
NORME INTERNATIONALE



2916

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

Laine — Détermination de la teneur en alcali

Wool — Determination of alkali content

Première édition — 1975-07-01

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 2916:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b368736f-563a-4e30-8cbf-c227841114b3/iso-2916-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b368736f-563a-4e30-8cbf-c227841114b3/iso-2916-1975>

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 2916 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 38, *Textiles*, et soumise aux Comités Membres en novembre 1972.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne	Hongrie	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Iran	Suède
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Bulgarie	Italie	Thaïlande
Canada	Japon	Turquie
Danemark	Norvège	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Espagne	Pays-Bas	
Finlande	Pologne	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Laine – Détermination de la teneur en alcali

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale reprend le contenu de la méthode FLI 21-69, mise au point par la Fédération Lainière Internationale (FLI).

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en alcali de la laine.

La méthode est applicable à la laine non teinte sous toutes ses formes, par exemple laine en bourre, voile de cardé, ruban de peigné, fil ou étoffe. Elle peut cependant être utilisée sur laine teinte, à condition que la quantité de colorant démontée pendant l'essai ne perturbe pas l'estimation du point final du titrage.

2 PRINCIPE

Extraction de l'alcali contenu dans une quantité connue de laine par immersion dans une solution diluée d'acide borique. Détermination de la quantité d'alcali extraite, par titrage à l'aide d'une solution titrée d'acide chlorhydrique.

3 RÉACTIFS

3.1 Acide borique, solution.

Dissoudre 10 g d'acide borique (de qualité analytique reconnue) dans 1 l d'eau distillée.

3.2 Acide chlorhydrique, solution N/20.

Étalonner cette solution par titrage à l'aide d'une solution titrée d'hydroxyde de sodium fraîchement préparée.

3.3 Rouge de méthyle-Bleu de méthylène, solutions indicatrices :

- Rouge de méthyle, solution à 1 g/l dans l'éthanol absolu.
- Quatre ml d'une solution aqueuse de bleu de méthylène à 10 g/l sont mélangés à chaud à 96 ml d'éthanol.

4 APPAREILLAGE

4.1 **Fioles coniques à bouchon rodé**, de capacité 250 ml.

4.2 **Fioles Erlenmeyer**, de capacité 250 ml.

4.3 **Microburette**, de capacité 2 ml.

4.4 **Pipettes**, de capacités 50 et 100 ml.

4.5 **Vase à peser avec couvercle**.

4.6 **Creuset filtrant à plaque en verre fritté**, dont le diamètre des pores est compris entre 100 et 160 μm .

4.7 **Balance analytique**, précise à 0,000 5 g.

4.8 **Dessiccateur**.

4.9 **Étuve**, pour sécher les prises d'essai, réglable à 105 ± 2 °C.

4.10 **Agitateur mécanique** (facultatif).

5 ÉCHANTILLONNAGE ET PRÉPARATION DES PRISES D'ESSAI

Prélever un échantillon représentatif du lot à essayer et ayant une masse de 10 g au moins.

Si l'extrait dichlorométhanique de l'échantillon dépasse 1 %, dégraisser l'échantillon de la manière suivante :

Extraire l'échantillon, dans un appareil de Soxhlet, par du dichlorométhane, durant 1 h à la vitesse minimale de 6 cycles par heure. Laisser évaporer le dichlorométhane de l'échantillon dégraissé, et éliminer toute matière végétale et étrangère de la laine. Si l'échantillon est sous forme de fil ou d'étoffe, le réduire à l'état de fils de courte longueur (1 cm environ) et le laisser se mettre en équilibre avec l'atmosphère du laboratoire. Les matières feutrées qui ne peuvent être réduites à l'état de fil doivent être coupées en petits morceaux.

Prélever sur l'échantillon, dégraissé ou non, selon le cas, au moins deux prises d'essai, représentatives de l'échantillon, de $2 \pm 0,001$ g chacune; et une prise d'essai, représentative de l'échantillon, de $1 \pm 0,001$ g, pour la détermination de la masse sèche.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Détermination de la masse sèche

Placer la prise d'essai de masse $1 \pm 0,001$ g dans le vase à peser (4.5) et la sécher à l'étuve (4.9) réglée à 105 ± 2 °C.

Boucher le vase, le laisser refroidir dans le dessiccateur (4.8), le retirer et déterminer la masse. Répéter ces opérations jusqu'à masse constante.¹⁾

Retirer la prise d'essai, déterminer la masse du vase à peser et calculer alors la masse sèche de la prise d'essai. Calculer proportionnellement la masse sèche des autres prises d'essai.

6.2 Détermination de la teneur en alcali

Placer chacune des autres prises d'essai dans une fiole conique à bouchon rodé (4.1). Ajouter, à l'aide d'une pipette (4.4), 100 ml de la solution d'acide borique (3.1), boucher les fioles à l'aide de leur bouchon en verre, puis les agiter durant 2 h à l'aide de l'agitateur mécanique (4.10) ou bien les abandonner une nuit sans agitation après avoir préalablement assuré le mouillage de la laine par une agitation manuelle.

Décantier, puis filtrer l'extrait de laine au travers du creuset filtrant (4.6), afin de retenir les particules fibreuses.

Prélever, à l'aide d'une deuxième pipette (4.4), 50 ml de l'extrait filtré, les placer dans une fiole Erlenmeyer (4.2). Après avoir ajouté 3 gouttes de la solution de rouge de méthyle (3.3 a)) et 3 gouttes de la solution de bleu de méthylène (3.3 b)), titrer l'extrait à l'aide de la solution d'acide chlorhydrique (3.2).

Effectuer un titrage sur chacun des extraits et déterminer la moyenne des volumes de solution d'acide chlorhydrique N/20 utilisés pour les deux titrages.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La masse d'alcali contenue dans la laine, exprimée en pourcentage de la masse sèche de matière, est donnée par la formule

$$\text{Teneur en alcali} = \frac{T \times V \times k}{m} \%$$

où

T est la normalité de la solution d'acide chlorhydrique utilisée;

V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique, utilisé (moyenne de deux titrages);

k est une constante;

m est la masse sèche, en grammes, de la prise d'essai séchée.

La valeur de k dépend de la forme sous laquelle la teneur en alcali doit être exprimée; elle est de

5,3 lorsqu'elle est exprimée en carbonate de sodium;

4,0 lorsqu'elle est exprimée en hydroxyde de sodium;

3,1 lorsqu'elle est exprimée en oxyde de sodium.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- attestation que l'essai a été conduit conformément aux spécifications de la présente Norme Internationale;
- résultats pour chaque prise d'essai obtenus à l'aide de la formule du chapitre 7, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

1) La masse constante est atteinte lorsqu'une prise d'essai, après avoir été reséchée durant 30 min au moins, n'accuse pas un changement de masse de plus de 1 mg.

ANNEXE

PRÉCISION DE LA MÉTHODE

Un essai entre laboratoires a été mené par un groupe de travail. Il a porté sur trois laines contenant des quantités d'alcali différentes et a groupé neuf laboratoires participants. L'exploitation statistique des $3 \times 9 \times 2$ résultats (chaque laboratoire a, pour chaque laine, effectué deux déterminations) a conduit aux valeurs rassemblées dans le tableau suivant :

	Laine A	Laine B	Laine C
Teneur moyenne en alcali, en % de la laine essayée	0,23	0,35	0,60
Estimation de la composante de la dispersion s_L entre laboratoires, en % de la teneur en alcali	0,019	0,018	0,023
Estimation de la composante de la dispersion s_R à l'intérieur d'un laboratoire, en % de la teneur en alcali	0,003 0	0,004 1	0,006 8

Ces valeurs permettent d'estimer la grandeur de l'intervalle de confiance d'une détermination de la teneur en alcali effectuée suivant la méthode spécifiée.

A.1 GRANDEUR DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE POUR LES RÉSULTATS D'UN LABORATOIRE

Si l'on ne tient pas compte de la dispersion entre laboratoires (comparaisons à l'intérieur d'un laboratoire), on estime la valeur T_i de l'intervalle de confiance de la

moyenne d'un laboratoire au niveau de confiance de 95 % (5 % de probabilité d'erreur) à l'aide de la formule

$$T_i = \pm 2 \frac{s_R}{\sqrt{k}} \text{ (pourcentage de teneur en alcali)}$$

où k est le nombre de déterminations qui ont servi au calcul de la moyenne.

On prend, pour s_R , une valeur provenant du tableau donné plus haut, en fonction de la teneur moyenne en alcali, obtenue en opérant éventuellement une interpolation grossière.

A.2 GRANDEUR DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE EN TENANT COMPTE DE LA DISPERSION ENTRE LABORATOIRES

Si l'on tient compte de la dispersion entre laboratoires (comparaison entre différents laboratoires), on estime la valeur T_L de l'intervalle de confiance de la moyenne au niveau de confiance de 95 % (5 % de probabilité d'erreur) à l'aide de la formule

$$T_L = \pm 2 \sqrt{\frac{s_L^2}{i} + \frac{s_R^2}{i \times k}} \text{ (pourcentage de teneur en alcali)}$$

Dans cette formule, on admet que chacun des i laboratoires participants a effectué k mesurages. Si l'on pose $i = 1$, on obtient la cas particulier de l'estimation de l'intervalle de confiance pour un laboratoire tenant compte de la dispersion entre laboratoires.

On estime les valeurs approximatives de s_L et s_R à partir du tableau donné plus haut.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2916:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b368736f-563a-4e30-8cbf-c227841114b3/iso-2916-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2916:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b368736f-563a-4e30-8cbf-c227841114b3/iso-2916-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2916:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b368736f-563a-4e30-8cbf-c227841114b3/iso-2916-1975>