

TC 45

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8332

Première édition
1993-09-15

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

Rubber compounding ingredients — Sulfur — Methods of test

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 8332:1993



Numéro de référence
ISO 8332:1993(F)

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 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.

La Norme internationale 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*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Il existe deux principaux types de soufre:

- a) le soufre soluble (appelé aussi soufre orthorhombique);
- b) le soufre insoluble (appelé parfois soufre amorphe).

Ces deux types peuvent servir d'ingrédients de mélange du caoutchouc soit sous leur forme naturelle soit additionnés d'huile. Le soufre peut être aussi enrobé, par exemple, de carbonate de magnésium ou de silice. Ces additifs servent d'aide à la dispersion dans le mélange de caoutchouc. On peut trouver du soufre avec des degrés variés de finesse. Le soufre insoluble peut aussi contenir une certaine quantité de soufre soluble ou orthorhombique, dans la mesure où le soufre insoluble tend à revenir à l'état orthorhombique lorsqu'il est stocké.

Ces considérations font l'objet des méthodes d'essai prescrites dans la présente Norme internationale.

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 8332:1993

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 8332:1993

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes d'essai pour la détermination des principales propriétés physiques et chimiques du soufre servant pour la formulation du caoutchouc sec.

NOTE 1 Les niveaux types pour les propriétés adéquates du soufre servant d'ingrédient de mélange du caoutchouc sont présentés dans l'annexe A. Toutefois, cette annexe ne fait pas partie intégrante de la présente Norme internationale.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 842:1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 2590:1973, *Méthode générale de dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthyl-dithiocarbamate d'argent.*

ISO 3425:1975, *Soufre à usage industriel — Détermination des cendres à 850-900 °C et du résidu à 200 °C.*

ISO 3426:1975, *Soufre à usage industriel — Détermination de la perte de masse à 80 °C.*

ISO 3704:1976, *Soufre à usage industriel — Détermination de l'acidité — Méthode titrimétrique.*

ISO 3705:1976, *Soufre à usage industriel — Dosage de l'arsenic — Méthode photométrique au diéthyl-dithiocarbamate d'argent.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

3 Propriétés physiques et chimiques

Après échantillonnage à l'aide d'un outil d'échantillonnage en acier inoxydable conformément à l'ISO 842, 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 [% (m/m)]	Article 4
Finesse (refus sur tamis)	Article 5
Teneur en huile [% (m/m)]	Article 6
Soufre insoluble [% (m/m)]	Article 7
Réversion thermique (%)	Article 8
Acidité [as H ₂ SO ₄ , % (m/m)]	ISO 3704
Perte de masse à 80 °C [% (m/m)]	ISO 3426
Cendres [% (m/m)]	ISO 3425
Arsenic [% (m/m)]	ISO 3705, ISO 2590

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 qui est ensuite déterminé par titrage à l'aide d'une solution titrée d'iode.

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 Sulfite neutre de sodium, solution à 50 g/dm³. Dissoudre 50 g de sulfite neutre de sodium dans 1 dm³ d'eau.

4.2.2 Iode, solution titrée, $c(I_2) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$, fraîchement préparée et étalonnée.

4.2.3 Formaldéhyde, solution à 40 % (V/V).

4.2.4 Acide acétique cristallisable.

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

4.2.6 Empois d'amidon, solution fraîchement préparée.

4.3 Mode opératoire

4.3.1 Peser, à 0,1 mg près, 0,2 g de l'échantillon (m_0) sur un verre de montre préalablement taré. Ajouter environ 1 cm³ de solution de mouillage (4.2.5) à l'aide d'une pipette de Pasteur. Transférer le mélange dans une fiole de 250 cm³ par l'intermédiaire d'un petit entonnoir en verre en utilisant un courant de solution de sulfite neutre de sodium (4.2.1) provenant d'une éprouvette graduée de 50 cm³. Ajouter quelques granules régulateurs d'ébullition, mettre un réfrigérant à air en position, placer l'ensemble sur un bain-marie chauffé électriquement.

Régler la température du bain-marie de sorte que le contenu de la fiole bouille modérément. Il est très important d'éviter l'écumage ou la formation de grosses bulles. Sinon, les particules de soufre peuvent migrer vers le haut des parois de la fiole et pénétrer dans le réfrigérant où elles ne réagissent plus.

4.3.2 Au bout de 2 h, le soufre se sera dissous. Le temps pour parvenir à une solution complète dépend de la dimension des particules d'échantillonnage. Pour garantir un temps de réaction de 2 h, il est nécessaire soit de broyer au préalable l'échantillon et de le faire passer à travers un tamis de 125 µm d'ouverture nominale (voir ISO 565), soit de savoir à l'avance si l'échantillon respecte cette exigence.

Retirer la fiole du bain-marie et la refroidir jusqu'à 15 °C. Laver les parois du réfrigérant avec de l'eau et recueillir l'eau de lavage dans la fiole. Enlever le réfrigérant. Transférer le contenu de la fiole dans une fiole jaugée de 100 cm³. Nettoyer la fiole d'échantillonnage

avec de l'eau et ajouter l'eau de lavage dans la fiole jaugée. Compléter avec de l'eau au trait repère de 100 cm³. Boucher et secouer la fiole jaugée jusqu'à obtenir un mélange homogène.

4.3.3 Pipetter 25 cm³ de la solution d'essai dans une fiole conique de 250 cm³. Mesurer et ajouter 10 cm³ de la solution de formaldéhyde (4.2.3), 25 cm³ d'acide acétique (4.2.4) et 1 cm³ de l'empois d'amidon (4.2.6). Refroidir à 15 °C, puis ajouter de la solution titrée d'iode (4.2.2) provenant d'une burette jusqu'à obtenir une couleur bleue qui persiste durant 15 s. Répéter le titrage avec deux prises supplémentaires de 25 cm³ de la solution d'essai et calculer la moyenne des résultats.

4.3.4 Effectuer une détermination à blanc sans prise d'essai.

4.4 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en soufre, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{(V_1 - V_0)c \times 4 \times 6,4}{m_0}$$

ou

- V_0 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'iode (4.2.2) utilisé pour le titrage à blanc (voir 4.3.4);
- V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'iode (4.2.2) utilisé pour le titrage de la prise d'essai (voir 4.3.3);
- c est la concentration exacte, en moles de I₂ par décimètre cube, de la solution d'iode (4.2.2);
- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 4.3.1).

4.5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) teneur totale en soufre;
- d) date de l'essai;
- e) tout écart par rapport à la méthode d'essai normalisée.

5 Détermination du refus sur tamis

5.1 Principe

Une prise d'essai est passée à travers des tamis d'ouverture de mailles prescrite et le résidu est pesé.

Deux modes opératoires sont prescrits:

- mode opératoire par voie humide pour toutes les qualités de soufre traitées à l'huile;
- mode opératoire par voie sèche pour toutes les autres qualités (c'est-à-dire non traitées à l'huile).

Dans le cas de soufres extrêmement fins, le mode opératoire par voie humide doit être utilisé.

5.2 Mode opératoire par voie humide

5.2.1 Appareillage

5.2.1.1 Entonnoir en métal (A), d'un diamètre d'environ 200 mm comportant à sa base un orifice cylindrique court (voir figure 1) où est insérée une coupelle démontable peu profonde (B), au fond de la-

quelle est soudé un tamis en toile métallique (C) (5.2.1.2) de 25 mm de diamètre. De l'eau sous pression est fournie à un tube (D) muni d'une buse devant délivrer un jet de dispersion dans le tamis; on peut régler la distance de l'orifice au 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 de l'eau toutes les particules solides; 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 constant le volume de liquide 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 Brosse plate, à poils de chameau, d'environ 25 mm de largeur.

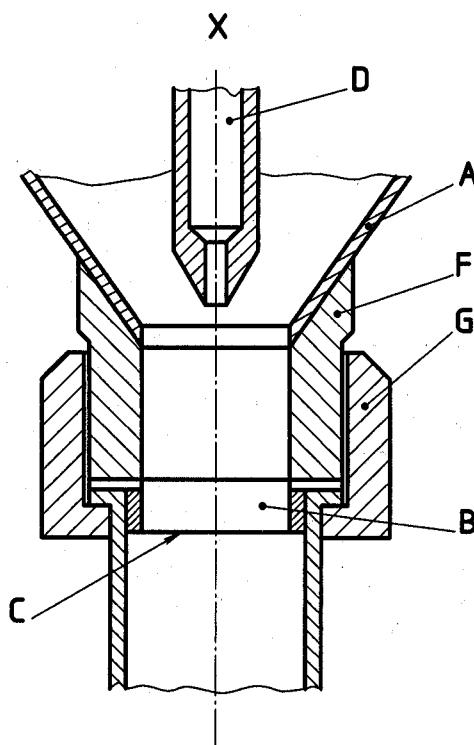
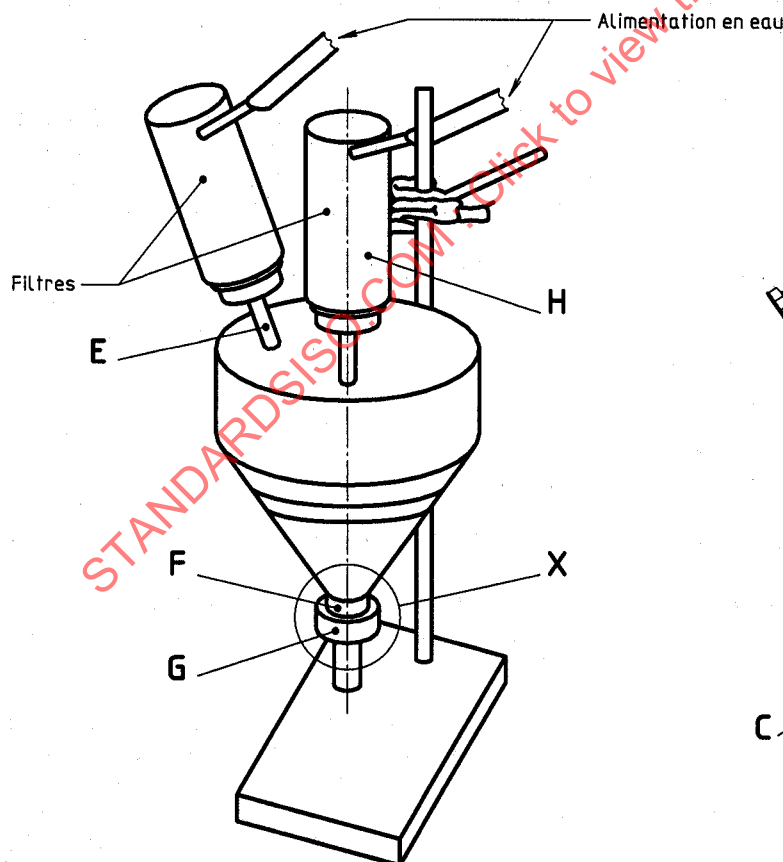


Figure 1 — Appareillage pour la détermination du refus sur tamis par voie humide

5.2.2 Détermination

Monter la coupelle filtrante avec le tamis en toile métallique (5.2.1.2) de l'ouverture requise, ayant fait l'objet d'un accord entre les parties intéressées, dans l'appareillage. Laisser l'eau la traverser durant 3 min, eau provenant des tubes D et E. Examiner le tamis pour déceler la présence de particules; s'il n'y en a pas, l'appareillage est donc prêt à l'emploi. Sécher la coupelle filtrante à 105 °C ± 2 °C, la peser à 0,1 mg près et la monter à nouveau dans l'appareillage, en la maintenant en place à l'aide d'un écrou-raccord moleté (G). Peser, à 0,1 g près, 25 g de l'échantillon (m_0), délayer avec 300 cm³ d'éthanol (de qualité technique) dans un bécher afin d'enlever l'huile, et transférer quantitativement dans l'entonnoir (5.2.1.1).

NOTE 2 Si la teneur en huile du soufre est supérieure à 20 % (m/m), une solution aqueuse d'alkylarylsulfonate à 20 g/dm³ peut être utilisée à la place de l'éthanol.

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 maintenant l'alimentation à partir du tube E afin de maintenir le niveau constant et laver au jet toute matière solide adhérant aux parois.

NOTE 3 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 tout matériau résiduel 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 s'écoule clair (ce qui nécessite habituellement 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 de la brosse à poils de chameau (5.2.1.3), et laver le résidu à travers le filtre (H). Ensuite, laver les grosses particules résiduelles dans la coupelle.

Dévisser l'écrou-raccord moleté (G), enlever le tube d'écoulement et la coupelle et laver le contenu de cette dernière avec de l'eau distillée. Sécher la coupelle et son contenu à 105 °C ± 2 °C et peser à 0,1 mg près. Cette masse, moins la masse initiale de la coupelle, équivaut à la masse du refus sur tamis (m_1).

5.2.3 Expression des résultats (mode opératoire par voie humide)

Calculer le refus sur tamis de 180 µm ou 125 µm, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du refus sur le tamis utilisé.

5.3 Mode opératoire par voie sèche

5.3.1 Appareillage

5.3.1.1 **Pile de trois tamis**, de 200 mm de diamètre, munie d'une monture, d'un couvercle adapté et d'un réceptacle, de 180 µm, 125 µm et 63 µm d'ouverture nominale respective, conformément à l'ISO 565.

Les tamis doivent être en fil d'acier inoxydable et doivent s'adapter les uns aux autres, l'un au-dessus de l'autre de sorte que la poudre ne puisse pas s'échapper.

5.3.1.2 **Secoueuse de tamis de contrôle mécanique**, appropriée pour les tamis (5.3.1.1), fournissant une action vibratoire et giratoire de préférence à l'aide d'un dispositif de synchronisation automatique.

5.3.1.3 **Balance analytique**, précise à 1 mg.

5.3.1.4 **Brosse plate**, à poils de chameau, d'environ 25 mm de largeur.

5.3.1.5 **Vases à peser**, deux d'environ 10 cm³ de capacité et un troisième d'environ 100 cm³ de capacité, munis de couvercles.

5.3.1.6 **Feuilles de papier glacé**, de format A4.

5.3.1.7 **Marteau léger**, recouvert de caoutchouc.

5.3.2 Détermination

S'assurer que les trois tamis de contrôle (5.3.1.1) sont exempts de tout résidu ancien en les brossant avec la brosse à poils de chameau (5.3.1.4) et en insufflant de l'air comprimé dans les tamis par le dessus tout en renversant et en tapotant le tamis pour déloger toute particule prise dans les mailles.

Placer les tamis l'un au-dessus de l'autre, le tamis à larges ouvertures (180 µm) sur le dessus, le tamis à ouvertures moyennes (125 µm) en dessous et le ta-

mis à petites ouvertures (63 µm) au fond. Placer le réceptacle en dessous du tamis du fond.

Homogénéiser l'échantillon complet obtenu conformément à l'ISO 842 (à l'aide d'outils d'échantillonnage en acier inoxydable), en s'assurant que les particules plus fines et les particules plus grossières ne sont pas isolées, puis peser, à 1 mg près, environ 50 g d'échantillon représentatif en utilisant un vase à peser de 100 cm³ (5.3.1.5).

Verser la prise d'essai sur le tamis du dessus et placer le couvercle. Peser à nouveau le vase à peser vide afin d'obtenir la masse de la prise d'essai (m_0) en faisant la différence.

Installer la pile de tamis dans la secoueuse mécanique (5.3.1.2) si elle est disponible et laisser secouer durant 5 min à une fréquence de 3 Hz (3 oscillations par seconde), puis enlever de la secoueuse. S'il n'y a aucune secoueuse disponible, secouer à la main la pile de tamis durant 5 min horizontalement sur une amplitude de 150 mm à une fréquence de 3 Hz (3 oscillations par seconde), en s'arrêtant après chaque minute pour taper la base de la pile au moyen du marteau recouvert de caoutchouc (5.3.1.7) pour aider à éliminer tout blocage dans le tamis.

Enlever le couvercle et examiner le tamis du dessus (180 µm). S'il reste du matériau sur ce tamis, briser tout agglomérat meuble en brossant légèrement au moyen de la brosse à poils de chameau (5.3.1.4). Remplacer le couvercle, puis soulever le tamis placé sur le tamis de (125 µm) et brosser de même légèrement tout résidu sur le tamis de (125 µm). Reformuler la pile de tamis comme auparavant et secouer mécaniquement ou à la main comme auparavant durant 5 min supplémentaires.

Séparer complètement la pile de tamis et transférer un à la fois tous les matériaux retenus sur chaque tamis dans un vase à peser sec et propre, pesé au préalable à vide à 1 mg près. (Utiliser des vases à peser de 10 cm³ pour les refus sur tamis de 125 µm et 180 µm, et un vase à peser de 100 cm³ pour les résidus sur le tamis de 63 µm.) Afin d'effectuer un transfert complet du tamis au vase à peser, verser avec soin le contenu de chaque tamis sur une feuille de papier glacé propre (5.3.1.6), puis renverser le tamis sur le papier et tapoter légèrement avec le marteau recouvert de caoutchouc pour déloger toute particule coincée. Enlever le tamis et soulever avec soin le papier, former un rouleau et verser avec soin dans le vase à peser en évitant les pertes.

Enfin, peser chaque vase à peser plus le refus sur tamis à 1 mg près et calculer la masse du résidu trouvé sur chaque tamis (m_1 , m_2 et m_3).

5.3.3 Expression des résultats (mode opératoire par voie sèche)

Calculer le refus sur tamis de 180 µm, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

Calculer le refus cumulé sur tamis de 180 µm et 125 µm, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{(m_1 + m_2) \times 100}{m_0}$$

Calculer le refus cumulé sur tamis de 180 µm, 125 µm et 63 µm, exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{(m_1 + m_2 + m_3) \times 100}{m_0}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_1 est la masse, en grammes, du refus sur tamis de 180 µm d'ouverture de mailles;
- m_2 est la masse, en grammes, du refus sur tamis de 125 µm d'ouverture de mailles;
- m_3 est la masse, en grammes, du refus sur tamis de 63 µm d'ouverture de mailles.

5.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale et mode opératoire utilisé, c'est-à-dire mode opératoire par voie sèche ou humide;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) refus sur le tamis utilisé (y compris refus cumulé sur les tamis dans le cas du mode opératoire par voie sèche);
- d) date de l'essai;
- e) tout écart par rapport à la méthode d'essai normalisée.

6 Détermination de la teneur en huile du soufre traité à l'huile

6.1 Principe

L'huile contenue dans une prise d'essai est extraite au moyen d'un solvant et le solvant est ensuite évaporé et la masse de l'huile résiduelle est déterminée.

Deux modes opératoires sont prescrits:

- a) mode opératoire utilisant de l'hexane pur pour le soufre soluble orthorhombique;
- b) mode opératoire utilisant de l'hexane saturé de soufre pour le soufre insoluble.

6.2 Mode opératoire utilisant de l'hexane pur

6.2.1 Réactif

6.2.1.1 Hexane, de qualité analytique reconnue.

6.2.2 Détermination

Peser, à 1 mg près, environ 10 g de l'échantillon (m_0) dans une fiole conique de 250 cm³ à large col et ajouter, au moyen d'une pipette, exactement 100 cm³ d'hexane (6.2.1.1). Boucher et laisser reposer à température ambiante durant 30 min, en agitant la fiole toutes les 5 min. Décantier 75 cm³ de la solution ainsi obtenue dans un bécher de 100 cm³ en s'assurant qu'aucune particule de soufre n'est présente et pipetter 50 cm³ de cette solution dans un autre bécher de 100 cm³. Évaporer le solvant de cette solution de 50 cm³ en plaçant le bécher dans un bain-marie sous une hotte à fumées. Retirer le bécher du bain-marie et laisser refroidir à température ambiante. Extraire le résidu avec 2 cm³ d'hexane, en mesurant le solvant dans une burette et en l'ajoutant de façon que les parois internes du bécher soient lavées. Agiter le bécher modérément afin de disperser le résidu dans le solvant. Décantier la solution dans un bécher de 50 cm³ préalablement pesé à 1 mg près (m_4).

Répéter deux fois l'extraction en recueillant tout liquide de lavage dans le bécher de 50 cm³. Évaporer le solvant dans un bain-marie puis dans une étuve maintenue à 80 °C durant 1 h sous une hotte à fumées. Refroidir dans un dessiccateur et peser immédiatement à 1 mg près (m_5).

6.2.3 Expression des résultats

Calculer la teneur en huile, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{2(m_5 - m_4) \times 100}{m_0} - 0,20$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_4 est la masse, en grammes, du bécher;
- m_5 est la masse, en grammes, du bécher plus huile;

0,20 est la correction due à la solubilité du soufre dans l'hexane.

6.3 Mode opératoire utilisant de l'hexane saturé de soufre

6.3.1 Réactif

6.3.1.1 Hexane saturé de soufre.

Ajouter 60 g de soufre soluble orthorhombique (de qualité analytique reconnue) à 4 dm³ d'hexane (6.2.1.1). Bien mélanger et laisser reposer durant 24 h avant utilisation pour permettre au soufre de retomber au fond du récipient. Utiliser uniquement le liquide clair surnageant.

6.3.2 Détermination

Peser, à 1 mg près, 5 g $\pm$ 0,01 g de l'échantillon (m_0) dans une fiole conique de 250 cm³ et ajouter 25 cm³ d'hexane saturé de soufre (6.3.1.1). Maintenir la température constante durant cette étape du mode opératoire.

Secouer durant 10 min, puis filtrer à travers un creuset filtrant en verre fritté de porosité P 40 (voir ISO 4793), préalablement pesé à 1 mg près (m_6), et laver le résidu avec 100 cm³ d'hexane saturé de soufre (6.3.1.1). Laver le résidu deux fois avec 25 cm³ d'éthanol (de qualité analytique reconnue) à chaque fois.

Sécher le creuset filtrant avec le résidu dans une étuve maintenue à 80 °C durant 1 h sous une hotte à fumées. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près (m_7).

6.3.3 Expression des résultats

Calculer la teneur en huile, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de la formule

$$\frac{(m_0 + m_6 - m_7) \times 100}{m_0}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_6 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté;
- m_7 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté plus résidu.

6.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale et mode opératoire utilisé, c'est-à-dire avec de l'hexane pur ou de l'hexane saturé de soufre;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) teneur en huile;
- d) date de l'essai;
- e) tout écart par rapport à la méthode d'essai normalisée.

7 Détermination de la teneur en soufre insoluble

7.1 Principe

Une prise d'essai est agitée avec un solvant afin de dissoudre le soufre soluble et l'huile. Le soufre insoluble est filtré, séché et pesé.

Deux modes opératoires sont prescrits:

- a) mode opératoire de référence utilisant du toluène;
- b) mode opératoire utilisant du sulfure de carbone.

NOTE 4 Ces deux modes opératoires peuvent donner des résultats différents.

7.2 Mode opératoire de référence utilisant du toluène

7.2.1 Réactif

7.2.1.1 Toluène, de qualité analytique reconnue.

7.2.2 Détermination

Peser, à 1 mg près, environ 2 g de l'échantillon (m_0) dans un bécher de 400 cm³. Ajouter 200 cm³ de toluène (7.2.1.1) et un barreau d'agitateur magnétique. Recouvrir d'un verre de montre et agiter durant 30 min. Filtrer à travers un creuset filtrant en verre fritté de porosité P 40 (voir ISO 4793), préalablement pesé à 1 mg près (m_6). Enlever le toluène par aspiration. Laver trois fois avec 20 cm³ de toluène à chaque fois.

IMPORTANT — L'échantillon ne doit jamais être aspiré jusqu'à devenir complètement sec avant le dernier lavage, parce qu'une réversion peut se produire en raison de la congélation du soufre insoluble.

Enlever complètement le toluène par aspiration et sécher le creuset filtrant dans une étuve maintenue à 80 °C durant 1 h sous une hotte à fumées. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près (m_7).

7.2.3 Expression des résultats

7.2.3.1 Calculer la teneur en soufre insoluble, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon total à l'aide de la formule

$$\frac{(m_7 - m_6) \times 100}{m_0}$$

où

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

m_6 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté;

m_7 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté plus résidu de soufre insoluble.

7.2.3.2 Calculer la teneur en soufre insoluble, exprimée en pourcentage en masse, de la partie soufre de l'échantillon à l'aide de l'équation

$$\frac{IS_{ts}}{TS_{ts}} \times 100$$

où

IS_{ts} est la teneur en soufre insoluble de l'échantillon total (voir 7.2.3.1);

TS_{ts} est la teneur en soufre total de l'échantillon total (voir 4.4).

7.3 Mode opératoire utilisant du sulfure de carbone

7.3.1 Réactif

7.3.1.1 Sulfure de carbone, de qualité analytique reconnue.

AVERTISSEMENT — Le sulfure de carbone est un solvant inflammable, toxique et très dangereux; c'est pourquoi il faut prendre des précautions particulières de sécurité, dont l'utilisation d'une hotte à fumées.

7.3.2 Détermination

Peser, à 1 mg près, environ 5 g de l'échantillon (m_0) dans un bécher de 250 cm³. Ajouter 100 cm³ de sulfure de carbone (7.3.1.1) et un barreau d'agitateur magnétique. Recouvrir d'un verre de montre et agiter durant 30 min. Filtrer à travers un creuset filtrant en verre fritté de porosité P 40 (voir ISO 4793), préalablement pesé à 1 mg près (m_6). Enlever le sulfure de carbone par aspiration très légère. Laver trois fois avec 20 cm³ de sulfure de carbone à chaque fois.

IMPORTANT — L'échantillon ne doit jamais être aspiré jusqu'à devenir complètement sec avant le dernier lavage, parce qu'une réversion peut se produire en raison de la congélation du soufre insoluble.

Enlever complètement le sulfure de carbone par aspiration et sécher le creuset filtrant dans une étuve maintenue à 80 °C durant 1 h sous une hotte à fumées. Refroidir dans un dessiccateur et peser à 1 mg près (m_7).

7.3.3 Expression des résultats

7.3.3.1 Calculer la teneur en soufre insoluble, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon total à l'aide de la formule

$$\frac{(m_7 - m_6) \times 100}{m_0}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_6 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté;
- m_7 est la masse, en grammes, du creuset filtrant en verre fritté plus résidu de soufre insoluble.

7.3.3.2 Calculer la teneur en soufre insoluble, exprimée en pourcentage en masse, de la partie soufre de l'échantillon à l'aide de l'équation

$$\frac{IS_{ts}}{TS_{ts}} \times 100$$

où

- IS_{ts} est la teneur en soufre insoluble de l'échantillon total (voir 7.3.3.1);
- TS_{ts} est la teneur en soufre total de l'échantillon total (voir 4.4).

7.4 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale et mode opératoire utilisé, c'est-à-dire avec du toluène ou du sulfure de carbone;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;

1) L'huile Merck DAB 7 n° 7160 est un exemple d'huile paraffinique appropriée disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de l'huile ainsi désignée.

- c) teneur en soufre insoluble de l'échantillon total et de la partie soufre de l'échantillon;
- d) date de l'essai;
- e) tout écart par rapport à la méthode d'essai normalisée.

8 Détermination de la réversion thermique du soufre insoluble

NOTE 5 Bien que la répétabilité et la reproductibilité des deux variantes prescrites en 8.2 et 8.3 ne soient pas suffisamment bonnes, elles constituent la meilleure méthode disponible à l'heure actuelle.

8.1 Principe

Une prise d'essai est conservée dans une huile paraffinique à 105 °C pendant une durée fixée et la quantité de soufre insoluble après traitement est mesurée.

Deux modes opératoires sont prescrits:

- a) mode opératoire de référence utilisant du toluène;
- b) mode opératoire utilisant du sulfure de carbone.

NOTE 6 Ces deux modes opératoires peuvent donner des résultats différents.

8.2 Mode opératoire de référence utilisant du toluène

8.2.1 Réactifs

8.2.1.1 Huile paraffinique, de qualité pharmaceutique, visqueuse: viscosité dynamique supérieure à 0,12 Pa·s (120 cP).¹⁾

8.2.1.2 Toluène, de qualité analytique reconnue.

8.2.2 Appareillage

8.2.2.1 Bain d'huile, à réglage thermostatique précis à ± 0,2 °C.

8.2.2.2 Thermomètre, précis à 0,2 °C entre 100 °C et 110 °C.

8.2.2.3 Étuve, maintenue à une température de 80 °C.

8.2.2.4 Chronomètre.