

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Noir de carbone — Détermination de  
l'indice d'adsorption d'iode — Méthode  
titrimétrique**

*Rubber compounding ingredients — Carbon black — Determination of  
iodine adsorption number — Titrimetric method*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 1304:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999>



## 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 1304 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 troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 1304:1985), dont elle constitue une révision technique.

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

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 1304:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999>

© ISO 1999

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  
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de l'indice d'adsorption d'iode — Méthode titrimétrique

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'est pas censée 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 décrit une méthode titrimétrique de la détermination de l'indice d'adsorption d'iode du noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc.

L'indice d'adsorption d'iode est lié à la surface spécifique du noir de carbone et est en général en accord avec la surface spécifique par adsorption d'azote. Néanmoins, il diminue sensiblement en présence de teneurs élevées en matières volatiles ou en matières extractibles par les solvants; l'indice d'adsorption d'iode ne peut donc pas toujours être considéré comme une mesure de la surface spécifique du noir de carbone.

## 2 Références normatives

[ISO 1304:1999](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999>

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 1042:1998, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

ISO/TR 6809:1996, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Noirs de référence.*

ISO/TR 9272:1986, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Détermination de la fidélité de méthodes d'essai normalisées.*

## 3 Principe

Pesée d'une quantité donnée de noir de carbone préalablement séché, et mélangé ensuite énergiquement avec un certain volume d'une solution titrée d'iode. Séparation du noir de carbone de la solution d'iode par centrifugation. Titration de cette solution titrée de thiosulfate de sodium. Calcul de l'indice d'adsorption d'iode du noir de carbone à partir du résultat de ce titrage et de la masse de la prise d'essai.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire (bêchers, entonnoirs, spatule creuse en porcelaine, vases à tarer, etc.), et

**4.1 Balance analytique**, d'échelon 0,1 mg.

**4.2 Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant être régulée à  $(125 \pm 1) ^\circ\text{C}$ , et de température uniforme à  $\pm 5 ^\circ\text{C}$ .

**4.3 Fioles jaugées**, de préférence de classe A conformément à l'ISO 1042, munies de bouchons, de capacité respective

a)  $2\,000\text{ cm}^3 \pm 0,60\text{ cm}^3$ ;

b)  $1\,000\text{ cm}^3 \pm 0,40\text{ cm}^3$ .

**4.4 Pipettes jaugées**, de haute précision, de capacité respective

a)  $20\text{ cm}^3 \pm 0,03\text{ cm}^3$ ;

b)  $25\text{ cm}^3 \pm 0,03\text{ cm}^3$ .

ou **distributeur à répétition**, de  $25\text{ cm}^3$  de capacité, étalonné à  $\pm 0,03\text{ cm}^3$ .

Si des pipettes de classe A conformes à l'ISO 648 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans les autres cas, les pipettes de haute précision doivent être étalonnées à  $0,01\text{ cm}^3$  près avec de l'eau distillée, en appliquant le cas échéant une correction de température de façon que le volume réel de liquide délivré soit connu avec une précision de  $0,01\text{ cm}^3$  pour n'importe quelle valeur de ce volume. Le volume réel délivré est le volume lu ou marqué, augmenté ou diminué suivant le cas de la correction d'étalonnage pour ce volume. Pour des déterminations de volume de haute précision (voir 7.2.2, 7.3.2, 8.3.3, 8.3.6 et 8.3.8), il est recommandé d'utiliser des pipettes de  $20\text{ cm}^3$  et  $25\text{ cm}^3$  ayant des corrections d'étalonnage de même grandeur et de même signe.

**4.5 Burettes**, de haute précision, à remplissage par le côté, graduées en  $0,05\text{ cm}^3$  et avec zéro automatique, de capacité respective

a)  $25\text{ cm}^3 \pm 0,05\text{ cm}^3$ ;

b)  $50\text{ cm}^3 \pm 0,05\text{ cm}^3$ .

ou **burettes à lecture digitale**, avec compteur gradué en  $0,01\text{ cm}^3$  et contrôle de remise à zéro, étalonnées à  $\pm 0,05\text{ cm}^3$ .

Si des burettes de classe A conformes à l'ISO 385-1 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans les autres cas, les burettes de haute précision doivent être étalonnées à  $0,01\text{ cm}^3$  près avec de l'eau distillée, en appliquant le cas échéant une correction de température de façon que le volume réel de liquide délivré soit connu avec une précision de  $0,01\text{ cm}^3$  pour n'importe quelle valeur de ce volume. Le volume réel délivré est le volume lu ou marqué, augmenté ou diminué suivant le cas de la correction d'étalonnage pour ce volume.

**4.6 Flacons**, munis chacun d'un bouchon rodé en verre, de capacité respective  $250\text{ cm}^3$  et  $500\text{ cm}^3$ .

**4.7 Flacons en verre ambré**, munis chacun d'un bouchon rodé, de capacité respective  $1\,000\text{ cm}^3$  et  $2\,000\text{ cm}^3$ .

**4.8 Tubes à centrifuger**, de capacité  $50\text{ cm}^3$ , munis chacun d'un bouchon à vis équipé d'un joint en polyéthylène.

Les bouchons de liège, caoutchouc ou métal ne doivent pas être utilisés.

**4.9 Agitateur mécanique**, pouvant travailler à 240 secousses/min, à une amplitude de 25 mm.

**4.10 Centrifugeuse**, capable d'une vitesse minimum de 105 rad/s (1 000 r/min).

#### 4.11 Dessiccateur.

#### 4.12 Agitateurs magnétiques et barreaux aimantés.

### 5 Réactifs

Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

#### 5.1 Eau, déionisée, ayant un pH compris entre 6,5 et 7,2 (de préférence voisin de 6,9).

NOTE Il est recommandé d'utiliser de l'eau fraîchement rebouillie, préalablement distillée et adoucie sur un lit mélangé d'échangeur d'ions avec membrane filtrante de 0,2 µm à 4 µm.

L'eau déionisée doit être protégée de la contamination atmosphérique et des produits issus des récipients ou des tubes et pouvant être solubilisés. Il convient de manipuler l'eau déionisée avec la plus grande précaution. Les récipients et les tubes doivent être en polytétrafluoroéthylène, étain massif, quartz, acier inoxydable 18-8, polyéthylène ou tout autre matériau connu comme suffisamment résistant à l'attaque chimique.

#### 5.2 Iode (I<sub>2</sub>).

#### 5.3 Iodure de potassium (KI).

#### 5.4 Iodate de potassium (KIO<sub>3</sub>).

#### 5.5 Thiosulfate de sodium pentahydraté (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·5H<sub>2</sub>O).

#### 5.6 Alcool *n*-amylique (C<sub>5</sub>H<sub>11</sub>OH).

#### 5.7 Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), à 98 % (m/m), ρ = 1,84 Mg/m<sup>3</sup>.

#### 5.8 Amidon soluble.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999>

#### 5.9 Acide salicylique (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>).

### 6 Préparation des solutions<sup>1)</sup>

#### 6.1 Solution d'iode, 0,023 64 mol/dm<sup>3</sup> (0,047 28 N) avec 9,5 parties d'iodure de potassium pour 1 partie d'iode.

##### 6.1.1 Peser, à 0,01 g près, 114,00 g d'iodure de potassium (5.3) dans un bécher de 100 cm<sup>3</sup>.

6.1.2 À l'aide d'un entonnoir à large diamètre, transférer environ les trois quarts de l'iodure de potassium dans une fiole jaugée de 2 000 cm<sup>3</sup> (voir 4.3).

6.1.3 Ajouter assez d'eau (5.1) pour couvrir l'iodure de potassium. Remuer pour dissoudre et laisser reposer jusqu'à ce que la solution revienne à température ambiante.

6.1.4 Transférer le reste de l'iodure de potassium dans un bécher de 250 cm<sup>3</sup> et ajouter assez d'eau (5.1) pour le dissoudre.

6.1.5 Peser exactement<sup>2)</sup> 12,000 0 g d'iode à l'aide de la balance (4.1) dans un vase à tarer équipé d'un bouchon de verre rodé. Noter la masse à 0,1 mg près. N'utiliser qu'une spatule creuse en porcelaine pour manipuler les cristaux d'iode et couvrir le vase pendant les pesées.

1) Il est plus facile de peser des masses approximatives à 0,1 mg près que de mesurer exactement les échantillons.

2) Il ne suffit pas de calculer un facteur de correction, étant donné que le résultat d'essai dépend de la concentration de la solution d'iode (voir 7.3.5).

**6.1.6** Transférer l'iode dans la solution d'iodure de potassium préparée en 6.1.3 à l'aide d'un entonnoir.

**6.1.7** Laver soigneusement le vase à tarer avec la solution d'iodure de potassium (voir 6.1.4), jusqu'à ce qu'il ne reste plus trace de coloration et transférer les solutions de lavage dans la fiole jaugée de 2000 cm<sup>3</sup> avec l'entonnoir.

**6.1.8** Laver l'entonnoir avec le reste de la solution d'iodure de potassium (voir 6.1.4).

**6.1.9** Ajouter de l'eau (5.1) jusqu'à remplissage presque complet de la fiole jaugée, fermer avec le bouchon rodé, retourner 2 ou 3 fois pour homogénéiser et laisser reposer pendant 1 h environ.

**6.1.10** Ouvrir la fiole jaugée, compléter le volume jusqu'au trait repère avec de l'eau (5.1), insérer un barreau magnétique dans la fiole, la placer sur un agitateur magnétique (4.12) et remuer pendant au moins 2 h à vitesse moyenne.

NOTE À vitesse moyenne, la profondeur du vortex devrait être environ 5 mm.

**6.1.11** Transférer la solution dans un flacon en verre ambré (4.7) et laisser reposer une nuit avant emploi.

**6.2 Solution de thiosulfate de sodium**, 0,039 4 mol/dm<sup>3</sup> (0,039 4 N).

**6.2.1** Peser, à 0,005 g près, 19,560 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (5.5) dans un vase à tarer.

**6.2.2** À l'aide d'un entonnoir, transférer le thiosulfate pesé dans une fiole jaugée de 2000 cm<sup>3</sup> (voir 4.3).

**6.2.3** Ajouter avec l'entonnoir environ 1 litre d'eau (5.1), en lavant soigneusement.

**6.2.4** Ajouter 10 cm<sup>3</sup> d'alcool *n*-amylique (5.6) dans la fiole et agiter avec vigueur jusqu'à dissolution complète des cristaux.

**6.2.5** Compléter le volume jusqu'au trait repère avec de l'eau (5.1), insérer un barreau magnétique dans la fiole, la placer sur un agitateur magnétique et remuer pendant 2 h environ à vitesse moyenne (voir la note en 6.1.10).

**6.2.6** Transférer la solution dans un flacon de verre ambré (4.7).

**6.3 Solution d'iodure/iodate de potassium**,  $c(\text{KIO}_3) = 0,006\ 567\ \text{mol/dm}^3$  (0,039 40 N).

**6.3.1** Sécher une quantité convenable d'iodate de potassium dans l'étuve (4.2) à 125 °C pendant 1 h. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur (4.11).

**6.3.2** Dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup> (voir 4.3), dissoudre 45,0 g (pesés à 0,1 g près) d'iodure de potassium (5.3) dans environ 200 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1). Laisser reposer jusqu'à ce que la solution revienne à température ambiante.

**6.3.3** Peser, à 0,1 mg près, 1,405 4 g d'iodate de potassium fraîchement séché (6.3.1) et le transférer dans la fiole jaugée contenant la solution d'iodure.

**6.3.4** Compléter le volume jusqu'au trait repère avec de l'eau (5.1), boucher la fiole et homogénéiser en retournant celle-ci 4 ou 5 fois.

**6.3.5** Transférer la solution dans un flacon en verre ambré (4.7).

NOTE La solution d'iodure/iodate de potassium est l'étalon primaire de cette méthode d'essai et il est impératif de prendre toutes précautions nécessaires pour s'assurer de sa précision.

**6.4 Acide sulfurique**, solution à 20 % (V/V).

**6.4.1** À l'aide d'une éprouvette graduée, mesurer 180 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1) et verser dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

**6.4.2** Mesurer 28 cm<sup>3</sup> d'acide sulfurique concentré (5.7) dans une petite éprouvette graduée.

**6.4.3** Verser avec précaution l'acide dans l'eau contenue dans la fiole conique (6.4.1) et remuer en tournant doucement pour mélanger. Rincer l'éprouvette graduée avec la solution diluée contenue dans la fiole conique et verser dans celui-ci.

Ne pas utiliser d'eau pour le rinçage.

**6.4.4** Transférer la solution dans un flacon de 250 cm<sup>3</sup> (4.6), le boucher et laisser revenir à la température ambiante avant emploi.

**6.5 Solution d'amidon** (indicateur), à 0,25 %.

**6.5.1** Dans un bécher de 50 cm<sup>3</sup>, mélanger avec une tige de verre, 2,5 g d'amidon en poudre soluble (5.8) et 2 mg d'acide salicylique (5.9) avec 25 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1).

<sup>3</sup> **6.5.2** Dans un bécher de 2000 cm<sup>3</sup>, porter à ébullition 1 000 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1) sur une plaque chauffante.

**6.5.3** Verser la suspension d'amidon (6.5.1) dans l'eau bouillante, tout en continuant à mélanger. Laisser bouillir 10 min environ.

**6.5.4** Laisser la solution refroidir à température ambiante, décanter la solution claire dans des flacons de 500 cm<sup>3</sup> (4.6) et boucher.

## 7 Étalonnage des solutions

### 7.1 Généralités

La solution d'iodure/iodate de potassium est l'étalon primaire utilisé pour étalonner la solution de thiosulfate de sodium. Cette solution de thiosulfate est ensuite utilisée comme étalon secondaire pour l'étalonnage de la solution d'iode.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1581ec83-0036-40be-bdd3-52bb1ab6c353/iso-1304-1999>

### 7.2 Solution de thiosulfate de sodium

**7.2.1** Après un repos de 24 h suivant sa préparation, remplir une burette en verre (ou à lecture digitale) (voir 4.5) avec la solution de thiosulfate non étalonnée. Laisser couler 2 cm<sup>3</sup> à 3 cm<sup>3</sup> à travers l'embout et ajuster le trait (rincer les tubes d'entrée et de sortie dans le cas d'une burette digitale et mettre son compteur à zéro).

**7.2.2** À l'aide d'une pipette (voir 4.4), prélever exactement 25 cm<sup>3</sup> de la solution iodure/iodate de potassium (6.3) et les verser dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

**7.2.3** Ajouter environ 3 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide sulfurique à 20 % (6.4) dans la fiole afin de libérer l'iode. Mélanger soigneusement.

**7.2.4** À l'aide de la burette, ajouter le thiosulfate de sodium jusqu'à obtention d'une couleur jaune pâle. Laver l'embout de la burette et les parois de la fiole avec de l'eau (5.1).

**7.2.5** Ajouter environ 5 cm<sup>3</sup> de la solution d'amidon (6.5) dans la fiole.

**7.2.6** Reprendre au goutte à goutte l'addition de thiosulfate jusqu'à disparition presque complète de la couleur bleue ou bleu outremer. Laver l'embout de la burette et les parois de la fiole avec de l'eau (5.1).

**7.2.7** Continuer lentement le dosage à la goutte près (ou régler le compteur de la burette digitale pour travailler avec des volumes additionnels de 0,01 cm<sup>3</sup>) jusqu'au virage du bleu à l'incolore.

**7.2.8** Noter le volume de titrage  $V_1$  à 0,025 cm<sup>3</sup> (ou 0,01 cm<sup>3</sup>) près.

NOTE Pour améliorer la précision de lecture d'une burette en verre, il est recommandé d'utiliser une loupe et de lire à 0,025 cm<sup>3</sup> près.

**7.2.9** Répéter les opérations de 7.2.2 à 7.2.8 pour une seconde mesure.

**7.2.10** Calculer la concentration, en mol/dm<sup>3</sup>, de la solution de thiosulfate  $c_1$  (ou en tant que normalité  $n_1$ ) comme suit:

$$c_1 = \frac{25 \times 6 \times 0,006\ 567}{V_1} \left( \text{ou } n_1 = \frac{25 \times 0,039\ 40}{V_1} \right)$$

où

$V_1$  est le volume de titrage, en cm<sup>3</sup>, soit la moyenne des deux mesures successives;

6 est le facteur stœchiométrique;

0,006 567 est la concentration de la solution d'iodure/iodate de potassium (6.3), exprimée en mol/dm<sup>3</sup>;

0,039 40 est la concentration de la solution d'iodure/iodate de potassium (6.3), exprimée en tant que normalité.

**7.2.11** Pour être acceptable, la concentration  $c_1$  de la solution de thiosulfate doit être de

$$0,039\ 40 \text{ mol/dm}^3 \pm 0,000\ 08 \text{ mol/dm}^3$$

Si la concentration est en dehors de ces limites, on peut ajuster la solution de la manière suivante:

- si la solution est trop forte, ajouter de l'eau (5.1) (2,5 cm<sup>3</sup> d'eau pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 mol/dm<sup>3</sup> au-dessus de 0,039 4 mol/dm<sup>3</sup>) (ou en termes de normalité: 2,5 cm<sup>3</sup> d'eau pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 N au-dessus de 0,039 4 N);
- si la solution est trop faible, ajouter du thiosulfate de sodium solide (0,025 g de thiosulfate de sodium pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 mol/dm<sup>3</sup> au-dessous de 0,039 4 mol/dm<sup>3</sup>) (ou en termes de normalité: 0,025 g de thiosulfate de sodium pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 N au-dessous de 0,039 4 N).

NOTE Tout ajustement éventuel devrait tenir compte du volume réel de la solution à ajuster.

Dans l'une ou l'autre situation, il est impératif d'homogénéiser soigneusement la solution et de recommencer tout le mode opératoire d'étalonnage (7.2)

### 7.3 Solution d'iode

**7.3.1** Remplir une burette en verre (ou digitale) avec la solution étalonnée de thiosulfate de sodium, comme stipulé en 7.2.1.

**7.3.2** Avec une pipette (voir 4.4), prélever exactement 25 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode non étalonnée et les verser dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

**7.3.3** Titrer le contenu de la fiole avec la solution titrée de thiosulfate de sodium de la burette, en reprenant le mode opératoire décrit de 7.2.4 à 7.2.9 et noter le volume de titrage  $V_2$  à 0,025 cm<sup>3</sup> (ou 0,01 cm<sup>3</sup>) près (voir la note en 7.2.8).

**7.3.4** Calculer la concentration, en mol/dm<sup>3</sup>, de la solution d'iode  $c_2$  (ou en tant que normalité  $n_2$ ) comme suit:

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{2 \times 25} \left( \text{ou } n_2 = \frac{V_2 \times n_1}{25} \right)$$

où

$c_1$  est la concentration de la solution titrée de thiosulfate de sodium, en mol/dm<sup>3</sup>, calculée en 7.2.10;

$n_1$  est la concentration de la solution titrée de thiosulfate de sodium, exprimée en tant que normalité, calculée en 7.2.10;

$V_2$  est le volume de titrage, en cm<sup>3</sup>, soit la moyenne des deux mesures successives;

2 est le facteur stœchiométrique.

**7.3.5** Pour être acceptable, la concentration  $c_2$  de la solution d'iode doit être de

$$0,023\,64 \text{ mol/dm}^3 \pm 0,000\,025 \text{ mol/dm}^3 \text{ (0,047\,28 N} \pm 0,000\,05 \text{ N)}$$

Si la concentration est en dehors de ces limites, on peut ajuster la solution de la manière suivante:

- si la solution est trop forte, ajouter de l'eau (5.1) (4,2 cm<sup>3</sup> d'eau pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 mol/dm<sup>3</sup> au-dessus de 0,023 64 mol/dm<sup>3</sup>) (ou en termes de normalité: 2,1 cm<sup>3</sup> pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 N au-dessus de 0,047 28 N);
- si la solution est trop faible, ajouter de l'iode (0,025 4 g d'iode pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 mol/dm<sup>3</sup> au-dessous de 0,023 64 mol/dm<sup>3</sup>) (ou en termes de normalité: 0,012 7 g d'iode pour 1 000 cm<sup>3</sup> de solution pour chaque 0,000 1 N au-dessous de 0,047 28 N).

NOTE Tout ajustement éventuel devrait tenir compte du volume réel de la solution à ajuster.

Dans l'une ou l'autre situation, il est impératif d'homogénéiser soigneusement la solution ajustée et de recommencer tout le mode opératoire d'étalonnage (7.3).

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Conditions d'essai

L'essai doit de préférence être effectué dans un local ayant une température ambiante de 23 °C ± 2 °C et (50 ± 5) % d'humidité relative, ou une température ambiante de 27 °C ± 2 °C et (65 ± 5) % d'humidité relative.

Il est recommandé de laisser les réactifs et l'appareillage en équilibre de température dans le même local durant au moins quelques heures avant leur emploi.

Le local doit être exempt de fumées ou de vapeurs susceptibles de contaminer les réactifs et l'appareillage utilisés et, en conséquence, de fausser les résultats.

### 8.2 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante de l'échantillon de noir de carbone durant 1 h à une température de 125 °C comme prescrit dans l'ISO 1126. La laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante et l'y maintenir jusqu'au moment de l'essai. Les noirs de référence (SRB) doivent être séchés jusqu'à masse constante.

NOTE Il n'est pas nécessaire d'écraser les granules de noir de carbone. Le noir de carbone en poudre peut être densifié, si nécessaire avant séchage.

### 8.3 Détermination de l'indice d'adsorption d'iode

**8.3.1** Peser, à 0,1 mg près, une masse d'échantillon de noir de carbone séché dans un tube à centrifuger (4.8), comme indiqué dans le tableau 1.