

---

---

**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 1304:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167158c7-e324-451f-b1f4-2d2e570cd67c/iso-1304-2016)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167158c7-e324-451f-b1f4-  
2d2e570cd67c/iso-1304-2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167158c7-e324-451f-b1f4-2d2e570cd67c/iso-1304-2016)



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

ISO 1304:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167158c7-e324-451f-b1f4-2d2e570cd67c/iso-1304-2016>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401  
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland  
Tel. +41 22 749 01 11  
Fax +41 22 749 09 47  
copyright@iso.org  
www.iso.org

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Principe</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>1</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Préparation des solutions</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Étalonnage des solutions</b> .....	<b>6</b>
7.1    Généralités.....	6
7.2    Solution de thiosulfate de sodium.....	6
7.3    Solution d'iode.....	7
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>8</b>
8.1    Conditions d'essai.....	8
8.2    Préparation de l'échantillon.....	8
8.3    Détermination de l'indice d'adsorption d'iode.....	8
<b>9</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>9</b>
<b>10</b> <b>Vérification en utilisant les noirs de carbone de référence</b> .....	<b>10</b>
<b>11</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Fidélité</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Numéros CAS des réactifs</b> .....	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</b>

## 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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir [www.iso.org/brevets](http://www.iso.org/brevets)).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html)

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'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 cinquième édition annule et remplace la quatrième édition (ISO 1304:2006), qui a fait l'objet d'une révision technique avec les modifications suivantes:

- l'[Article 2](#) «Références normatives» a été mis à jour;
- la méthode préférentielle est stipulée dans le domaine d'application et en [7.2.5](#);
- [4.1](#) (balance analytique) et [4.12](#) (dessiccateur) ont été mis à jour;
- la tolérance du pesage en [6.1.5](#) a été modifiée en 0,01 g;
- les données de fidélité ont été déplacées dans une annexe informative.

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

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

## 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:

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

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 sur l'indice d'adsorption d'iode.

ISO 1304:2016

En cas de litige, la méthode préférentielle est la méthode B (titrage potentiométrique).

## 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, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *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*

## 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 (bêchers, entonnoirs, cuillère en porcelaine, flacons de pesée, etc.), et les suivants:

**4.1 Balance analytique**, de sensibilité:

- a) 0,01 g (pour [6.1.5](#) et [7.3.5](#));
- b) 0,1 mg (pour les autres paragraphes).

**4.2 Étuve**, de préférence à tirage naturel, réglable à une température de  $\pm 1$  °C à 125 °C et à une uniformité de température de  $\pm 5$  °C.

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

- a) 2 000 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,60$  cm<sup>3</sup>;
- b) 1 000 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,40$  cm<sup>3</sup>.

**4.4 Distributeur automatique**, d'une capacité de 25 cm<sup>3</sup>, jaugé à  $\pm 0,03$  cm<sup>3</sup>, ou **pipettes jaugées**, d'une grande exactitude, d'une capacité de:

- a) 20 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,03$  cm<sup>3</sup>;
- b) 25 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,03$  cm<sup>3</sup>.

Si des pipettes de classe A conformément à l'ISO 648 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans le cas contraire, les pipettes doivent être étalonnées, à 0,01 cm<sup>3</sup>, 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 cm<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> et 25 cm<sup>3</sup> ayant des corrections d'étalonnage de même grandeur et de même signe.

tech STANDARDS PRIVATE  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167158c7-e324-451f-b1f4-2d2e570cd67c/iso-1304-2016>

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

- a) 25 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,05$  cm<sup>3</sup>;
- b) 50 cm<sup>3</sup>, avec une tolérance de  $\pm 0,05$  cm<sup>3</sup>.

Si des burettes de classe A conformément à l'ISO 385 sont utilisées, aucun étalonnage n'est nécessaire. Dans le cas contraire, les burettes doivent être étalonnées, 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 exactitude de 0,01 cm<sup>3</sup> 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 bouchés**, munis de bouchons rodés, de capacités de 250 cm<sup>3</sup> et de 500 cm<sup>3</sup>.

**4.7 Flacons en verre**, munis de bouchons rodés, d'une capacité de 2 000 cm<sup>3</sup>.

**4.8 Flacons en verre ambré**, munis de bouchons rodés, de capacités de 1 000 cm<sup>3</sup> et de 2 000 cm<sup>3</sup>.

**4.9 Tubes pour centrifugeuse**, d'une capacité de 50 cm<sup>3</sup>, avec bouchons à vis et revêtement polyéthylène.

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

**4.10 Agitateur mécanique**, capable d'une cadence de 240 coups/min avec une longueur de coup de 25 mm.

**4.11 Centrifugeuse**, avec une vitesse minimale de 105 rad/s (1 000 r/min).

**4.12 Dessiccateur**, avec du gel de silice comme dessiccatif.

**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<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>)**, en pourcentage en masse de 98 %,  $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ .

**5.8 Amidon soluble** (pour la méthode À uniquement).

**5.9 Acide salicylique (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>3</sub>)** (pour la méthode À uniquement).

## 6 Préparation des solutions

**6.1 Solution d'iode**, 0,023 64 mol/dm<sup>3</sup> (0,047 28 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 (7.3) sont à suivre précisément.

**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** Introduire environ trois quarts du KI dans une fiole jaugée propre de 2 000 cm<sup>3</sup> (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<sup>3</sup> avec suffisamment d'eau (5.1) pour le dissoudre.

**6.1.5** Peser à 0,01 g près, 12,000 g d'iode à l'aide de la balance [4.1 a)] 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 cm<sup>3</sup>.

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

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

**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.

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 une nuit avant de l'utiliser.

## **6.2 Solution de thiosulfate de sodium, 0,05 mol/dm<sup>3</sup> (0,05 N).**

**NOTE** Les versions précédentes de la présente Norme internationale exigeaient que la concentration de thiosulfate soit de 0,039 4 mol/dm<sup>3</sup> (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/dm<sup>3</sup> (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/dm<sup>3</sup> (0,039 4 N) est toujours autorisée. Dans ce cas, les instructions pour la préparation de la solution, les formules utilisées pour son étalonnage et les formules utilisées pour le calcul de l'indice d'adsorption d'iode sont à modifier 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 cm<sup>3</sup> (4.3).

**6.2.3** Ajouter à l'aide de l'entonnoir 1 litre d'eau (5.1). Laver minutieusement.

**6.2.4** Ajouter 10 cm<sup>3</sup> 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 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 cm<sup>3</sup> (voir 4.3), dissoudre 57,0 g (pesé 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 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 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1) dans un cylindre gradué et transvaser dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

**6.4.2** Mesurer 25 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> (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 À uniquement).

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

**6.5.2** Porter à ébullition 1 000 cm<sup>3</sup> d'eau (5.1) dans un bécher de 2 000 cm<sup>3</sup> 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 environ 10 min.

**6.5.4** Laisser la solution refroidir et décanter jusqu'à température ambiante, après décantation, verser la partie limpide dans des flacons en verre de 500 cm<sup>3</sup> (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 (4.5) avec la solution de thiosulfate de sodium non étalonnée (6.2). Faire passer 2 cm<sup>3</sup> à 3 cm<sup>3</sup> 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** Avec une pipette (4.4), transvaser exactement 20 cm<sup>3</sup> de la solution d'iodure/iodate de potassium (6.3) dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup> ou dans un bécher de titrage.

**7.2.3** Ajouter environ 3 cm<sup>3</sup> 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).

**7.2.4.2** Ajouter approximativement 5 cm<sup>3</sup> d'indicateur à l'amidon (6.5) dans la fiole.

**7.2.4.3** Poursuivre le titrage jusqu'à ce qu'une goutte de la solution de thiosulfate de sodium provoque le virage du bleu ou bleu-violet à l'incolore. Laver la pointe de la burette et les parois de la fiole avec de l'eau (5.1).

**7.2.4.4** Poursuivre lentement l'ajout du thiosulfate goutte à goutte (ou avancer le compteur de la burette numérique par incrément de 0,01 cm<sup>3</sup>) jusqu'à ce que la couleur bleue ait complètement viré à l'incolore.

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

Pour atteindre la performance maximale avec une burette en verre, il est recommandé d'utiliser une petite loupe pour lire sur la burette avec une exactitude de 0,025 cm<sup>3</sup>.

**7.2.4.6** Répéter les étapes de 7.2.2 à 7.2.4.5 pour obtenir une double détermination.

**7.2.4.7** Passer à 7.2.6.

#### 7.2.5 Titrage potentiométrique (méthode B) — Méthode différentielle

**7.2.5.1** Introduire le bécher de titrage dans le titrimètre automatique, immerger l'électrode dans la solution et commencer le titrage avec la solution de thiosulfate conformément aux instructions du fabricant.

**7.2.5.2** À la fin du titrage, lire le volume de titrage  $V_1$  affiché par le titrimètre à 0,01 cm<sup>3</sup> près.

**7.2.5.3** Répéter les étapes de 7.2.2, 7.2.3, 7.2.5.1 et 7.2.5.2 pour obtenir une double détermination.

**7.2.6** Calculer la concentration, en mol/dm<sup>3</sup>, de la solution de thiosulfate de sodium  $c_1$  comme suit:

$$c_1 = \frac{20 \times 6 \times 0,008\,333}{V_1} \quad (1)$$

où

20 est le volume de la solution d'iodate/iodure (6.3) à titrer, exprimé en cm<sup>3</sup>;

6 est le facteur stœchiométrique;

0,008 333 est la concentration de la solution d'iodure/iodate de potassium (6.3), exprimée en mol/dm<sup>3</sup>;

$V_1$  est le volume de titrage moyen, en cm<sup>3</sup>, des déterminations réalisées en double.

### 7.3 Solution d'iode

**7.3.1** Remplir une burette en verre (ou numérique) avec la solution étalonnée de thiosulfate de sodium tel qu'indiqué en 7.2.1.

**7.3.2** À l'aide de la pipette (4.4), transvaser exactement 20 cm<sup>3</sup> de la solution d'iode non étalonnée dans une fiole conique d'une capacité de 250 cm<sup>3</sup> ou un bécher de titrage.

**7.3.3** Titrer le contenu de la fiole avec la solution étalonnée de thiosulfate de sodium (6.1), en suivant le mode opératoire décrit en 7.2.4 ou en 7.2.5.

**7.3.4** Calculer la concentration, en mol/dm<sup>3</sup>, de la solution d'iode  $c_2$  comme suit:

$$c_2 = \frac{V_2 \times c_1}{2 \times 20} \quad (2)$$

où

$V_2$  est le volume de titrage moyen, en cm<sup>3</sup>, des déterminations réalisées en double;

$c_1$  est la concentration de la solution étalonnée de thiosulfate de sodium, exprimée en mol/dm<sup>3</sup>, telle que calculée en 7.2.6;

2 est le facteur stœchiométrique;

20 est le volume de la solution étalonnée de thiosulfate de sodium à titrer, exprimé en cm<sup>3</sup>.

**7.3.5** Pour être acceptable, la concentration  $c_2$  de la solution d'iode doit être égale à 0,023 64 mol/dm<sup>3</sup> ± 0,000 05 mol/dm<sup>3</sup>.

Si la concentration n'est pas comprise dans cette plage, la solution peut être ajustée comme suit:

- si la concentration de 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>);
- si la concentration de 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>).

NOTE Il peut être plus pratique de verser l'iode provenant d'une solution concentrée.

Dans les deux cas, il est essentiel d'homogénéiser la solution ajustée avec soin et de recommencer l'ensemble du mode opératoire d'étalonnage (7.3).