

45

---

# NORME INTERNATIONALE **ISO** 1304



---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Noir de carbone destiné à l'industrie des élastomères — Détermination de l'indice d'adsorption d'iode

*Carbon black for use in the rubber industry — Determination of iodine adsorption number*

Première édition — 1974-09-15

---

CDU 678.046.2 : 546.15

Réf. N° : ISO 1304-1974 (F)

**Descripteurs** : industrie du caoutchouc, noir de carbone, essai, adsorption, iode.

Prix basé sur 4 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 1304 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, et soumise aux Comités Membres en avril 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Inde	Sri Lanka
Afrique du Sud, rép. d'	Irlande	Suède
Australie	Italie	Suisse
Autriche	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Canada	Pays-Bas	Thaïlande
Egypte, Rép. arabe d'	Pologne	Turquie
Espagne	Portugal	U.R.S.S.
France	Roumanie	U.S.A.
Hongrie	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Noir de carbone destiné à l'industrie des élastomères — Détermination de l'indice d'adsorption d'iode

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice d'adsorption d'iode du noir de carbone utilisé dans l'industrie des élastomères.

NOTE — En raison d'une diminution sensible de la quantité d'iode adsorbée par le noir de carbone en présence de fortes teneurs de celui-ci en matières volatiles ou en matières extractibles par les solvants, l'indice d'adsorption d'iode ne peut pas être considéré comme valeur indiquant une mesure de la surface spécifique du noir de carbone.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO/R 1126, *Détermination de la perte à la chaleur du noir de carbone destiné à l'industrie du caoutchouc.*

## 3 PRINCIPE

Pesée d'une quantité donnée de noir de carbone préalablement séchée et mélangée 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 par une 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 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être reconnus de qualité pour analyse. L'eau distillée, utilisée partout où l'eau est mentionnée, doit avoir un pH compris entre 6,5 et 7,2 (de préférence le plus voisin possible de 6,9).

NOTE — Il est recommandé d'utiliser de l'eau fraîchement rebouillie, préalablement distillée, puis adoucie à l'aide d'un déminéralisateur utilisant un lit d'échangeurs d'ions.

L'eau distillée doit être protégée contre la contamination atmosphérique et contre les produits pouvant être extraits des récipients et des tubes. Il convient de manipuler l'eau distillée avec la plus grande précaution. Les récipients et les tubes doivent être en polytétrafluoréthylène, en étain massif, en quartz, en acier inoxydable 18-8, en

polyéthylène ou en tout autre matériau qui a fait ses preuves comme suffisamment résistant à l'attaque chimique.

**4.1 Solution indicatrice d'amidon**, préparée de la façon suivante :

Mélanger 2,5 g d'amidon en poudre, soluble dans l'eau, et 2 mg d'iodure de mercure(II) ( $HgI_2$ ) dans 25 cm<sup>3</sup> d'eau dans un bécher de 50 cm<sup>3</sup>.

Immédiatement après et tout en agitant, ajouter cette suspension à 1 l d'eau bouillante.

Faire bouillir la solution d'amidon ainsi obtenue pendant au moins 5 min, jusqu'à obtention d'une solution claire.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Après décantation, verser la partie limpide dans des flacons que l'on doit boucher aussitôt.

**4.2 Solution 0,039 41 N d'iodate et iodure de potassium**, préparée de la façon suivante :

Sécher une quantité suffisante d'iodate de potassium pendant 1 h dans une étuve maintenue à une température de  $120 \pm 5$  °C. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

Dissoudre 45 g d'iodure de potassium dans environ 200 cm<sup>3</sup> d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>.

Ajouter 1,405 8 g d'iodate de potassium, fraîchement séché, pesé à 0,1 mg près. Après l'avoir dissous, compléter à 1 000 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

**4.3 Solution 0,039 41 N de thiosulfate de sodium.**

### 4.3.1 Préparation

Dissoudre 9,79 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ), pesés à 0,005 g près, dans environ 500 cm<sup>3</sup> d'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>.

Ajouter 5 cm<sup>3</sup> d'alcool n-amylque et agiter la solution dans la fiole, jusqu'à dissolution totale.

Diluer à 1 000 cm<sup>3</sup> avec de l'eau. Agiter énergiquement la solution dans la fiole pour obtenir une dilution homogène.

#### 4.3.2 *Étalonnage*

Après un repos de 24 h et avant son emploi, étalonner la solution de thiosulfate de sodium avec la solution d'iodate et d'iodure de potassium (4.2) comme indiqué ci-dessous :

À l'aide d'une pipette de précision, prélever 25 cm<sup>3</sup> de solution d'iodate et d'iodure de potassium (4.2), les verser dans un flacon de 250 cm<sup>3</sup>, et ajouter 3 cm<sup>3</sup> de solution d'acide sulfurique environ 4 N pour libérer l'iode. Ajouter le thiosulfate de sodium, à l'aide d'une burette, jusqu'à apparition d'une teinte jaune pâle. Ajouter environ 5 cm<sup>3</sup> de la solution d'amidon (4.1) et continuer le titrage jusqu'à ce que une goutte de la solution de thiosulfate de sodium provoque le virage de bleu à incolore. Lire sur la burette le volume utilisé à 0,01 cm<sup>3</sup> près.

Calculer la normalité ( $N_1$ ) de la solution de thiosulfate de sodium à l'aide de la formule

$$N_1 = \frac{25 \times 0,039\ 41}{V_1}$$

où  $V_1$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé dans ce titrage.

NOTE — Le facteur de normalité est 25/ $V_1$ , mais celui-ci peut être ajusté à 1,00 si désiré.

#### 4.4 Solution 0,047 28 N d'iode, contenant 9,5 parties d'iodure de potassium pour 1,0 partie d'iode.

##### 4.4.1 *Préparation*

Peser 57,00 g d'iodure de potassium, à 0,01 g près, et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 cm<sup>3</sup>.

Ajouter environ 30 cm<sup>3</sup> d'eau pour les dissoudre. Peser rapidement 6,01 g d'iode, à 0,005 g près, les introduire aussi vite que possible dans la fiole ci-dessus et diluer lentement à 1 000 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

##### 4.4.2 *Étalonnage*

Après un repos de 24 h, étalonner la solution d'iode avec la solution de thiosulfate de sodium déjà étalonée (4.3) de la façon suivante :

À l'aide d'une pipette de précision, prélever exactement 25 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode à étalonner et les verser dans le flacon de 250 cm<sup>3</sup>.

Titre le contenu avec la solution de thiosulfate de sodium précédemment étalonée (4.3). Lorsque la couleur de la solution d'iode devient très pâle, ajouter environ 1 cm<sup>3</sup> de solution d'amidon (4.1) et arrêter le titrage à la disparition de la teinte bleue.

Calculer la normalité ( $N_2$ ) de la solution d'iode à l'aide de la formule

$$N_2 = \frac{V_2 \times N_1}{25}$$

où  $V_2$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé dans ce titrage.

Déterminer le volume d'eau distillée qu'il faut ajouter à cette solution pour l'amener à la normalité désirée, à l'aide de la formule

$$\frac{V_3 \times N_2}{N_3} - V_3$$

où

$V_3$  est le volume restant, en centimètres cubes, de la solution d'iode avant la correction (voir note 1);

$N_2$  est la normalité de la solution d'iode avant la correction;

$N_3$  est la normalité de la solution d'iode désirée (0,047 28 N).

Ajouter le volume calculé d'eau distillée à la solution d'iode, boucher le flacon et agiter afin d'obtenir une dilution homogène.

#### NOTES

1 Noter le volume de la solution d'iode qui a été prélevé avant son étalonnage, de façon à connaître ainsi le volume restant.

2 La solution d'iode doit être étalonée à  $\pm 0,000\ 05$  N, c'est-à-dire que sa normalité doit être comprise entre 0,047 23 N et 0,047 33 N.

3 Tous les réactifs doivent être conservés dans des flacons en verre jaune, bouchés, dans une enceinte à l'abri de la lumière.

Les solutions d'iode et de thiosulfate de sodium doivent être préparées, étalonées et conservées de préférence à une température de  $23 \pm 2$  °C ou de  $27 \pm 2$  °C (voir aussi le chapitre 7).

4 La solution d'iode doit être rejetée lorsque sa normalité s'écarte de plus de 0,000 4 de la normalité nominale.

## 5 APPAREILLAGE

5.1 **Balance analytique**, précise à 0,1 mg.

5.2 **Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant maintenir une température de  $120 \pm 5$  °C.

5.3 **Étuve**, de préférence à tirage naturel, pouvant maintenir une température de  $105 \pm 2$  °C.

5.4 **Fioles jaugées**, avec bouchon, capacité  $1\ 000 \pm 0,20$  cm<sup>3</sup>.

5.5 **Pipettes jaugées**, de haute précision :

1) de 20 cm<sup>3</sup>, jaugée à  $\pm 0,015$  cm<sup>3</sup>.

2) de 25 cm<sup>3</sup>, jaugée à  $\pm 0,02$  cm<sup>3</sup>.

5.6 **Burettes**, de haute précision :

1) de 25 cm<sup>3</sup>, jaugée à  $\pm 0,025$  cm<sup>3</sup>.

2) de 50 cm<sup>3</sup>, jaugée à  $\pm 0,04$  cm<sup>3</sup>.

NOTE — Les burettes et pipettes de haute précision doivent être étalonées, à 0,01 cm<sup>3</sup> 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 précision de 0,01 cm<sup>3</sup>, 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 8.2, 8.4 et 8.6), il est recommandé d'utiliser les pipettes de 20 cm<sup>3</sup> et de 25 cm<sup>3</sup>, ayant des corrections d'étalonnage de même grandeur et de même signe.

**5.7 Flacons bouchés**, avec bouchon en verre rodé, capacité 250 cm<sup>3</sup> et 500 cm<sup>3</sup>.

**5.8 Flacons bouchés**, en verre jaune, avec bouchon rodé, capacité 1 000 cm<sup>3</sup>.

**5.9 Tubes pour centrifugeur**, capacité 50 cm<sup>3</sup>, avec bouchon à vis muni d'un joint en polyéthylène.

NOTE — Ne pas utiliser de bouchons en liège, caoutchouc ou aluminium.

**5.10 Agitateur mécanique**, pouvant assurer une agitation énergique à une cadence d'environ 240 coups par minute.

**5.11 Centrifugeur**, pouvant tourner à une vitesse de plus de 1 000 tr/min.

## 6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Sécher une quantité suffisante de noir de carbone pendant 1 h à une température de  $105 \pm 2$  °C, conformément aux prescriptions de l'ISO/R 1126. La laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante et l'y maintenir jusqu'au moment de l'essai.

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

## 7 CONDITIONS D'ESSAI

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

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

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

## 8 MODE OPÉRATOIRE

**8.1** En présence d'un agent desséchant, peser, à 0,1 mg près, dans le tube pour centrifugeur, aussi rapidement que possible, la prise d'essai suivante de noir de carbone séché :

- 0,500 g pour les noirs de carbone ayant un indice d'adsorption d'iode inférieur ou égal à 135;
- 0,250 g pour les noirs de carbone ayant un indice d'adsorption d'iode compris entre 135 et 500;
- 0,125 g pour les noirs de carbone ayant un indice d'adsorption d'iode supérieur à 500.

NOTE — Si l'indice d'adsorption d'iode est voisin de 125 ou de 500, la masse effective de la prise d'essai peut être choisie d'après la classification acceptée du type de noir de carbone. Dans ce cas, la classification retenue et la masse de la prise d'essai doivent figurer dans le procès-verbal d'essai (chapitre 10).

Boucher le tube et le laisser bouché jusqu'à l'introduction de la solution d'iode.

**8.2** Introduire, à l'aide d'une pipette jaugée de haute précision (5.5), exactement 25 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode (4.4) dans le tube pour centrifugeur contenant la prise d'essai et boucher aussitôt. Fixer le tube sur le support de l'agitateur mécanique (5.10). Faire agiter le mélange d'iode et de noir de carbone pendant 1 min à une vitesse d'environ 240 coups énergiques par minute.

**8.3** Immédiatement après agitation, centrifuger à une vitesse de rotation supérieure à 1 000 tr/min, pendant 1 min pour le noir en granules ou pendant 3 min pour le noir en poudre, cette durée étant comptée à partir du moment où la vitesse de rotation dépasse 1 000 tr/min.

NOTE — Maintenir le tube pour centrifugeur bouché jusqu'au transvasement de la solution.

**8.4** Immédiatement après centrifugation, transvaser complètement la solution d'iode, d'un mouvement lent et régulier, dans un bécher de 50 cm<sup>3</sup>, laissant la prise d'essai de noir de carbone au fond du tube. Immédiatement après transvasement, prélever exactement 20 cm<sup>3</sup> de solution avec une pipette de haute précision (5.5) et les verser dans la fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

On peut également, à titre de variante, prélever directement 20 cm<sup>3</sup> de solution d'iode dans le tube pour centrifugeur sans entraîner de noir de carbone.

**8.5** À l'aide d'une burette de haute précision (5.6), titrer la solution d'iode avec la solution de thiosulfate de sodium (4.3), jusqu'à obtention d'une coloration jaune pâle persistante. Ajouter environ 5 cm<sup>3</sup> de solution indicatrice d'amidon (4.1) et continuer le titrage jusqu'à ce que une goutte de la solution de thiosulfate de sodium provoque le virage de bleu à incolore. Lire sur la burette le volume utilisé à 0,01 cm<sup>3</sup> près.

**8.6** Effectuer un essai à blanc sur 25 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode (4.4), et, après avoir agité, centrifugé et versé dans un bécher, en prélever exactement 20,00 cm<sup>3</sup> pour titrage ou les pipeter directement du tube comme décrit en 8.4.

## 9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer l'indice d'adsorption d'iode ( $I$ ) en milligrammes d'iode absorbé par gramme de noir de carbone, à 0,1 mg/g près, à l'aide de la formule

$$I = (V_4 - V_5) \times 126,9 \times N_1 \times \frac{5}{4m}$$

c'est-à-dire  $I = 158,6 (V_4 - V_5) \times \frac{N_1}{m}$

où

$V_4$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour le titrage de la solution d'iode dans l'essai à blanc;

$V_5$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution de thiosulfate de sodium nécessaire pour le titrage de la solution d'iode qui a été en contact avec la prise d'essai de noir de carbone;

$N_1$  est la normalité de la solution de thiosulfate de sodium;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai de noir de carbone.

NOTE – Pour une masse de la prise d'essai égale à 0,5 g, la formule ci-dessus est réduite à

$$I = (V_4 - V_5) \times 12,5 \times \text{facteur de normalité (voir 4.3.2)}$$

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) l'identification complète de l'échantillon;
- b) les conditions de l'essai;
- c) la masse de la prise d'essai utilisée;
- d) les résultats obtenus;
- e) la référence à la présente Norme Internationale.

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

ISO 1304:1974

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/711b7002-8143-48d1-9a70-105ed609d5ef/iso-1304-1974>