Norme internationale ISO 5400

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

Cuir — Détermination de la teneur en silicium total — Méthode spectrométrique au molybdosilicate réduit

Leather — Determination of total silicon content — Reduced molybdosilicate spectrometric method

Première édition — 1984-03-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999f6c627/iso-5400-1984

CDU 675 : 543.849 **Réf. nº : ISO 5400-1984 (F)**

Descripteurs : cuir, tannage, essai, dosage, silicium, méthode spectrophotométrique.

Prix basé sur 2 pages

ISO 5400-1984 (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 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 5400 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 120, *Cuir*, et a été soumise aux comités membres en mai 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999fbc627/iso-5400-1984

Afrique du Sud, Rép. d'	Éthiopie	Royaume-Uni
Allemagne, R.F.	Hongrie	Sri Lanka
Brésil	Inde	Tanzanie
Chine	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Mexique	URSS
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
Espagne	Roumanie	

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

France

© Organisation internationale de normalisation, 1984 ●

Imprimé en Suisse

Cuir — Détermination de la teneur en silicium total — Méthode spectrométrique au molybdosilicate réduit

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode spectrométrique au molybdosilicate réduit, pour la détermination de la teneur en silicium total du cuir.

Étant donné qu'il n'est pas possible de déterminer l'identité chimique des composés siliciés présents dans le cuir, les résultats sont exprimés sous forme d'oxyde de silicium SiO_2. Les organo-silanes présents dans le cuir peuvent être dosés par cette méthode. Ils sont extraits presque quantitativement du cuir par le dichlorométhane ou le tétrahydrofuranne, et cette propriété constitue la base d'une méthode permettant leur dosage (Elliott, JSLTC, 1964, **48**, 105; SLTC, Méthode SLC/16). On obtiendra, toutefois, une estimation plus sûre des composés inorganiques contenant du silicium en soumettant d'abord à l'extraction par le dichlorométhane les cuirs dont on pense qu'ils contiennent des organo-silanes.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-0d199946c627/iso-5400-1984

2 Références

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées —*

Partie 1 : Spécifications générales.

Partie 2 : Pipettes sans temps d'attente.

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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 Principe

Oxydation d'une prise d'essai dans une bombe de Parr, dans des conditions alcalines, de façon à détruire les matières organiques et à solubiliser les matières minérales. Formation du complexe molybdosilicate et mesurage spectrométrique à une longueur d'onde de 630 nm.

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 Acide sulfurique concentré, ϱ_{20} = 1,83 g/ml, dilué 1 + 1 avec de l'eau.

4.2 Acide sulfurique, solution étalon, $c(1/2\ H_2SO_4)$ = 1,0 mol/l.

4.3 Glycérol.

4.4 Sulfate de sodium, solution à 100 g/l.

4.5 Molybdate d'ammonium, solution à 100 g/l, contenant 2 ml d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ϱ_{20} = 0,880 g/ml, pour 100 ml de solution.

4.6 Chlorure d'étain(II) dihydraté, solution à 10 g/l.

Dissoudre 10 g de $SnCl_2,2H_2O$ dans 12 ml d'acide chlorhydrique, ϱ_{20} = 1,19 g/ml, tiède et 5 ml d'eau, puis diluer à 1 000 ml.

Préparer cette solution au moment de l'emploi.

4.7 Mélange pour fusion, constitué par

100 g de peroxyde de sodium;

10 g de nitrate de potassium;

3 g de sucrose en poudre.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bombe de Parr, de 22 ml.

5.2 Bécher, de 250 ml de capacité.

5.3 Fioles jaugées à un trait, de 100 et 500 ml de capacités, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

5.4 Pipettes, conformes aux spécifications de l'ISO 835/1 et de l'ISO 835/2.

5.5 Balance analytique, précise à 0,001 g.

5.6 Spectromètre, ou **colorimètre photoélectrique.**

5.7 pH-mètre, muni d'une électrode de référence et d'une électrode en verre.

6 Échantillonnage

6.1 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.

6.2 Autres applications

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

7 Mode opératoire

7.1 Préparer l'échantillon pour essai conformément à l'ISO 4044.

7.2 Placer 6 g de mélange pour fusion (4.7) dans la bombe de Parr (5.1), puis environ 0,5 g, pesé à 0,001 g près, d'échantillon pour essai. Humecter la prise d'essai avec environ 0,5 ml de glycérol (4.3) et le recouvrir avec 20 g de mélange pour fusion (4.7). Fermer la bombe. La placer dans son tube de protection et chauffer sa base sur une petite flamme de gaz durant 20 min. Laisser refroidir.

Ouvrir la bombe et la placer dans le bécher (5.2); rincer le couvercle avec de l'eau en recueillant l'eau de rinçage dans le bécher. Ajouter assez d'eau pour dissoudre le contenu de la bombe, la retirer et la rincer à l'intérieur du bécher. Placer le bécher sur un bain d'eau bouillante et l'y laisser durant 2 h ou jusqu'à ce que le peroxyde d'hydrogène soit décomposé. Laisser refroidir, neutraliser avec la solution d'acide sulfurique (4.1) en ajoutant un très léger excès. Transvaser quantitativement la solution dans la fiole jaugée de 500 ml (5.3), diluer jusqu'au trait repère et homogénéiser pour obtenir la solution d'essai.

Diluer un volume connu V de solution d'essai contenant 0,05 à 0,2 mg de SiO_2 (habituellement 10 ml) avec 40 ml d'eau et acidifier jusqu'à pH 1,8 avec la solution d'acide sulfurique (4.2). Transvaser quantitativement dans la fiole jaugée de 100 ml (5.3), ajouter 10 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.5) et laisser reposer durant 30 min. Ajouter 10 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1) et 10 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.6), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et homogénéiser. Laisser reposer durant 30 min.

Mesurer la coloration bleue au moyen du spectromètre ou du colorimètre photoélectrique (5.6) à 630 nm. La couleur reste stable durant 1 h au maximum.

7.3 Établir une courbe d'étalonnage en fondant 0,1 g, pesé à 0,001 g près, de silice pure avec du carbonate de sodium et en complétant au volume voulu. Laisser la coloration se développer dans des parties aliquotes de cette solution en appliquant la méthode décrite en 7.2 pour le traitement de la solution d'essai.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La teneur en silicium total, exprimée en pourcentage en masse de SiO_2, est donnée par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times \frac{50}{V}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de SiO_2 dans la partie aliquote de la solution d'essai prélevée pour la détermination;

V est le volume, en millilitres, de solution d'essai prélevé pour la détermination;

50 est un facteur qui tient compte des dilutions effectuées au cours de l'exécution du mode opératoire.

8.2 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées par le même opérateur dans le même laboratoire, ne doivent pas différer entre eux de plus de 0,2 %, calculé à partir de la masse du cuir constituant la prise d'essai.

8.3 Reproductibilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, sur le même échantillon, ne doivent pas différer entre eux de plus de 0,5 %, calculé à partir de la masse du cuir constituant la prise d'essai.

9 Remarques

9.1 Emploi des cendres de cuir

Le résidu insoluble dans l'acide, obtenu lors de la recherche du zirconium pour analyse par l'acide fluorhydrique, peut remplacer le cuir au moment de la fusion. Dans ce cas, mentionner ce fait dans le procès-verbal d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1b1a0b15-f6ed-4b1b-a3b1-681999f6c627/iso-5400-1984

9.2 Autre bombe utilisable

Une bombe de Würzschmitt peut être employée à la place de la bombe de Parr; auquel cas, l'importance de l'échantillon devra être réduite en conséquence pour toutes les opérations de préparation de la solution d'essai.

10 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 obtenus sur l'échantillon tel quel et, le cas échéant, sur l'échantillon ramené à une teneur normalisée en eau;

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 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999f6c627/iso-5400-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999f6c627/iso-5400-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999f6c627/iso-5400-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5400:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7ed02d22-ca25-4f40-91d3-681999f6c627/iso-5400-1984