

NORME
INTERNATIONALE

ISO
6810

Deuxième édition
1995-10-01

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Noir de carbone — Détermination de la
surface spécifique — Méthodes par
adsorption de CTAB**
(standards.iteh.ai)

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of
surface area — CTAB adsorption methods*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48c9b4c0-fcad-4c10-a1e6-7487d7e6d6ce/iso-6810-1995>



Numéro de référence
ISO 6810:1995(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 6810 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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6810:1985), dont elle constitue une révision technique.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique — Méthodes par adsorption de CTAB

AVERTISSEMENT — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour la détermination de la surface spécifique des noirs de carbone à l'exclusion des surfaces contenant des micropores trop petits pour recevoir des molécules de bromure d'hexadécyltriméthylammonium (ou bromure de cetyltriméthylammonium, appelé communément CTAB).

Les méthodes permettent de caractériser tous les types de noirs de carbone utilisés dans l'industrie du caoutchouc.

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 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1126:1992, *Ingrédients de mélange de caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la perte à la chaleur.*

ISO 1304:1985, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'adsorption d'iode — Méthode titrimétrique.*

ISO 4652-1:1994, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique par méthodes par adsorption d'azote — Partie 1: Modes opératoires à un point de mesure.*

ISO 6809:1989, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Noirs de référence.*

3 Principe

3.1 L'isotherme d'adsorption sur un noir de carbone de CTAB d'une solution aqueuse montre un long plateau horizontal correspondant au recouvrement par une couche monomoléculaire de la surface du substrat sur laquelle l'adsorbant n'est pas exclu stériquement. L'adsorption de CTAB par le noir de

carbone n'est affectée ni par les matériaux bitumineux, ni par les groupes fonctionnels hydrogénés, oxygénés, etc. L'équilibre est atteint rapidement par agitation mécanique et vibration ultrasonique. Après élimination du noir de carbone en suspension colloïdale par filtration, le titrage du CTAB non absorbé est effectué soit à l'aide d'une solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium jusqu'à apparition du point de turbidité ou de coloration maximale, soit à l'aide d'une solution de dodécylsulfate de sodium jusqu'à apparition du point de coloration spécifiée. Tous les résultats sont déterminés relativement à un noir de référence dont les surfaces spécifiques de CTAB sont présumées être exactement celles données dans l'ISO 6809.

3.2 Le titrage du CTAB non adsorbé est effectué en utilisant l'une des méthodes suivantes:

- méthode 1, par une solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium avec un appareil de titrage automatique jusqu'à un point de turbidité maximale;
- méthode 2, par une solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium et titrage manuel jusqu'à un point de turbidité maximale;
- méthode 3, par une solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium et titrage manuel jusqu'à un point de coloration prescrite;
- méthode 4, par une solution de dodécylsulfate de sodium (SDS) et titrage manuel jusqu'à un point de coloration prescrite.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente préparée par passage à travers un échangeur d'ions. L'eau purifiée doit être conservée dans des récipients appropriés et les canalisations doivent être en polytétrafluoroéthylène, polyéthylène, quartz ou tout autre matériau résistant aux attaques chimiques.

4.1 Solution tampon, pH 7.

Dissoudre 2,722 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), 4,260 g de monohydrogénophosphate disodique (Na_2HPO_4) et 1,169 g de chlorure de sodium (NaCl) dans de l'eau et diluer à 1 dm^3 .

NOTE 1 Des détails concernant la préparation de cette solution tampon sont donnés dans BATES *et al.*, *J. Res.*

NBS, **29** (1942), p.183. Une solution tampon prête à l'emploi est également disponible sur le marché.

4.2 Bromure d'hexadécyltriméthylammonium (CTAB), solution.

Dissoudre 3,64 g (0,01 mol) de bromure d'hexadécyltriméthylammonium (CTAB) dans 900 cm^3 d'eau purifiée dans un récipient approprié. Ajouter 100 cm^3 de la solution tampon (4.1) et réchauffer la solution à une température de $27 \text{ }^\circ\text{C}$ à $37 \text{ }^\circ\text{C}$ pour faciliter la dissolution. Refroidir à une température comprise entre $22 \text{ }^\circ\text{C}$ et $25 \text{ }^\circ\text{C}$ avant emploi.

La température de cette solution ne doit à aucun moment descendre en dessous de $22 \text{ }^\circ\text{C}$; sinon, il peut en résulter une lente cristallisation.

4.3 Formol, solution à 37 % (m/m).

4.4 Di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium, solution (pour les méthodes 1, 2 et 3).

Dissoudre 1,00 g de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium 100 % solide dans de l'eau purifiée contenant $2,5 \text{ cm}^3$ de la solution de formol (4.3) à l'aide de l'agitateur magnétique (5.5). Diluer à 1 dm^3 dans un récipient en polyéthylène approprié en agitant vigoureusement durant 48 h à l'aide de l'agitateur magnétique. Laisser reposer durant 12 jours avant étalonnage et utilisation.

Boucher le récipient hermétiquement et conserver dans un endroit frais.

Une fois le récipient ouvert, stocker le réactif solide à 100 % dans un dessiccateur (5.19).

La solution de réactif peut être sujette à une légère biodégradation en l'absence de formol. Elle doit être utilisée dans les 6 mois qui suivent sa préparation.

4.5 Octylphénoxy-polyéthoxyéthanol, solution à 0,15 % (m/m) (pour la méthode 1).

Mélanger 1,5 g d'octylphénoxy-polyéthoxyéthanol 100 % liquide avec de l'eau purifiée et diluer à 1 dm^3 dans un récipient approprié, en agitant vigoureusement à l'aide de l'agitateur magnétique (5.5) jusqu'à homogénéité.

4.6 Dodécylsulfate de sodium (SDS), solution (pour la méthode 4).

Dissoudre 0,606 g de dodécylsulfate de sodium (SDS) dans de l'eau purifiée contenant $2,5 \text{ cm}^3$ de la solution de formol (4.3) et diluer à 1 dm^3 dans un récipient approprié. Laisser reposer au moins 24 h.

La pureté du réactif solide est un facteur important. Si la solution n'est pas suffisamment claire (c'est-à-dire trouble ou contenant des précipités), le degré de pureté du réactif n'est pas suffisant et il est impropre pour cet essai.

4.7 Dichlorofluorescéine, solution éthanolique (indicateur, pH 4 à 6, pour la méthode 4).

Dissoudre 0,20 g de dichloro-2,7 fluorescéine solide dans 70 cm³ d'éthanol et conserver dans une bouteille compte-gouttes (5.17).

4.8 Bleu de bromophénol, solution hydro-éthanolique (indicateur, pH 3,0 à 3,6, pour la méthode 3).

Dissoudre 0,10 g de bleu de bromophénol solide dans 10 g d'éthanol dans une bouteille compte-gouttes (5.17) en verre ambré de 60 cm³ de capacité et ajouter 40 cm³ d'eau.

4.9 Noir de référence (voir ISO 6809). Utiliser l'ITRB.

5 Appareillage¹²⁾

5.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

5.2 Étuve, réglable à 105 °C ± 2 °C ou 125 °C ± 2 °C.

5.3 Bain à ultrasons, modifié pour recevoir un agitateur magnétique et un porte-fiole. Un batteur/agitateur séparé peut être utilisé.

5.4 Barreaux d'agitateur magnétique, enrobés de polytétrafluoroéthylène:

diamètre: 6 mm; longueur: 22 mm (pour toutes les méthodes);

diamètre: 10 mm; longueur: 32 mm (pour les méthodes 3 et 4);

diamètre: 10 mm; longueur: 41 mm (pour la méthode 1).

5.5 Agitateur magnétique.

5.6 Air comprimé sec ou azote sec (soit à partir de conduites, soit par bouteilles sous pression avec régulateur).

5.7 Détendeur de pression, relié aux sources d'air ou d'azote, permettant de réguler de 0,4 MPa à 0,7 MPa.

La figure 1 montre le schéma de l'assemblage type d'un détendeur de pression.

5.8 Cellule à pression, de 30 cm³ de capacité, en acier inoxydable et convenant à une pression de 0,7 MPa.

Il est essentiel de la nettoyer complètement après emploi.

5.9 Membranes filtrantes en matière plastique, de 47 mm de diamètre et 0,1 µm d'ouverture de mailles.

1) Les appareils suivants pour le titrage automatique peuvent être utilisés pour la méthode 1:

- METTLER Memotitrator DL 20, 25 ou 40 RC, disponibles auprès des bureaux de vente dans la plupart des pays;
- BRINKMAN Dosimat 665 Buret, associé avec le Probe Colorimeter, disponibles auprès de Brinkman Instruments, Cantiague Rd, Westbury, NY, USA;
- ATMAST, disponible auprès de L.A. King Manufacturing Corp., LAKO Division, P.O. Box 2415, Tulsa, OK 74101, USA.

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 des appareils ainsi désignés.

2) Les filtres suivants ont été trouvés satisfaisants:

- Gelman HT 200, Gelman n° 66199, Baxter Scientific Cat. n° F 2988-2, disponibles auprès de Baxter Scientific Products, 1430 Wankegan Road, McGraw Park, IL 60085, USA;
- Microfiltration Systems Cat. n° A-010A047A, disponibles auprès de Microfiltration Systems, 6800 Sierra Court, Dublin, CA 94566, USA;
- Millipore Cat. n° SAIJ 076 H7 filters, disponibles auprès de Millipore Corp., Bedford, MA 01730, USA;
- Sartorius SM 11358-047N, disponible auprès de Sartorius GmbH, Weender Landstr. 94/108, D-37075 Göttingen, Germany;
- Schleicher & Schüll PH 79 (47 mm), disponible auprès de Schleicher & Schüll GmbH, Hahnstr. 3, D-37586 Kassel, Germany.

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 des filtres ainsi désignés.

5.10 Porte-filtres.

Il est essentiel de le nettoyer complètement après emploi.

5.11 Petit entonnoir en verre.

5.12 Fiole, de 30 cm³ de capacité, en verre, munie d'un bouchon à vis.

5.13 Burette (pour les méthodes 2, 3 et 4), de 50 cm³ de capacité, graduée tous les 0,1 cm³, de préférence avec remplissage et mise à zéro automatique et réservoir à réactif. Elle doit être conforme aux prescriptions de l'ISO 385-1, classe A, ou étalonnée et avoir sa propre courbe de correction pour obtenir la précision requise.

5.14 Pipette type distributeur, pouvant délivrer 30 cm³, conforme aux prescriptions de l'ISO 648, classe A, et reliée à un réservoir approprié pour la solution de CTAB (4.2).

5.15 Pipettes, de 5,00 cm³ et 10,00 cm³ de capacité respective, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, classe A.

5.16 Fioles coniques à fond plat, de 100 cm³ de capacité, munies de bouchons rodés en verre.

5.17 Bouteilles compte-gouttes (pour les méthodes 3 et 4).

5.18 Récipients, appropriés pour la préparation et la conservation des solutions de réactifs.

5.19 Dessiccateurs.

5.20 Lampe d'éclairage de microscope, ou tout autre projecteur à incandescence de forte intensité (pour les méthodes 2 et 3).

NOTE 2 Une petite lampe d'éclairage de 10 W en verre transparent et filament unique est recommandée.

5.21 Appareil de titrage automatique (pour la méthode 1).

5.22 Béchiers, forme haute, de 100 cm³ de capacité.

5.23 Rhéostat, à utiliser avec la lampe d'éclairage (5.20).

6 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante d'échantillon durant 1 h à une température de 105 °C ± 2 °C ou 125 °C ± 2 °C comme prescrit dans l'ISO 1126. Laisser refroidir jusqu'à température ambiante dans un dessiccateur (5.19). Conserver l'échantillon séché dans le dessiccateur jusqu'au début de l'essai.

7 Conditions d'essai

Il est souhaitable que l'essai soit effectué dans une pièce aux conditions normales, soit de 23 °C ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative, soit de 27 °C ± 2 °C et (65 ± 5) % d'humidité relative.

Il est recommandé que les réactifs et les appareils soient mis à la température d'équilibre de cette pièce au moins 2 h avant l'essai.

NOTE 3 Le stockage de la solution de CTAB (4.2) à des températures en dessous de 22 °C provoque une lente cristallisation.

La pièce où se déroule l'essai doit être exempte de fumées ou de vapeurs qui pourraient contaminer les réactifs et les appareils d'essai et ainsi altérer les résultats.

8 Vérification des filtres

Les nouveaux lots de filtres (5.9) doivent être examinés afin de s'assurer des temps normaux de filtration. Le temps maximal nécessaire pour éviter des erreurs doit être de 8 min.

9 Mode opératoire**9.1 Étalonnage des réactifs**

9.1.1 Sécher une quantité suffisante de noir de référence (4.9) comme indiqué dans l'article 6.

9.1.2 Peser, à 0,1 mg près, cinq prises d'essai de ce noir de référence séché pour couvrir la gamme de 0,20 g à 0,60 g par intervalle de 0,10 g.

9.1.3 Mettre chaque prise d'essai dans une fiole conique de 100 cm³ (5.16) et boucher les fioles contenant chacune un barreau d'agitateur magnétique de 22 mm (5.4). À l'aide de la pipette type distributeur (5.14) reliée au réservoir de solution de CTAB, ajouter 30,00 cm³ de la solution de CTAB (4.2) et boucher hermétiquement. Immerger la fiole d'au moins 5 cm dans le bain à ultrasons (5.3) modifié pour créer simultanément agitation et vibration et faire fonctionner durant 6 min. La température de l'eau du bain doit

être maintenue entre 22 °C et 27 °C pendant la phase complète de mise en équilibre; sinon, il peut se produire un déplacement de l'équilibre d'adsorption. Il est courant que la température du bain s'élève pendant l'opération.

Le contrôle de la température peut s'effectuer de plusieurs façons, par exemple: remplacement de l'eau lorsque la température est trop élevée, ajout de petits morceaux de glace, ou installation d'un serpentín réfrigérant. Cependant, en aucun cas, la température du bain ne doit descendre en dessous de 22 °C.

Si l'on utilise un batteur/agitateur séparé, la séquence suivante est recommandée:

- 1 min de vibration ultrasonique;
- 1 min d'agitation;
- 1 min de vibration ultrasonique;
- 1 min d'agitation;
- 1 min de vibration ultrasonique;
- 1 min d'agitation.

9.1.4 Visser la partie supérieure filetée du porte-filtres (5.10) sur la cellule à pression (5.8) et serrer suffisamment pour éviter les fuites. (Un ruban de polytétrafluoroéthylène peut être éventuellement utilisé pour assurer l'étanchéité si nécessaire.) Placer le disque filtrant (5.9) dans la partie inférieure du porte-filtres, la face brillante tournée vers l'admission, conformément aux instructions fournies avec le porte-filtres.

Verser la suspension de noir de carbone (voir 9.1.3) mise en équilibre d'adsorption, dans la cellule par l'intermédiaire du petit entonnoir (5.11). Relier la cellule à l'arrivée d'air comprimé sec ou d'azote régulée de 0,4 MPa à 0,7 MPa. Éliminer les premiers 5 cm³ de filtrat, puis recueillir le reste dans la fiole en verre propre (5.12) et revisser immédiatement le bouchon. Agiter modérément le filtrat recueilli pour assurer l'homogénéité mais sans provoquer de mousse. Si le filtrat contient du noir, l'éliminer et ne pas refiltrer.

Titre le filtrat de CTAB par l'une des quatre méthodes prescrites en 9.1.5 à 9.1.8.

NOTE 4 La bonne mise en place du filtre peut être facilitée en mettant en marche l'aspiration sur la partie inférieure du porte-filtres pendant l'assemblage. Il faut éviter d'endommager le filtre en le froissant ou en le plissant. La bonne assise du filtre peut être vérifiée en contrôlant la pression à travers l'assemblage avant addition de la suspension. Cette assise est correcte s'il n'y a pas de courant

gazeux à la sortie de l'assemblage, ce que l'on vérifie en plaçant un doigt sur celle-ci.

Il n'est généralement pas pratique de titrer le filtrat immédiatement après filtration et, pour cette raison, les fioles dans lesquelles les filtrats sont recueillis doivent pouvoir être bouchées jusqu'à leur emploi.

9.1.5 Méthode 1 — Titrage automatique du filtrat de CTAB par la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium jusqu'à un point de turbidité maximale (voir aussi annexe B).

9.1.5.1 Préparer l'appareil de titrage automatique (5.21) conformément aux instructions fournies avec celui-ci. S'assurer que le réservoir contient une quantité suffisante de solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium (4.4), puis que les conduits et le corps de pompe sont exempts de bulles d'air et ont été suffisamment purgés avec la solution de titrage. L'appareil doit être branché et le bouchon du réservoir libéré pour admettre l'air au fur et à mesure que le liquide coule. Ajuster le débit à 10 cm³/min, ou dans le cas de l'appareil de titrage ATMAST, ajuster ce débit à 6 cm³/min, selon la recommandation du fabricant.

9.1.5.2 Verser 45 cm³ d'eau purifiée dans un béccher forme haute (5.22) contenant un barreau d'agitateur magnétique de 41 mm (5.4). Ajouter 5 cm³ de la solution d'octylphénoxy-polyéthoxyéthanol (4.5).

À l'aide d'une pipette (5.15), prélever 10,00 cm³ du filtrat de CTAB (voir 9.1.4) et les verser dans le béccher en évitant une formation excessive de mousse. Placer le béccher dans l'emplacement prévu sur l'appareil de titrage et régler la vitesse de rotation de l'agitateur magnétique de manière que le tourbillon affleure le rayon supérieur du faisceau lumineux traversant le béccher.

Faire descendre l'ensemble fournissant la solution de titrage (4.4) de manière que l'extrémité de l'aiguille de distribution soit juste sous la surface du liquide; ouvrir le robinet et remettre le compteur à zéro, mettre l'interrupteur de contrôle de la pompe sur la position «titrage» et presser le bouton de mise en marche.

Attendre que la pompe et le compteur s'arrêtent au point de turbidité maximale.

Noter le volume lu sur le compteur à 0,01 cm³ près.

Relever l'ensemble de distribution de solution hors du béccher. Tourner l'interrupteur de la pompe sur la position «vidange» et faire couler quelques gouttes de solution de titrage pour nettoyer l'aiguille. Lorsque la

dernière goutte de réactif quitte l'aiguille, tourner l'interrupteur sur «arrêt». Lorsque la pompe s'arrête, fermer le robinet et enlever l'aiguille de l'axe du bécher. Retirer le bécher de son logement.

Essuyer l'aiguille à l'aide d'une serviette en papier (ne pas utiliser de solvant). L'appareil est alors prêt pour un nouvel essai.

9.1.5.3 Répéter les opérations décrites en 9.1.5.1 et 9.1.5.2 pour les quatre autres prises d'essai (9.1.2).

9.1.5.4 Procéder comme décrit en 9.1.9.

9.1.6 Méthode 2 — Titration manuelle du filtrat de CTAB par la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium jusqu'à un point de turbidité maximale.

9.1.6.1 Préparation de la chaîne de titrage

9.1.6.1.1 Avant d'effectuer un titrage et afin de détecter correctement le point final, il est nécessaire de monter la chaîne de titrage comme décrit en 9.1.6.1.2 à 9.1.6.1.6.

9.1.6.1.2 Verser 55 cm³ d'eau purifiée dans un bécher de 100 cm³ (5.22) contenant un barreau d'agitateur magnétique de 22 mm (5.4). À l'aide d'une pipette (5.15), prélever 5,00 cm³ de la solution de CTAB (4.2) et les verser dans le bécher en évitant une formation excessive de mousse.

Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (5.5) et régler sa vitesse de rotation à environ 21 rad/s (200 tr/min).

9.1.6.1.3 Connecter en série le rhéostat (5.23) à la lampe d'éclairage (5.20) et placer celle-ci directement derrière le bécher, approximativement à mi-distance entre le fond du bécher et le niveau du liquide qu'il contient.

Régler le rhéostat de façon que le filament de la lampe d'éclairage ait une couleur rouge orangé lorsqu'il est observé horizontalement à travers la solution dans le bécher.

9.1.6.1.4 À l'aide de la burette (5.13), ajouter la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium (4.4) à un débit rapide jusqu'à ce que le mélange devienne trouble: à ce point, le filament apparaîtra plus rouge.

Ajouter lentement la solution de titrage, une goutte toutes les 15 s. Juste avant le point final, il apparaît un rapide accroissement de la turbidité. Cesser d'ajouter la solution de titrage et continuer d'agiter

durant environ 10 s. Le filament est à peine visible à travers le mélange. Le point final est atteint lorsque après addition d'une autre goutte de la solution de titrage, le filament ne sera plus visible.

NOTE 5 Une goutte supplémentaire de la solution de titrage, après que le point final aura été atteint, provoque une floculation et une réapparition lente du filament.

9.1.6.1.5 Si le filament ne disparaît pas au point final, ou s'il disparaît avant que le point final ne soit atteint, régler le rhéostat afin de réduire ou augmenter l'intensité lumineuse du filament et répéter l'opération.

9.1.6.1.6 Noter la position du sélecteur de résistance afin que l'étalonnage et le titrage soient effectués avec la même résistance.

9.1.6.2 Titrage

Verser 50 cm³ d'eau purifiée dans un bécher de 100 cm³ (5.22) contenant un barreau d'agitateur magnétique de 22 mm (5.4). À l'aide d'une pipette (5.15), prélever 10,00 cm³ du filtrat de CTAB (9.1.4) et les verser dans le bécher en évitant une formation excessive de mousse.

Placer le bécher sur l'agitateur magnétique (5.5) et juste en face de la lampe d'éclairage connectée au rhéostat dont le sélecteur de résistance a été maintenu dans la même position que celle notée après la préparation de la chaîne de titrage.

Titration comme décrit en 9.1.6.1.4.

Lire la burette à 0,05 cm³ près et noter le volume de la solution de titrage utilisée.

Laver le bécher à l'acétone puis à l'eau avant un nouvel emploi.

9.1.6.3 Autres prises d'essai

Répéter les opérations décrites en 9.1.6.2 pour les quatre autres prises d'essai (voir 9.1.2).

9.1.6.4 Calcul des facteurs d'étalonnage

Procéder comme décrit en 9.1.9.

9.1.7 Méthode 3 — Titration manuelle du filtrat de CTAB par la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium jusqu'à un point de coloration prescrite.

9.1.7.1 À l'aide d'une pipette (5.15), prélever 10,00 cm³ du filtrat de CTAB (voir 9.1.4) et les verser dans un bécher de 100 cm³ (5.22) contenant un barreau d'agitateur magnétique de 32 mm (5.4). Ajouter

environ $0,15 \text{ cm}^3$ (3 gouttes) de la solution d'indicateur au bleu de bromophénol (4.8). La quantité d'indicateur ajouté est importante. S'assurer de l'emploi de la même quantité pour tous les titrages. Placer le bécher sur l'agitateur (5.5) et régler sur une vitesse modérée.

9.1.7.2 Placer la lampe d'éclairage de microscope (5.20) directement derrière le bécher et légèrement plus haut que le fond de celui-ci de façon que le faisceau lumineux soit réfléchi sur le fond. (Un angle de 30° à 45° par rapport à l'horizontale est recommandé.)

Ajuster l'œil de manière à recevoir le faisceau réfléchi dans le fond du bécher.

9.1.7.3 À l'aide de la burette (5.13), ajouter la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium (4.4) à un débit rapide jusqu'à ce que le mélange devienne trouble. Régler l'agitateur magnétique sur une vitesse relativement rapide et continuer d'ajouter la solution de titrage au goutte à goutte rapide jusqu'à ce qu'un reflet orange apparaisse dans le faisceau lumineux tandis que le mélange reste d'un bleu sombre. Ajouter lentement une goutte de réactif par seconde en arrêtant l'agitateur entre chaque goutte. Juste avant le point final, il apparaît soudainement un trouble. Continuer d'ajouter une goutte par seconde jusqu'à ce qu'il se produise une séparation de phase dans le mélange provoquant une diminution de l'intensité de la coloration bleue tandis que la majeure partie de l'indicateur bleu passe dans le floculat. Ce floculat remonte à la surface lorsque l'agitation est arrêtée.

Noter le volume de la solution de di(éthylhexyl-2) sulfosuccinate de sodium versé à $0,05 \text{ cm}^3$ près.

Laver le bécher à l'acétone puis à l'eau avant un nouvel emploi.

9.1.7.4 Répéter les opérations décrites en 9.1.7.1 à 9.1.7.3 pour les quatre autres prises d'essai (9.1.2).

9.1.7.5 Procéder comme décrit en 9.1.9.

9.1.8 Méthode 4 — Titration manuel du filtrat de CTAB par la solution de dodécylsulfate de sodium (SDS) jusqu'à un point de coloration prescrite.

9.1.8.1 À l'aide d'une pipette (5.15), prélever $10,00 \text{ cm}^3$ du filtrat de CTAB (voir 9.1.4) et les verser dans une fiole conique de 100 cm^3 (5.16) contenant un barreau d'agitateur magnétique de 32 mm (5.4). Ajouter environ $0,30 \text{ cm}^3$ (6 gouttes) de la solution d'indicateur à la dichlorofluorescéine (4.7) et mettre la fiole sur l'agitateur magnétique (5.5) placé sous la

pointe d'écoulement de la burette (5.13) contenant la solution de SDS (4.6). Régler la vitesse de rotation de l'agitateur de manière à obtenir un tourbillon rapide du mélange à titrer sans formation excessive de mousse.

Titration à l'aide de la solution de SDS jusqu'à ce que la coloration rose du mélange disparaisse et vire au jaune clair.

Au début du titrage, la couleur est le plus souvent jaune mais avec une nuance rose. Au fur et à mesure du titrage, le jaune disparaît et la coloration devient rose clair soutenu.

Cette couleur rose est le premier de trois signes indiquant l'approche du point final du titrage et la solution de titrage peut être ajoutée au débit maximal de la burette jusqu'à ce que la coloration rose apparaisse. Lorsque le mélange a viré au rose, l'étape suivante est la formation d'un trouble sans changement de coloration notable. Le rose commence alors à pâlir vers l'orange et ce point est le dernier signe avertissant qu'il faut alors verser goutte à goutte. Continuer jusqu'à ce que la nuance orange ait disparu et que le mélange ait viré au jaune clair.

Noter le volume de la solution de SDS versé à $0,05 \text{ cm}^3$ près.

9.1.8.2 Répéter les opérations décrites en 9.1.8.1 pour les quatre autres prises d'essai (9.1.2).

9.1.8.3 Procéder comme décrit en 9.1.9.

9.1.9 Calcul des facteurs d'étalonnage

Porter sur un graphique (voir un exemple à la figure 2) les volumes de solution de titrage V_s en fonction des masses des prises d'essai m_s . Tracer la droite qui se rapproche le mieux des points du graphique, ou utiliser la méthode des moindres carrés, et déterminer la pente a de cette droite (en centimètres cubes par gramme) et le volume V_0 (en centimètres cubes) qui correspond à l'intersection de la droite avec l'axe des volumes. En utilisant les valeurs correspondant à chaque prise d'essai, calculer la surface spécifique du noir de référence à l'aide de la formule donnée dans l'article 10. La surface spécifique calculée ne doit pas s'écarter de celle qui a été agréée de plus de $0,75 \times 10^3 \text{ m}^2/\text{kg}$.

NOTE 6 Des exemples de calcul sont donnés dans l'annexe A. Pour chaque nouvelle préparation de solution, un étalonnage est nécessaire afin de déterminer les nouvelles valeurs de V_0 et a . Si les solutions sont stockées durant une longue période, il est recommandé de faire un étalonnage mensuel.