
NORME INTERNATIONALE 56 / II

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

Gomme laque en feuilles — Spécification — Partie II : Gomme laque en feuilles de fabrication mécanique

Shellac — Specification — Part II : Machine-made shellac

iTeh STANDARD PREVIEW

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

[ISO 56-2:1979](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f-845b09104f46/iso-56-2-1979>

CDU 668.447.31

Réf. n° : ISO 56/II-1979 (F)

Descripteurs : gomme laque, spécification de matière, analyse chimique, essai, échantillonnage.

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 56/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 50, *Gomme laque*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Australie
Autriche
Corée, Rép. de
Inde

Mexique
Pays-Bas
Roumanie
Suède

ISO 56-2:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b7d9ce2-6100-47c9-827f-845b090488f/iso-56-2-1979>

Tchécoslovaquie
Turquie

Yougoslavie

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

Canada

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 56-1957, dont elle constitue une révision technique.

conjointement à l'ISO 56/I

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 56-2:1979](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f-845b09104f46/iso-56-2-1979)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f-845b09104f46/iso-56-2-1979>

SOMMAIRE

	Page
0 Introduction	1
1 Objet et domaine d'application	1
2 Définitions	2
3 Forme et présentation	2
4 Types et 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	21
J Détermination des matières solubles dans l'eau et essai de neutralité de l'extrait aqueux	22
K Essai de coulabilité	23
L Essai de polymérisation par la chaleur	26
M Détermination de l'indice d'acide	28
N Détermination de la teneur en plomb	29
P Détermination de la teneur en grès	31
Q Détermination de l'indice d'iode	32
R Essai pour déterminer la clarté de la solution	34
S Échantillonnage	35

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Gomme laque en feuilles — Spécification —

Partie II : Gomme laque en feuilles de fabrication mécanique

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 On a constaté que les types et les grades de gomme laque en feuilles de fabrication mécanique exigent certaines modifications en vue de pouvoir nettement définir les caractéristiques d'une livraison déterminée de ce produit. La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique est maintenant répartie en quatre types principaux, basés sur les diverses méthodes de fabrication, et ensuite en grades, en fonction de la couleur, dans chaque type. Les conditions requises pour les matières insolubles dans l'alcool chaud, l'indice de coloration et les cendres sont maintenant fixés sur la base du nouveau système de types et de grades.

0.3 Alors que, dans l'ISO/R 56, la limite de la teneur en cire était sujette à un accord entre l'acheteur et le fournisseur, des valeurs bien déterminées ont maintenant été ajoutées. De nouvelles conditions ont été fixées en ce qui concerne le grès, l'indice d'iode, la clarté de la solution et l'alcalinité de l'extrait aqueux.

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 mécanique, 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,
- q) indice d'iode, et
- r) clarté de la solution

SO 56-2:1979 y figurent à titre de conditions facultatives.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f>

ISO 56-3:1979

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 mécanique.

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

3.1 La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique 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 TYPES ET GRADES

4.1 Quatre types de gomme laque en feuilles de fabrication mécanique sont spécifiés, à savoir :

- Type I – produite par raffinage à chaud.
- Type II – produite par solvant.
- Type III – décolorée.
- Type IV – décolorée et décolorée.

4.2 Cinq grades dans chacun des types I et II, à savoir grades 1, 2, 3, 4 et 5, sont spécifiés. Quatre grades dans chacun des types III et IV, à savoir grades 1, 2, 3 et 4, sont spécifiés.

5 CONDITIONS ESSENTIELLES

5.1 Matières insolubles dans l'alcool chaud

La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique 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 1.

TABLEAU 1

Type	Maximum % (m/m)
I	0,6
II	0,3
III	0,2
IV	0,2

5.2 Colophane

La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique 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 mécanique 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 spécifié 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 accord mutuel entre l'acheteur et le fournisseur.

6.1 Matières volatiles (teneur en eau)

La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique ne doit pas contenir plus de 2,0 % (m/m) de matières volatiles (eau), cette teneur 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 laque en feuilles de fabrication mécanique, déterminé par la méthode spécifiée dans l'annexe F, ne doit pas dépasser les limites données dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Grade \ Type	A	B	C	D	E
I, II	8	12	22	35	50
III	9	20	35	50	—
IV	0,9	2,0	3,5	5,0	—

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 mécanique du type I et du type II ne doit pas contenir plus de 5,5 % (m/m) de cire et celle du type III et du type IV ne doit pas contenir plus de 0,2 % (m/m) de cire, déterminés respectivement par la méthode I et par la méthode II spécifiées dans l'annexe G.

6.4 Cendres

La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique ne doit pas contenir plus de 0,3 % (*m/m*) de cendres, déterminé d'après la méthode spécifiée dans l'annexe H.

6.5 Matières solubles dans l'eau

La gomme laque en feuilles de fabrication mécanique 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 mécanique 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 mécanique 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 mécanique 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.

6.12 Clarté de la solution

Cette condition est applicable à la gomme laque en feuilles du type II et du type IV et elle doit faire l'objet d'un accord entre l'acheteur et le fournisseur. La gomme laque en feuilles ne doit présenter aucune turbidité lorsqu'elle fait l'objet de l'essai spécifié dans l'annexe R.

ISO 56-2:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f->

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb7d9ce2-6100-47c9-827f->

7 ÉCHANTILLONNAGE

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

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 à 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-chromium 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).

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

A.2.2.3 Flacons de pesage, fermés par un bouchon en

verre d'environ 80 mm de hauteur et d'environ 40 mm de diamètre.

A.2.2.4 Bain-marie, en cuivre d'épaisseur 0,9 mm environ (ou de 21 B.G.) (approximativement 8 kg/m²), 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 S.3.1 de l'annexe S) 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.

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 min (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 un échantillon 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

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

ou

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.

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.3.2.1.1 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 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 $100 \pm 2^\circ\text{C}$.

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.

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 $100 \pm 2^\circ\text{C}$ 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 du type apériodique.

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

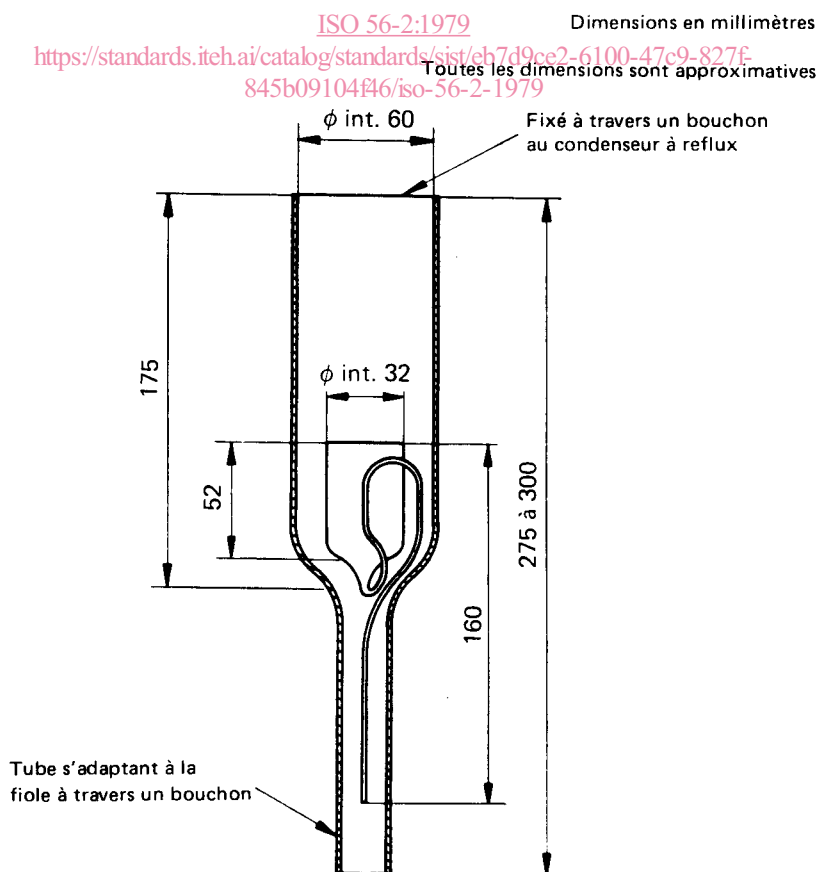


FIGURE 3 — Tube à siphon et tube adaptateur

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).

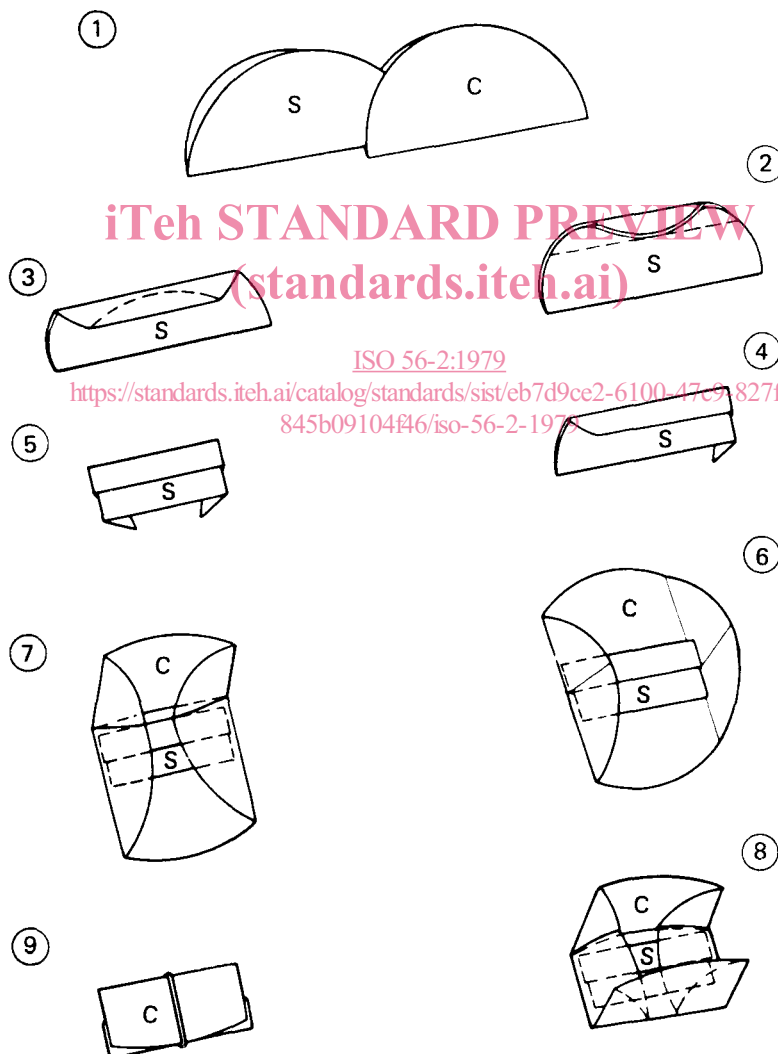


FIGURE 4 – Pliage du papier filtre

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 S.3.1 de l'annexe S) 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 56-2:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b748e2c6-6100-47e0-8276-845b09104f46/iso-56-2-1979>