
NORME INTERNATIONALE 4047

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

Cuir — Dosage des cendres sulfatées totales et des cendres sulfatées insolubles dans l'eau

Leather — Determination of sulphated total ash and sulphated water-insoluble ash

Première édition — 1977-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4047:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8da4c17c-bc73-4d31-9dd1-6c2ac530e49f/iso-4047-1977>



CDU 675 : 543.82

Réf. n° : ISO 4047-1977 (F)

Descripteurs : cuir, analyse chimique, dosage, cendre, matière minérale, méthode par sulfatation.

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 confiée aux comités techniques de l'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 4047 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 120, *Cuir*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1976.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Pologne
Allemagne	Inde	Roumanie
Australie	Iran	Royaume-Uni
Brésil	Israël	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Turquie
Chili	Mexique	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	
France	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

La présente Norme internationale est fondée sur la méthode IUC/7 de l'Union internationale des Sociétés de chimistes et techniciens du cuir.

Cuir — Dosage des cendres sulfatées totales et des cendres sulfatées insolubles dans l'eau

0 INTRODUCTION

La teneur en matières minérales trouvée en procédant par incinération du cuir peut être différente de la teneur réelle, par suite de la décomposition, de la réduction ou de la perte par volatilisation de certains sels. Lors du traitement des cendres par l'acide sulfurique, les sels et les oxydes sont transformés en sulfates, mais quelques sels seront de nouveau transformés en oxydes à la température d'ignition choisie.

Si l'on veut déterminer la teneur en matières minérales totales, par exemple dans le cadre d'une analyse complète du cuir, on peut déterminer séparément ou par le calcul la teneur en eau, la teneur en matières inorganiques solubles dans l'eau et la teneur en matières inorganiques insolubles dans l'eau.

Les sels d'ammonium ne sont pas déterminés à l'aide de la présente méthode (voir ISO 4098).

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage des cendres sulfatées totales et des cendres sulfatées insolubles dans l'eau, contenues dans un cuir.

La méthode est applicable à tous les types de cuirs.

Cette méthode peut donner des résultats imprécis si l'on étend son emploi à des cuirs contenant des mélanges de matières organométalliques, par exemple des silicones (voir note 1 de 8.1).

2 RÉFÉRENCES

ISO 2418, *Cuir — Échantillons pour laboratoire — Emplacement et identification*.

ISO 2588, *Cuir — Échantillonnage — Nombre d'unités élémentaires de l'échantillon global*.

ISO 4044, *Cuir — Préparation des échantillons pour essais chimiques*.¹⁾

ISO 4098, *Cuir — Dosage des matières solubles dans l'eau et des matières organiques et inorganiques solubles dans l'eau*.¹⁾

3 DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 cendres sulfatées totales : Résidu obtenu par carbonisation du cuir à 800 °C, après sulfatation des cendres dans les conditions spécifiées.

3.2 cendres sulfatées insolubles dans l'eau : Résidu obtenu lorsque le cuir, préalablement traité par l'eau comme spécifié dans l'ISO 4098, est carbonisé après sulfatation des cendres dans les conditions spécifiées.

4 PRINCIPE

Carbonisation du cuir, puis traitement par l'acide sulfurique et incinération dans un creuset sans couvercle.

5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acide sulfurique, solution 2 N environ.

5.2 Nitrate d'ammonium, solution aqueuse à 100 g/l environ.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire et notamment :

6.1 Creusets et capsules en porcelaine émaillée, platine ou quartz.

6.2 Four à moufle, pouvant être maintenu à une température proche de, mais n'excédant pas 800 °C (voir note 4 de 8.1).

7 ÉCHANTILLONNAGE

7.1 Pièces entières de cuir

En l'absence de tout autre accord entre les parties intéressées, le mode opératoire spécifié dans l'ISO 2588

1) Actuellement au stade de projet.

pour procéder à l'échantillonnage d'un lot doit être suivi. Les échantillons doivent être prélevés sur les pièces comme spécifié dans l'ISO 2418.

7.2 Autres applications

L'échantillonnage doit être effectué comme indiqué dans la spécification ou dans le contrat correspondant(e).

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Cendres sulfatées totales

Préparer l'échantillon comme spécifié dans l'ISO 4044 (voir note 1). Peser, à 0,001 g près, de 2 à 5 g de l'échantillon et carboniser soigneusement cette prise d'essai à feu doux, dans un creuset (6.1) préalablement chauffé à 800 °C, refroidi et pesé, de manière que le cuir brûle avec une petite flamme. Prendre des précautions particulières avec les cuirs contenant de grandes quantités de graisses de manière que celles-ci brûlent très lentement. Humecter complètement avec la solution d'acide sulfurique (5.1) et chauffer au-dessus d'une faible flamme, jusqu'à disparition complète des vapeurs de trioxyde de soufre. Augmenter alors fortement le chauffage et carboniser dans le four à moufle (6.2), maintenu à 800 °C, jusqu'à calcination complète (voir notes 2, 3 et 4). Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Recommencer les opérations d'addition d'acide, de chauffage, de refroidissement et de pesée, jusqu'à ce que la masse du résidu soit constante (voir note 5).

NOTES

- 1 Il est conseillé de soumettre le cuir imprégné de mélanges de matières organométalliques volatiles à l'extraction par le dichlorométhane, avant de déterminer la teneur en cendres sulfatées totales.
- 2 Si l'on ne peut obtenir un résidu exempt de carbone malgré le chauffage à 800 °C, humidifier ce résidu avec une petite quantité de la solution de nitrate d'ammonium (5.2) et répéter l'opération de chauffage jusqu'à ce que les cendres soient exemptes de carbone.
- 3 Si l'on ne peut obtenir une incinération complète, même en utilisant le nitrate d'ammonium, traiter le contenu du creuset avec de l'eau chaude et filtrer à travers un filtre en papier exempt de cendre. Calciner le résidu carbonisé et le filtre en papier, ajouter le filtrat au contenu du creuset, faire évaporer sur un bain d'eau, porter de nouveau à 800 °C jusqu'à ce que les dernières traces visibles de carbone aient disparu, laisser refroidir dans un dessiccateur et peser.
- 4 À des températures de plus de 800 °C, il est possible qu'une perte de masse se produise dans le résidu par suite de la volatilisation de certains sels inorganiques. C'est pourquoi il est essentiel d'avoir un réglage précis pour que la température maximale du four ne dépasse pas 800 °C.
- 5 Les cendres sulfatées totales doivent être conservées, si besoin est, en vue d'une détermination de leurs composants (par exemple, oxyde de chrome, oxyde d'aluminium, oxyde ferrique) et d'une détermination des cations des matières minérales de charge.

8.2 Cendres sulfatées insolubles dans l'eau

Extraire les matières solubles dans l'eau du cuir préparé par broyage, comme spécifié dans l'ISO 4098. Sécher à l'air l'extrait de cuir (voir note). Poursuivre comme spécifié en 8.1.

NOTE — Pour la détermination séparée des cendres sulfatées insolubles dans l'eau, il n'est absolument pas nécessaire de calciner la totalité de l'extrait de cuir séché restant après la détermination des matières insolubles dans l'eau, effectuée conformément à l'ISO 4098. Le résidu de cuir séché à l'air peut être mélangé et pesé et une partie aliquote de celui-ci peut être calcinée.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Calcul

9.1.1 La teneur en cendres sulfatées totales, exprimée en pourcentage de la masse initiale, est donnée par la formule

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

où

m_0 est la masse, en grammes, du cuir constituant la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, des cendres sulfatées totales.

9.2.1 La teneur en cendres sulfatées insolubles dans l'eau, exprimée en pourcentage de la masse initiale, est donnée par la formule

$$\frac{m_2}{m_0} \times 100$$

ou

m_0 est la masse, en grammes, du cuir constituant la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, des cendres sulfatées insolubles dans l'eau.

NOTE — Le pourcentage des cendres sulfatées insolubles dans l'eau peut également être calculé en déduisant, du pourcentage des cendres sulfatées totales, le pourcentage des cendres sulfatées des matières solubles dans l'eau, si celui-ci a été déterminé séparément.

9.2 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées par le même opérateur, ne doivent pas différer entre eux de plus de 0,1 %, calculé à partir de la masse du cuir constituant la prise d'essai. Si la différence dépasse cette valeur, la détermination doit être de nouveau effectuée.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- a) la référence de la présente Norme internationale;
- b) l'identification complète de l'échantillon;
- c) les résultats obtenus, avec un chiffre après la virgule, et la moyenne de ceux-ci;
- d) les détails de tout incident particulier susceptible d'avoir eu une influence sur les résultats.