



Laine — Détermination de la solubilité en milieu alcalin

Wool — Determination of solubility in alkali

Première édition — 1975-12-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3072:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5749c119-37e4-432e-b18b-fdffaef5c549/iso-3072-1975>

CDU 677.31 : 677.014.53 : 54-36

Réf. n° : ISO 3072-1975 (F)

Descripteurs : laine, fibre de laine, essai, mesurage, solubilité, milieu alcalin, méthode volumétrique.

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 3072 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 38, *Textiles*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1974.

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	ISO 3072:1975
Allemagne	Hongrie	Pologne
Australie	Inde	Roumanie
Belgique	Iran	Royaume-Uni
Bulgarie	Irlande	Suède
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Japon	Turquie
Danemark	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Espagne	Pays-Bas	U.S.A.
		Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

La présente Norme Internationale reprend le contenu de la méthode FLI-4-60, mise au point par la Fédération Lainière Internationale (FLI).

Laine – Détermination de la solubilité en milieu alcalin

0 INTRODUCTION

La solubilité de la laine en milieu alcalin fournit une indication utile sur l'importance des modifications de ses propriétés chimiques provoquées par certains agents. Le traitement par des acides, des agents oxydants et réducteurs, l'exposition à la chaleur ou à la lumière, produisent une augmentation de la solubilité dans les alcalis, tandis que des traitements au moyen d'alcalis ou d'agents de pontage produisent une diminution de la solubilité. La modification de la solubilité est donc une mesure de l'intensité du traitement.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la solubilité de la laine en milieu alcalin.

La méthode est applicable à la laine sous toutes ses formes : bourre, ruban de filature, mèche, fil ou étoffe. L'essai présente son maximum d'utilité lorsqu'on dispose d'un échantillon de contrôle non traité et lorsqu'on connaît la nature du traitement subi par l'échantillon examiné, c'est-à-dire qu'il est surtout utile comme méthode de contrôle. Lorsque l'échantillon a été traité par deux agents ayant des effets opposés sur la solubilité, l'interprétation des résultats, même si l'on dispose d'un échantillon de contrôle non traité, est difficile et peut conduire à des conclusions erronées.

2 RÉFÉRENCES

ISO 1130, *Fibres textiles – Diverses méthodes d'échantillonnage en vue des essais.*

ISO 3071, *Laine – Détermination du pH de l'extrait aqueux.*

ISO 3073, *Laine – Détermination de l'acidité.*

3 PRINCIPE

Immersion de la laine dans une solution d'hydroxyde de sodium, dans des conditions bien déterminées de temps, de température et de volume de bain. Détermination de la perte de masse égale à la différence entre les masses sèches de l'échantillon, avant et après traitement.

4 RÉACTIFS

4.1 **Hydroxyde de sodium**, solution 0,1 N.

4.2 **Acide acétique**, solution contenant 10 ml d'acide acétique cristallisable par litre.

4.3 **Dichlorométhane.**

AVERTISSEMENT. Le dichlorométhane étant toxique, l'enceinte dans laquelle est faite l'extraction doit être convenablement ventilée.

5 APPAREILLAGE

5.1 **Extracteur de Soxhlet.**

5.2 **Bain-marie**, maintenu à la température de $65 \pm 0,5$ °C par contrôle thermostatique. Pour garantir une température uniforme, l'eau doit être agitée.

5.3 **Fioles bouchées**, de capacité utile 100 ml, ayant la même forme et la même épaisseur de paroi.

5.4 **Creusets filtrants à plaque en verre fritté**, de capacité 30 ml et de porosité 1. Si possible, ces creusets seront munis d'un couvercle en verre rodé. Sinon, ils devront être enfermés dans des vases à peser, pour la détermination de leurs masses.

5.5 **Fiole à filtration, trompe et pièce de jonction** entre creuset et fiole à filtration.

5.6 **Étuve ventilée**, pour le séchage des échantillons à 105 ± 3 °C.

5.7 **Vases à peser, à couvercle rodé**, pour la détermination de la masse des prises d'essai.

5.8 **Balance analytique**, précise à 0,000 2 g.

5.9 **Dessiccateur.**

6 ÉCHANTILLONNAGE

Prélever un échantillon représentatif du lot, et en quantité suffisante pour disposer de laine dégraissée et échardonnée pour constituer les prises d'essai suivantes :

- une prise d'essai, de masse 1 g environ, pour la détermination de la masse sèche (voir 7.3);
- deux prises d'essai, chacune de masse 1 g environ, pour la détermination de la solubilité en milieu alcalin (voir 7.4);
- deux prises d'essai, chacune de masse 2 g environ, pour la détermination de l'acidité (uniquement nécessaires lorsque l'échantillon contient de l'acide – voir 7.5).

On peut trouver des renseignements utiles sur l'échantillonnage dans l'ISO 1130.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'échantillon

Extraire l'échantillon dans l'extracteur de Soxhlet (5.1) au moyen du dichlorométhane (4.3) durant 1 h, de manière à avoir une vitesse minimale de six cycles par heure. Laisser évaporer le dichlorométhane, puis enlever toutes les matières étrangères visibles, végétales et autres. Réduire l'échantillon pour essai à l'état de petits morceaux de longueur 1 cm environ et le laisser se mettre en équilibre avec l'atmosphère du laboratoire.

7.2 Détermination des masses des prises d'essai

Déterminer les masses des prises d'essai, mentionnées dans le chapitre 6, avec une précision de 0,000 2 g.

7.3 Détermination de la masse sèche

Placer la prise d'essai dans un vase à peser (5.7) et sécher dans l'étuve ventilée (5.6) à 105 ± 3 °C. Fermer le vase à peser et déterminer la masse après refroidissement dans le dessiccateur (5.9). Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention d'une masse constante¹⁾. Enlever la prise d'essai, déterminer la masse du vase à peser et en déduire la masse sèche de la prise d'essai. Calculer proportionnellement la masse sèche des autres prises d'essai.

NOTE – S'assurer que toutes les prises d'essai ont été traitées de la même façon, de manière qu'elles aient toutes le même taux d'humidité.

7.4 Détermination de la solubilité en milieu alcalin

Introduire 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1) dans une fiole (5.3), fermer sans serrer, et fixer la fiole

dans le bain-marie (5.2) au moyen d'un dispositif convenable et de manière que le niveau de l'eau à l'extérieur de la fiole dépasse de 5 cm au moins le niveau de la solution intérieure. Cette manière de procéder est essentielle pour obtenir un contrôle précis de la température.

Lorsque la température de la solution d'hydroxyde de sodium atteint $65 \pm 0,5$ °C, introduire soigneusement une prise d'essai de masse connue dans la fiole, boucher et agiter modérément la fiole de manière à obtenir un mouillage complet de la prise d'essai. Répéter cette agitation modérée après 15, 30 et 45 min, la durée de chaque agitation ne dépassant pas 5 s.

Après 1 h, transférer soigneusement le contenu de la fiole dans un creuset filtrant en verre (5.4), taré, et aspirer le liquide. Laver dans le creuset, au moyen d'eau distillée ou déionisée, toutes les fibres restant dans la fiole. Laver le résidu se trouvant dans le creuset six fois à l'eau en drainant complètement après chaque lavage et arrêter l'aspiration.

Remplir le creuset deux fois successivement avec la solution d'acide acétique (4.2). Laisser en place 1 min et vider le creuset par aspiration. Finalement, laver le résidu six fois à l'eau en drainant complètement après chaque lavage. Sécher le creuset et son contenu à 105 ± 3 °C, laisser refroidir dans le dessiccateur, et déterminer la masse.

Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

7.5 Détermination de l'acidité

Déterminer le pH de l'extrait aqueux selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3071. Si l'extrait aqueux du produit présente un pH inférieur à 4,0, déterminer l'acidité selon la méthode spécifiée dans l'ISO 3073.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Échantillons ne contenant pas d'acide

La solubilité en milieu alcalin, S , sous forme de perte de masse de la prise d'essai, exprimée en pourcentage de sa masse sèche calculée, est donnée par la formule

$$S = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse sèche de la prise d'essai (déterminée selon 7.3);

m_2 est la masse sèche du résidu (déterminée selon 7.4).

1) La masse constante est obtenue lorsque la masse de la prise d'essai ne varie pas de plus de 0,000 5 g après un nouveau séchage durant 30 min au moins.

8.2 Échantillons contenant de l'acide

La solubilité en milieu alcalin corrigée, S' , sous forme de perte de masse de la prise d'essai, exprimée en pourcentage de sa masse sèche calculée, exempte d'acide, est donnée par la formule

$$S' = (S - s) \frac{100}{100 - s}$$

où

S est la solubilité en milieu alcalin non corrigée (calculée selon 8.1);

s est le pourcentage d'acide (déterminé selon 7.5).

9 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) référence de la présente Norme Internationale;
- b) résultats individuels et leur moyenne, avec trois chiffres significatifs;
- c) compte rendu de tout écart par rapport à la méthode spécifiée, par exemple par suite de l'insuffisance de la quantité de matière disponible.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3072:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5749c119-37e4-432e-b18b-fdffaef5c549/iso-3072-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3072:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5749c119-37e4-432e-b18b-fdffaef5c549/iso-3072-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3072:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5749c119-37e4-432e-b18b-fdffaef5c549/iso-3072-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3072:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5749c119-37e4-432e-b18b-fdffaef5c549/iso-3072-1975>