

## CAOUTCHOUCS VULCANISES DOSAGE DU SOUFRE LIBRE PAR POLAROGRAPHIE

Page 1/7

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

### 1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de déterminer par polarographie la teneur en soufre libre dans les caoutchoucs vulcanisés.

### 2.PRINCIPE

Le soufre libre présent dans le caoutchouc vulcanisé finement divisé est extrait par le benzène. Après lavage alcalin pour éliminer les sulfures également extraits, le soufre présent dans la phase solvantée est dosé par polarographie en présence d'un électrolyte spécifique.

### 3.PRODUITS UTILISES

Les solvants utilisés seront de qualité pour analyses.

#### 3.1.BENZENE

#### 3.2.METHANOL

#### 3.3.PYRIDINE

#### 3.4.ACIDE CHLORHYDRIQUE

concentré d = 1,19

#### 3.5.SOUDE NORMALE

#### 3.6.SOUFRE

#### 3.7.MERCURE

### 4.APPAREILLAGE

#### 4.1.POLAROGRAPHIE

#### 4.2.ENREGISTREUR X-Y

**4.3.ELECTRODE A GOUTTE DE MERCURE TOMBANTE**

terminée par un tube capillaire de  $\varnothing$  intérieur 6/100 mm.

**4.4.CONTRE ELECTRODE EN GRAPHITE PUR****4.5.ELECTRODE AU CALOMEL**

remplie d'une solution d'électrolyte (5.1).

**4.6.PONT AVEC FRITTE**

pour électrode au calomel : permet l'isolation entre l'électrode de référence et la solution à doser, évite les interférences dans l'enregistrement polarographique.

**4.7.BALANCE DE PRECISION**

à  $\pm 0,1$  mg.

**4.8.AGITATEUR MAGNETIQUE**

muni de barreau aimanté téflonné.

**4.9.FIOLES JAUGEES**

de 1000 ml, 100 ml.

**4.10.SOXHLET****4.11.AMPOULE A DECANTER**

de 250 ml.

**4.12.LIME DU TYPE RAPE A TOLE****4.13.CELLULE POLAROGRAPHIQUE**

de capacité 150 ml.

**5.SOLUTIONS UTILISEES****5.1.ELECTROLYTE**

Composition pour 1 litre

- Benzène (3.1) : 730 ml
- Méthanol (3.2) : 250 ml
- Pyridine (3.4) : 17 ml
- Acide chlorhydrique (3.3) : 3 ml

**5.2.SOLUTION ETALON DE SOUFRE**

Peser  $0,032 \text{ g} \pm 0,1 \text{ mg}$  de soufre (3.6). Transvaser quantitativement cette prise d'essai dans une fiole jaugée de 1000 ml. Ajouter environ 500 ml de benzène (3.1). Agiter pour homogénéiser la solution. Ajuster au volume avec du benzène.

**6.MODE OPERATOIRE****6.1.PREPARATION DES ECHANTILLONS**

Les échantillons à doser devront être râpés à l'aide de la lime (4.12) en particules finement divisées. Lors de cette manipulation, il est recommandé d'opérer lentement afin d'éviter un échauffement du produit.

## 6.2.TRAITEMENT DES ECHANTILLONS

Peser environ exactement 500 mg de caoutchouc préparé selon (6.1) soit M la masse obtenue. Opérer une extraction au soxhlet (4.1) sur cet échantillon pendant au moins 3 heures à l'aide de 80 ml de benzène. L'extrait au benzène est transvasé quantitativement dans un bécher de 250 ml, ajouter ensuite 50 ml de soude normale (3.5), mettre sous agitation durant 30 minutes à l'aide de l'agitateur magnétique (4.8). Introduire le mélange dans une ampoule (4.11) ; après décantation, recueillir quantitativement la phase benzénique dans une fiole jaugée de 100 ml (4.9). Compléter au volume avec le benzène.