

NORME  
INTERNATIONALE

**ISO**  
**2454**

Troisième édition  
1995-04-01

---

---

**Produits en caoutchouc — Dosage du  
zinc — Méthode titrimétrique à l'EDTA**

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
*Rubber products — Determination of zinc content — EDTA titrimetric  
method*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2454:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbfc6-d438-4eb8-afbb-fb8f28e4c85a/iso-2454-1995>



Numéro de référence  
ISO 2454:1995(F)

## 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 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.

La Norme internationale ISO 2454 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 2454:1982), dont elle constitue une révision mineure.

ITC STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 2454:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso-2454-1995-d438-4eb8-afbb-800000000000/iso-2454-1995>

© ISO 1995

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Produits en caoutchouc — Dosage du zinc — Méthode titrimétrique à l'EDTA

**AVERTISSEMENT** — Les utilisateurs de la présente Norme internationale doivent être familiarisés avec les pratiques d'usage en laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas la prétention d'aborder tous les problèmes de sécurité concernés par son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de consulter et d'établir des règles de sécurité et d'hygiène appropriées et de déterminer l'applicabilité des restrictions réglementaires avant utilisation.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode titrimétrique à l'EDTA pour le dosage du zinc dans tous les produits en caoutchouc.

La présence de plomb, calcium, magnésium, fer, titane, antimoine, silice et silicates dans les cendres ne gêne pas. Cependant, la méthode n'est pas applicable en présence de cobalt.

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 247:1990, *Caoutchouc — Détermination du taux de cendres*.

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Spécifications générales*.

ISO 9028:1989, *Caoutchouc — Dissolution par attaque acide*.

## 3 Principe

Une prise d'essai est incinérée et les cendres obtenues sont dissoutes dans l'acide chlorhydrique. La silice est extraite par traitement aux acides fluorhydrique et sulfurique. Le calcium et le magnésium sont précipités sous forme d'hexafluoroaluminates, par addition de chlorure d'aluminium et de fluorure d'aluminium, le fer, le titane et l'aluminium en excès étant complexés par les ions fluorure (l'interférence d'importantes quantités de fer est davantage réduite par addition de pentanedione-2,4). Le zinc est titré avec une solution titrée d'EDTA (sel disodique), en présence de dithizone comme indicateur.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Acétone.

**4.2 Pentanedione-2,4**, solution à 10 % (V/V) dans l'acétone (4.1).

**4.3 Acide chlorhydrique**,  $\rho = 1,18 \text{ Mg/m}^3$ .

**4.4 Acide sulfurique**,  $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$ .

**4.5 Acide fluorhydrique**, solution à 48 % (m/m).

**4.6 Hydroxyde d'ammonium**, solution,  
 $\rho = 0,91 \text{ Mg/m}^3$ .

#### 4.7 Solution tampon.

Dissoudre 60 g d'acide acétique ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) et 77 g d'acétate d'ammonium ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ), dans de l'eau et compléter à  $1\,000 \text{ cm}^3$  avec de l'eau.

**4.8 Chlorure d'aluminium**, solution,  
 $c(\text{AlCl}_3,6\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ .

Dissoudre 2,42 g de chlorure d'ammonium hexahydraté ( $\text{AlCl}_3,6\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à  $100 \text{ cm}^3$  avec de l'eau.

**4.9 Chlorure de magnésium**, solution,  
 $c(\text{MgCl}_2,6\text{H}_2\text{O}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$ .

Dissoudre 2,03 g de chlorure de magnésium hexahydraté ( $\text{MgCl}_2,6\text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et compléter à  $100 \text{ cm}^3$  avec de l'eau.

**4.10 Fluorure d'ammonium**, solution,  
 $c(\text{NH}_4\text{F}) = 3 \text{ mol/dm}^3$ .

Dissoudre 55,5 g de fluorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) dans de l'eau et compléter à  $500 \text{ cm}^3$  avec de l'eau. [ISO 2454:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbf6-d438-4eb8-af1b-1b8128e4c85a/iso-2454-1995)

Conserver dans un flacon en polyéthylène ou protégé avec de la cire.

**4.11 Chlorure de zinc**, solution étalon de référence contenant 1 mg de ZnO par décimètre cube.

Calciner de l'oxyde de zinc dans un creuset en porcelaine durant 2 h, dans le four (5.1) maintenu à  $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ , puis laisser refroidir dans un dessiccateur. Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g du réactif séché, et le dissoudre dans un mélange formé de  $50 \text{ cm}^3$  d'eau et de  $20 \text{ cm}^3$  de l'acide chlorhydrique (4.3). Transvaser dans une fiole jaugée de  $1\,000 \text{ cm}^3$  et compléter au volume avec de l'eau.

$1 \text{ cm}^3$  de cette solution étalon de référence contient 1 mg de ZnO.

**4.12 EDTA (sel disodique) [Sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique dihydraté]**, solution titrée,  
 $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2,2\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$ .

##### 4.12.1 Préparation

Dissoudre 3,72 g d'EDTA (sel disodique) dans de l'eau et compléter à  $1\,000 \text{ cm}^3$  avec de l'eau.

##### 4.12.2 Étalonnage

À l'aide d'une pipette, transvaser  $25 \text{ cm}^3$  de la solution étalon de référence de chlorure de zinc (4.11) dans une fiole conique de  $250 \text{ cm}^3$ . Ajouter  $5 \text{ cm}^3$  de l'acide chlorhydrique (4.3) et opérer conformément à 6.3, deuxième alinéa, en commençant à: «...ajouter  $2 \text{ cm}^3$  de la solution de chlorure d'aluminium...». Procéder au titrage en utilisant la burette de  $50 \text{ cm}^3$  (5.3).

##### 4.12.3 Facteur d'étalonnage

Calculer le facteur d'étalonnage,  $T$ , de la solution d'EDTA (sel disodique), exprimé en grammes d'oxyde de zinc (ZnO) par centimètre cube, à l'aide de l'équation

$$T = \frac{m_1}{40 V_1}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, d'oxyde de zinc séché utilisé dans la préparation de la solution étalon de référence de chlorure de zinc (4.11);

$V_1$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'EDTA (sel disodique) utilisé pour le titrage de la solution étalon de référence de chlorure de zinc (4.11).

**4.13 Dithizone**, solution d'indicateur.

Dissoudre 0,01 g de dithizone [diphényl-1,5 thiocarbazone] dans  $10 \text{ cm}^3$  de l'acétone (4.1).

Préparer une solution fraîche toutes les 48 h.

**4.14 Papier indicateur au méthylorange.**

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**5.1 Four à moufle**, réglable à  $550 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ .

**5.2 Burette**, de  $10 \text{ cm}^3$  de capacité, graduée tous les  $0,02 \text{ cm}^3$ , conforme aux prescriptions générales de l'ISO 385-1, classe A.

**5.3 Burette**, de  $50 \text{ cm}^3$  de capacité, graduée tous les  $0,1 \text{ cm}^3$ , conforme aux prescriptions générales de l'ISO 385-1, classe A.

**5.4 Creusets en platine**, de  $50 \text{ cm}^3$  de capacité.

## 6 Mode opératoire

**6.1** Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g de l'échantillon pour essai. Placer cette prise d'essai dans l'un des creusets en platine (5.4) et la réduire en cendres conformément à la méthode A prescrite dans l'ISO 247:1990. En présence de caoutchoucs halogénés, utiliser la méthode A prescrite dans l'ISO 9028:1989.

Laisser refroidir le creuset et ajouter environ 50 cm<sup>3</sup> de l'acide chlorhydrique (4.3). Transférer le contenu du creuset dans un bécher de 250 cm<sup>3</sup>, avec environ 50 cm<sup>3</sup> d'eau. Faire dissoudre les masses de cendres agglomérées à l'aide d'un agitateur en verre. S'il y a quelque résidu insoluble après refroidissement, procéder conformément à 6.2. S'il n'y a aucun résidu insoluble, procéder conformément à 6.3.

**6.2** Filtrer le résidu sur un papier filtre sans cendres. Conserver le filtrat. Placer le résidu insoluble et le papier filtre dans un second creuset en platine (5.4); chauffer ensuite au-dessus de la flamme d'un brûleur, afin de volatiliser l'excès d'acide sulfurique. Placer le creuset et son contenu dans le four à moufle (5.1) maintenu à 550 °C ± 25 °C, et chauffer jusqu'à ce que le carbone soit oxydé et jusqu'à obtention d'une cendre claire.

Mouiller le résidu avec 5 à 10 gouttes de l'acide sulfurique (4.4) et 5 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide fluorhydrique (4.5) sous une hotte. Faire évaporer l'acide fluorhydrique et arrêter le chauffage aussitôt que le dégagement de fumées blanches signale la décomposition de l'acide sulfurique. Après refroidissement, ajouter de nouveau 5 à 10 gouttes de l'acide sulfurique et 5 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide fluorhydrique. Recommencer l'évaporation de l'acide fluorhydrique et ajouter 1 cm<sup>3</sup> de l'acide sulfurique et 5 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide fluorhydrique au résidu humide. Faire évaporer l'acide fluorhydrique et arrêter le chauffage dès l'apparition de fumées blanches.

Verser le contenu du creuset avec soin dans le filtrat conservé, laver le creuset avec de l'eau distillée et ajouter les eaux de lavage au filtrat.

**6.3** Si nécessaire, faire évaporer la solution ou le filtrat pour ramener à un volume d'environ 50 cm<sup>3</sup>. Transvaser la solution refroidie dans une fiole jaugée de 100 cm<sup>3</sup> et compléter au volume avec de l'eau. Choisir une partie aliquote d'après le tableau 1, en fonction de la teneur présumée en zinc, et introduire cette partie dans une fiole conique de 250 cm<sup>3</sup>.

Tableau 1 — Parties aliquotes

Teneur présumée en ZnO % (m/m)	Partie aliquote cm <sup>3</sup>	Capacité de la burette à utiliser cm <sup>3</sup>
≤ 3	25	10 (5.2)
> 3 mais ≤ 8	10	10 (5.2)
> 8	10	50 (5.3)

Si nécessaire, diluer cette partie aliquote à 25 cm<sup>3</sup>, ajouter 2 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'aluminium (4.8), 5 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure de magnésium (4.9) et 10 cm<sup>3</sup> de la solution de fluorure d'ammonium (4.10).

Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6) jusqu'à indication alcaline au papier indicateur au méthylorange (4.14). Acidifier avec environ 1 cm<sup>3</sup> de l'acide sulfurique (4.4). Amener la solution à ébullition, puis laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.6) pour parvenir juste à l'alcalinité, puis en ajouter un excès de 0,5 cm<sup>3</sup>. Ajouter 10 cm<sup>3</sup> de la solution tampon (4.7), 60 cm<sup>3</sup> de l'acétone (4.1), 5 cm<sup>3</sup> de la solution de pentanedione-2,4 (4.2) et 5 gouttes de la solution de dithizone (4.13). Refroidir la solution dans un bain de glace.

**6.4** Titrer avec la solution titrée d'EDTA (sel disodique) (4.12), en utilisant la burette appropriée indiquée dans le tableau 1. Le point de fin de titrage est atteint à la couleur jaune-vert, qui ne doit pas varier avec l'addition d'une nouvelle goutte de la solution titrée d'EDTA (sel disodique).

## 7 Expression des résultats

Calculer la teneur en zinc, exprimée en pourcentage en masse d'oxyde de zinc (ZnO), à l'aide de la formule

$$\frac{T \times V_2 \times 100 \times 100}{V_3 \times m_2}$$

où

$T$  est le facteur d'étalonnage calculé conformément à 4.12.3;

$V_2$  est le volume, en centimètres cubes, de la solution titrée d'EDTA (sel disodique) (4.12) utilisé pour le titrage de la partie aliquote prélevée dans la solution d'essai;

$V_3$  est le volume, en centimètres cubes, de la partie aliquote;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) méthode d'incinération utilisée;
- d) résultats et mode d'expression utilisé;
- e) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- f) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives;
- g) date de l'essai.

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

[ISO 2454:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbfc6-d438-4eb8-afbb-fb8f28e4c85a/iso-2454-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbfc6-d438-4eb8-afbb-fb8f28e4c85a/iso-2454-1995>

Page blanche

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

ISO 2454:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbfc6-d438-4eb8-afbb-fb8f28e4c85a/iso-2454-1995>

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

ISO 2454:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/967cbfc6-d438-4eb8-afbb-fb8f28e4c85a/iso-2454-1995>

---

---

### ICS 83.060

**Descripteurs:** caoutchouc, caoutchouc vulcanisé, produit en caoutchouc, analyse chimique, dosage, zinc, méthode volumétrique.

Prix basé sur 4 pages

---

---