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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1304:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96e4ddb3-0c2c-4b8c-bd37-ea83cfcec42f/iso-1304-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96e4ddb3-0c2c-4b8c-bd37-
ea83cfcec42f/iso-1304-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96e4ddb3-0c2c-4b8c-bd37-ea83cfcec42f/iso-1304-2006)



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1304:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96e4ddb3-0c2c-4b8c-bd37-ea83cfcec42f/iso-1304-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/96e4ddb3-0c2c-4b8c-bd37-ea83cfcec42f/iso-1304-2006>

© ISO 2006

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	2
5 Réactifs	3
6 Préparation des solutions	3
7 Étalonnage des solutions	5
7.1 Généralités	5
7.2 Solution de thiosulfate de sodium	5
7.3 Solution d'iode	6
8 Mode opératoire	7
8.1 Conditions d'essai	7
8.2 Préparation de l'échantillon	7
8.3 Détermination de l'indice d'adsorption d'iode	8
9 Expression des résultats	9
10 Vérification en utilisant les noirs de carbone de référence	9
11 Fidélité et erreur systématique	9
11.1 Fidélité	9
11.2 Biais	11
12 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Numéros CAS des réactifs	12
Bibliographie	13

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'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 quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1304:1999), dont la méthode a fait l'objet d'une révision technique. En particulier, un titrage potentiométrique a été ajouté en option et la concentration de la solution de thiosulfate de sodium a été modifiée.

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

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente Norme internationale soient familières avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes éventuels de sécurité associés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées et d'assurer la conformité aux réglementations nationales.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination de l'indice d'adsorption d'iode par le noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc. Deux méthodes titrimétriques sont décrites,

- la méthode A: titrage à l'aide d'une burette et d'un indicateur à l'amidon; et
- la méthode B: titrage potentiométrique avec un titrimètre automatique.

NOTE 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 fortes teneurs en matières volatiles ou en matières extractibles par les solvants; l'indice d'adsorption d'iode ne peut donc pas être considéré comme une valeur indiquant une mesure de la surface spécifique du noir de carbone. Le vieillissement du noir de carbone peut également influencer l'indice d'adsorption d'iode.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 385:2005, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

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

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

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

ISO/TR 9272:2005, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité de méthodes d'essai normalisées*

3 Principe

Peser une quantité donnée de noir de carbone préalablement séchée et mélanger ensuite énergiquement avec un volume mesuré d'une solution étalon d'iode. Centrifuger le mélange. Titrer un volume mesuré de la solution d'iode devenue limpide avec une solution étalon de thiosulfate de sodium. Calculer 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 (béchers, entonnoirs, cuillère en porcelaine, flacons de pesée, etc.), et:

4.1 Balance analytique, exacte à 0,1 mg près.

4.2 Étuve, de préférence à tirage naturel, réglable à une température de $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ et à une uniformité de température de $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

4.3 Fioles jaugées, munies de bouchons, de préférence de classe A conformément à l'ISO 1042:1998, d'une capacité de

a) $2\ 000\text{ cm}^3$, avec une tolérance de $\pm 0,60\text{ cm}^3$,

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

4.4 Distributeur automatique, d'une capacité de 25 cm^3 , jaugé à $\pm 0,03\text{ cm}^3$ ou **pipettes jaugées**, d'une grande exactitude, d'une capacité de

a) 20 cm^3 , avec une tolérance de $\pm 0,03\text{ cm}^3$,

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

Si des pipettes de classe A conformément à l'ISO 648:1977 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans le cas contraire, les pipettes doivent être étalonnées, à $0,01\text{ cm}^3$ près, avec de l'eau distillée, en faisant, le cas échéant, des corrections de température, de façon que le volume réel du liquide délivré soit connu avec une exactitude de $0,01\text{ cm}^3$ pour n'importe quelle valeur de ce volume. Le volume réel délivré est le volume lu, augmenté (ou diminué, suivant le cas) de la correction d'étalonnage pour ce volume. Pour des déterminations de volume de grande exactitude (voir 7.2.2, 7.3.2, 8.3.3, 8.3.6 et 8.3.8), il est recommandé d'utiliser les pipettes de 20 cm^3 et de 25 cm^3 , ayant des corrections d'étalonnage de même grandeur et de même signe.

4.5 Burettes numériques, avec compteur par incrément de $0,01\text{ cm}^3$ et commande de remise à zéro, étalonnées à $\pm 0,05\text{ cm}^3$ ou **burettes** (pour la méthode de titrage A uniquement), de grande exactitude, à robinet de remplissage latéral, graduées tous les $0,05\text{ cm}^3$ et dotées d'un zéro automatique, d'une capacité de

a) 25 cm^3 , avec une tolérance de $\pm 0,05\text{ cm}^3$,

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

Si des burettes de classe A conformément à l'ISO 385:2005 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans le cas contraire, les burettes doivent être étalonnées, à $0,01\text{ cm}^3$ près, avec de l'eau distillée, en faisant, le cas échéant, des corrections de température, de façon que le volume réel du liquide délivré soit connu avec une exactitude de $0,01\text{ cm}^3$ pour n'importe quelle valeur de ce volume. Le volume réel délivré est le volume lu, augmenté (ou diminué, suivant le cas) de la correction d'étalonnage pour ce volume.

4.6 Flacons, munis de bouchons rodés en verre, d'une capacité de 250 cm^3 et de 500 cm^3 .

4.7 Flacons en verre, munis de bouchons rodés, d'une capacité de $2\ 000\text{ cm}^3$.

4.8 Flacons en verre ambré, munis de bouchons rodés, d'une capacité de $1\ 000\text{ cm}^3$ et de $2\ 000\text{ cm}^3$.

4.9 Tubes pour centrifugeuse, d'une capacité de 50 cm^3 , avec bouchons à vis munis chacun d'un joint en polyéthylène.

Ne pas utiliser de bouchons en liège, en caoutchouc ou en métal.

- 4.10 Agitateur mécanique**, d'une cadence d'environ 240 coups/min avec une longueur de 25 mm/coup.
- 4.11 Centrifugeuse**, pouvant tourner à une vitesse minimale de 105 rad/s (1 000 r/min).
- 4.12 Dessiccateur.**
- 4.13 Agitateurs magnétiques et tiges d'agitation.**
- 4.14 Titrimètre automatique** (pour la méthode B uniquement), équipé d'une électrode combinée pour le titrage potentiométrique.

5 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

- 5.1 Eau**, déionisée ou distillée.
- 5.2 Iode (I_2).**
- 5.3 Iodure de potassium (KI).**
- 5.4 Iodate de potassium (KIO_3).**
- 5.5 Thiosulfate de sodium pentahydraté ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$).**
- 5.6 Alcool *n*-amylique ($C_5H_{11}OH$).**
- 5.7 Acide sulfurique (H_2SO_4)**, en pourcentage en masse de 98 %, $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$.
- 5.8 Amidon soluble** (pour la méthode A uniquement).
- 5.9 Acide salicylique ($C_7H_6O_3$)** (pour la méthode A uniquement).

6 Préparation des solutions

- 6.1 Solution d'iode** $0,023\ 64 \text{ mol/dm}^3$ ($0,047\ 28 \text{ N}$), contenant 9,5 parties d'iodure de potassium pour 1 partie d'iode.

NOTE Le résultat d'essai étant fonction de la concentration de l'iode et de l'iodure de potassium dans la solution, les instructions de préparation et d'étalonnage de la solution (voir 7.3) doivent être précisément respectées.

- 6.1.1** Peser à 0,01 g près, 114,00 g d'iodure de potassium (5.3) et les introduire dans un bécher de 100 cm^3 .
- 6.1.2** Introduire environ trois quarts du KI dans une fiole jaugée propre de $2\ 000 \text{ cm}^3$ (4.3) à l'aide d'un entonnoir à large diamètre.
- 6.1.3** Ajouter suffisamment d'eau (5.1) pour recouvrir le KI. Agiter pour dissoudre et laisser reposer jusqu'à ce que la solution atteigne la température ambiante.
- 6.1.4** Introduire le reste du KI dans un bécher de 250 cm^3 avec suffisamment d'eau (5.1) pour le dissoudre.
- 6.1.5** Peser à 0,005 g près, 12,000 g d'iode à l'aide de la balance (4.1) dans un flacon de pesée doté d'un bouchon en verre. Utiliser uniquement une cuillère en porcelaine pour transvaser les cristaux d'iode, et fermer le flacon lors des pesées.

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

6.1.7 Laver minutieusement le flacon de pesée avec des parties de la solution de KI préparée en 6.1.4 jusqu'à disparition de la coloration, et transvaser les rinçages par l'entonnoir dans la fiole jaugée de 2 000 cm³.

6.1.8 Laver l'entonnoir avec le reste de la solution de KI préparée en 6.1.4.

6.1.9 Remplir presque complètement la fiole jaugée avec de l'eau (5.1), la boucher avec un bouchon en verre rodé, la retourner 2 ou 3 fois pour homogénéiser et laisser reposer pendant environ 1 h.

6.1.10 Ouvrir la fiole, compléter jusqu'au repère avec de l'eau (5.1), insérer une tige d'agitation dans la fiole, la placer sur l'agitateur magnétique (4.13) et agiter pendant 2 h au moins à une vitesse moyenne.

NOTE À vitesse moyenne, il convient que la profondeur du vortex soit d'environ 5 mm.

6.1.11 Transvaser la solution dans un flacon en verre ambré (4.8) et laisser reposer avant de l'utiliser.

6.2 Solution de thiosulfate de sodium, 0,05 mol/dm³ (0,05 N).

NOTE Les versions précédentes de la présente Norme internationale exigeaient que la concentration de thiosulfate soit de 0,039 4 mol/dm³ (0,039 4 N). Étant donné que la concentration de la solution de thiosulfate n'influe pas sur l'indice d'adsorption d'iode, la présente Norme internationale décrit désormais l'utilisation d'une solution courante de 0,05 mol/dm³ (0,05 N). L'avantage de cette solution est qu'elle est facilement disponible dans le commerce. Il est également possible de la préparer à partir de thiosulfate de sodium solide, tel que décrit ci-dessous.

L'utilisation d'une solution de thiosulfate de sodium à 0,039 4 mol/dm³ (0,039 4 N) est toujours autorisée. Dans ce cas, la formule de la préparation de la solution et les formules pour l'étalonnage et pour le calcul de l'indice d'adsorption d'iode doivent être modifiées en conséquence.

6.2.1 Peser, à 0,005 g près, 24,817 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (5.5) dans un récipient approprié.

6.2.2 À l'aide d'un entonnoir, transvaser le thiosulfate de sodium pesé dans une fiole jaugée de 2 000 cm³ (voir 4.3).

6.2.3 Ajouter à l'aide de l'entonnoir 1 l d'eau (5.1). Laver minutieusement le récipient de pesée et l'entonnoir.

6.2.4 Ajouter 10 cm³ d'alcool *n*-amylique (5.6) dans la fiole, et agiter énergiquement la solution dans la fiole jusqu'à ce que tous les cristaux se soient dissous.

6.2.5 Compléter jusqu'au repère avec de l'eau (5.1), insérer une tige d'agitation dans la fiole, la placer sur l'agitateur magnétique et agiter pendant environ 2 h à une vitesse moyenne (voir NOTE de 6.1.10).

6.2.6 Transvaser la solution dans un flacon en verre (4.7).

6.3 Solution d'iodure/iodate de potassium, $c(\text{KIO}_3) = 0,008\ 33\ \text{mol/dm}^3$ (0,05 N).

6.3.1 Sécher une quantité adéquate d'iodate de potassium (5.4) dans l'étuve (4.2) à 125 °C pendant 1 h. La laisser refroidir dans un dessiccateur (4.12) jusqu'à température ambiante.

6.3.2 Dans une fiole jaugée de 1 000 cm³ (voir 4.3), dissoudre 57,0 g (pesé à 0,1 g près) d'iodure de potassium (5.3) dans environ 200 cm³ d'eau (5.1). Laisser reposer jusqu'à ce que la solution atteigne la température ambiante.

6.3.3 Peser, à 0,1 mg près, 1,783 3 g de l'iodate de potassium qui vient d'être séché (5.4) et transvaser dans la solution d'iodure de la fiole jaugée.

6.3.4 Compléter jusqu'au repère avec de l'eau (5.1). Boucher la fiole et homogénéiser la solution en retournant la fiole 4 à 5 fois.

6.3.5 Transvaser la solution dans un flacon en verre ambré (4.8).

NOTE La solution d'iodate/iodure de potassium représente un étalon primaire dans la présente méthode d'essai, et il est essentiel que toutes les précautions soient prises pour garantir son exactitude.

6.4 Acide sulfurique, environ 20 % en masse.

6.4.1 Mesurer 175 cm³ d'eau (5.1) dans un cylindre gradué et transvaser dans une fiole conique de 250 cm³.

6.4.2 Mesurer 25 cm³ d'acide sulfurique concentré (5.7) dans un petit cylindre gradué.

6.4.3 Verser très doucement l'acide dans la fiole contenant l'eau (6.4.1), et agiter doucement pour mélanger. Rincer le cylindre gradué avec l'acide dilué de la fiole et reverser les rinçages dans la fiole. Ne pas utiliser d'eau pour le rinçage.

6.4.4 Transvaser la solution dans un flacon de 250 cm³ (4.6), fermer le flacon et laisser refroidir la solution jusqu'à température ambiante avant de l'utiliser.

6.5 Solution d'indicateur à l'amidon pourcentage en masse 0,25 % (pour la méthode A uniquement).

6.5.1 Introduire 2,5 g d'amidon soluble en poudre (5.8), 2 mg d'acide salicylique (5.9) et 25 cm³ d'eau (5.1) dans un bécher de 50 cm³. Agiter avec une tige en verre.

6.5.2 Porter à ébullition 1 000 cm³ d'eau (5.1) dans un bécher de 2 000 cm³ sur une plaque chauffante.

6.5.3 Verser la suspension d'amidon préparée en 6.5.1 dans l'eau en ébullition tout en remuant, et laisser bouillir pendant au moins 10 min.

6.5.4 Laisser la solution refroidir et décanté jusqu'à température ambiante, après décantation, verser la partie limpide dans des flacons en verre de 500 cm³ (4.6) et boucher les flacons.

7 Étalonnage des solutions

7.1 Généralités

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

7.2 Solution de thiosulfate de sodium

7.2.1 Après un repos de 24 h, remplir une burette en verre ou une burette numérique (voir 4.5) avec la solution de thiosulfate de sodium non étalonnée. Faire passer 2 cm³ à 3 cm³ par la pointe et ajuster jusqu'au repère (avec une burette numérique, purger les tubes d'admission et de sortie et mettre le compteur à zéro).

7.2.2 À l'aide d'une pipette (voir 4.4), transvaser exactement 20 cm³ de la solution d'iodure/iodate de potassium (6.3) dans une fiole conique de 250 cm³ ou dans un bécher de titrage.

7.2.3 Ajouter environ 3 cm³ d'acide sulfurique à 20 % (6.4) pour libérer l'iode. Mélanger avec soin.

7.2.4 Titrage avec indicateur à l'amidon (méthode A)

7.2.4.1 Ajouter le thiosulfate de sodium à l'aide de la burette jusqu'à apparition d'une teinte jaune pâle. Laver la pointe de la burette et les parois de la fiole avec de l'eau (5.1).