

---

---

**Cuir — Essais chimiques — Dosage des  
matières solubles dans le  
dichlorométhane et des acides gras  
libres**

*Leather — Chemical tests — Determination of matter soluble in  
dichloromethane and free fatty acid content*

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

[ISO 4048:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcd73be7-a469-46c4-bff9-9f300999d947/iso-4048-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcd73be7-a469-46c4-bff9-9f300999d947/iso-4048-2008>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 4048:2008](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcd73be7-a469-46c4-bff9-9f300999d947/iso-4048-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 4048/IUC 4 a été élaborée par le Comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité Européen de Normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (Commission IUC, IULTCS), conformément à l'accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Elle est fondée sur l'IUC 4 publiée dans le *J. Soc. Leather Trades Chemists*, **49**, p. 10, 1965, et déclarée méthode officielle de l'IULTCS en 1965.

L'IULTCS, qui date de 1897, est une organisation mondiale de professionnels du cuir qui suit les progrès des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS comporte trois Commissions, qui sont responsables de l'élaboration de méthodes internationales d'échantillonnage et d'essais des cuirs. L'ISO reconnaît l'IULTCS en tant qu'organisme international de normalisation pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4048:1977), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

ISO 4048:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcd73be7-a469-46c4-bff9-9f300999d947/iso-4048-2008>

# Cuir — Essais chimiques — Dosage des matières solubles dans le dichlorométhane et des acides gras libres

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des substances contenues dans le cuir et solubles dans le dichlorométhane. Cette méthode est applicable à tous les types de cuir.

Il n'existe aucun solvant organique capable d'extraire toutes les graisses et les matières analogues d'un cuir; celles-ci peuvent être en partie solubles et en partie combinées au cuir. D'autre part, le solvant peut dissoudre des matières non grasses, par exemple du soufre et des produits d'imprégnation et, dans l'un et l'autre cas, la détermination de l'indice d'acidité et de l'indice de saponification des graisses est rendue difficile.

La présente Norme internationale inclut deux techniques d'extraction des matières grasses: 1) extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet; et 2) extraction à l'aide d'un système d'extraction sous pression.

L'extraction étant fréquemment effectuée parallèlement à la détermination de la teneur en acides gras libres du cuir, la présente Norme internationale inclut également un mode opératoire de détermination des acides gras libres extraits selon cette méthode.

L'appareillage et le mode opératoire spécifiés dans la présente méthode sont également utilisables pour des extractions effectuées avec d'autres solvants que le dichlorométhane (même s'il peut être nécessaire de faire varier les conditions de température pour l'extraction à haute pression).

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

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

ISO 4098, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières solubles dans l'eau, des matières inorganiques solubles dans l'eau et des matières organiques solubles dans l'eau*

ISO 4684, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières volatiles*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **matières extractibles**

matières grasses et autres matières solubles qui peuvent être extraites du cuir par le dichlorométhane

### 3.2

#### teneur en acides gras libres

teneur en acides gras des matières extractibles, déterminée par la présente méthode et exprimée sous forme d'acide oléique

## 4 Principe

Le cuir préparé fait l'objet d'une extraction par le dichlorométhane. On laisse le solvant s'évaporer de l'extrait, qui est ensuite séché à 102 °C. Une analyse peut ensuite être effectuée sur l'extrait ainsi obtenu, afin de déterminer la teneur en acides gras libres du cuir.

## 5 Réactifs

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue.

### 5.1 Dosage des matières solubles dans le dichlorométhane.

**5.1.1 Dichlorométhane**, point d'ébullition 38 °C à 40 °C, fraîchement distillé et conservé dans une fiole sombre placée sur une couche d'oxyde de calcium. Il convient de contrôler comme suit le dichlorométhane conservé depuis un certain temps, pour détecter la présence éventuelle d'acide chlorhydrique qui aurait pu se former.

- Mélanger 10 ml de dichlorométhane et 1 ml de solution de nitrate d'argent 0,1 mol/l.
- Si la solution de nitrate d'argent devient trouble, il convient de redistiller le dichlorométhane et de le conserver dans une fiole sombre, sur une couche d'oxyde de calcium.

**AVERTISSEMENT** — Le dichlorométhane est un produit toxique, il convient de l'utiliser avec précaution. Il convient de se conformer aux instructions du fournisseur.

### 5.2 Dosage des acides gras libres du cuir.

**5.2.1 Solvant mixte**, un mélange de volumes égaux de diéthyléther et d'éthanol 95 % (fraction volumique), neutralisé avec de l'hydroxyde de sodium 0,1 mol/l (de la phénolphtaléine est utilisée comme indicateur).

Si, pour une raison quelconque, d'autres solvants sont effectivement utilisés, le ou les solvant(s) utilisé(s) doivent être indiqués dans le rapport d'essai.

**5.2.2 Hydroxyde de sodium**, solution étalon 0,1 mol/l.

**5.2.3 Solution indicateur de phénolphtaléine**, à 10 g par litre, préparée dans de l'éthanol à 95 % (fraction volumique).

Pour le dosage des solutions de couleur sombre, il est possible de faciliter l'observation du point de virage du titrage en remplaçant la phénolphtaléine soit par de la thymolphtaléine, soit par du bleu alcalin 6B. Il est également possible d'ajouter 1 ml d'une solution à 0,1 % de bleu de méthylène par 100 ml de la solution de phénolphtaléine avant de procéder au titrage. Il est préférable d'utiliser la phénolphtaléine dans toute la mesure du possible.

**NOTE** Le dichlorométhane utilisé pour la présente analyse peut être récupéré et employé de nouveau, après distillation.

## 6 Appareillage

**6.1 Extracteur Soxhlet**, avec ballon d'extraction de capacité convenable et réfrigérant, ou **système d'extraction sous pression**, avec flacon d'extraction de capacité convenable.

**6.2 Cartouches en papier-filtre**, de dimensions convenables, ou **cartouches filtrantes en verre** appropriées.

**6.3 Étuve**, pouvant être maintenue à  $(102 \pm 2)$  °C.

**6.4 Balance analytique**, permettant de peser à 0,1 mg près.

**6.5 Dessiccateur**, permettant de refroidir les récipients d'extraction.

**6.6 Laine de verre** ou **bourre de coton**.

Si de la bourre de coton est utilisée, elle doit subir une extraction au dichlorométhane (5.1.1).

## 7 Échantillonnage et préparation des échantillons

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418. S'il n'est pas possible de procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418, le rapport d'essai doit comporter des précisions sur l'échantillonnage. Broyer le cuir conformément à l'ISO 4044.

Les échantillons doivent être analysés en double.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 8 Mode opératoire

ISO 4048:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bcd73be7-a469-46c4-bff9-9f300999d947/iso-4048-2008>

### 8.1 Généralités

À l'aide de la balance analytique (6.4), peser avec précision  $(10 \pm 0,1)$  g de l'échantillon préparé et entasser régulièrement cette prise d'essai dans la cartouche d'extraction en papier-filtre ou en verre (6.2). Couvrir le cuir d'une mince couche de laine de verre ou de bourre de coton (6.6).

Sécher le ballon d'extraction (voir 6.1) contenant quatre billes en verre, en le chauffant durant 30 min à une température de  $(102 \pm 2)$  °C. Peser après avoir fait refroidir dans le dessiccateur (6.5).

NOTE Si le dosage des acides gras libres n'est pas effectué, il est possible de remplacer les billes de verre par des copeaux d'ébullition.

Deux techniques d'extraction des matières grasses sont décrites: 1) extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet (voir 8.2); et 2) extraction à l'aide d'un système d'extraction sous pression (voir 8.3). En cas de litige, c'est la méthode avec extracteur de Soxhlet qui doit être utilisée.

### 8.2 Extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet

**8.2.1** Placer l'échantillon préparé en 8.1 dans l'appareil d'extraction et commencer l'extraction, en continu, par le dichlorométhane (voir 8.2.2); puis, après au moins 30 passages du solvant, éliminer par distillation le dichlorométhane du ballon contenant l'extrait (voir 8.2.3).

Sécher l'extrait dans l'étuve (6.3), maintenue à  $(102 \pm 2)$  °C, durant 4 h (si des gouttes d'eau sont visibles avant séchage, ajouter 1 ml à 2 ml d'éthanol). Faire refroidir en dessiccateur durant 30 min, puis peser.

Recommencer les opérations de séchage, de refroidissement et de pesée, mais avec une durée de séchage de 1 h, jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne révèlent pas une perte de masse supérieure à 0,01 g, ou jusqu'à ce que la durée totale du séchage atteigne 8 h (voir 8.2.3).

**8.2.2** Le dichlorométhane (5.1.1) peut aussi dissoudre des matières non grasses du cuir, par exemple du soufre (on reconnaît la présence de soufre à un précipité jaune dans le ballon). La gêne causée par le soufre peut être supprimée de la façon suivante.

- Dissoudre l'extrait dans la plus petite quantité possible d'oxyde de diéthyle (éther) et filtrer à travers une petite bourre de coton (6.6), dans une fiole préalablement pesée.
- Après lavage complet à l'éther du filtre en bourre de coton, éliminer l'éther de l'extrait contenu dans la fiole, par distillation au-dessus d'un bain d'eau chaude éloigné préalablement de toute flamme.
- Si le soufre précipite de nouveau, recommencer le cycle des opérations.
- Après distillation de l'oxyde de diéthyle, sécher la fiole et le résidu, puis peser.

**8.2.3** L'extrait peut être utilisé pour diverses analyses, par exemple pour déterminer l'indice d'acide et de saponification des matières grasses, ou pour déterminer la teneur en acides gras libres du cuir.

NOTE Après élimination du solvant, l'extrait de cuir peut être utilisé pour doser les matières solubles dans l'eau conformément à l'ISO 4098.

### **8.3 Extraction à l'aide d'un système d'extraction sous pression**

Placer l'échantillon préparé en 8.1 dans l'appareil d'extraction et remplir de dichlorométhane. Il convient de faire bouillir l'échantillon à 180 °C pendant 40 min. Il convient ensuite de distiller suffisamment de dichlorométhane du flacon contenant l'extrait pour s'assurer que le solvant a été éliminé de la cartouche d'extraction. Il convient de poursuivre l'extraction pendant encore 40 min, le dichlorométhane distillé percolant à travers l'échantillon de cuir et s'écoulant dans le récipient d'extraction situé au-dessous. Enfin, il convient de distiller le reste de dichlorométhane du flacon contenant l'extrait (voir 8.2.2 et 8.2.3).

Sécher l'extrait dans l'étuve (6.3), maintenue à  $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ , durant 4 h (si des gouttes d'eau sont visibles avant séchage, ajouter 1 ml à 2 ml d'éthanol). Faire refroidir en dessiccateur durant 30 min, puis peser.

Recommencer les opérations de séchage, de refroidissement et de pesée, mais avec une durée de séchage de 1 h, jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne révèlent pas une perte de masse supérieure à 0,01 g, ou jusqu'à ce que la durée totale du séchage atteigne 8 h (voir 8.2.3).

### **8.4 Dosage des acides gras libres**

Ajouter, dans le flacon contenant l'extrait pesé obtenu selon 8.2 ou 8.3, 40 ml de solvant mixte (5.2.1), puis 0,5 ml de solution indicateur de phénolphtaléine (5.2.3).

Dissoudre complètement l'extrait en effectuant des mouvements de rotation du flacon, en chauffant si nécessaire. Refroidir et titrer rapidement la solution avec une solution d'hydroxyde de sodium 0,1 mol/l (5.2.2), en agitant vigoureusement au cours du titrage, jusqu'à ce qu'un changement de couleur, léger mais net, persistant pendant 15 s, indique que le point de virage a été atteint.

## **9 Expression des résultats**

### **9.1 Calcul**

La matière extractible par le dichlorométhane, exprimée en pourcentage par masse de matière sèche, est donnée par la formule:

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



où

$m_0$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, de l'extrait;

et

$$F = \frac{100}{100 - w}$$

où  $w$  est la fraction massique de matière volatile (selon l'ISO 4684), en pourcentage.

La teneur en acides gras libres, exprimée sous forme d'acide oléique,  $C_{18}H_{34}O_2$ , est donnée en pourcentage par masse, par la formule:

$$\frac{V}{m_0} \times 2,82 \times F$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 mol/l utilisée pour le titrage;

$m_0$  est la masse, en grammes, de l'échantillon pour essai;

et 1 ml de NaOH 0,1 mol/l (5.2.2) titrera 0,028 2 g d'acide oléique.

## 9.2 Répétabilité

ISO 4048:2008

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

## 9.3 Reproductibilité

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

## 10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit fournir les précisions suivantes:

- la référence de la présente Norme internationale (ISO 4048);
- l'identification complète de l'échantillon;
- les caractéristiques du (des) solvant(s) utilisé(s);
- la moyenne des résultats obtenus, avec un chiffre après la virgule;
- des précisions concernant tout écart par rapport au mode opératoire d'essai ou tout incident susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats;
- des précisions sur le mode opératoire d'extraction utilisé.