
Norme internationale



5397

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

Cuir — Détermination de la teneur en azote et de la «substance dermique» — Méthode titrimétrique

Leather — Determination of nitrogen content and "hide substance" — Titrimetric method

Première édition — 1984-03-15

ITh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5397:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984>

CDU 675 : 543.846

Réf. n° : ISO 5397-1984 (F)

Descripteurs : cuir, tannage, essai, dosage, azote, méthode volumétrique.

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 correspondant. 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.

La Norme internationale ISO 5397 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 120, *Cuir*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1980.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Portugal
Australie	Hongrie	Roumanie
Brésil	Inde	Royaume-Uni
Canada	Mexique	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Nouvelle-Zélande	Turquie
Égypte, Rép. arabe d'	Pologne	URSS

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

France

La présente Norme internationale est fondée sur la méthode IUC/10 de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (IULTCS).

Cuir — Détermination de la teneur en azote et de la «substance dermique» — Méthode titrimétrique

0 Introduction

La détermination de la «substance dermique» en partant de la teneur en azote est basée sur le fait, constaté par Schröder et Pässler, que la peau en tripe sèche et débarrassée des matières grasses et des cendres possède une quantité d'azote pratiquement constante pour certains types d'animaux, qui ne diffère que légèrement suivant les espèces d'animaux.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode titrimétrique de détermination de la teneur en azote et de la «substance dermique» du cuir.

La méthode est applicable à tous les types de cuir, quel que soit leur mode de tannage.

NOTE — D'autres produits azotés (par exemple certains produits de fixation ou tanins synthétiques, certaines matières grasses cationiques ou matières colorantes) faussent les valeurs de la «substance dermique». En présence de tels produits, il n'est pas possible d'obtenir un résultat précis pour la «substance dermique».

2 Références

ISO 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes.*

ISO 2418, *Cuir — Échantillons pour laboratoire — Emplacement et identification.*

ISO 2588, *Cuir — Échantillonnage — Nombre d'unités élémentaires de l'échantillon global.*

ISO 4044, *Cuir — Préparation des échantillons pour essais chimiques.*

3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable.

«**substance dermique**» : Substances azotées, calculées en multipliant la teneur en azote par le facteur 5,62.

4 Principe

Décomposition d'une prise d'essai selon la méthode de Kjeldahl. Distillation de l'ammoniac selon une méthode courante. Détermination de la teneur en azote par titrage de l'ammoniac au moyen d'acide sulfurique ou chlorhydrique, en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

5 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.

5.1 Acide sulfurique fumant [à 7 % (m/m) de SO₃ libre], ou **acide sulfurique à 98 % (m/m)**.

5.2 Mélange catalyseur.

On peut utiliser n'importe quel mélange catalyseur approprié qui raccourcisse l'attaque. Des exemples de tels mélanges sont donnés ci-après :

- 100 mg de CuSO₄ anhydre, 6 à 8 g de K₂SO₄ anhydre;
- 10 g de sélénium, 25 g de CuSO₄ anhydre, 350 g de K₂SO₄ anhydre.

Préparer le catalyseur d'avance (de préférence par mélange dans un broyeur à billes) et l'utiliser dans un rapport d'environ 5 g de catalyseur à 3 g de prise d'essai.

5.3 Acide borique, solution aqueuse exempte de borate, contenant, si possible, un indicateur soluble; par exemple, dans 1 litre, 2 ml de la solution d'indicateur mixte suivante conviennent :

0,06 % (m/m) de rouge de méthyle et 0,04 % (m/m) de bleu de méthylène dans de l'éthanol à 96 % (V/V).

5.4 Hydroxyde de sodium, solution à 35 % (m/m).

5.5 Acide sulfurique, solution titrée, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$, ou **acide chlorhydrique**, solution titrée, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.6 Phénolphtaléine, solution d'indicateur à 10g/l dans de l'éthanol à 50 % (V/V).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Ballon de Kjeldahl, de capacité appropriée — 230 à 300 ml en cas d'utilisation d'un générateur de vapeur extérieur pour la distillation.

6.2 Appareil à distiller approprié.

6.3 Burette, avec graduation appropriée, conforme aux spécifications de l'ISO 385.

7 Échantillonnage

7.1 Pièces entières de cuir

En l'absence de tout autre accord entre les parties intéressées, suivre le mode opératoire spécifié dans l'ISO 2588 pour procéder à l'échantillonnage d'un lot.

Prélever les échantillons sur les pièces comme spécifié dans l'ISO 2418.

7.2 Autres applications

Effectuer l'échantillonnage comme indiqué dans la spécification ou dans le contrat correspondant(e).

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, 3 g de l'échantillon de cuir moulu (2 g dans le cas d'un cuir au chrome), préparé conformément aux spécifications de l'ISO 4044, dans un petit vase à peser et les transférer quantitativement dans le ballon de Kjeldahl (6.1) en tapotant légèrement le fond du vase (voir 10.2).

8.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes réactifs que ceux utilisés pour la détermination.

8.3 Détermination

Ajouter à la prise d'essai (8.1), contenue dans le ballon de Kjeldahl, 30 ml de l'acide sulfurique (5.1) et environ 5 g du

mélange catalyseur (5.2). Chauffer à ébullition, d'abord doucement et augmenter ensuite la flamme, et poursuivre l'ébullition 1 h après l'oxydation totale du carbone.

En cas d'utilisation d'un générateur de vapeur extérieur, laisser refroidir le mélange obtenu et diluer avec environ 50 ml d'eau. Laisser refroidir et transvaser dans le ballon à distiller (voir 6.2). Rincer le ballon de Kjeldahl deux fois, avec environ 20 ml d'eau chaque fois. Si nécessaire, diluer avec encore un peu d'eau, ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine (5.6), alcaliniser avec un excès (environ 70 ml) de la solution d'hydroxyde de sodium (5.4) et distiller à la vapeur. En variante, si l'attaque a été opérée dans un ballon de Kjeldahl de 700 ml, laisser refroidir, diluer avec 250 ml d'eau, ajouter quelques fragments d'agent antisoubresauts et quelques gouttes de la solution de phénolphtaléine, et alcaliniser avec un excès (environ 70 ml) de la solution d'hydroxyde de sodium. Relier le ballon à un réfrigérant vertical au moyen d'un tube à double coude, comportant de préférence une allonge à boule.

Distiller l'ammoniac et la vapeur d'eau dans le récepteur contenant 100 ml de la solution d'acide borique saturée et additionnée d'indicateur (5.3). Plonger le tube du réfrigérant dans la solution d'acide borique. L'ammoniac distillé fait virer l'indicateur au vert.

Poursuivre la distillation jusqu'à l'obtention de 150 à 200 ml de distillat. Avant d'arrêter la distillation, abaisser le récepteur de façon que le tube du réfrigérant ne plonge plus dans le distillat. Poursuivre la distillation durant environ 3 min supplémentaires, puis rincer l'extrémité du tube du réfrigérant avec de l'eau.

Titrer l'ammoniac avec la solution d'acide sulfurique ou chlorhydrique (5.5), jusqu'à pH 4,6. Si l'on utilise l'indicateur cité en 5.3, titrer jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle persistante.

Effectuer la détermination en double.

9 Expression des résultats

9.1 Mode de calcul

9.1.1 La teneur en azote N , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$N = \frac{V}{m} \times 0,7$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide sulfurique ou chlorhydrique (5.5), utilisé pour le titrage et corrigé pour tenir compte de l'essai à blanc (8.2);

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

Prendre comme résultat la moyenne de deux déterminations si la condition de répétabilité (voir 9.2) est remplie, et l'exprimer avec une décimale.

9.1.2 La «substance dermique» H , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$H = N \times 5,62$$

où N a la même signification qu'en 9.1.1.

9.2 Les résultats de deux détermination, effectuées par le même opérateur dans le même laboratoire, ne doivent pas différer entre eux de plus de 0,1 %, calculé à partir de la masse du cuir constituant la prise d'essai.

10 Remarques

10.1 Si l'on respecte la masse prescrite de la prise d'essai et l'emploi, pour le titrage, de la solution d'acide spécifiée en 5.5, le point final du titrage est net et précis.

10.2 La détermination peut également être effectuée sur 0,5 g de cuir, pesé à 0,000 2 g près, avec 15 à 20 ml de l'acide sulfurique fumant ou concentré (5.1) et 2,5 g du mélange

catalyseur (5.2). Le titrage de l'ammoniac est alors effectué en utilisant une solution d'acide ayant une concentration cinq fois plus faible que celle spécifiée en 5.5.

11 Procès-verbal d'essai

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

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5397:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5397:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5397:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5397:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6d289de0-23d4-4edf-a1b0-20086ad870b1/iso-5397-1984>