
NORME INTERNATIONALE



4312

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

Agents de surface — Contrôle de certains effets de blanchissage — Méthodes d'analyse et d'essai d'un tissu de coton témoin non souillé

Surface active agents — Evaluation of certain effects of laundering — Methods of analysis and test for unsoiled cotton control cloth

Première édition — 1979-02-01

CDU 661.185 : 620.16

Réf. n° : ISO 4312-1979 (F)

Descripteurs : agent de surface, essai, essai de lavage, essai d'usure, tissu de coton, spécimen d'essai.

SOMMAIRE	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Références	1
3 Prélèvement des éprouvettes et des échantillons dans les bandes témoins . . .	2
4 Détermination du grisage intrinsèque (grisage mesuré en l'absence de rayonnement ultraviolet)	2
4.1 Objet et domaine d'application	2
4.2 Définitions	2
4.3 Principe	3
4.4 Appareillage	3
4.5 Mode opératoire	3
4.6 Expression des résultats	3
5 Détermination du jaunissement intrinsèque (jaunissement mesuré en l'absence de rayonnement ultraviolet)	4
5.1 Objet et domaine d'application	4
5.2 Définitions	4
5.3 Principe	4
5.4 Appareillage	4
5.5 Mode opératoire	5
5.6 Expression des résultats	5
6 Détermination de l'augmentation de la teneur en incrustations organiques . .	5
6.1 Objet et domaine d'application	5
6.2 Principe	5
6.3 Réactif	5
6.4 Appareillage	5
6.5 Mode opératoire	6
6.6 Expression des résultats	6

ANNEXES

A	Détermination de l'augmentation (ou de la diminution) du degré de blancheur	15
B	Détermination de l'usure chimique à partir de la variation du degré de polymérisation moyen viscosimétrique dans une solution d'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II)	17
C	Détermination de l'usure chimique à partir de la variation du degré de polymérisation moyen viscosimétrique dans une solution de cuivre(II) di(éthylène diamine) (liqueur de Cuen)	19

FIGURES

1	Viscosimètre	22
2	Tube support pour viscosimètre.	22
3	Degré de polymérisation moyen viscosimétrique en fonction de l'indice de fluidité	23
4	Exemples de récipients pour dissoudre la cellulose (C.5.1)	24
5	Courbe de variation de l'incrément relatif de viscosité de solutions de cellulose dans la liqueur de Cuen en fonction du produit de l'indice limite de viscosité par la concentration en cellulose des solutions	25

Agents de surface — Contrôle de certains effets de blanchissage — Méthodes d'analyse et d'essai d'un tissu de coton témoin non souillé

0 INTRODUCTION

Il est rappelé que certains des effets du blanchissage sur le linge peuvent être évalués à l'aide de bandes de tissu de coton témoin non souillé qui sont lavées ensemble avec le linge normalement souillé. Cette évaluation n'est pas possible sur des pièces du linge normalement souillé lui-même, étant donné que celui-ci subit une usure et des modifications non contrôlables dues à l'usage qu'il subit entre les blanchissages consécutifs.

Cette usure et ces modifications ne font pas partie des effets du blanchissage et, en outre, leur variabilité extrême rendrait les mesures très peu reproductibles et encore moins comparables d'un laboratoire à l'autre. Par ailleurs, il n'est guère possible d'opérer avec un linge normalement souillé ayant des propriétés étalonnées.

L'emploi de bandes de tissu de coton témoin non souillé rigoureusement défini permet d'éliminer en grande partie les causes de variations étrangères au procédé de blanchissage lui-même, et c'est pour cette raison que leur emploi a été reconnu comme indispensable pour le contrôle des procédés de blanchissage employés par les blanchisseries industrielles.

Les conclusions relatives au tissu témoin non souillé ne peuvent être transposées au linge normalement lavé que pour autant que ce dernier ne s'éloigne pas trop du tissu témoin, soit par la nature des fibres constitutives, soit par la texture et la masse surfacique des tissus, soit par la présence d'apprêts, soit par le degré d'usure initial. Dans de tels cas, les résultats obtenus à l'aide du tissu témoin non souillé n'ont qu'une valeur de comparaison entre différents procédés ou variations dans un même procédé.

Lorsque le tissu de coton témoin non souillé est utilisé pour déterminer l'influence d'un seul facteur (par exemple le type de machine à laver, la nature ou la concentration du détergent, la nature ou la concentration de l'agent de blanchiment) au point de vue des effets produits sur le linge, il est bien entendu que les comparaisons ne sont valables que pour autant que tous les autres facteurs soient maintenus constants. En particulier, il convient de veiller à ce que les bandes de tissu de coton témoin mises en œuvre proviennent de la même livraison, que le linge normalement souillé soit toujours de même nature et qu'il ait un degré de souillure uniforme, que la dureté de l'eau soit toujours la même (pour autant que ce ne soit précisément pas l'influence de la dureté qu'on veuille étudier).

Il en résulte qu'en pratique, il convient de ne comparer entre eux les résultats obtenus dans différents laboratoires qu'après s'être assuré, par une étude préalable, de ce que toutes les conditions de comparaison soient satisfaites.

Dans des cas particuliers, on pourra être amené à ne déterminer que quelques-unes des caractéristiques parmi celles dont la détermination est décrite dans la présente Norme internationale.

La présente Norme internationale devra être lue conjointement avec l'ISO 2267.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie les méthodes à utiliser pour déterminer, dans des conditions parfaitement définies, certaines caractéristiques du tissu de coton témoin non souillé, en particulier le grisage et le jaunissement intrinsèque, l'augmentation de la teneur en incrustations organiques et en résidu d'incinération, la détermination de la perte globale de force de rupture, de la perte de force de rupture résultant de la dégradation chimique de la cellulose et de la perte de force de rupture provoquée par des facteurs mécaniques au cours du blanchissage, aussi bien avant qu'après sa mise en œuvre, de façon à permettre l'évaluation de certains effets du blanchissage.

En vue d'un contrôle courant des effets du procédé de blanchissage des articles en coton employé par les blanchisseries industrielles, il peut être judicieux de n'utiliser que certaines de ces méthodes. D'autre part, tandis que les méthodes décrites dans la présente Norme internationale évaluent l'usure provoquée par une action mécanique importante, celles-ci ne permettent pas de déceler une variation dans les effets d'usure au cours des moindres différences apportées à l'action mécanique lors du blanchissage.

2 RÉFÉRENCES

ISO 139, *Textiles — Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*

ISO/R 1628, *Matières plastiques — Directives pour la normalisation des méthodes de détermination de la viscosité des solutions diluées de polymères.*

Par contre, des résultats en général non identiques sont obtenus si l'on mesure (au moyen d'un spectrophotomètre) la diminution de la réflectance spectrale (en pourcentage) pour une longueur d'onde choisie située dans la région verte du spectre, ou si l'on mesure (au moyen d'un réflectomètre) la valeur réflectométrique pour une lumière verte obtenue au moyen d'un filtre vert choisi. Dans ces deux cas, les résultats dépendent de la longueur d'onde ou du filtre utilisé(e), et ils peuvent différer sensiblement d'un laboratoire à l'autre. Bien entendu, il est possible de calculer la valeur de la luminance (en pourcentage) à partir de la courbe de réflectance spectrale (voir 4.4.1, note 2).

3 Ainsi qu'il en résulte des définitions données, le grisage intrinsèque n'est pas nécessairement visible lors de l'inspection visuelle à la lumière du jour ou même à la lumière d'autres sources d'illumination. En effet, toutes les sources de lumière habituelles, même les lampes à incandescence, émettent suffisamment de radiations ultraviolettes pour provoquer, dans une certaine mesure, la fluorescence des agents de blanchiment fluorescents éventuellement présents.

Dans le cas où le tissu témoin contient des agents de blanchiment fluorescents, le grisage intrinsèque, tel qu'il est défini en 4.2.4, n'est pas en rapport direct avec la blancheur visuelle.

4 Le degré de blancheur visuelle du linge blanc est, bien entendu, l'un des facteurs qui déterminent la qualité du blanchissage.

Cependant, la normalisation de la mesure du degré de blancheur visuelle n'est pas suffisamment avancée pour pouvoir inclure une méthode dans la présente Norme internationale.

L'annexe A décrit une méthode empirique qui donne satisfaction dans la majorité des cas rencontrés en pratique.

4.3 Principe

Mesurage de la valeur réflectométrique, R_g , du tissu de coton témoin avant et après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage, au moyen d'un réflectomètre (colorimètre photoélectrique) équipé d'un filtre tristimulus Y (vert), et suivant les conditions opératoires choisies de façon à éliminer tout effet de fluorescence.

La diminution de la valeur réflectométrique (diffuseur parfait = 100), qui dans ce cas est identique à la diminution de la luminance (en pourcentage), est une mesure du grisage intrinsèque.

4.4 Appareillage

4.4.1 Réflectomètre (colorimètre photoélectrique), susceptible d'être équipé d'un filtre tristimulus Y (vert), donnant, en combinaison avec la cellule photoélectrique et la source lumineuse, une sensibilité spectrale correspondant à la fonction colorimétrique CIE \bar{y} pour la source C et permettant d'exclure tout effet fluorescent (voir 4.2.5, note 2).

NOTES

1 Deux méthodes peuvent être employées pour éliminer la fluorescence. La première consiste à placer le filtre tristimulus Y (vert) entre la source lumineuse et le tissu à examiner. De cette façon, les lumières ultraviolettes et violettes nécessaires pour l'excitation de la fluorescence ne peuvent atteindre le tissu. La deuxième consiste à illuminer le tissu avec de la lumière blanche, mais en plaçant un filtre qui arrête les rayons ultraviolets entre la source et le tissu; le filtre tristimulus Y (vert) est placé entre le tissu et la cellule photoélectrique. Le filtre d'arrêt doit arrêter toutes les radiations en dessous de 450 nm.

2 Il est théoriquement possible d'obtenir, par le calcul, un résultat identique à partir de la courbe de réflectance spectrale déterminée au moyen d'un spectrophotomètre. Dans ce cas, il faudrait multiplier les données de la courbe spectrophotométrique par les compo-

santes trichromatiques spectrales $(\bar{y}H)\lambda$ pour la source C et intégrer ces produits sur toute l'étendue du spectre. Bien entendu, ici également, toute fluorescence doit être supprimée.

4.4.2 Deux plaques étalons, pour l'étalonnage du réflectomètre (4.4.1), l'une d'un blanc neutre ayant une luminance comprise entre 85 et 90 %, l'autre d'un gris neutre ayant une luminance comprise entre 60 et 75 %. Ces plaques doivent être étalonnées en fonction du diffuseur parfait (= 100) pour les filtres tristimulus Y (vert) et Z (bleu), dans les conditions de mesure du réflectomètre utilisé.

Des plaques étalons en matériaux divers peuvent être obtenues auprès de différents bureaux d'étalonnage nationaux. Les matériaux brillants sont plus faciles à maintenir; par contre, les matériaux mats donnent des valeurs réflectométriques qui sont moins dépendantes des conditions géométriques d'éclairage et d'observation.

NOTE — L'utilisation d'un seul étalon voisin de 100 % entraîne des erreurs si la réponse du réflectomètre n'est pas strictement linéaire dans toute l'étendue de mesure. Pour ces raisons, l'emploi d'au moins deux plaques étalons étalonnées est essentiel.

4.5 Mode opératoire

Le mode opératoire est fonction de l'appareil utilisé. Il doit permettre d'obtenir, avec le filtre tristimulus Y (vert) spécifié, une mesure correcte de la luminance (en pourcentage) du tissu, en excluant tout phénomène de fluorescence.

Exécuter les mesurages sur les diverses bandes de tissu de coton témoin au moins 12 h et au plus 7 jours après le repassage (ou le pressage) final. Durant cette période, les bandes doivent être conservées dans des conditions rigoureuses de propreté et à l'abri de la lumière.

Pour chaque mesure individuelle, plier la bande soumise à l'essai de façon à obtenir une épaisseur de huit couches; la couche supérieure, sur laquelle est effectué le mesurage, correspond à la face du tissu ayant été en contact avec la partie polie de la presse ou de la repasseuse-sècheuse. S'il n'est pas possible de distinguer les deux faces, par exemple si les bandes ont été séchées dans un séchoir rotatif, faire les mesurages pour moitié sur une face, pour moitié sur l'autre. Dix mesurages individuels sont ainsi répétés, à des endroits différents, pour chaque bande.

Répéter les mesurages sur chacune des bandes.

4.6 Expression des résultats

Le grisage intrinsèque, ΔG , est donné, en pourcentage, par la formule

$$\Delta G = R_{g_0} - R_g$$

où

R_{g_0} est la moyenne arithmétique, exprimée avec une décimale, des valeurs réflectométriques pour le filtre tristimulus Y (vert) [égales à la luminance (en pourcentage)], enregistrées sur le tissu de coton témoin;

R_g est la moyenne arithmétique, exprimée avec une décimale, des 3×10 valeurs réflectométriques pour le

une sensibilité spectrale correspondant à la fonction colorimétrique CIE \bar{z} pour la source C.

NOTES

1 Voir 4.4.1, note 1.

2 Il est théoriquement possible d'obtenir R_b par le calcul à partir de la courbe de réflectance spectrale déterminée au moyen d'un spectrophotomètre. Dans ce cas, il faudrait multiplier les ordonnées de la courbe spectrophotométrique par les composantes trichromatiques spectrales $(\bar{z}H)\lambda$ pour la source C et intégrer ces produits sur toute l'étendue du spectre. Bien entendu, ici également, toute fluorescence doit être supprimée.

5.5 Mode opératoire

Après avoir exécuté les mesurages décrits en 4.5, refaire les mesurages après avoir remplacé le filtre tristimulus Y (vert) par un filtre tristimulus Z (bleu), la valeur réflectométrique étant mesurée par rapport au diffuseur parfait (= 100), dans les mêmes conditions d'éclairage.

5.6 Expression des résultats

Le degré de jaune intrinsèque, J , des bandes lavées est conventionnellement donné par la formule

$$J = R_g - R_b$$

et le degré de jaune intrinsèque, J_0 , du tissu de coton témoin par la formule

$$J_0 = R_{g_0} - R_{b_0}$$

où

R_g et R_{g_0} ont la même signification qu'en 4.6;

R_b est la moyenne arithmétique, exprimée avec une décimale des 3×10 valeurs réflectométriques pour le filtre tristimulus Z (bleu), enregistré sur les trois bandes témoins ayant subi 25 (ou 50) cycles de blanchissage;

R_{b_0} est la moyenne arithmétique, exprimée avec une décimale, des valeurs réflectométriques pour le filtre tristimulus Z (bleu), enregistrées sur le tissu de coton témoin.

Le jaunissement intrinsèque, ΔJ , provoqué par les 25 (ou 50) cycles de blanchissage sur le tissu témoin, est donné par la formule

$$\Delta J = J_{25(50)} - J_0$$

Exprimer le résultat avec une décimale.

Lorsque $\Delta J > 0$, les blanchissages ont provoqué un jaunissement intrinsèque. Si $\Delta J = 0$, les blanchissages n'ont pas provoqué de jaunissement intrinsèque. Enfin, si $\Delta J < 0$, les blanchissages ont, soit diminué le degré de jaune intrinsèque du tissu de coton témoin, soit provoqué un virage vers le bleu.

NOTE — La valeur R_{b_0} correspondant au tissu de coton témoin n'est pas obligatoirement la valeur la plus élevée que peut présenter celui-ci, car les opérations de blanchissage qui lui seront appliquées ultérieurement pourront, dans certains cas, parfaire le résultat des seules opérations de traitement préparatoire.

Il est donc possible d'enregistrer, dans certains cas, des valeurs négatives de ΔJ .

Cela ne constitue pas un inconvénient dans le cas d'essais comparatifs.

Si, par contre, on désire utiliser ΔJ comme indice absolu de la qualité d'un blanchissage, par exemple dans le contrôle de qualité exécuté dans les blanchisseries commerciales, il est préférable de fixer une fois pour toutes une valeur constante de R_{b_0} égale aux valeurs les plus élevées présentées par le tissu de coton témoin au cours de différents essais.

Cette valeur maximale correspondant aux conditions de travail et à l'appareil utilisé dans chaque laboratoire, il ne peut en être proposé une valeur universelle. À titre indicatif, elle est en général comprise entre 86 et 90 %.

6 DÉTERMINATION DE L'AUGMENTATION DE LA TENEUR EN INCRUSTATIONS ORGANIQUES

6.1 Objet et domaine d'application

Le présent chapitre spécifie une méthode de détermination de l'augmentation de la teneur en matières organiques insolubles dans l'eau du tissu de coton témoin non souillé, provoquée par les 25 (ou 50) cycles de blanchissage spécifiés dans l'ISO 2267.

Ces incrustations, provenant principalement des savons de calcium et de magnésium, peuvent provoquer différents inconvénients : grisage, jaunissement, toucher gras, mouillage plus difficile, odeur désagréable, difficultés de calandrage.

6.2 Principe

Traitement, par un mélange éthanol/benzène, d'une masse connue de tissu de coton témoin, avant et après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage. Après extraction, évaporation de la solution des matières organiques extraites, et pesée du résidu sec.

6.3 Réactif

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue, et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Solvant d'extraction, consistant en un mélange formé de 9 volumes de benzène et de 1 volume d'éthanol à 96 % (V/V).

6.4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.4.1 Appareil extracteur, du type Soxhlet, à joints rodés normalisés, susceptible d'être protégé des rentrées d'humidité venant de l'atmosphère, et comprenant les éléments suivants :

6.4.1.1 Matras de recette.

6.4.1.2 Extracteur, de volume utile compris entre 150 et 250 ml.

6.4.1.3 Réfrigérant, adaptable au matras de recette (6.4.1.1) et à l'extracteur (6.4.1.2).

L'augmentation de la teneur en incrustations organiques, ΔI , provoquée par les 25 (ou 50) cycles de blanchissage, est donnée par la formule

$$\Delta I = I_{25(50)} - I_0$$

Exprimer le résultat avec une décimale.

7 DÉTERMINATION DE L'AUGMENTATION DU RÉSIDU D'INCINÉRATION (CENDRES)

7.1 Objet et domaine d'application

Le présent chapitre spécifie une méthode de détermination de l'augmentation du résidu d'incinération (cendres) du tissu de coton témoin non souillé, provoquée par les 25 (ou 50) cycles de blanchissage spécifiés dans l'ISO 2267.

Le tissu de coton témoin a un taux de cendres très faible [de l'ordre de 0,10 à 0,20 % (*m/m*)]. Après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage, le taux de cendres peut être plus élevé par suite d'une incrustation ou d'un dépôt de sels minéraux ou organiques.

NOTE — La quantité mesurée de résidu d'incinération dépend des conditions mêmes de l'opération, principalement de la température d'incinération.

Le résidu d'incinération peut être mesuré sur le tissu témoin directement (cendres totales) ou après élimination des incrustations organiques (cendres minérales).

Dans le premier cas, les cendres sont constituées par les sels incrustants minéraux tels quels ou ayant subi certaines modifications chimiques par suite de la calcination, et par le résidu d'incinération des sels organiques. Ce résidu ne constituant qu'une fraction assez faible des incrustations organiques, le taux de cendres totales dépend surtout, dans la plupart des cas, de l'importance des incrustations minérales.

Cependant, le taux de cendres minérales est un indice plus exact de la présence d'incrustations minérales. Ces dernières proviennent de sels contenus dans l'eau de lavage ou des produits détergents ou de la réaction des deux.

Les produits minéraux incrustant le linge sont l'indice d'un défaut de détergence; ils peuvent participer à l'usure prématurée du linge en modifiant ses qualités organoleptiques (toucher rêche, aspect mat, voire grisage ou jaunissement) ou en catalysant l'usure chimique ou mécanique.

7.2 Principe

Après combustion libre du tissu de coton témoin dans un creuset taré, incinération des cendres résultantes dans un four à moufle, à 800 °C, puis pesée du résidu. La détermination des cendres est effectuée sur le tissu de coton témoin avant et après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage.

La détermination peut être effectuée sur le tissu tel quel, le résultat correspond au taux de cendres totales. Elle peut également être effectuée sur le tissu après extraction des incrustations organiques (voir chapitre 6) et fournir, dans ce cas, le taux de cendres minérales.

7.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.3.1 Creuset en silice, en porcelaine ou en platine, conforme à l'ISO 1772.

7.3.2 Brûleur, du type Mecker ou Bunsen.

7.3.3 Four à moufle, réglable à 800 ± 25 °C.

7.4 Mode opératoire

7.4.1 Prise d'essai

Tarer le creuset (7.3.1) après chauffage dans le four à moufle (7.3.3) réglé à 800 ± 25 °C et refroidissement en dessiccateur jusqu'à la température ambiante.

Pour déterminer le taux de cendres totales, prélever une prise d'essai de 3 g environ, pesée à 0,000 1 g près, et la disposer dans le creuset (7.3.1) taré. Déterminer la teneur en eau sur une seconde prise d'essai, comme indiqué en 6.5.2.

Pour déterminer le taux de cendres minérales, il suffit de prendre la totalité de la prise d'essai se trouvant dans l'extracteur de Soxhlet (6.4.1) et dont la masse sèche est connue. Placer la prise d'essai dans le creuset taré et chasser le solvant par évaporation sous une hotte ventilée.

7.4.2 Détermination

Disposer le creuset rempli sur un trépied et le chauffer à petite flamme sur le brûleur (7.3.2) jusqu'à ce que le tissu s'enflamme. Retirer la flamme et laisser brûler librement le tissu; lorsqu'il s'éteint, laisser se poursuivre l'ignition des points de combustion. Recommencer l'opération jusqu'à combustion complète.

Transférer le creuset dans le four à moufle (7.3.3) réglé à 800 ± 25 °C et calciner durant 1 h.

Transférer le creuset dans le dessiccateur, l'y laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et le peser de nouveau.

NOTES

- 1 Voir 6.5.3, note 3.
- 2 Pour le taux de cendres du tissu de coton témoin avant les blanchissages, on peut opérer de la façon indiquée en 6.5.3, note 4.

7.5 Expression des résultats

Le taux de cendres, *A*, du tissu initial sec est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$A = \frac{m_4 - m_3}{m_0} \times 100$$

où

*m*₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai, ramenée à l'état sec du tissu;

*m*₃ est la masse, en grammes, du creuset vide;

*m*₄ est la masse, en grammes, du creuset et des cendres, après calcination.

Exprimer le résultat avec une décimale.

Calculer le résultat de l'essai en faisant la moyenne arithmétique des valeurs relatives aux trois bandes ayant subi 25

Laisser les bandes témoins dans la machine durant 30 min, en veillant à ce que la température ne tombe pas en dessous de 85 °C.

Mettre le dispositif d'agitation en marche à intervalles réguliers, de façon à maintenir l'uniformité de température et à assurer une désincrustation uniforme.

Vidanger la machine, rincer deux fois en machine avec de l'eau froide de dureté zéro et avec un rapport de bain d'eau moins 1 : 20.

Essorer les bandes d'essai et les sécher à l'air.

S'assurer au besoin que le taux de cendres totales soit inférieur à 5 % (m/m) et que la teneur en incrustations organiques des bandes désincrustées soit inférieure à 10 % (m/m), en opérant comme indiqué dans les chapitres 6 et 7. Si cela n'était pas le cas, répéter l'opération de désincrustation.

Afin de s'assurer que l'opération de désincrustation n'occasionne pas d'usure supplémentaire, il est recommandé de traiter de la même façon, mais séparément, les bandes d'essai n'ayant pas subi les 25 (ou 50) cycles de blanchissage.

8.5.1.2 MISE EN DIMENSIONSET CONDITIONNEMENT

Découper les bandes témoins en éprouvettes comme décrit dans l'ISO 2267, figure 2 et conformément aux prescriptions de l'ISO 5081.

L'opération est grandement facilitée par la présence, dans le tissu, des fils colorés ou plus gros, délimitant la largeur des éprouvettes (voir ISO 2267, paragraphe 5.1.1, note 2).

Placer les éprouvettes, éventuellement désincrustées, dans l'installation de conditionnement de l'air (8.4.3) et les y laisser séjourner durant les 24 h qui précèdent le mesurage.

8.5.2 Mesurage de la force de rupture

Effectuer le mesurage selon le sens chaîne du tissu conditionné dans l'atmosphère spécifiée en 8.4.3 et conformément au mode opératoire de l'ISO 5081 pour une durée moyenne d'essai de rupture de 30 ± 5 s.

Examiner le tissu témoin blanchi, afin de déceler la présence d'usure localisée.

8.6 Expression des résultats

L'usure totale, U_t , du tissu de coton témoin, exprimée en pourcentage, est donnée par la formule

$$U_t = \frac{F_0 - F_{25(50)}}{F_0} \times 100$$

où

$F_{25(50)}$ est la force de rupture, exprimée en newtons, du tissu de coton témoin ayant subi 25 (ou 50) cycles de blanchissage;

F_0 est la force de rupture, exprimée en newtons, du tissu de coton témoin, mesurée dans les mêmes conditions.

Exprimer le résultat avec une décimale.

Calculer la force de rupture en faisant la moyenne arithmétique des valeurs individuelles déterminées sur chaque éprouvette ayant effectivement participé au mesurage, soit en principe 30 mesures pour l'ensemble des trois bandes représentant un essai.

NOTES

1 Pour la détermination de F_0 , on peut procéder comme indiqué dans l'ISO 2267, paragraphe 6.1. Étant donné la variabilité inhérente aux matières textiles, il est toujours préférable de faire, pour chaque essai, les 30 mesures prévues et de calculer la valeur de F_0 en faisant la moyenne de ces mesures.

2 Pour la mesure de la force de rupture à l'état mouillé, le conditionnement des éprouvettes peut être supprimé, et se référer aux prescriptions de l'ISO 5081.

Si une usure localisée se manifeste, la décrire complètement.

9 DÉTERMINATION DE LA PERTE DE FORCE DE RUPTURE RÉSULTANT DE LA DÉGRADATION CHIMIQUE DE LA CELLULOSE PROVOQUÉE PAR LES BLANCHISSAGES (USURE CHIMIQUE)

9.0 Introduction

La dégradation chimique de la cellulose des tissus, provoquée par l'action des agents chimiques au cours de l'opération de blanchissage, s'accompagne généralement d'une variation des propriétés mécaniques intrinsèques des fibres et, corrélativement, d'une perte de force de rupture des tissus. Cette usure chimique, fonction de l'agressivité chimique du processus de blanchissage, est caractérisée par une diminution du degré de polymérisation de la cellulose constitutive.

Connaissant le degré de polymérisation, ou un paramètre en rapport avec celui-ci, du tissu de coton témoin avant et après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage, et la relation liant la variation de ce paramètre à la perte de résistance dynamométrique correspondante, on peut calculer la part de perte de force de rupture du tissu de coton témoin qui incombe à la seule dégradation chimique.

L'usure chimique est provoquée en premier lieu par l'agressivité chimique des produits de lessivage, principalement des oxydants tels que l'hypochlorite et les peroxydes.

9.1 Objet et domaine d'application

Le présent chapitre spécifie une méthode de détermination de la perte de force de rupture imputable à la seule dégradation chimique du tissu de coton témoin non souillé, provoquée par les 25 (ou 50) cycles de blanchissage spécifiés dans l'ISO 2267.

9.2 Principe

Mesurage de l'indice de fluidité d'une solution [dans l'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II)] du coton provenant des fils de chaîne du tissu de coton témoin, avant et après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage.

La perte de force de rupture due à la dégradation chimique, exprimée en pourcentage de la résistance initiale,

9.4.3.2.3 Dosage des nitrites

Préparer une solution de bis-sulfate de cérium 0,04 N en ajoutant, à 4 g de bis-sulfate de cérium tétrahydraté $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, 12,5 ml d'acide sulfurique concentré et, avec prudence, 12,5 ml d'eau. Faire bouillir durant 5 min, refroidir et amener à 250 ml avec de l'eau. Déterminer le titre exact par titrage avec une solution titrée de bis-sulfate d'ammonium et de fer $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 0,04 N, en présence de 0,5 ml d'une solution de ferroïne¹⁾ à 10 g/l comme indicateur, jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge.

Ajouter 10 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II) préparée comme en 9.4.3.1, à un mélange formé de 25 ml d'une solution de bis-sulfate de cérium 0,04 N et de 100 ml d'une solution d'acide sulfurique 2 N. Après 10 min, déterminer la teneur en nitrites, en opérant comme pour la détermination du titre de la solution de bis-sulfate de cérium.

La teneur en nitrites, exprimée en grammes d'acide nitreux (HNO_2) par litre, est donnée par la formule

$$0,094 (V_3 - V_4)$$

où

V_3 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bis-sulfate de diammonium et de fer, utilisé pour déterminer le titre de la solution de bis-sulfate de cérium;

V_4 est le volume, en millilitres, de la solution titrée de bis-sulfate de diammonium et de fer, utilisé pour le titrage de la solution d'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II).

9.4.4 Appareillage

9.4.4.1 Viscosimètres, de la forme représentée à la figure 1 et ayant les dimensions suivantes :

- diamètre intérieur du capillaire E : $0,88 \pm 0,01$ mm
- diamètre extérieur du capillaire E : 6 ± 2 mm
- longueur du capillaire E : $25 \pm 0,5$ mm
- diamètre intérieur du tube A : $10 \pm 0,05$ mm
- distance du repère B à l'extrémité du capillaire E : $242 \pm 0,5$ mm
- distance du repère C à l'extrémité du capillaire E : $122 \pm 0,5$ mm
- distance du repère D à l'extrémité du capillaire E : $62 \pm 0,5$ mm

L'extrémité du capillaire doit être plane. Le viscosimètre peut être fermé en haut au moyen d'un bouchon en plastique percé par un capillaire; ce dernier peut être fermé au moyen d'un petit capuchon. Le capillaire inférieur peut être fermé au moyen d'un tube en caoutchouc et d'une

pince. Pour chaque viscosimètre, il faut déterminer le volume intérieur correspondant au viscosimètre fermé, diminué d'un volume de 0,7 ml correspondant au dispositif d'agitation (voir 9.4.4.4).

9.4.4.2 Tubes supports pour viscosimètres (voir un exemple de forme convenable à la figure 2).

Les tubes doivent supporter les viscosimètres (9.4.4.1) dans le bain thermostatique (9.4.4.3) durant le temps nécessaire pour atteindre la température de 20°C et pendant le mesurage du temps d'écoulement. Dans ce dernier cas, le viscosimètre doit être maintenu dans une position rigoureusement verticale.

9.4.4.3 Bain thermostatique à parois en verre, réglable à $20 \pm 0,2^\circ\text{C}$ et suffisamment grand pour que les tubes (9.4.4.2) contenant les viscosimètres (9.4.4.1) puissent être maintenus immergés jusqu'au bord supérieur, au moyen de dispositifs de fixation adéquats.

9.4.4.4 Agitateur rotatif, permettant de faire tourner les viscosimètres (9.4.4.1) de façon que le mercure (ou l'agitateur) glisse d'un bout à l'autre du tube A au cours de chaque demi-rotation. La fréquence de rotation peut varier entre 4 et 10 min^{-1} .

9.4.4.5 Dispositif de remplissage, permettant de maintenir la solution d'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II) (9.4.3) sous pression d'azote, et de remplir les viscosimètres (9.4.4.1) en faisant monter le liquide par le capillaire E (voir figure 1).

9.4.5 Mode opératoire

Peser, à 0,000 1 g près, une quantité de l'échantillon pour essai (9.3) telle que, dans l'un des viscosimètres (9.4.4.1), on ait une solution contenant 0,5 g de coton sec et pur pour 100 ml. Pour cela, il faut tenir compte de l'humidité de la prise d'essai, déterminée séparément selon 6.5.2 (voir également note 3 à 6.5.2), et des incrustations organiques et minérales présentes dans la prise d'essai, déterminées respectivement selon les chapitres 6 et 7.

Introduire la prise d'essai dans le viscosimètre maintenu verticalement. Au moyen du tube court muni d'une pince, relier le capillaire inférieur du viscosimètre au récipient contenant la solution d'hydroxyde d'ammonium et de cuivre(II) (9.4.3) et faire monter la solution dans le viscosimètre sous l'effet de la pression d'azote. Lorsque le viscosimètre est presque complètement rempli, fermer la pince du tube inférieur et détacher le viscosimètre. Ajouter, au moyen d'une courte burette, 0,7 ml de mercure (en variante, on peut employer une spirale en acier inoxydable ayant un volume de 0,7 ml). Fermer au moyen du bouchon en matière plastique, de façon que le liquide remplisse complètement le viscosimètre et déborde par le tube capillaire du bouchon, et fermer ce tube au moyen du capuchon.

1) La ferroïne est l'ion tris [(phénanthroline-1,10) fer(II)].

En employant cette valeur de K , on peut calculer C pour la solution 1, en appliquant la formule de 9.4.6. La moyenne des valeurs de C , déterminées avec les solutions 1 et 2, est adoptée comme valeur d'étalonnage du viscosimètre.

9.5 Calcul du taux d'usure chimique

L'indice de fluidité, F_0 , du tissu de coton témoin [compris entre 40 et 50 (Pa·s)⁻¹, selon l'ISO 2267] est soustrait de l'indice de fluidité, $F_{25(50)}$ du tissu ayant subi les 25 (ou 50) cycles de blanchissage :

$$\Delta F = F_{25(50)} - F_0$$

Le taux d'usure chimique, U_c , du tissu de coton témoin, exprimé en pourcentage, est donné par la formule

$$U_c = 0,165 \Delta F$$

Il n'est significatif que jusqu'à la valeur de 40 %, limite supérieure de validité de la relation ci-dessus.

NOTE — Cette relation linéaire représente le mieux tous les résultats expérimentaux jusqu'à un taux d'usure chimique de 40 % [voir *J. Soc. Dyers and Colourists*, 83, 152 (1967)].

9.6 Autres méthodes viscosimétriques

Comme indiqué en 9.2, il est, en principe, possible d'établir une relation entre l'usure chimique et la variation soit de la viscosité mesurée selon l'une des nombreuses méthodes existantes, soit du degré de polymérisation de la cellulose du coton calculé à partir de mesures viscosimétriques.

Jusqu'à présent, cette relation n'a été établie expérimentalement que pour des mesurages effectués selon la méthode spécifiée en 9.4.

Cependant, la relation entre l'indice de fluidité déterminé selon 9.4 et le degré de polymérisation calculé à partir de l'indice limite de viscosité, a été établie expérimentalement au cours de nombreux essais interlaboratoires dans le cas de deux méthodes de détermination de la viscosité. Dans le cas où l'on emploie l'une de ces deux méthodes, il est donc possible de convertir les résultats obtenus en indices de fluidité et, de là, en taux d'usure chimique.

Ces méthodes sont décrites dans les annexes B et C.

10 DÉTERMINATION DE LA PERTE DE FORCE DE RUPTURE PROVOQUÉE PAR DES FACTEURS MÉCANIQUES AU COURS DU BLANCHISSAGE (USURE MÉCANIQUE)

10.0 Introduction

Il peut être utile d'avoir des indications sur la perte de force de rupture du tissu de coton témoin résultant des seuls facteurs mécaniques entrant en jeu dans le processus de blanchissage (usure mécanique).

Dans les limites d'erreur pratique, l'usure totale est toujours plus grande que l'usure chimique. Par convention, cette différence entre l'usure totale et l'usure chimique est définie comme représentant l'usure mécanique.

En réalité, l'usure mécanique, telle qu'elle est définie ici, n'est pas, en général, indépendante du taux d'usure chimique. Elle dépend également de la contexture et de la masse surfacique du tissu, et les résultats enregistrés sur le tissu de coton témoin ne peuvent être transposés sans plus à d'autres tissus de coton lavés en même temps que lui.

Enfin, les erreurs entachant les valeurs de l'usure totale et de l'usure chimique peuvent s'additionner lors de la détermination de l'usure mécanique, de façon que la valeur trouvée pour cette dernière est peu reproductible. Il faudra un grand nombre d'essais si l'on veut obtenir une valeur précise.

Pour toutes ces raisons, le taux d'usure mécanique ne peut être interprété qu'avec prudence. En particulier, chaque laboratoire devra au besoin établir les normes de qualité du blanchissage, au point de vue de l'usure mécanique, en fonction de l'expérience acquise lors de l'application de ces normes dans la pratique.

10.1 Expression des résultats

L'usure mécanique, U_m , du tissu de coton témoin, après les 25 (ou 50) cycles de blanchissage, est calculée conventionnellement, en pourcentage, dans le cadre de la présente Norme internationale, en effectuant la différence entre l'usure totale (voir chapitre 8) et le taux d'usure chimique (voir chapitre 9) :

$$U_m = U_t - U_c$$

Exprimer le résultat au nombre entier le plus proche.

NOTE — Des indications sur l'importance de l'usure mécanique peuvent également être déduites de la différence entre la force de rupture mesurée au mouillé et celle mesurée à sec (voir 8.0, note 2).

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Afin de permettre une exploitation rationnelle des résultats de l'essai, il convient de donner toutes les données expérimentales et toutes les informations susceptibles d'éclairer la signification des résultats enregistrés.

Le procès-verbal d'essai, pour chaque détermination, doit contenir impérativement les indications suivantes, pour autant qu'elles soient connues :

- a) Caractéristiques de la machine à laver
 - 1) marque;
 - 2) raison sociale du fabricant;
 - 3) type et matériaux de construction;
 - 4) capacité normale (masse de linge sec, en kilogrammes, à mettre normalement en œuvre); facteur de chargement normal (masse de linge sec, en kilogrammes, par rapport au volume intérieur, en décimètres cubes); rapport de bain normal (masse de linge sec, en kilogrammes, par rapport au volume de bain, en décimètres cubes);