

IULTCS

Date: 2018-06

Deleted: 12-23

ISO 4048(F)

Deleted: /FDIS

IULTCS/IUC 4

Secrétariat:

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 4048:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80654184-7ee3-4881-8f1f-3ef51dd1030d/iso-4048-2018>

Sommaire

Avant-propos	iii
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage et préparation des échantillons	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Généralités	3
8.2 Extraction à l'aide d'un appareil de Soxhlet	3
8.3 Extraction à l'aide d'un système d'extraction sous pression	4
8.4 Dosage des acides gras libres	4
9 Expression des résultats	5
9.1 Calcul des matières extractibles par le dichlorométhane	5
9.2 Calcul de la teneur en acides gras libres	5
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Comparaison avec cinq échantillons de cuir	7
Annexe B (informative) Répétabilité et reproductibilité	8
Bibliographie	9

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), en collaboration avec le comité technique du Comité européen de normalisation (CEN) CEN/TC 289, Cuir, dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il est fondé sur le document IUC 4, publié dans le J. Soc. Leather Tech. Chem., 49, p. 10, 1965, et déclaré méthode officielle de l'IULTCS en 1965.

L'IULTCS est une organisation mondiale de sociétés professionnelles des industries du cuir fondée en 1897 ayant pour mission de favoriser l'avancement des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS a trois commissions, qui sont responsables de l'établissement des méthodes internationales d'échantillonnage et d'essai des cuirs. L'ISO reconnaît l'IULTCS en tant qu'organisme international à activités normatives pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 4048:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique, comme suit:

- simplification du texte sur le dichlorométhane en 5.1;

Deleted: Commission
Deleted:)
Deleted: Comité
Deleted: CEN/TC 289, Cuir,
Deleted:),
Deleted: s'appuie
Deleted: l'IUC
Deleted: publiée
Deleted: déclarée
Deleted: Fondée en 1897, l'IULTCS
Deleted: regroupant les professionnels
Deleted: , dont le but est
Deleted: faire évoluer la science
Deleted: la technologie
Deleted: L'IULTCS est composée de
Deleted: Commissions
Deleted: l'établissement de
Deleted: d'échantillonnage
Deleted: d'essai du cuir. L'ISO
Deleted: l'IULTCS comme un organisme
Deleted: de normalisation
Deleted: l'élaboration
Deleted: d'essai portant sur le

ISO 4048:2018(F)
IULTCS/IUC 4:2018(F)

- révision de l'Article 7 pour permettre l'analyse d'un seul échantillon, par exemple lorsque la quantité d'échantillon disponible est trop faible;
- révision de 8.1 pour permettre l'obtention d'un plus petit échantillon pour doser uniquement les substances solubles dans le dichlorométhane;
- révision de 8.2.1 et 8.3 pour définir une durée de séchage d'au moins 6 h et suppression du dernier alinéa en 8.3;
- déplacement des anciens paragraphes 9.1 et 9.2 dans une nouvelle Annexe B informative;
- séparation de l'Article 9 en deux nouveaux paragraphes 9.1 et 9.2 et modification afin de présenter les résultats correspondant à un seul échantillon;
- révision de l'Article 10 d) afin de tenir compte des modifications apportées à l'Article 9.

Deleted: 10d

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4048:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80654184-7ee3-4881-8ff1-f3ef51dd1030d/iso-4048-2018>

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

1 Domaine d'application

Le présent document 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'acide et de l'indice de saponification des graisses est rendue difficile.

Le présent document 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, un mode opératoire de détermination des acides gras libres extraits selon cette méthode est également inclus.

L'appareillage et la technique décrite 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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

Moved down [1]: — IEC
Electropedia: disponible à l'adresse
<http://www.electropedia.org/>

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

Moved (insertion) [1]

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* (3.1), 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, numéro CAS 75-09-2.

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

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 d'oxyde de diéthyle et d'éthanol à 95 % (fraction volumique), neutralisé avec de l'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l (de la phénolphtaléine est utilisée comme indicateur).

Si, pour une raison quelconque, d'autres solvants sont utilisés, le ou les solvants utilisés doivent être indiqués dans le rapport d'essai.

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

5.2.3 **Solution d'indicateur à base de phénolphtaléine**, à 10 g/l, 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.

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. Tout autre équipement validé donnant des résultats équivalents à ceux de l'extracteur Soxhlet peut être utilisé.

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

6.3 Étuve, pouvant être maintenue à (102 ± 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**, ou équivalent.

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

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

Échantillon conforme à l'ISO 2418. S'il est impossible d'effectuer 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.

Il convient d'analyser les échantillons en double, si cela est possible.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

À l'aide de la balance analytique (6.4), peser avec précision $(10 \pm 0,1)$ g ou $(5 \pm 0,1)$ g de l'échantillon de cuir préparé (si seule la matière soluble est déterminée) 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 ou équivalent (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 ± 2) °C. Peser après avoir fait refroidir dans le dessiccateur (6.5).

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 Soxhlet qui doit être utilisée. Une comparaison des résultats obtenus avec les deux techniques est fournie dans l'Annexe A et dans l'Annexe B.

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). Après au moins 30 passages du solvant, éliminer par distillation le dichlorométhane du ballon contenant l'extrait (voir 8.2.3).

ISO 4048:2018(F)
IULTCS/IUC 4:2018(F)

Sécher l'extrait dans l'étuve (6.3), maintenue à (102 ± 2) °C, pendant au moins 6 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.

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 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 l'indice de saponification des matières grasses, ou pour déterminer la teneur en acides gras libres du cuir.

Après élimination du solvant, l'extrait de cuir peut être utilisé pour doser les matières solubles dans l'eau conformément à l'ISO 4098^[1].

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 ± 2) °C, pendant au moins 6 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.

8.4 Dosage des acides gras libres

Dans le flacon contenant l'extrait pesé obtenu selon 8.2 ou 8.3, ajouter 40 ml de solvant mixte (5.2.1), puis 0,5 ml de solution d'indicateur à base 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 à 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 des matières extractibles par le dichlorométhane

La matière extractible par le dichlorométhane, exprimée en pourcentage en masse sur 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.

Le résultat pour la matière extractible par le dichlorométhane est:

— la moyenne des deux dosages individuels;

ou

— la valeur obtenue pour un seul échantillon.

Les chiffres doivent être indiqués à une décimale près.

9.2 Calcul de la teneur en acides gras libres

La teneur en acides gras libres, exprimée sous forme d'acide oléique, $C_{18}H_{34}O_2$, est donnée en pourcentage en 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 à 0,1 mol/l utilisée pour le titrage;

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

F voir 9.1.

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

Le résultat pour la teneur en acides gras libres est:

— la moyenne des deux dosages individuels;

ou

— la valeur obtenue pour un seul échantillon.

Les chiffres doivent être indiqués à une décimale près.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit fournir les précisions suivantes:

- a) une référence au présent document (c'est-à-dire l'ISO 4048);
- b) l'identification complète de l'échantillon;
- c) les caractéristiques du (des) solvant(s) utilisé(s);
- d) la matière extractible par le dichlorométhane et/ou la teneur en acides gras libres obtenues en 9.1 et en 9.2;
- e) des précisions concernant tout écart par rapport au mode opératoire d'essai ou tout incident susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats;
- f) des précisions sur le mode opératoire d'extraction utilisé.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4048:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80654184-7ee3-4881-8f1f-3ef51dd1030d/iso-4048-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80654184-7ee3-4881-8f1f-3ef51dd1030d/iso-4048-2018>