
NORME INTERNATIONALE



3074

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

Laine — Détermination de l'extrait dichlorométhane dans un ruban de peigné

Wool — Determination of dichloromethane-soluble matter in combed sliver

Première édition — 1975-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3074:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975>

CDU 677.31-486.7 : 677.014.53 : 547.2

Réf. n° : ISO 3074-1975 (F)

Descripteurs : laine, essai, analyse chimique, dosage, corps gras, huile, produit en solution, chlorométhane.

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 3074 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 38, *Textiles*, et soumise aux Comités Membres en octobre 1974.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	ISO 3074:1975
Allemagne	France	standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889f101010/iso-3074-1975
Australie	Hongrie	Pays-Bas
Belgique	Inde	Pologne
Bulgarie	Iran	Roumanie
Canada	Irlande	Suède
Chili	Israël	Tchécoslovaquie
Danemark	Nouvelle-Zélande	Turquie
Espagne	Japon	U.R.S.S.
		U.S.A.
		Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

La présente Norme Internationale reprend le contenu de la méthode FLI-10-66, mise au point par la Fédération Lainière Internationale (FLI).

Laine – Détermination de l'extrait dichlorométhanique dans un ruban de peigné

0 INTRODUCTION

La laine peut contenir des huiles et des graisses extractibles par les solvants. Celles-ci sont constituées essentiellement par

- a) la graisse de laine naturellement présente dans la laine brute;
- b) des huiles ajoutées pour faciliter les opérations textiles;
- c) des détergents absorbés pendant les traitements de nettoyage;
- d) des agents spéciaux d'apprêt.

La quantité de ces substances dépend du stade atteint dans la fabrication et son dosage est important pour la détermination de la teneur en laine pure d'un échantillon.

Ces différentes substances ne peuvent pas être déterminées individuellement selon des méthodes d'extraction aux solvants, étant donné qu'on ne connaît pas de solvants spécifiques de chacun des composants. Dès lors, tout ce que l'on peut faire c'est déterminer la quantité de ces substances extraite par un solvant déterminé et dans des conditions précises, toute information supplémentaire pouvant s'obtenir d'après une analyse détaillée de la substance extraite. Le dichlorométhane est reconnu comme un solvant convenable pour l'extraction des huiles et des graisses.

La méthode décrite dans la présente Norme Internationale est basée sur les résultats d'essais interlaboratoires mis sur pied par la Commission technique de la Fédération Lainière Internationale.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de l'extrait dichlorométhanique dans un ruban de laine peignée. Son utilisation peut être étendue à la laine sous d'autres formes.

Il y a lieu de faire remarquer que l'extraction au dichlorométhane dans les conditions prescrites ci-après n'enlève pas absolument toute la matière grasse présente dans un échantillon de laine. Une quantité supplémentaire, constituée peut-être par des matières de caractéristiques similaires, sera généralement susceptible d'être extraite si l'on utilise des solvants provoquant un plus fort gonflement des fibres de laine.

La méthode est applicable uniquement aux produits constitués par 100 % de laine. Elle peut donner des résultats erronés si elle est appliquée à des produits dans lesquels des fibres autres que la laine sont présentes.

2 RÉFÉRENCES

- ISO 139, *Textiles – Atmosphères normales de conditionnement et d'essai.*
- ISO 1130, *Fibres textiles – Diverses méthodes d'échantillonnage en vue des essais.*

3 DÉFINITION

extrait dichlorométhanique : Substance extraite de la laine par le dichlorométhane, dans des conditions spécifiées.

4 PRINCIPE

Extraction d'une quantité connue de laine dans un appareil de Soxhlet, avec du dichlorométhane. Filtration de la solution dichlorométhanique, évaporation du solvant et détermination de la masse du résidu.

5 RÉACTIFS

5.1 Dichlorométhane (chlorure de méthylène), intervalle de distillation : 39 à 41 °C.

Le résidu à l'évaporation de 100 ml ne doit pas dépasser 1 mg.

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

5.2 Acétone, de qualité analytique.

6 APPAREILLAGE

6.1 Extracteur de Soxhlet, à rodage normalisé et protégé contre l'entrée d'humidité. L'extracteur du Soxhlet doit avoir une capacité de 200 à 300 ml environ, et le ballon 250 ml. (Le volume de l'extracteur doit être indiqué dans le procès-verbal d'essai.)

6.2 Bain-marie, ou tout autre moyen de chauffage à basse température.

6.3 Balance, précise à 0,05 g, de préférence à grand plateau.

6.4 Balance analytique, précise à 0,000 1 g.

6.5 Dessiccateur.

6.6 Étuve de séchage, pouvant être réglée à une température de 105 ± 3 °C.

6.7 Fioles coniques, de capacité 100 ml.

6.8 Entonnoir.

6.9 Appareil à distillation.

6.10 Papiers filtres, exempts de matières grasses.¹⁾

7 ATMOSPHÈRE DE CONDITIONNEMENT ET D'ESSAI

Les atmosphères de conditionnement préalable, de conditionnement et d'essai doivent être les atmosphères spécifiées dans l'ISO 139.

8 ÉCHANTILLONNAGE

L'échantillon pour laboratoire doit être représentatif du lot et doit être suffisant pour obtenir deux prises d'essai, chacune ayant une masse de 20 g environ.

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

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Préconditionner l'échantillon pour laboratoire selon les spécifications de l'ISO 139, et l'amener jusqu'à l'obtention d'une masse constante par conditionnement de 24 h au moins en atmosphère normale d'essai (voir chapitre 7).

9.2 Pour chaque essai en double, introduire la prise d'essai dans l'extracteur de Soxhlet de manière que l'extrait ne puisse entraîner des fibres de laine dans le siphon et que le niveau atteint par le sommet de la prise d'essai soit en dessous du départ du siphon. Un extrait exempt de particules peut être assuré en opérant selon l'une des méthodes suivantes :

a) placer un tampon en laine de verre au sommet de l'extracteur de Soxhlet de manière à couvrir convenablement le tube de sortie;

b) emballer la prise d'essai avec un tampon mou en bourre de coton préalablement extrait au dichlorométhane et le placer dans l'extracteur de Soxhlet;

c) enfermer la prise d'essai dans un tissu ou un tricot léger préalablement extrait au dichlorométhane.

Si un bain-marie est utilisé, le chauffer à 45 °C environ. Assembler le ballon et l'extracteur de Soxhlet. Introduire dans l'extracteur suffisamment de dichlorométhane (5.1) pour provoquer un premier siphonnage et pour qu'il y en ait un peu en excès. Compléter l'assemblage du réfrigérant, du ballon et du dispositif de chauffage. Vérifier que tous les joints sont étanches. Régler le chauffage de manière à obtenir au moins 6 siphonnages par heure. Laisser s'effectuer 20 à 24 siphonnages; si nécessaire, ajouter du solvant au cours de l'essai. Rejeter tout essai au cours duquel le siphonnage ne se serait pas effectué correctement.

9.3 Concentrer approximativement à 25 ml, si nécessaire, le contenu de l'extracteur, puis filtrer sur papier filtre (6.10) en recevant le filtrat dans une fiole conique (6.7) tarée, que l'on chauffe au bain-marie bouillant mais sans contact direct avec l'eau. Un creuset filtrant en verre peut être utilisé au lieu du papier filtre. Laver l'extracteur et le filtre avec trois portions de 10 ml du dichlorométhane. Avant le dernier lavage, découper le bord du papier filtre et l'introduire au fond de l'entonnoir afin de faciliter le lavage. Vérifier le dégraissage parfait de l'extracteur et du filtre en les traitant avec une nouvelle portion de 10 ml du dichlorométhane que l'on recueille séparément et que l'on évapore sur un verre de montre. S'il apparaît un résidu gras, continuer le lavage jusqu'à dégraissage parfait de l'extracteur et du filtre.

9.4 Lorsque la distillation du dichlorométhane est terminée, détacher la fiole conique et chauffer au bain-marie durant 5 min. S'il y a des gouttelettes d'eau dans la fiole, ajouter 2 à 5 ml de l'acétone (5.2) et chauffer au bain-marie en répétant l'opération si nécessaire, jusqu'à ce qu'il n'apparaisse plus d'eau.

9.5 Chauffer la fiole conique durant 30 min à l'étuve (6.6) à 105 ± 3 °C ou dans une étuve à vide. Introduire alors, durant quelques secondes, un tube relié à une pompe de manière à évacuer la vapeur de la fiole conique.

9.6 Finalement, chauffer durant 5 min encore dans l'étuve et mettre au dessiccateur (6.5). Déterminer la masse de la fiole et son contenu; on obtient ainsi la masse de l'extrait dichlorométhanique.

1) Les filtres Schleider n° 597 ou Whatman n° 2 peuvent convenir.

9.7 Si le résultat doit être donné par rapport à la masse sèche de la prise d'essai, déterminer la masse sèche de la prise d'essai extraite en la chauffant à une température de 105 ± 3 °C, de préférence dans une étuve ventilée, jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 L'extrait dichlorométhanique, exprimé en pourcentage de la masse conditionnée de la prise d'essai dégraissée, est donnée par la formule

$$\frac{100 m_1}{20 - m_1}$$

où m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait dichlorométhanique.

10.2 L'extrait dichlorométhanique, exprimé en pourcen-

tage de la masse sèche de la prise d'essai dégraissée, est donné par la formule

$$\frac{100 m_1}{m_2}$$

où

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

m_2 est la masse sèche, en grammes, de la prise d'essai extraite.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- référence de la présente Norme Internationale;
- résultats individuels et leur moyenne, en indiquant si les résultats sont donnés en pourcentage de la masse sèche, ou de la masse conditionnée de la laine dégraissée;
- volume de l'extracteur du Soxhlet.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 3074:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3074:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3074:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3074:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52189dd5-7df6-4e29-91b3-3e889c6b0dc5/iso-3074-1975>