
NORME INTERNATIONALE



56 / I

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

**Gomme laque en feuilles — Spécification —
Partie I : Gomme laque en feuilles de fabrication
manuelle**

Shellac — Specification — Part I : Hand-made shellac

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1979-04-01 (standards.iteh.ai)

ISO 56-1:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d0edbf5-ca50-4c54-bf6e-53678ecef7f/iso-56-1-1979>

CDU 668.447.31

Réf. n° : ISO 56/I-1979 (F)

Descripteurs : gomme laque, spécification de matière, analyse chimique, dosage.

Prix basé sur 33 pages

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 5671 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 50, *Gomme laque*, et a été soumise aux comités membres en mars 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Autriche
Belgique
Égypte, Rép. arabe d'

Inde
Pays-Bas
Suède

Tchécoslovaquie
Turquie
Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Il faut reconnaître ici l'aide que l'on a trouvée dans les spécifications et les publications de l'American Society for Testing and Materials, de l'American Bleached Shellac Manufacturers' Association, de l'United States Shellac Importers' Association, de la British Standards Institution, du Conseiller pour le commerce agricole auprès du Gouvernement de l'Inde, de la firme Angelo Brothers Ltd., de Calcutta, et de l'Institut indien de recherches sur la gomme laque. On a aussi tiré une aide considérable du *Manuel d'analyse de la gomme laque* de M. Rangaswami et H.K. Sen, publié par l'Institut indien de recherches sur la gomme laque.

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

[ISO 56-1:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d0edbf5-ca50-4c54-bfee-53678eeefb7f/iso-56-1-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d0edbf5-ca50-4c54-bfee-53678eeefb7f/iso-56-1-1979>

SOMMAIRE

	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Définitions.	2
3 Forme et présentation	2
4 Grades	2
5 Conditions essentielles	2
6 Conditions facultatives.	2
7 Échantillonnage	3

Annexes

A Détermination des matières insolubles dans l'alcool chaud	4
B Recherche de la présence de colophane (méthode Halphen-Hicks)	9
C Recherche de la présence d'orpiment	10
D Détermination de la teneur en arsenic.	11
E Détermination de la teneur en matières volatiles (teneur en eau)	16
F Détermination de l'indice de coloration	17
G Détermination de la teneur en cire.	18
H Détermination des cendres	20
J Détermination des matières solubles dans l'eau et essai de neutralité de l'extrait aqueux	21
K Essai de coulabilité	22
L Essai de polymérisation par la chaleur	25
M Détermination de l'indice d'acide	27
N Détermination de la teneur en plomb	28
P Détermination de la teneur en grès.	30
Q Détermination de l'indice d'iode	31
R Échantillonnage	33

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d0edb15-ca50-4c54-bf6e-53678eeeb7f/iso-56-1-1979>

Gomme laque en feuilles — Spécification —

Partie I : Gomme laque en feuilles de fabrication manuelle

0 INTRODUCTION

0.1 L'ISO/R 56, publiée en 1957, traitait de la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ainsi que de la gomme laque en feuilles de fabrication mécanique. Elle a été maintenant révisée en deux parties, une pour chaque type.

0.2 Les définitions couramment utilisées dans le commerce pour la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle sont basées sur les noms indiens des arbres à parasites ou sur la saison de récolte de la gomme laque en bâtons ou sur des différences visuelles, ou sur plusieurs de ces caractéristiques réunies. L'utilisation de ces désignations de grades a entraîné la confusion et des difficultés de commercialisation. Lorsque l'ISO/R 55 fut élaborée en 1957, il a été décidé de n'adopter que six grades de gomme laque en feuilles de fabrication manuelle qui étaient indépendants des noms des arbres à parasites ou des saisons. Cependant, l'espoir que les grades ISO pour la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle seraient de plus en plus adoptés dans le commerce et qu'ils remplaceraient finalement les désignations traditionnelles de grades ne s'est pas réalisé. Un nouveau système a donc été adopté dans la présente Norme internationale, afin que la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle puisse à présent être complètement identifiée par une combinaison du grade ISO et du grade commercial.

0.3 En conformité avec la pratique commerciale, deux limites, une limite de base et une limite relâchée, sont prescrites pour les matières insolubles dans l'alcool chaud. La limite relâchée est la limite qui ne doit pas être dépassée.

0.4 La condition pour les matières non volatiles solubles dans l'alcool froid n'a pas été retenue étant donné que cette condition n'est appliquée, dans la pratique, que pour les déchets de la gomme laque. On a également omis les méthodes de détermination quantitative de la colophane, car ce type d'adultération n'est plus en évidence. Dans l'ISO/R 56, une méthode alternative (la méthode Westinghouse) est donnée pour la détermination de la coulabilité. Dans la présente Norme internationale, elle a été omise.

0.5 Trois des conditions requises pour la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle, à savoir :

- a) matières insolubles dans l'alcool chaud,
- b) absence de colophane, et
- c) absence d'orpiment

figurent dans la présente Norme internationale à titre de conditions essentielles.

Les conditions restantes, à savoir :

- d) matières volatiles (teneur en eau),
- e) indice de coloration,
- f) cire,
- g) cendres,
- h) matières solubles dans l'eau,
- j) essai de coulabilité,
- k) essai de polymérisation par la chaleur,
- m) indice d'acide,
- n) teneur en plomb,
- p) grès, et
- q) indice d'iode,

y figurent à titre de conditions facultatives.

0.6 Les grosseurs de mailles des tamis indiquées dans ce document sont exprimées en diamètres d'ouverture, conformément à l'ISO 565, *Tamis de contrôle — Toiles métalliques et tôles perforées — Dimensions nominales des ouvertures*.

0.7 Afin de décider si une condition requise dans la présente Norme internationale est remplie, la valeur définitive relevée ou calculée, qui représente le résultat d'un essai ou d'une analyse, doit être arrondie au même nombre de décimales que la valeur spécifiée, étant entendu que l'opérateur doit calculer le résultat d'une détermination à, au moins, une décimale de plus que la valeur spécifiée.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

1.1 La présente Norme internationale spécifie les conditions et les méthodes d'essai correspondantes de la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle.

1.2 La présente Norme internationale est principalement destinée à définir les conditions techniques pour guider l'achat du produit, mais ne comporte pas toutes les dispositions nécessaires d'un contrat.

1.3 Les limites prescrites dans la présente Norme internationale ne doivent pas être dépassées.

2 DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

2.1 gomme laque en bâtons : Produit naturel des insectes de la gomme laque.

2.2 gomme laque en grains : Produit obtenu par lavage de la gomme laque en bâtons, broyée.

2.3 gomme laque en feuilles : Produit obtenu à partir de la gomme laque en grains, par raffinage à chaud ou par solvant ou par ces deux procédés à la fois.

2.4 échantillon agréé : Échantillon de couleur et d'aspect étalons, agréé entre l'acheteur et le fournisseur.

3 FORME ET PRÉSENTATION

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle se présente sous la forme de paillettes, de feuilles, de boutons, ou sous toute autre forme adoptée par accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur.

4 GRADES

4.1 Six grades de gomme laque en feuilles de fabrication manuelle, à savoir : Spécial, A, B, C, D et E, sont spécifiés. Par ailleurs, si l'acheteur l'exige, les noms des grades que l'on trouve généralement dans le commerce doivent être indiqués entre parenthèses, comme dans les exemples suivants :

- grade Spécial (Kusmi doré);
- grade B (jaune citron n° 2).

4.2 La correspondance entre les grades ISO et les grades commerciaux est indiquée dans le tableau 1.

TABLEAU 1

Grade ISO	Grade commercial
Grade Spécial	Gomme laque en boutons, Kusmi Gomme laque en feuilles jaune citron, Kusmi
Grade A	Gomme laque en feuilles, jaune citron n° 1 Gomme laque en boutons, pure 1 Gomme laque en feuilles dorée Gomme laque en feuilles, jaune citron de qualité supérieure Gomme laque en boutons légèrement pure
Grade B	Gomme laque en feuilles, jaune citron n° 2
Grade C	Gomme laque en feuilles superfine FO Gomme laque en feuilles, standard 1 Gomme laque en feuilles jaune orange
Grade D	Gomme laque en feuilles, pure TN
Grade E	Gomme laque en feuilles 1 TN

5 CONDITIONS ESSENTIELLES

5.1 Matières insolubles dans l'alcool chaud

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir de matières insolubles dans l'alcool chaud, déterminées par l'une ou l'autre des méthodes spécifiées dans l'annexe A, selon l'accord convenu entre l'acheteur et le fournisseur, au-delà des limites données dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Grade	Limite de base % (m/m)	Limite relâchée % (m/m)
Spécial	0,75	1,0
A	1,0	1,5
B	1,25	2,0
C	1,5	2,5
D	2,5	3,5
E	3,0	5,0

5.2 Colophane

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir de colophane, d'après un contrôle effectué selon la méthode spécifiée dans l'annexe B.

5.3 Orpiment

5.3.1 La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir d'orpiment, d'après un essai effectué suivant la méthode spécifiée dans l'annexe C, sauf si la présence d'un pourcentage spécifié est convenue entre l'acheteur et le fournisseur, auquel cas la détermination doit être effectuée comme spécifiée dans l'annexe D, méthode I.

5.3.2 Lorsque le produit est destiné à la préparation de produits alimentaires ou pharmaceutiques, la recherche de traces d'arsenic, en quantités trop faibles pour être déterminées selon la méthode I de l'annexe D, doit être effectuée suivant la méthode II de l'annexe D.

6 CONDITIONS FACULTATIVES

Les conditions facultatives données ci-dessous sont fixées par un accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur.

6.1 Matières volatiles (teneur en eau)

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir plus de 2,0 % (m/m) de matières volatiles (eau), cette teneur en eau devant être déterminée par la méthode spécifiée dans l'annexe E.

6.2 Indice de coloration ou couleur et aspect

6.2.1 L'indice de coloration de la gomme en laque en feuilles de fabrication manuelle, déterminée par la méthode

spécifiée dans l'annexe F, ne doit pas dépasser les limites données dans le tableau 3.

TABLEAU 3

Grade	Indice de coloration (max.)
Spécial	6
A	12
B	15
C	18
D	25
E	30

6.2.2 Alternativement, l'aspect et la couleur de la gomme laque en feuilles ne doivent pas être inférieurs à ceux d'un échantillon agréé, déterminé d'après un examen visuel.

6.3 Cire

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir plus de 5,5 % (*m/m*) de cire, déterminés par la méthode spécifiée dans l'annexe G.

6.4 Cendres

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas, à l'incinération, laisser une quantité de cendres dépassant les limites données dans le tableau 4, calculée d'après la méthode décrite dans l'annexe H.

TABLEAU 4

Grade	Limite % (<i>m/m</i>) max.
Spécial	0,5
A	0,5
B	0,8
C	1,0
D	1,0
E	1,0

6.5 Matières solubles dans l'eau

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle ne doit pas contenir plus de 0,5 % (*m/m*) de matières solubles dans l'eau et l'extrait aqueux ne doit pas être acide au rouge de

méthyle ou alcalin au bleu de bromothymol. La teneur en matières solubles dans l'eau est déterminée par la méthode spécifiée dans l'annexe J.

6.6 Essai de coulabilité

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle doit avoir une coulabilité dans la gamme ayant fait l'objet d'un accord entre l'acheteur et le fournisseur, lorsqu'elle est déterminée par la méthode spécifiée dans l'annexe K.

6.7 Essai de polymérisation par la chaleur

La gomme laque en feuilles de fabrication manuelle doit avoir un temps de polymérisation par la chaleur dans la gamme ayant fait l'objet d'un accord entre l'acheteur et le fournisseur, lorsqu'il est déterminé d'après la méthode spécifiée dans l'annexe L. Sauf accord contraire, la température d'essai doit être de 150 °C.

6.8 Indice d'acide

L'indice d'acide de la gomme laque en feuilles de fabrication manuelle doit être fixé, si on le désire, par accord entre l'acheteur et le fournisseur. Il est déterminé suivant la méthode spécifiée dans l'annexe M.

6.9 Teneur en plomb

La teneur maximale en plomb doit être fixée par accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur et la teneur en plomb est déterminée par la méthode spécifiée dans l'annexe N.

6.10 Teneur en grès

La teneur maximale en grès doit être fixée par accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur. Si nécessaire, elle est déterminée par la méthode spécifiée dans l'annexe P.

6.11 Indice d'iode

La limite maximale de l'indice d'iode doit être fixée par accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur. Si nécessaire, elle est déterminée par l'une des deux méthodes spécifiées dans l'annexe Q.

7 ÉCHANTILLONNAGE

Les échantillons doivent être prélevés suivant la manière spécifiée dans l'annexe R.

ANNEXE A
(Voir 5.1)

DÉTERMINATION DES MATIÈRES INSOLUBLES DANS L'ALCOOL CHAUD

A.1 PRINCIPE

Extraction d'une prise d'essai avec l'éthanol à 95 % (V/V) et pesée du résidu non dissous.

A.2 MÉTHODE I

A.2.1 Réactif

Alcool, éthanol à 95 % (V/V) ou alcool dénaturé à 95 % (V/V).

A.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

A.2.2.1 Appareil à extraction, comprenant

A.2.2.1.1 Condenseur, tout en verre, du type et des dimensions indiqués à la figure 1, avec le bout coupé à un angle de 45°. Le condenseur a deux trous à son extrémité pour retenir le tube à siphon (A.2.2.1.2).

A.2.2.1.2 Tube à siphon, en verre, du type et des dimensions indiqués à la figure 1. Le siphon a deux trous près de

l'extrémité supérieure pour que l'on puisse attacher un fil de fer au bout du condenseur, en laissant un espace de 6 mm environ entre le sommet du tube et le bout du condenseur.

A.2.2.1.3 **FiOLE conique**, résistante à la chaleur, à col évasé, de type conique, de préférence en verre borosilicaté, d'environ 175 mm de hauteur et d'environ 50 mm de diamètre intérieur au sommet. La fiole est munie d'un bouchon hermétique, de profondeur 25 mm, et percé pour laisser passer la tige du condenseur. L'extrémité inférieure du bouchon vient juste au-dessus des trous du condenseur. Pour maintenir la fiole, un support approprié, composé d'un anneau en fer et d'une toile de nickel-chrome ou de fer, est utilisé. La toile métallique n'est pas enveloppée d'amiante.

A.2.2.1.4 **Filtre à carbone**, du type et des dimensions indiqués à la figure 1, muni à son extrémité inférieure d'un petit ressort à boudin pour maintenir la cartouche d'extraction (A.2.2.2). La tige du filtre est munie d'un bouchon en caoutchouc et maintenue fermement dans un bain-marie (A.2.2.4).

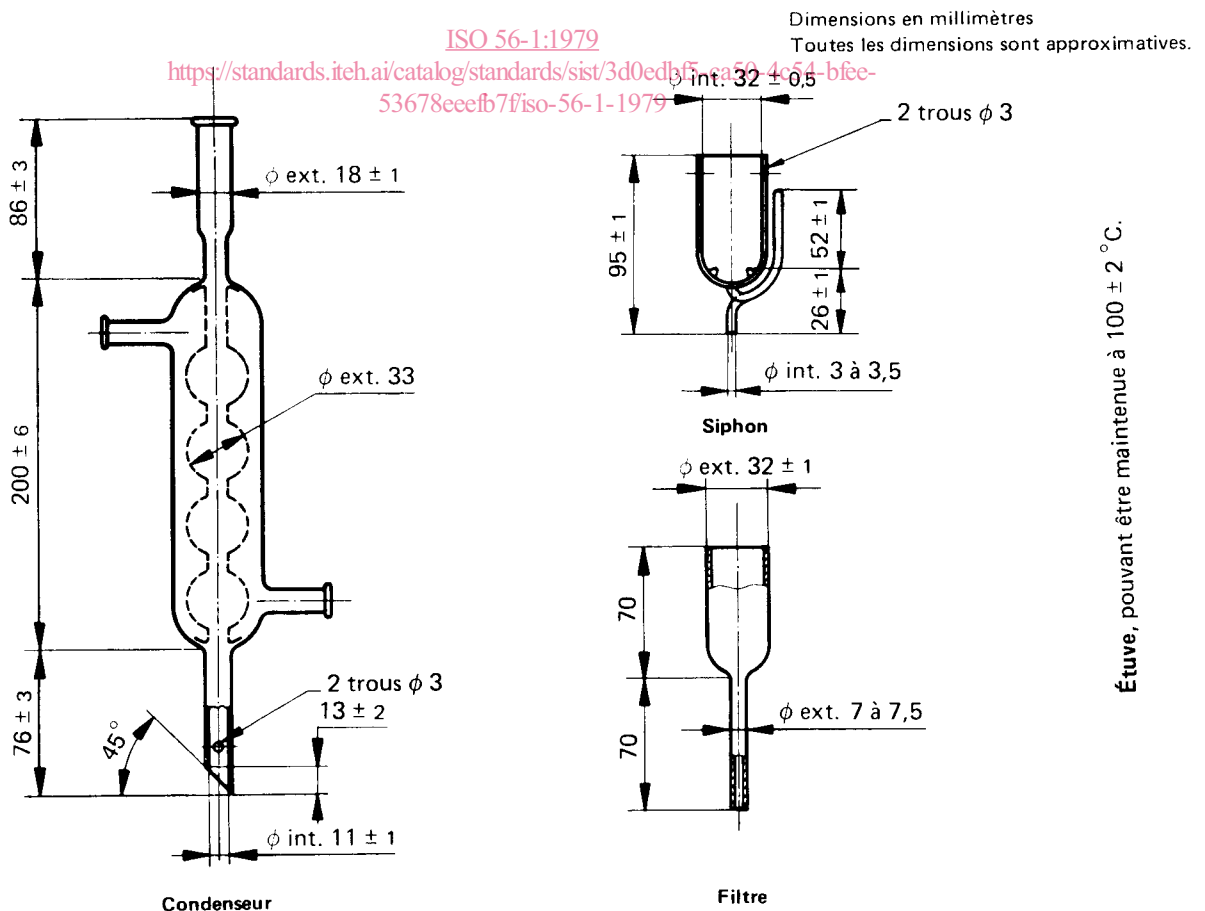


FIGURE 1 – Appareil à extraction pour la détermination des matières insolubles dans l'alcool chaud (méthode I)

A.2.2.2 Cartouches d'extraction, en papier exempt de corps gras, de diamètre 25 mm environ et de hauteur 60 mm environ.

A.2.2.3 Flacons de pesage, fermés par un bouchon en verre, de hauteur 80 mm environ et de diamètre 40 mm environ.

A.2.2.4 Bain-marie, en cuivre ou en acier inoxydable, ayant une largeur de 100 mm environ et les autres dimensions telles qu'elles sont indiquées à la figure 2.

Le couvercle est percé d'un trou de diamètre 57 ± 1 mm, pour un bécher de 200 ml, et d'un autre trou, de diamètre 35 ± 1 mm, par lequel passe l'extrémité supérieure du filtre (A.2.2.1.4). Juste au-dessous de ce trou, dans le fond du bain, un trou bordé, de diamètre 25 ± 1 mm, contient le bouchon en caoutchouc à travers lequel passe la tige du filtre, pour se vider dans la fiole (A.2.2.1.3). Le bain-marie est monté sur un trépied ou un support bas.

A.2.2.5 Brûleur à gaz de forme basse, ajustable, du type Bunsen, à plaque de protection contre les courants d'air, ou tout autre dispositif de chauffage approprié.

A.2.2.6 Étuve, pouvant être maintenue à 100 ± 2 °C.

A.2.2.7 Dessiccateur, contenant de l'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml).

A.2.2.8 Balance, précise à 0,002 g.

A.2.2.9 Compte-secondes ou bon sablier de deux minutes.

A.2.3 Préparation de la cartouche d'extraction

A.2.3.1 Verser 125 ml de l'alcool (A.2.1) dans la fiole conique (A.2.2.1.3) et placer une cartouche d'extraction neuve (A.2.2.2) dans le tube à siphon (A.2.2.1.2). Introduire le tube à siphon dans la fiole et le raccorder au condenseur (A.2.2.1.1), en s'assurant qu'il y a un écoulement abondant d'eau froide dans celui-ci. Régler le taux de chauffage de manière à établir un cycle de remplissage et de vidage du tube à siphon toutes les 2 min et procéder à l'extraction durant 30 min. Sécher la cartouche dans l'étuve (A.2.2.6) maintenue à la température de 100 ± 2 °C. Au bout de 2 h, la peser dans le flacon de pesage taré (A.2.2.3) que l'on a maintenu au-dessus d'une solution d'acide sulfurique dans le dessiccateur (A.2.2.7), en débouchant momentanément le flacon avant la pesée. Recommencer les opérations de séchage, à des intervalles de 1 h, et de pesage, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,002 g.

A.2.3.2 On ne doit utiliser que des cartouches neuves. On peut extraire, sécher, peser et conserver dans des flacons de pesage, dans le dessiccateur, un certain nombre de cartouches, jusqu'à ce que leur utilisation soit nécessaire.

A.2.4 Prise d'essai

Avant l'analyse, bien mélanger l'échantillon pour essai de gomme laque en feuilles (voir R.3.1 de l'annexe R) en le roulant sur du papier dix fois au moins, pour assurer l'uniformité de l'échantillon d'essai. Peser 4,5 à 5,5 g de l'échantillon à 0,01 g près, directement sur la feuille de papier.

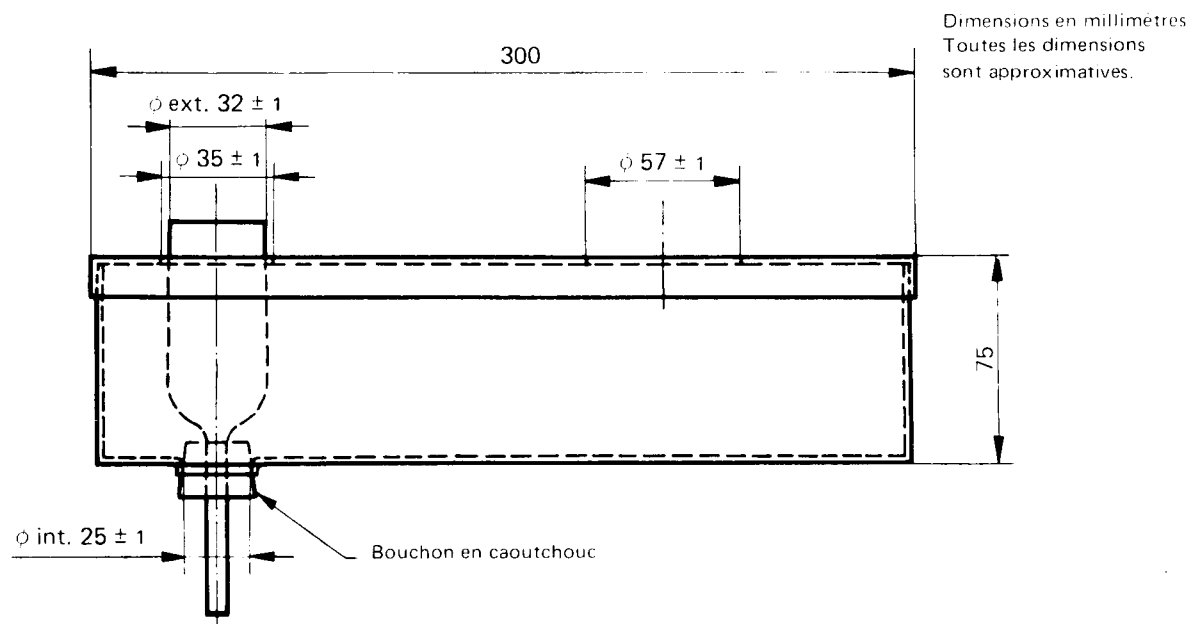


FIGURE 2 – Bain-marie pour la détermination des matières insolubles dans l'alcool chaud (methode I)

A.2.5 Détermination

Placer la prise d'essai (A.2.4) dans un grand bécher de 200 ml muni d'un bec verseur, ajouter 125 ml de l'alcool (A.2.1), couvrir avec un verre de montre et mettre au bain-marie (A.2.2.4) (voir figure 2). Porter la solution à vive ébullition durant 30 min pour dissoudre complètement la gomme laque en feuilles et disperser la cire. Maintenir constant le volume d'alcool, en ajoutant de l'alcool chaud contenu dans un flacon de rinçage, en rinçant les côtés du bécher.

Dans l'intervalle, placer une cartouche (A.2.2.2) extraite et pesée dans le filtre (A.2.2.1.4). L'eau chaude autour du tube doit être maintenue à une température de 90 °C au minimum. Imbiber la cartouche d'alcool chaud et décanter la solution bouillante en la versant dans la cartouche chauffée, jusqu'à ce que le bécher soit presque vide.

Verser le reste de la solution ainsi que les matières insolubles dans la cartouche, en rinçant à l'aide d'un agitateur caoutchouté, si nécessaire, avec des quantités successives d'alcool chaud contenu dans un flacon de rinçage conservé au chaud dans un bain-marie. Enfin, rincer la cartouche de haut en bas avec un mince filet d'alcool chaud. Il faut au moins 75 ml d'alcool chaud pour assurer un rinçage complet et le transvasement du bécher original dans la cartouche.

Introduire la cartouche contenant les matières insolubles dans le tube à siphon (A.2.2.1.2), mettre 125 ml de l'alcool dans la fiole conique (A.2.2.1.3) et raccorder tous les éléments de l'appareil. Faire couler l'eau dans le condenseur (A.2.2.1.1), en veillant à ce qu'elle soit en quantité suffisante pour assurer une condensation efficace. Allumer le brûleur (A.2.2.5) et chronométrer l'extraction durant 1 h exactement à partir du premier vidage du siphon. Régler immédiatement le taux de chauffage de manière à établir un cycle complet de remplissage et de vidage du tube à siphon toutes les 2 min, chronométré à l'aide du compte-secondes ou de préférence du sablier de deux minutes (A.2.2.9), pour chaque cycle d'extraction.

De cette manière 30 cycles par heure exactement sont accomplis. Si ce cycle n'est pas rigoureusement maintenu, on ne peut vérifier les résultats sur des échantillons de rechange dans le même laboratoire, ni obtenir des chiffres concordants d'un laboratoire à un autre, même si l'on travaille sur le même étalon. Il est également nécessaire de protéger l'appareil contre les courants d'air pendant le fonctionnement, sinon on ne peut maintenir le nombre de cycles convenables.

Parfois, on trouve des échantillons de gomme laque en feuilles qui ne donnent pas le nombre requis de 30 cycles par heure, en raison de la lenteur de filtration. Dans ce cas, continuer l'extraction jusqu'à ce que 30 cycles aient été

accomplis, ou recommencer l'essai avec une prise d'essai de 2 g et signaler l'échantillon comme anormal ou filtrant lentement.

Enlever la cartouche, égoutter verticalement sur du papier filtre et sécher dans l'étuve (A.2.2.6) maintenue à la température de 100 ± 2 °C. Après un séchage de 2 h, mettre la cartouche dans le flacon de pesage (A.2.2.3), refroidir dans le dessiccateur (A.2.2.7), et peser, en enlevant momentanément le bouchon juste avant de peser. Recommencer les opérations de séchage, à des intervalles de 1 h, et de pesage, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,002 g.

D'après la masse du résidu et la masse de l'échantillon, calculer le pourcentage de matières insolubles. Utiliser la masse la plus petite pour calculer les résultats.

A.2.6 Expression des résultats

Le pourcentage, en masse, de matières insolubles dans l'éthanol chaud est donné par la formule

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où
 m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.2.4);
 m_1 est la masse, en grammes, du résidu.

A.3 MÉTHODE II

A.3.1 Réactif

Alcool, éthanol à 95 % (V/V) ou alcool dénaturé à 95 % (V/V).

A.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

A.3.2.1 Appareil à extraction¹⁾, se composant d'un tube à siphon, d'un adaptateur, d'un condenseur et d'une fiole, montés à l'aide de bouchons ou de raccords rodés de façon que le solvant puisse être maintenu à l'ébullition dans la fiole et que les vapeurs qu'il dégage puissent monter dans le condenseur en passant par l'adaptateur. Le solvant reflue du condenseur dans le godet du tube à siphon.

A.3.2.1.1 Tube à siphon, en verre, du type indiqué à la figure 3, ayant une hauteur intérieure d'environ 52 mm et un diamètre intérieur minimal de 32 mm, reposant sur un tube adaptateur de façon à ce que le tube à siphon soit

1) Le type exact de l'appareil extracteur n'est pas d'une importance capitale, pourvu que sa conception permette une série ininterrompue d'extractions du solvant à approximativement sa température d'ébullition. L'appareil indiqué pour la méthode I (voir chapitre A.2), composé d'un tube à siphon, d'un condenseur et d'une fiole, convient aussi bien à cet essai.

entouré des vapeurs que dégage le solvant en ébullition (voir figure 3).

A.3.2.1.2 Condenseur, de n'importe quel modèle approprié.

A.3.2.1.3 Fiole, de n'importe quelle taille appropriée.

A.3.2.2 Papier filtre, de diamètre 125 mm, type moyen.

A.3.2.3 Flacons de pesage, en verre, d'environ 80 mm de hauteur et d'environ 40 mm de diamètre, à bouchon émeri.

A.3.2.4 Brûleur à gaz, de forme basse, ajustable, du type

Bunsen, avec plaque de protection contre les courants d'air, ou tout autre dispositif approprié.

A.3.2.5 Étuve, pouvant être maintenue à 100 ± 2 °C.

A.3.2.6 Dessiccateur, contenant de l'acide sulfurique (ρ 1,84 g/ml).

A.3.2.7 Balance, précise à 0,002 g.

A.3.3 Prise d'essai

Peser 4,5 à 5,5 g de l'«échantillon pour essai» de gomme laque en feuilles (voir S.3.1 de l'annexe S), à 0,01 g près.

Dimensions en millimètres
Toutes les dimensions
sont approximatives.

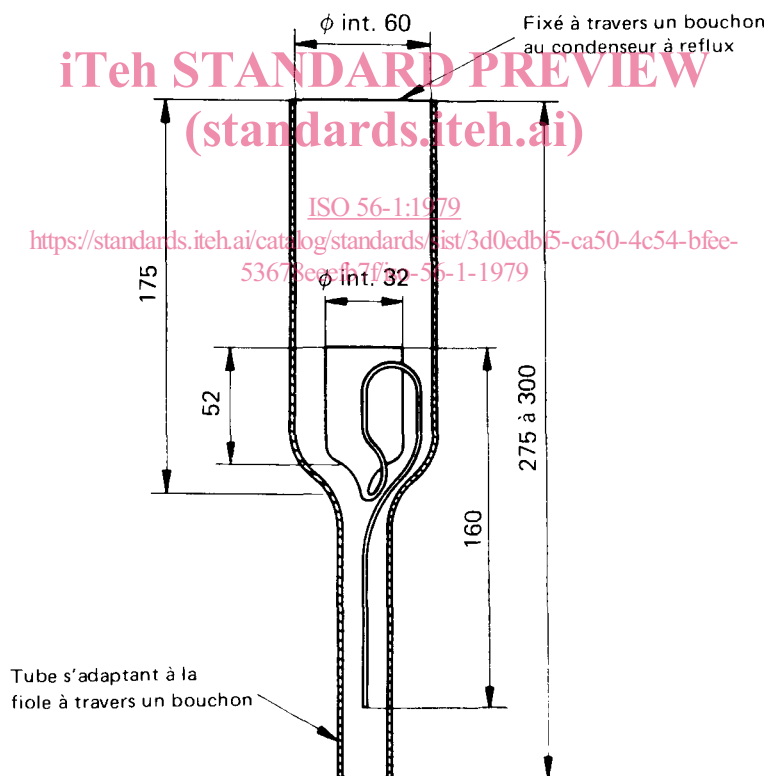


FIGURE 3 – Tube à siphon et tube adaptateur

1) Le type exact de l'appareil extracteur n'est pas d'une importance capitale, pourvu que sa conception permette une série ininterrompue d'extractions du solvant à approximativement sa température d'ébullition. L'appareil indiqué pour la méthode I (voir chapitre A.2), composé d'un tube à siphon, d'un condenseur et d'une fiole, convient aussi bien à cet essai.

A.3.4 Détermination

Plier le papier filtre (A.3.2.2) de façon à former une enveloppe complètement fermée (voir figure 4). Marquer ce papier d'un S (échantillon); l'envelopper dans un deuxième papier filtre marqué d'un C (tare). Séparer les deux papiers et les sécher dans l'étuve (A.3.2.5) maintenue à une température de 100 ± 2 °C durant 30 min. Porter rapidement dans des flacons séparés de pesage (A.3.2.3), qui ont été maintenus dans le dessiccateur (A.3.2.6). Remettre les flacons avec leur contenu dans le dessiccateur durant 20 min et peser ensuite par double pesage, de préférence au moyen d'une balance rapide de type aperiodique.

Placer la prise d'essai (A.3.3) dans l'enveloppe du papier filtre marquée d'un S; plier dans les plis d'origine, en prenant soin de ne laisser aucun passage possible, à travers lequel le produit finement broyé puisse s'échapper par la suite. Envelopper de nouveau dans le papier filtre marqué d'un C et lier avec du fil. Placer cette enveloppe dans un bécher de 100 ml et recouvrir avec de l'alcool (A.3.1). Laisser reposer toute la nuit à la température ambiante. Placer l'enveloppe dans le godet du tube à siphon (A.3.2.1.1) et faire une extraction continue avec de l'alcool chaud

durant 4 h. Maintenir l'enveloppe entièrement immergée dans l'alcool, lorsque le godet est plein. Maintenir un rythme accéléré pendant toute l'opération, quoique la durée exacte du cycle de remplissage et de vidage du godet ne soit pas d'une importance capitale.

Une fois le délai spécifié écoulé, retirer l'enveloppe de papier filtre, laisser égoutter, séparer les deux feuilles de papier, sécher chaque papier filtre à l'air durant 15 min, sur une plaque en verre, et ensuite durant 2 h dans l'étuve à réglage thermostatique maintenue à une température de 100 ± 2 °C. Replacer les papiers rapidement dans leur flacon de pesage respectif, laisser dans le dessiccateur durant 20 min et repeser par double pesage, après avoir retiré momentanément et ensuite remis le bouchon, de la manière habituelle. Sécher à nouveau les papiers durant 1 h à une température de 100 ± 2 °C et repeser. Si la perte de masse est supérieure à 0,002 g, renouveler les opérations de séchage et de pesage jusqu'à ce que la différence relevée entre deux pesées successives soit inférieure à 0,002 g. Utiliser la masse la plus petite pour calculer les résultats.

A.3.5 Expression des résultats

Comme pour la méthode I (voir A.2.6).

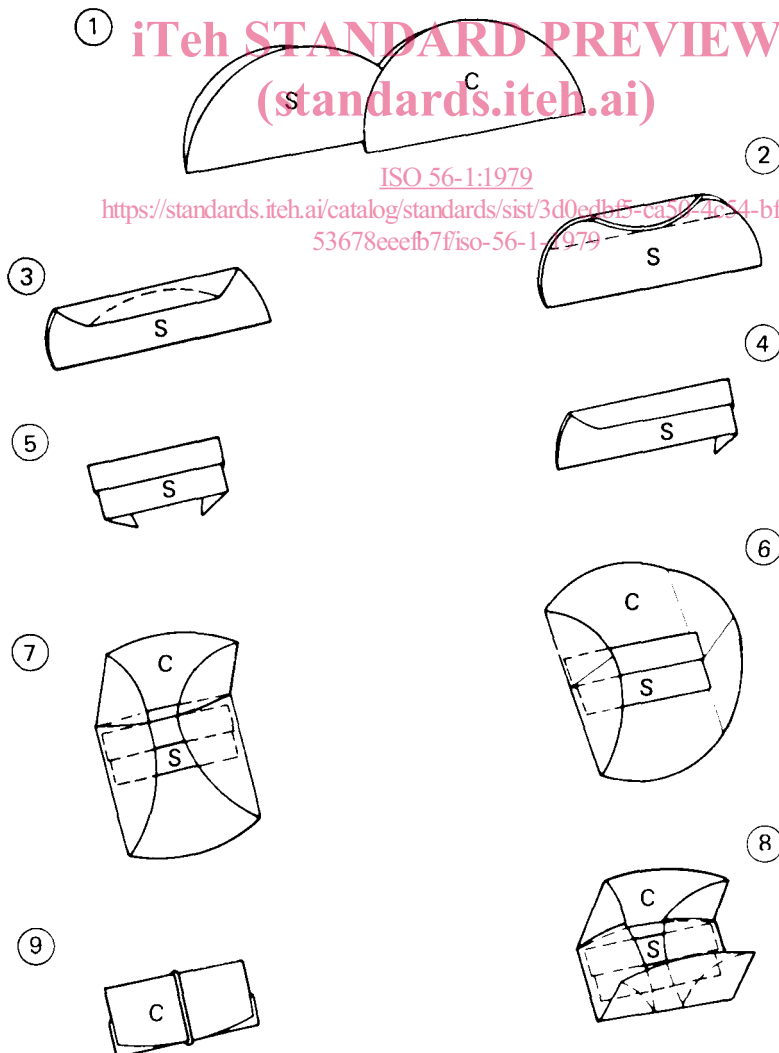


FIGURE 4 -- Pliage du papier filtre

ANNEXE B
(Voir 5.2)

RECHERCHE DE LA PRÉSENCE DE COLOPHANE (MÉTHODE HALPHEN-HICKS)

B.1 RÉACTIFS

B.1.1 Éthanol, absolu.

B.1.2 Acide acétique, cristallisable.

B.1.3 Éther de pétrole, point d'ébullition inférieur à 80 °C.

B.1.4 Solution A, comprenant 1 partie par volume de phénol dissous dans 2 parties par volume de tétrachlorure de carbone.

B.1.5 Solution B, comprenant 1 partie par volume de brome dissous dans 4 parties par volume de tétrachlorure de carbone.

B.2 APPAREILLAGE

B.2.1 Fiole conique, de capacité 250 ml.

B.2.2 Ampoule à décanter.

B.2.3 Papier filtre.

B.2.4 Capsule d'évaporation, à fond rond.

B.2.5 Bain de vapeur.

B.2.6 Récipient en porcelaine pour la réaction de la couleur.

B.2.7 Verre de montre.

B.3 MODE OPÉRATOIRE

B.3.1 Mettre environ 2 g de l'«échantillon pour essai» (voir R.3.1 de l'annexe R) dans la fiole conique de 250 ml (B.2.1), ajouter 10 ml de l'éthanol (B.1.1) ou de l'acide acétique cristallisable (B.1.2) et agiter jusqu'à complète dissolution des produits résineux. Ajouter alors lentement et en remuant constamment 50 ml de l'éther de pétrole (B.1.3). Après l'addition de l'éther de pétrole, ajouter 50 ml d'eau exactement de la même manière, verser dans l'ampoule à décanter (B.2.2) et laisser reposer jusqu'à ce que l'éther de pétrole se sépare. Décanter la couche d'eau, laver une fois avec de l'eau la couche d'éther de pétrole, puis filtrer l'extrait d'éther de pétrole à travers un papier filtre sec (B.2.3) dans la capsule d'évaporation (B.2.4). Évaporer jusqu'à siccité sur le bain de vapeur (B.2.5).

B.3.2 Ajouter 1 à 2 ml de la solution A (B.1.4) au résidu laissé après évaporation de la solution dans l'éther de pétrole et verser ce mélange dans le récipient en porcelaine (B.2.6) utilisé pour la réaction de la couleur, jusqu'à ce qu'il en remplisse juste la cavité. Remplir immédiatement une cavité adjacente avec la solution B (B.1.5). Couvrir le récipient avec le verre de montre renversé (B.2.7) et noter, le cas échéant, la couleur qui se produit dans la solution A sous l'action des vapeurs de brome provenant de la solution B.

B.3.3 Une couleur franchement violette ou bleu indigo foncé indique la présence de colophane.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 56-1:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/53678ecef7f/iso-56-1-1979>