
**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*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	1
5 Réactifs	3
6 Préparation des solutions	3
7 Étalonnage des solutions	6
7.1 Généralités.....	6
7.2 Solution de thiosulfate de sodium.....	6
7.3 Solution d'iode.....	7
8 Mode opératoire	8
8.1 Conditions d'essai.....	8
8.2 Préparation de l'échantillon.....	8
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	10
11 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Fidélité	11
Annexe B (informative) Numéros CAS des réactifs	13
Bibliographie	14

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).

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).

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

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.

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 ± 1 °C à 125 °C et à une uniformité de température de ± 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 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,60$ cm³;
- b) 1 000 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,40$ cm³.

4.4 Distributeur automatique, d'une capacité de 25 cm³, jaugé à $\pm 0,03$ cm³, ou **pipettes jaugées**, d'une grande exactitude, d'une capacité de:

- a) 20 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,03$ cm³;
- b) 25 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,03$ cm³.

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 cm³, 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 cm³ 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 cm³ et 25 cm³ ayant des corrections d'étalonnage de même grandeur et de même signe.

4.5 Burettes numériques, avec compteur par incrément de 0,01 cm³ et commande de remise à zéro, étalonnées à $\pm 0,05$ cm³, ou **burettes** (pour la méthode A uniquement), de grande exactitude, à robinet de remplissage latéral, graduées tous les 0,05 cm³ et dotées d'un zéro automatique, d'une capacité de:

- a) 25 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,05$ cm³;
- b) 50 cm³, avec une tolérance de $\pm 0,05$ cm³.

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 cm³ 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 cm³ 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 cm³ et de 500 cm³.

4.7 Flacons en verre, munis de bouchons rodés, d'une capacité de 2 000 cm³.

4.8 Flacons en verre ambré, munis de bouchons rodés, de capacités de 1 000 cm³ et de 2 000 cm³.

4.9 Tubes pour centrifugeuse, d'une capacité de 50 cm³, 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 (I₂).

5.3 Iodure de potassium (KI).

5.4 Iodate de potassium (KIO₃).

5.5 Thiosulfate de sodium pentahydraté (Na₂S₂O₃·5H₂O).

5.6 Alcool *n*-amylique (C₅H₁₁OH).

5.7 Acide sulfurique (H₂SO₄), 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 (C₇H₆O₃) (pour la méthode A uniquement).

6 Préparation des solutions

6.1 Solution d'iode, 0,023 64 mol/dm³ (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 cm³.

6.1.2 Introduire environ trois quarts du KI dans une fiole jaugée propre de 2 000 cm³ (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 cm³ avec suffisamment d'eau (5.1) pour le dissoudre.