
**Caoutchouc — Dosage du noir de
carbone — Méthode pyrolytique et
méthodes par dégradation chimique**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Rubber — Determination of carbon black content — Pyrolytic and
chemical degradation methods*

ISO 1408:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7b0b4de-bc63-44f5-b9be-67c26fa3ec00/iso-1408-1995>



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 1408 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1408:1987), dont elle constitue une révision mineure.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1408:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bc63-44f5-b9be-07c2015000/iso-1408-1995>

© 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

Caoutchouc — Dosage du noir de carbone — Méthode pyrolytique et méthodes par dégradation chimique

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

— caoutchoucs silicones;

— caoutchoucs fluorosilicones;

1.1 La présente Norme internationale prescrit une méthode pyrolytique A et deux méthodes par dégradation chimique, méthodes B et C, permettant le dosage du noir de carbone dans le caoutchouc.

— polyéthylènes chlorosulfonés contenant moins de 30 % (*m/m*) de chlore.

1.2 On préférera la **méthode A** correspondant à l'ISO 1408:1987 que l'on doit utiliser pour les polymères suivants, sauf lorsqu'ils contiennent certains composants tels que les sels de plomb et de cobalt, les noirs de carbone en graphite, les résines phénoliques et autres, le bitume ou la cellulose, etc., qui provoquent la formation d'un résidu carboné lors de la pyrolyse:

La fidélité de cette méthode peut être affectée par la présence de charges minérales, par exemple alumine ou carbonate de calcium, qui se décomposent ou se déshydratent ou forment des halogénures volatils dans le cas de polymères halogénés aux températures de l'essai pyrolytique.

La méthode ne peut pas être utilisée pour les caoutchoucs de chloroprène et les caoutchoucs butadiène-nitrile lorsque la teneur en acide acrylique et en nitrile est supérieure à 30 % (*m/m*).

— polyisoprène naturel ou synthétique;

— polybutadiène;

— copolymères styrène-butadiène;

— caoutchouc butyl;

— caoutchouc acrylique;

— copolymère éthylène-propylène;

— terpolymère éthylène-propylène;

— polyesters;

— polymères dérivés du polyéthylène;

1.3 La **méthode B** est principalement prévue pour être utilisée avec des échantillons qui ne sont pas sensibles à la méthode pyrolytique A, bien qu'on puisse l'utiliser pour tous les échantillons dont la base est un caoutchouc non saturé, à l'exception des copolymères isobutylène-isoprène.

1.4 La **méthode C** est relativement dangereuse et il convient de ne l'utiliser que pour l'analyse d'échantillons fondée sur les copolymères isobutylène-isoprène et éthylène-propylène, et des terpolymères connexes lorsque les méthodes A et B ne conviennent pas.

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 383:1976, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 1407:1992, *Caoutchouc — Détermination de l'extrait par les solvants*.

3 Principe

3.1 Méthode A

Une prise d'essai est extraite avec de l'acétone et, en cas de présence de bitume, avec du dichlorométhane. Le caoutchouc extrait est pyrolysé dans une nacelle à combustion à 850 °C sous courant d'azote. La nacelle contenant le résidu non volatil est refroidie et pesée.

Le noir de carbone est brûlé dans l'air ou l'oxygène dans un four à la même température (850 °C). La nacelle et son contenu sont refroidis et pesés à nouveau. La perte de masse représente la masse du noir de carbone.

3.2 Méthode B

Une prise d'essai est extraite avec de l'acétone. Les composants organiques sont détruits par oxydation à l'acide nitrique et, simultanément, les composants inorganiques solubles dans l'acide sont dissous. Le résidu, composé de noir de carbone et de charges minérales insolubles dans l'acide, est alors filtré, lavé et séché jusqu'à masse constante à 850 °C dans une atmosphère d'azote pour éviter l'oxydation du noir de carbone.

Le résidu est pesé et réchauffé à la même température (850 °C) afin d'éviter toute nouvelle modification de la masse de la matière inorganique, mais cette fois-ci dans l'air afin de provoquer l'oxydation du noir de carbone en dioxyde de carbone. Le résidu est refroidi et pesé à nouveau. La perte de masse représente la masse du noir de carbone.

3.3 Méthode C

Après avoir fait gonfler une prise d'essai avec du *p*-dichlorobenzène chaud, on procède à l'oxydation de la matière organique par le *tert*-butylhydroperoxyde. Le noir de carbone et les charges minérales non dissoutes sont alors filtrés, lavés et séchés jusqu'à masse constante à 850 °C dans une atmosphère d'azote pour éviter l'oxydation du noir de carbone.

Le résidu est pesé et réchauffé à la même température (850 °C) afin d'éviter toute nouvelle modification de la masse de la matière inorganique, mais cette fois-ci dans l'air afin de provoquer l'oxydation du noir de carbone en dioxyde de carbone. Le résidu est refroidi et pesé à nouveau. La perte de masse représente la masse du noir de carbone.

4 Méthode A

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions reconnues en matière d'hygiène et de sécurité doivent être observées lorsqu'on effectue cette détermination. Toutes les évaporations doivent se faire sous une hotte aspirante.

4.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1.1 Azote, sec et exempt d'oxygène.

NOTE 1 Une purification supplémentaire de l'azote de qualité du commerce, vendu comme «exempt d'oxygène», peut être nécessaire.

4.1.2 Oxygène ou air, gazeux, sec.

4.1.3 Xylène, de qualité courante pour laboratoire.

4.1.4 Acétone.

4.1.5 Dichlorométhane.

4.1.6 Azéotrope éthanol-toluène (ETA).

Mélanger 7 volumes d'éthanol absolu et 3 volumes de toluène, ou bien mélanger 7 volumes d'éthanol de qualité du commerce et 3 volumes de toluène, et porter le mélange à ébullition avec de l'oxyde de calcium anhydre sous reflux durant 4 h. Puis distiller l'azéotrope et recueillir la fraction ayant un intervalle

de distillation ne dépassant pas 1 °C pour l'utiliser dans l'essai.

4.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.2.1 Nacelle à combustion, en silice, de 50 mm à 60 mm de longueur, avec poignée.

4.2.2 Ensemble four à tube (voir figure 1), comprenant les éléments suivants.

4.2.2.1 Tube à combustion, en quartz ou en porcelaine alumineuse étanche, et fixé par les éléments permettant d'introduire et de retirer la nacelle à combustion (4.2.1). Le diamètre intérieur doit être approprié pour permettre à la nacelle à combustion d'entrer dans le tube et de s'y déplacer facilement. Le tube doit être de 30 cm plus long que le four à tube (4.2.2.2). L'une des extrémités du tube est munie d'un système d'admission de gaz pour l'azote; l'autre extrémité opposée est munie d'un système d'échappement de gaz approprié pour les vapeurs dégagées pendant la pyrolyse.

4.2.2.2 Four à tube horizontal, ayant un diamètre intérieur approprié pour permettre au tube à combustion (4.2.2.1) d'entrer dans la section chauffée du four. Le four est chauffé électriquement et doit être maintenu thermostatiquement à $850\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ par un indicateur de température.

4.2.2.3 Tige en verre silicaté avec crochet, de longueur suffisante pour atteindre le tube à combustion (4.2.2.1) et le tube d'arrivée (4.2.2.4), et de diamètre suffisant pour permettre un contact intime avec le tube en caoutchouc dans le tube d'arrivée.

4.2.2.4 Tube d'arrivée, avec tube latéral pour l'alimentation d'azote avec une faible longueur de tube en caoutchouc dans lequel la tige en verre silicaté (4.2.2.3) est maintenue par un joint étanche mais peut coulisser dans les deux sens du tube à combustion (4.2.2.1). Le tube utilisé pour le système d'admission de gaz doit être en PVC plastifié ou fait d'un autre matériau ayant une faible perméabilité aux vapeurs d'oxygène et d'eau.

4.2.2.5 Équipement pour l'absorption des vapeurs, constitué d'un tube en caoutchouc permettant de connecter le système d'échappement de gaz du tube à combustion (4.2.2.1) à un piège à vapeurs facilement condensables, deux barboteurs à gaz contenant du xylène (4.1.3), et des débitmètres et

régulateurs de débit pour les alimentations d'azote, d'oxygène ou d'air.

4.2.3 Appareil à extraction approprié, conforme aux prescriptions de l'ISO 1407.

4.2.4 Dessiccateur.

4.2.5 Four à moufle, chauffé électriquement, réglable thermostatiquement à $850\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$.

4.3 Échantillonnage

Découper un échantillon pour essai d'au moins 1,5 g sur l'échantillon pour laboratoire, de préférence en plusieurs endroits, afin d'avoir une représentation correcte de tout l'échantillon.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Préparer l'échantillon pour essai en passant le caoutchouc six fois entre les cylindres d'un malaxeur de laboratoire ayant un écartement ne dépassant pas 0,5 mm. Couper dans la feuille une prise d'essai ayant une masse d'environ 0,1 g à 0,5 g. S'il n'est pas possible de faire passer l'échantillon dans le malaxeur, il est possible de couper l'échantillon en morceaux de moins de 1 mm de côté.

4.4.2 Peser la prise d'essai à 0,1 mg près (masse m_0). Consigner cette masse. Emballer la prise d'essai dans du papier filtre et l'extraire à l'acétone (4.1.4) durant 4 h ou jusqu'à ce que le solvant en contact avec la prise d'essai devienne incolore. S'il y a du bitume dans la composition, extraire avec du dichlorométhane (4.1.5) durant 4 h ou jusqu'à ce que le solvant en contact avec la prise d'essai devienne incolore.

On ne peut pas extraire les compositions non vulcanisées avec du dichlorométhane. On peut utiliser l'ETA (4.1.6) à la place de l'acétone et du dichlorométhane.

NOTE 2 L'extraction au dichlorométhane n'est nécessaire que s'il y a des matériaux qui ne sont pas complètement solubles dans l'acétone, comme le bitume.

On peut faciliter l'extraction en réduisant l'échantillon en petits morceaux avant la pesée. Pour cela, le faire passer par un malaxeur ayant un écart minimal entre ses cylindres.

4.4.3 Enlever la prise d'essai extraite du papier et la sécher dans une étuve réglée à $100\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ jusqu'à ce que le solvant ait complètement disparu.

4.4.4 Transférer quantitativement la prise d'essai séchée dans la nacelle à combustion (4.2.1) et placer la nacelle dans le tube à combustion (4.2.2.1) près du système d'admission d'azote.

4.4.5 Fermer le tube avec le raccord d'arrivée et le connecter à l'alimentation d'azote (4.1.1). Introduire le tube à combustion dans le four (4.2.2.2) chauffé à $850\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, mais en conservant la nacelle dans la partie froide du tube à combustion. Connecter l'extrémité opposée du tube au système d'absorption des vapeurs (4.2.2.5).

4.4.6 Faire passer l'azote dans le tube à environ $200\text{ cm}^3/\text{min}$ durant 5 min ou plus afin d'éliminer l'air contenu dans le tube à combustion.

4.4.7 Réduire le débit d'azote jusqu'à $100\text{ cm}^3/\text{min}$ et déplacer lentement la nacelle vers la zone chauffée du tube à combustion durant environ 5 min.

4.4.8 Laisser la nacelle dans la zone chaude durant encore 5 min afin de terminer la pyrolyse.

4.4.9 Ramener la nacelle vers la partie froide du tube et la laisser refroidir durant 10 min, tout en maintenant le flux d'azote.

4.4.10 Transférer la nacelle dans le dessiccateur (4.2.4), terminer le refroidissement et peser à $0,1\text{ mg}$ près (masse m_1). Consigner cette masse.

4.4.11 Replacer la nacelle dans le tube à combustion et fermer le tube; connecter le système d'admission de gaz du tube à l'alimentation d'oxygène ou d'air (4.1.2) et faire passer le gaz dans le tube à environ $100\text{ cm}^3/\text{min}$. Déplacer la nacelle vers la zone chauffée et la maintenir à cet endroit jusqu'à ce que toute trace de noir de carbone ait disparu.

4.4.12 Autre possibilité remplaçant 4.4.11: chauffer la nacelle dans le four à moufle (4.2.5) à $850\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ jusqu'à ce que toute trace de noir de carbone ait disparu.

4.4.13 Transférer la nacelle dans le dessiccateur et la laisser refroidir à la température ambiante.

4.4.14 Peser la nacelle à $0,1\text{ mg}$ près (masse m_2). Consigner cette masse.

4.4.15 Effectuer la détermination en double.

4.5 Expression des résultats

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

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 4.4.2);

m_1 est la masse, en grammes, de la nacelle à combustion et de son contenu après chauffage dans l'azote (voir 4.4.10);

m_2 est la masse, en grammes, de la nacelle à combustion et de son contenu après combustion du noir de carbone dans l'oxygène ou dans l'air (voir 4.4.14).

NOTES

3 La prise d'essai peut être prélevée dans un matériau extrait au préalable. Dans ce cas, pour obtenir m_0 , il convient d'appliquer un facteur de correction pour la teneur en solvant extrait.

4 Toute matière volatile à 850 °C inhérente au noir de carbone (du commerce) se perdra lors de la pyrolyse dans l'azote. Le résultat final, en pourcentage en masse de noir de carbone, sera donc faible par rapport à cette quantité. Dans les cas où l'on connaît déjà le type et l'origine du noir, on peut faire une correction appropriée.

5 Méthode B

AVERTISSEMENT — Étant donné que le mode opératoire prescrit en 5.3 peut constituer un danger pour la santé et la sécurité, toutes les précautions reconnues en matière d'hygiène et de sécurité doivent être observées lorsqu'on utilise les acides et les solvants. Toutes les opérations doivent être effectuées sous une hotte aspirante correctement ventilée et il faut porter des lunettes à coques latérales pendant les digestions, les extractions et les lavages.

5.1 Réactifs

Réactifs prescrits en 4.1, et

5.1.1 Acide nitrique ($\rho = 1,42\text{ Mg/m}^3$).

5.1.2 Acide chlorhydrique, solution.

Ajouter 2 volumes d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,18\text{ Mg/m}^3$) à 98 volumes d'eau.

5.1.3 Chloroforme.

5.1.4 Acétone-chloroforme, mélange 1 + 1(V/V).

5.1.5 Hydroxyde de sodium, solution à 250 g/dm³.

5.1.6 Hydroxyde de sodium, solution à 150 g/dm³.

5.2 Appareillage

Matériel prescrit en 4.2, et

5.2.1 Creuset de Gooch avec couche de filtration appropriée, inerte et stable sur le plan thermique, placée au fond du creuset, préparée comme suit.

Disperser l'adjuvant de filtration dans l'eau, verser la suspension dans le creuset de Gooch et appliquer un vide peu poussé. Lorsqu'une couche épaisse couvre le fond du creuset, presser un disque de céramique muni de petits trous sur la couche fibreuse. Verser un peu plus de suspension dans le creuset jusqu'à ce que le disque soit couvert d'une couche homogène de fibres, et faire un vide peu poussé. Avant d'utiliser le creuset, il convient de le traiter conformément aux procédures décrites en 5.3.5 à 5.3.16, puis de le chauffer à 850 °C ± 25 °C durant 2 h.

Il faut que le four à tube et son appareillage annexe (4.2.2) puissent recevoir le creuset de Gooch.

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai d'environ 0,3 g à 0,5 g de l'échantillon en feuille mince (masse m_0). Consigner cette masse. Extraire et sécher la prise d'essai conformément à 4.4.2 et 4.4.3.

5.3.2 Transférer quantitativement la prise d'essai séchée dans un bécher de 100 cm³ contenant environ 10 cm³ d'acide nitrique (5.1.1); couvrir d'un verre de montre.

5.3.3 Après quelques minutes, la réaction d'oxydation s'amorce à la température ambiante. Si la réaction d'oxydation ne s'amorce pas, réchauffer doucement le bécher au bain-marie jusqu'à ce que la réaction d'oxydation s'amorce. Terminer la première phase de la réaction à la température ambiante en chauffant éventuellement au bain-marie si nécessaire.

5.3.4 Compléter jusqu'à 50 cm³ en lavant les parois du bécher à l'acide nitrique (5.1.1) et terminer la réaction d'oxydation en chauffant le bécher au bain-marie durant 2 h en remuant de temps en temps. L'oxydation est terminée lorsqu'on n'observe plus de bulles ni de mousse à la surface du liquide.

NOTE 5 Il est nécessaire de respecter strictement les durées et conditions de chauffage mentionnées en 5.3.3 et 5.3.4. Une oxydation insuffisante provoquerait une suréva-

luation du noir de carbone à cause de la présence d'un polymère non oxydé. D'autre part, un chauffage prolongé provoquerait la perte de noir de carbone par oxydation en dioxyde de carbone, comme dans la détermination de la teneur en styrène par nitration prescrite dans l'ISO 5478:1990, *Caoutchouc — Détermination de la teneur en styrène — Méthode par nitration*, dans laquelle on utilise des conditions de chauffage plus violentes afin de faire disparaître partiellement ou complètement le noir de carbone. Cette perte de noir de carbone est particulièrement susceptible de se produire avec des noirs de carbone ayant la taille de fines particules.

5.3.5 Filtrer la solution chaude à travers le creuset de Gooch (5.2.1) à l'aide d'un vide peu poussé maintenant la majeure partie du résidu insoluble dans le bécher.

5.3.6 Laver trois fois le résidu dans le bécher avec trois parties de 10 cm³ d'acide nitrique (5.1.1) chaud en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch et en conservant la majeure partie de la matière insoluble dans le bécher.

5.3.7 Jeter le filtrat et laver complètement à l'eau la fiole à filtrer afin d'enlever toute trace d'acide nitrique.

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique et l'acétone peuvent réagir et provoquer une explosion.

5.3.8 Laver trois fois les éléments insolubles dans le bécher avec trois parties de 10 cm³ d'acétone (4.1.4) en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch et en conservant la majeure partie des éléments insolubles dans le bécher.

5.3.9 Laver trois fois les éléments insolubles dans le bécher avec trois parties de 10 cm³ de mélange d'acétone-chloroforme (5.1.4) en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch et en conservant la majeure partie des éléments insolubles dans le bécher.

5.3.10 Laver les éléments insolubles dans le bécher avec trois parties de 10 cm³ de chloroforme (5.1.3) en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch et en conservant la majeure partie des éléments insolubles dans le bécher.

AVERTISSEMENT — En milieu basique, les mélanges de chloroforme et d'acétone peuvent exploser. Laver entièrement la fiole à filtrer à l'acétone, puis à l'eau, avant de passer en 5.3.11.

5.3.11 Ajouter 25 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5) dans le bécher et chauffer au bain-marie durant 30 min en remuant de temps en temps.

5.3.12 Diluer avec 35 cm³ d'eau chaude et filter le mélange à travers le creuset de Gooch, en transférant quantitativement la matière insoluble dans le creuset.

5.3.13 Laver le bécher et le creuset de Gooch avec trois parties de 10 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.6).

5.3.14 Terminer le transfert quantitatif des éléments insolubles dans le creuset de Gooch, en lavant le bécher et le creuset avec la solution d'acide chlorhydrique (5.1.2).

5.3.15 Laver le creuset de Gooch avec 10 cm³ d'acétone (4.1.4).

5.3.16 Sécher le creuset de Gooch à 850 °C ± 25 °C dans une atmosphère d'azote (4.1.1) en utilisant le four à tube et son appareillage annexe (4.2.2). Laisser refroidir dans le dessiccateur (4.2.4) et peser à 0,1 mg près (masse m_1). Consigner cette masse.

5.3.17 Déconnecter l'arrivée d'azote du four à tube et la remplacer par de l'oxygène ou de l'air (4.1.2). Chauffer le creuset de Gooch à nouveau à 850 °C ± 25 °C jusqu'à ce que toute trace de noir de carbone ait disparu. Laisser refroidir le creuset de Gooch dans le dessiccateur et le peser à 0,1 mg près (masse m_2). Consigner cette masse.

5.3.18 Il est essentiel de vérifier le mode opératoire expérimental en soumettant d'abord un échantillon contenant une quantité connue de noir de carbone de qualité similaire au mode opératoire complet.

5.3.19 Effectuer la détermination en double.

5.4 Expression des résultats

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

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

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

m_1 est la masse, en grammes, du creuset de Gooch et de son contenu après séchage à 850 °C dans l'azote (voir 5.3.16);

m_2 est la masse, en grammes, du creuset de Gooch et de son contenu après chauffage

à 850 °C dans l'oxygène ou dans l'air (5.3.17).

NOTE 6 Toute matière volatile à 850 °C inhérente au noir de carbone (du commerce) se perdra lors de la pyrolyse dans l'azote. Le résultat final, en pourcentage en masse de noir de carbone, sera donc faible par rapport à cette quantité. Dans les cas où l'on connaît déjà le type et l'origine du noir, on peut faire une correction appropriée.

6 Méthode C

AVERTISSEMENT — Étant donné que le mode opératoire prescrit en 6.3 peut constituer un danger pour la santé et la sécurité, toutes les précautions reconnues en matière d'hygiène et de sécurité doivent être observées lorsqu'on utilise les peroxydes et les solvants. Toutes les opérations doivent être effectuées sous une hotte aspirante correctement ventilée et il faut porter des lunettes à coques latérales pendant les digestions, les extractions et les lavages.

6.1 Réactifs

Réactifs prescrits en 4.1 et 5.1, et

6.1.1 Dichlorobenzène-1,4 (*p*-dichlorobenzène) ou **dichlorobenzène-1,2** (*o*-dichlorobenzène).

6.1.2 tert-Butyl-hydroperoxyde, solution à 60 % de pureté minimale. Les 40 % restants sont constitués par de l'eau ou du di-*tert*-butyl-peroxyde, ou du *tert*-butanol.

Cette solution reste stable durant plusieurs mois si on la stocke dans un endroit frais.

6.1.3 Toluène.

6.2 Appareillage

Matériel prescrit en 4.2 et 5.2, et

6.2.1 Fiole à fond plat, de 150 cm³ de capacité, à assemblage conique rodé en verre, 34/35, femelle, conforme aux prescriptions de l'ISO 383.

6.2.2 Réfrigérant à refroidissement par air, à assemblage conique rodé en verre, 34/35, mâle, conforme aux prescriptions de l'ISO 383.

6.2.3 Réfrigérant à refroidissement par eau, de 250 mm de longueur, à assemblage conique rodé en verre, 34/35, mâle, conforme aux prescriptions de l'ISO 383.

6.2.4 Plaque chauffante, réglable à 200 °C.

6.2.5 Creuset de Gooch avec couche de filtration, préparé comme prescrit en 5.2, mais traité conformément aux modes opératoires décrits en 6.3.7 à 6.3.15, puis chauffé à 850 °C ± 25 °C durant 2 h.

6.3 Mode opératoire

6.3.1 Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai d'environ 0,3 g à 0,5 g de l'échantillon en feuille mince (masse m_0). Consigner cette masse. Placer la prise d'essai dans une fiole contenant 20 g de dichlorobenzène (6.1.1).

6.3.2 Faire refluer doucement le mélange (afin d'éviter la carbonisation) sous une hotte aspirante efficace en utilisant le réfrigérant à refroidissement par air (6.2.2) durant 30 min à 60 min.

NOTE 7 Il peut être utile de remuer le mélange tout en le laissant refluer afin de réduire au minimum la possibilité de carbonisation. Cela peut se faire aisément en utilisant un barreau aimanté revêtu du polytétrafluoroéthylène et un agitateur magnétique.

6.3.3 Après avoir laissé le mélange obtenu en 6.3.2 refroidir à une température de 80 °C à 90 °C, remplacer le réfrigérant à refroidissement par air par le réfrigérant à refroidissement par eau (6.2.3) et ajouter 5 cm³ de la solution de *tert*-butyl-hydroperoxyde (6.1.2).

6.3.4 Faire refluer doucement le mélange sous la hotte aspirante durant 30 min à 60 min, puis laisser refroidir à une température de 50 °C à 60 °C.

6.3.5 Ajouter par l'intermédiaire du réfrigérant 100 cm³ à 150 cm³ de toluène (6.1.3).

6.3.6 Laisser reposer la solution 1 h à 2 h. À la fin de cette période, les éléments insolubles doivent reposer sur le fond de la fiole et la solution doit être claire. Si la solution n'est pas claire après 2 h de décantation, répéter la détermination en augmentant les durées mentionnées en 6.3.2 et 6.3.4.

6.3.7 Filtrer à travers le creuset de Gooch (6.2.5) à l'aide d'un vide peu poussé et laver trois fois la fiole avec trois parties de 10 cm³ de toluène (6.1.3) en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch. Si un problème survient lors de la filtration, répéter la détermination, mais utiliser de l'acétone (4.1.4) à la place du toluène (6.1.3) utilisé en 6.3.5 ci-dessus. Vérifier que le filtrat est exempt de noir de carbone, puis jeter le filtrat.

6.3.8 Laver trois fois la fiole avec trois parties de 10 cm³ d'acétone (4.1.4) en filtrant les liquides de lavage à travers le creuset de Gooch.

6.3.9 Jeter le filtrat et laver la fiole à filtrer à l'eau.

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique et l'acétone peuvent réagir et provoquer une explosion.

6.3.10 Laver trois fois la fiole et le creuset de Gooch avec trois parties de 10 cm³ d'acide nitrique (5.1.1) chaud.

6.3.11 Laver la fiole et le creuset de Gooch avec la solution d'acide chlorhydrique (5.1.2) et terminer le transfert quantitatif des éléments insolubles dans le creuset de Gooch.

6.3.12 Jeter le filtrat et laver la fiole à filtrer à l'eau.

6.3.13 Laver le creuset de Gooch avec 10 cm³ d'acétone (4.1.4).

6.3.14 Sécher le creuset de Gooch à 850 °C ± 25 °C dans une atmosphère d'azote (4.1.1) en utilisant le four à tube et son appareillage annexe (4.2.2). Laisser refroidir dans le dessiccateur (4.2.4) et peser à 0,1 mg près (masse m_1). Consigner cette masse.

6.3.15 Déconnecter l'arrivée d'azote du four à tube et la remplacer par de l'oxygène ou de l'air (4.1.2). Chauffer le creuset de Gooch à nouveau à 850 °C ± 25 °C jusqu'à ce que toute trace de noir de carbone ait disparu. Laisser refroidir le creuset de Gooch dans le dessiccateur et peser à 0,1 mg près (masse m_2). Consigner cette masse.

6.3.16 Il est essentiel de vérifier le mode opératoire expérimental en soumettant d'abord un échantillon contenant une quantité connue de noir de carbone de qualité similaire au mode opératoire complet.

6.3.17 Effectuer la détermination en double.

6.4 Expression des résultats

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

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (voir 6.3.1);