
**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 1138:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5041f145-e2c6-4d51-9555-b4eac16281e8/iso-1138-2022>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1138:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5041f145-e2c6-4d51-9555-b4eac16281e8/iso-1138-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode A: Four à combustion	1
4.1 Principe	1
4.2 Réactifs	1
4.3 Appareillage	2
4.4 Mode opératoire	3
4.5 Expression des résultats	3
4.6 Rapport d'essai	3
5 Méthode B: Analyseur automatique	3

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1138:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5041f145-e2c6-4d51-9555-b4eac16281e8/iso-1138-2022>

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 www.iso.org/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 troisième édition annule et remplace l'ISO 1138:2007 et l'ISO 1138:2007/Amd 1:2012, qui ont fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes:

- suppression de la méthode utilisant un calorimètre à bombe à oxygène (précédemment appelée Méthode A) en raison de l'utilisation de produits chimiques dangereux, et suppression de l'Amendement 1:2012 relatif à cette méthode;
- ajout des numéros CAS des réactifs chimiques utilisés dans la Méthode A actuelle.

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.

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes pour la détermination du soufre total dans tous les types de noirs de carbone utilisés dans l'industrie du caoutchouc:

- Méthode A, utilisant un four à combustion;
- Méthode B, 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. La Méthode B est donc la méthode préférentielle. L'analyse chimique classique (Méthode A) est acceptable dans le cas où un équipement automatique n'est pas disponible.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 15671, *Caoutchouc et additifs pour caoutchouc — Dosage du soufre total à l'aide d'un analyseur automatique*

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Méthode A: 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 °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 volumes d'acide chlorhydrique concentré (ρ_{20} 1,19 g/ml; CAS 7647-01-0) à 13 volumes d'eau; CAS 7732-18-5.

4.2.2 Iodure et iodate de potassium, solution titrée.

Dissoudre 1,112 5 g d'iodate de potassium (KIO_3 ; CAS 7758-05-6), 100 g d'iodure de potassium (KI; CAS 7681-11-0) et 5 g d'hydroxyde de potassium (CAS 1310-58-3) dans 500 ml d'eau environ. Diluer à 1 l dans une fiole jaugée.

La solution doit être conservée dans un flacon en verre brun ou vert. Il est conseillé de préparer une solution fraîche tous les 30 jours.

4.2.3 Amidon, solution d'indicateur.

Dissoudre 2,5 g d'amidon (CAS 9005-25-8) et 5 mg d'iodure de mercure(II) (HgI_2 ; CAS 7774-29-0) dans 1 l d'eau.

4.2.4 Oxygène.

Une source d'oxygène (CAS 7782-44-7), 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.

Toutes les nacelles à combustion neuves doivent être calcinées pendant 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 (H_2SO_4 , ρ_{20} 1,84 g/ml; CAS 7664-93-9) et un flacon absorbeur rempli d'un mélange d'amiante sodé et de sulfate de calcium anhydre (CAS 7778-18-9) qui a été préalablement saturé de dioxyde de carbone (CAS 124-38-9).

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 une température de $1\ 425\text{ °C}$ et le débit d'oxygène à 1 l par minute (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 $1\ 425\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

4.5 Expression des résultats

La teneur en soufre total est donnée, en pourcentage en masse, par la [Formule \(1\)](#).

$$S = \frac{V}{20 m} \quad (1)$$

où

S est la teneur totale en soufre, en pourcentage;

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:

- une référence au présent document, c'est-à-dire ISO 1138:2022;
- l'identification de l'échantillon;
- les résultats obtenus.

5 Méthode B: Analyseur automatique

Utiliser 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.