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

Rubber compounding ingredients — Sulfur — Methods of test

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 8332:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a8f12f8c-ae2c-4961-bfd1-5a41dab0e326/iso-8332-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 8332:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a8f12f8c-ae2c-4961-bfd1-5a41dab0e326/iso-8332-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a8f12f8c-ae2c-4961-bfd1-5a41dab0e326/iso-8332-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions.....	1
4 Propriétés physiques et chimiques.....	2
5 Détermination de la teneur totale en soufre.....	2
5.1 Principe.....	2
5.2 Réactifs.....	2
5.3 Mode opératoire.....	3
5.4 Expression des résultats.....	3
5.5 Fidélité.....	3
6 Détermination du refus sur tamis.....	4
6.1 Principe.....	4
6.2 Méthode A.....	4
6.2.1 Appareillage.....	4
6.2.2 Mode opératoire.....	5
6.2.3 Expression des résultats.....	6
6.3 Méthode B.....	6
6.3.1 Appareillage.....	6
6.3.2 Mode opératoire.....	6
6.3.3 Expression des résultats.....	7
6.3.4 Fidélité.....	7
7 Détermination de la teneur en huile du soufre traité à l'huile.....	7
7.1 Principe.....	7
7.2 Mode opératoire à l'hexane.....	8
7.2.1 Réactifs.....	8
7.2.2 Mode opératoire.....	8
7.2.3 Expression des résultats.....	8
7.3 Mode opératoire à l'hexane saturé de soufre.....	8
7.3.1 Réactifs.....	8
7.3.2 Mode opératoire.....	9
7.3.3 Expression des résultats.....	9
8 Détermination de la teneur en soufre insoluble.....	9
8.1 Principe.....	9
8.2 Mode opératoire de référence utilisant du toluène.....	9
8.2.1 Réactifs.....	9
8.2.2 Mode opératoire.....	9
8.2.3 Expression des résultats.....	10
8.3 Mode opératoire optionnel utilisant du sulfure de carbone.....	10
8.3.1 Réactifs.....	10
8.3.2 Mode opératoire.....	10
8.3.3 Expression des résultats.....	11
9 Détermination de la réversion thermique du soufre insoluble.....	11
9.1 Généralités.....	11
9.2 Méthode A.....	12
9.2.1 Principe.....	12
9.2.2 Appareillage.....	12
9.2.3 Mode opératoire de référence.....	12
9.2.4 Variante du mode opératoire utilisant du sulfure de carbone.....	14
9.2.5 Expression des résultats.....	15

9.3	Méthode B	15
9.3.1	Principe	15
9.3.2	Appareillage	15
9.3.3	Réactifs	16
9.3.4	Conditions chromatographiques	16
9.3.5	Préparation de la courbe d'étalonnage (soufre insoluble)	16
9.3.6	Programme DSC	17
9.3.7	Mode opératoire pour le soufre soluble initial	17
9.3.8	Mode opératoire pour le soufre soluble après un temps d'exposition de 10 min	17
9.3.9	Expression des résultats	18
9.4	Fidélité	18
10	Détermination de la perte de masse à 80 °C	18
10.1	Principe	18
10.2	Appareillage	19
10.3	Mode opératoire	19
10.3.1	Méthode A	19
10.3.2	Méthode B	19
10.4	Expression des résultats	19
10.5	Fidélité	20
11	Détermination des cendres de 850 °C à 900 °C	20
11.1	Principe	20
11.2	Appareillage	20
11.3	Mode opératoire	20
11.4	Expression des résultats	21
11.5	Fidélité	21
12	Détermination de l'acidité	21
13	Détermination de la teneur en arsenic	21
14	Rapport d'essai	21
Annexe A (informative) Valeurs types pour les propriétés du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc		22
Annexe B (informative) Fidélité		24
Bibliographie		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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré 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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 8332:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications sont les suivantes:

- modification du domaine d'application pour indiquer que certaines propriétés peuvent être déterminées par plus d'une méthode d'essai.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Il existe trois formes allotropiques de soufre:

- a) orthorhombique;
- b) monoclinique;
- c) 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, ou de MgCO₃, ou 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 diverses teneurs en soufre insoluble sont aujourd'hui disponibles comme matière première pour le caoutchouc pour contrôler l'efflorescence (voir l'[Annexe A](#)).

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 8332:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a8f12f8c-ae2c-4961-bfd1-5a41dab0e326/iso-8332-2018>

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

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur du présent document connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des règles appropriées en matière de sécurité et d'hygiène et de s'assurer du respect de toute condition réglementaire nationale.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'essai pour la détermination des principales propriétés physiques et chimiques du soufre servant pour la formulation du caoutchouc sec.

Plusieurs de ces propriétés peuvent être déterminées par plus d'une méthode d'essai et l'utilisateur peut choisir la méthode la plus appropriée selon la description des principes de la méthode d'essai donnée dans les articles correspondants.

NOTE Des niveaux types pour les propriétés adéquates du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc sont donnés dans l'[Annexe A](#), à titre informatif uniquement.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3704, *Soufre à usage industriel — Détermination de l'acidité — Méthode titrimétrique*

ISO 3705, *Soufre à usage industriel — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthylldithiocarbamate 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 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 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 5
Finesse (refus sur tamis) [% (fraction massique)]	Article 6
Teneur en huile [% (fraction massique)]	Article 7
Soufre insoluble [% (fraction massique)]	Article 8
Réversion thermique (%)	Article 9
Perte en masse à 80 °C [% (fraction massique)]	Article 10
Cendres [% (fraction massique)]	Article 11
Acidité [en H ₂ SO ₄ , % (fraction massique)]	Article 12
Arsenic (mg/kg)	Article 13

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

5 Détermination de la teneur totale en soufre

5.1 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.

5.2 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.

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

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

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

5.2.4 Solution de formaldéhyde, 37% (fraction massique).

5.2.5 Acide acétique glacial.

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

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

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Peser, à 0,1 mg près, 0,2 g de l'échantillon de soufre (m_0) sur un verre de montre préalablement taré. À l'aide d'une pipette Pasteur, ajouter environ 1 cm³ de solution de mouillage (5.2.6). 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 (5.2.1) 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.

5.3.2 Placer exactement 30 cm³ de la solution d'iode (5.2.2) dans une fiole conique de 200 cm³ provenant d'une burette et ajouter 10 cm³ d'acide acétique (5.2.5) à l'aide d'une pipette.

5.3.3 Placer 10 cm³ de la solution de la fiole jaugée de 100 cm³ en 5.3.1, à l'aide d'une pipette, et la verser dans un bécher de 100 cm³. Ajouter 2 cm³ de la solution de formaldéhyde (5.2.4) et mélanger au moyen d'un agitateur magnétique pendant 2 min. Laisser reposer 5 min, puis ajouter la solution dans la fiole conique 5.3.2. 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 (5.2.7) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium (5.2.3) jusqu'à obtenir une couleur bleue foncée. V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour le titrage.

5.3.4 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.

5.4 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en soufre (TS_{ts}), exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la Formule (1):

$$TS_{ts} = \frac{(V_0 - V_1)}{m_0} \times c \times 10 \times 3,2 \quad (1)$$

où

V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (5.2.3) utilisé pour le titrage à blanc (voir 5.3.4);

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium (5.2.3) utilisé pour le titrage de la prise d'essai (voir 5.3.3);

c est la concentration exacte, en moles de Na₂S₂O₃ par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium (5.2.3);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 5.3.1).

5.5 Fidélité

Voir B.3.2.

6 Détermination du refus sur tamis

6.1 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.

6.2 Méthode A

6.2.1 Appareillage

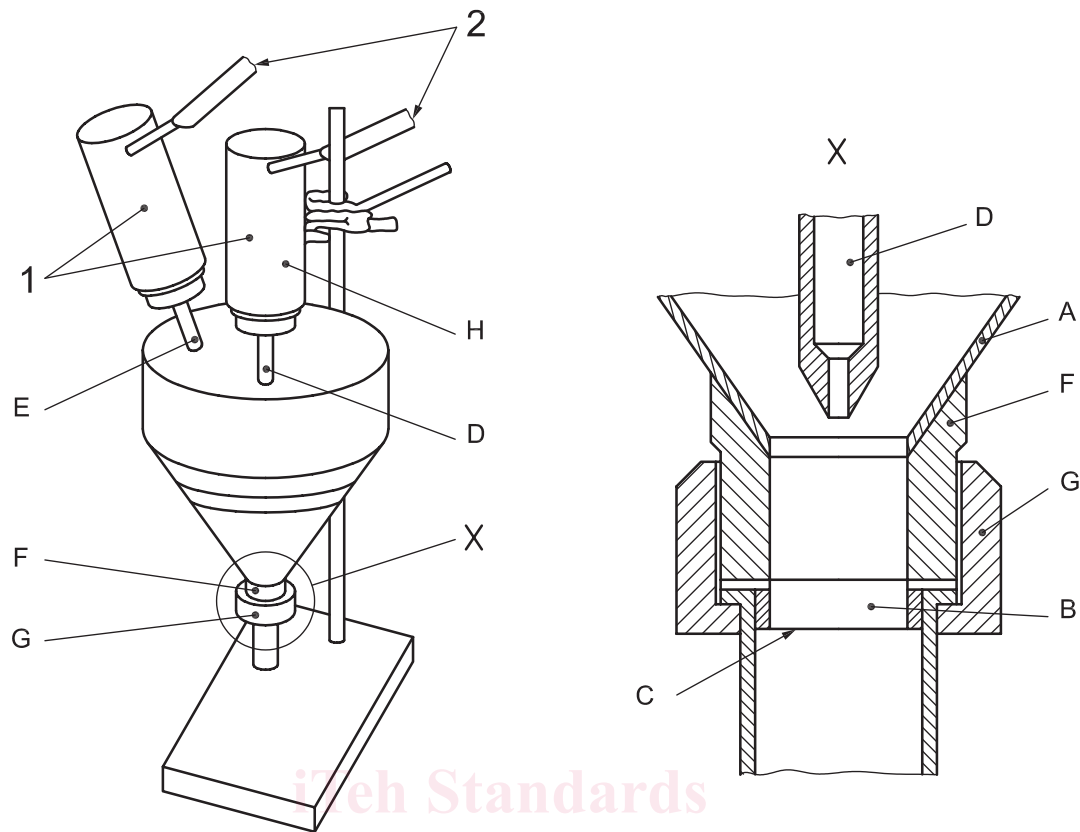
Appareillage courant de laboratoire ainsi que ce qui suit.

6.2.1.1 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) ([6.2.1.2](#)) 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; la distance de l'orifice par rapport au tamis peut être réglée. La pression d'eau minimale recommandée s'élève à 200 kPa. 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.

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.

[ISO 8332:2018](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/a8f12f8c-ae2c-4961-bfd1-5a41dab0e326/iso-8332-2018>



Légende

- 1 filtres
 2 arrivées d'eau
 A à E et H A à E et H sont tels que décrits en 6.2.1.1.
 F et G F et G sont tels que décrits en 6.2.2.

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

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

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

6.2.1.4 Dessiccateur.

6.2.2 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 6.2.1.2), 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 déceler 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 (6.2.1.4) et 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 g 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).