
Norme internationale



1304

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

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

Deuxième édition — 1985-08-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1304:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3638684e-96d8-410e-aa74-52a152a25bd2/iso-1304-1985>

CDU 678.046.2 : 543.242.3

Réf. n° : ISO 1304-1985 (F)

Descripteurs : caoutchouc, ingrédient, noir de carbone, essai, détermination, 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 de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est 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.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent 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*.

ISO 1304:1985

La Norme internationale ISO 1304 a été pour la première fois publiée en 1974. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision mineure.

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

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de détermination de l'indice d'adsorption d'iode du noir de carbone utilisé dans l'industrie du caoutchouc.

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 valeur indiquant une mesure de la surface spécifique du noir de carbone.

2 Référence

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

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. Titrage 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

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ayant 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 et une membrane filtrante de 0,2 à 4 μm .

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 Amidon, solution d'indicateur.

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^3 d'eau dans un bécher de 50 cm^3 .

Immédiatement après et tout en agitant, ajouter cette suspension à 1 dm^3 d'eau bouillante.

Faire bouillir la solution d'amidon ainsi obtenue durant au moins 10 min, jusqu'à obtention d'une solution claire.

Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Après décanation, verser la partie limpide dans des flacons (5.7) que l'on doit boucher aussitôt.

4.2 Iodate-iodure de potassium, solution étalon de référence, $c(1/2 \text{I}_2) = 0,039 41 \text{ mol/dm}^3$.

Sécher une quantité suffisante d'iodate de potassium durant 1 h dans une étuve maintenue à une température de $125 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$. Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

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

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^3 avec de l'eau.

4.3 Thiosulfate de sodium, solution titrée, $c(1/2 \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,039 41 \text{ mol/dm}^3$.

4.3.1 Préparation

Dissoudre 9,79 g de thiosulfate de sodium pentahydraté ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), pesés à 0,005 g près, dans environ 500 cm^3 d'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 cm^3 .

Ajouter 5 cm^3 d'alcool *n*-amylique et agiter la solution dans la fiole, jusqu'à dissolution totale.

Diluer à 1 000 cm³ 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-iodure de potassium (4.2) comme indiqué ci-dessous :

À l'aide d'une pipette de précision, prélever 25 cm³ de solution d'iodate-iodure de potassium (4.2), les verser dans une fiole conique de 250 cm³, et ajouter 3 cm³ de solution d'acide sulfurique à environ 20 % (m/m) pour libérer l'iode. Ajouter la solution de thiosulfate de sodium, à l'aide d'une burette, jusqu'à apparition d'une teinte jaune pâle. Ajouter environ 5 cm³ de la solution d'indicateur à l'amidon (4.1) et poursuivre le titrage jusqu'à ce qu'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 cm³ près.

Calculer la concentration c_1 , exprimée en moles par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium à l'aide de l'équation

$$c_1 = \frac{25 \times 0,039\ 41}{V_1}$$

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

NOTE — Le facteur de concentration est $25/V_1$, mais celui-ci peut être ajusté à 1,00 si on le désire.

4.4 Iode, solution titrée, $c(1/2 I_2) = 0,047\ 28\ \text{mol/dm}^3$, 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 cm³.

Ajouter environ 30 cm³ 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 cm³ 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 étalonner (4.3) de la façon suivante :

À l'aide d'une pipette de précision, prélever exactement 25 cm³ de la solution d'iode à étalonner et les verser dans une fiole conique de 250 cm³.

Titre le contenu avec la solution de thiosulfate de sodium précédemment étalonner (4.3). Lorsque la couleur de la solution d'iode devient très pâle, ajouter environ 1 cm³ de solution d'indicateur à l'amidon (4.1) et arrêter le titrage à la disparition de la teinte bleue.

Calculer la concentration c_2 , exprimée en moles par décimètre cube, de la solution d'iode à l'aide de l'équation

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{25}$$

où

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

c_1 est défini en 4.3.2.

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

$$\frac{V_3 \times c_2}{c_3} = V_3$$

où

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

c_2 est la concentration, exprimée en moles par décimètre cube, de la solution d'iode avant la correction;

c_3 est la concentration, exprimée en moles par décimètre cube, de la solution d'iode désirée (0,047 28 mol/dm³).

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 étalonner à $\pm 0,000\ 05\ \text{mol/dm}^3$, c'est-à-dire que sa concentration doit être comprise entre 0,047 23 mol/dm³ et 0,047 33 mol/dm³.
- 3 Tous les réactifs doivent être conservés dans des flacons en verre ambré (5.8) bouchés, dans une enceinte à l'abri de la lumière.

Les solutions d'iode et de thiosulfate de sodium doivent être préparées, étalonner et conservées de préférence à une température de $23 \pm 2\ ^\circ\text{C}$ ou de $27 \pm 2\ ^\circ\text{C}$ (voir aussi chapitre 7).

- 4 La solution d'iode doit être rejetée lorsque sa concentration s'écarte de plus de 0,000 4 mol/dm³ de la concentration nominale.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Balance analytique, précise à 0,1 mg.

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

5.3 Étuve, de préférence à tirage naturel, réglable à une température de $105 \pm 2\ ^\circ\text{C}$.

5.4 Fioles jaugées, munies de bouchons, de capacité $1\,000 \pm 0,20\text{ cm}^3$.

5.5 Pipettes jaugées, de haute précision :

- a) de 20 cm^3 , jaugée à $\pm 0,015\text{ cm}^3$;
- b) de 25 cm^3 , jaugée à $\pm 0,02\text{ cm}^3$.

5.6 Burettes, de haute précision :

- a) de 25 cm^3 , jaugée à $\pm 0,025\text{ cm}^3$;
- b) de 50 cm^3 , jaugée à $\pm 0,04\text{ cm}^3$.

NOTE — Les burettes et pipettes de haute précision 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 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 8.2, 8.4 et 8.6), 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.

5.7 Flacons, munis de bouchons rodés en verre, de capacités 250 cm^3 et 500 cm^3 .

5.8 Flacons, en verre ambré, munis de bouchons rodés, de capacité 1 dm^3 .

5.9 Tubes pour centrifugeuse, de capacité 50 cm^3 , avec bouchons à vis munis chacun 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 Centrifugeuse, pouvant tourner à une vitesse de plus de $1\,000\text{ tr/min}$.

6 Préparation de l'échantillon

Sécher une quantité suffisante de noir de carbone durant 1 h à une température de $105 \pm 2\text{ °C}$ ou $125 \pm 1\text{ °C}$, conformément aux prescriptions de l'ISO 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, de préférence, être effectué dans un local ayant une température ambiante de $23 \pm 2\text{ °C}$ et une humidité relative de $50 \pm 5\%$ ou $27 \pm 2\text{ °C}$ 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 durant au moins quelques heures avant leur emploi.

Le local d'essais 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 Mode opératoire

8.1 En présence d'un agent desséchant, peser, à $0,1\text{ mg}$ près, dans un tube pour centrifugeuse (5.9), aussi rapidement que possible, la prise d'essai suivante de noir de carbone séché :

- $0,500\text{ g}$ pour les noirs de carbone ayant un indice d'adsorption d'iode inférieur ou égal à 135;
- $0,250\text{ g}$ pour les noirs de carbone ayant un indice d'adsorption d'iode compris entre 135 et 500;
- $0,125\text{ g}$ 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 être mentionnées 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^3 de la solution d'iode (4.4) dans le tube pour centrifugeuse 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 durant 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 $1\,000\text{ tr/min}$, durant 1 min pour le noir en granules ou durant 3 min pour le noir en poudre, cette durée étant comptée à partir du moment où la vitesse de rotation dépasse $1\,000\text{ tr/min}$.

NOTE — Maintenir le tube pour centrifugeuse 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^3 , laissant la prise d'essai de noir de carbone au fond du tube. Immédiatement après transvasement, prélever exactement 20 cm^3 de solution avec une pipette de haute précision (5.5) et les verser dans une fiole conique de 250 cm^3 .

On peut également, à titre de variante, prélever directement 20 cm^3 de solution d'iode dans le tube pour centrifugeuse 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 cm³ de la solution d'indicateur à l'amidon (4.1) et poursuivre le titrage jusqu'à ce qu'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 cm³ près.

8.6 Effectuer un essai à blanc sur 25 cm³ de la solution d'iode (4.4), et, après avoir agité, centrifugé et versé dans un bécher, en prélever exactement 20,00 cm³ pour titrage ou les pipetter directement du tube comme décrit en 8.4.

9 Expression des résultats

Calculer l'indice d'adsorption d'iode IAN, exprimé en milligrammes d'iode adsorbé par gramme de noir de carbone, à 0,1 mg/g près, à l'aide de l'équation

$$\begin{aligned} \text{IAN} &= (V_4 - V_5) \times 126,9 c_1 \times \frac{5}{4 m} \\ &= 158,6 (V_4 - V_5) \times \frac{c_1}{m} \end{aligned}$$

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;

c_1 est la concentration réelle, exprimée en moles par décimètre cube, de la solution de thiosulfate de sodium, calculée selon 4.3.2;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai de noir de carbone (8.1).

NOTE — Pour une masse de la prise d'essai égale à 0,5 g, l'équation est réduite à

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

10 Procès-verbal d'essai

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

- référence à la présente Norme internationale;
- identification complète de l'échantillon;
- conditions d'essai;
- masse de la prise d'essai utilisée;
- résultats obtenus;
- température de séchage utilisée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1304:1985
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3658684e-96d8-410e-aa/4-52a152a25bd2/iso-1304-1985>