintenu à 1 425 °C et le débit d'oxygène à 1 dm<sup>3</sup>/min (voir la note), 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 (9.2), 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.

NOTE — Avant chaque série de dosages, l'appareillage à combustion devrait être purgé avec de l'oxygène durant 30 min, la température du four étant de  $1\,425 \pm 25$  °C.

**12 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 centimètres cubes, de la solution titrée d'iodure et d'iodate de potassium (9.2) utilisé lors du titrage;

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

**13 Procès-verbal d'essai**

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

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

Page blanche

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

ISO 1138:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1a08243-0890-4494-b3a1-f86b7f675b75/iso-1138-1981>

Page blanche

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

ISO 1138:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1a08243-0890-4494-b3a1-f86b7f675b75/iso-1138-1981>

Page blanche

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

ISO 1138:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b1a08243-0890-4494-b3a1-f86b7f675b75/iso-1138-1981>