

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
5398-2

IULTCS/IUC  
8:2

Première édition  
2009-01-15

---

---

**Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de  
chrome —**

**Partie 2:  
Quantification par dosage colorimétrique**

*Leather — Chemical determination of chromic oxide content —*

*Part 2: Quantification by colorimetric determination*

**iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)**

ISO 5398-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009>



Numéro de référence  
ISO 5398-2:2009(F)  
IULTCS/IUC 8:2:2009(F)

© ISO 2009

**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 5398-2:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction .....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....	2
6 <b>Réactifs</b> .....	2
6.1 <b>Fusion alcaline</b> .....	2
6.2 <b>Dosage photométrique</b> .....	2
7 <b>Appareillage</b> .....	2
8 <b>Méthodes</b> .....	3
8.1 <b>Méthode de fusion alcaline</b> .....	3
8.2 <b>Mesurage de la solution aqueuse</b> .....	3
8.3 <b>Préparation d'une solution d'étalonnage</b> .....	3
9 <b>Vérification du système d'analyse</b> .....	4
10 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	4
10.1 <b>Généralités</b> .....	4
10.2 <b>Répétabilité</b> .....	4
11 <b>Rapport d'essai</b> .....	5
<b>Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles</b> .....	6

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée 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.

La présente partie de l'ISO 5398 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Elle est fondée sur l'IUC 8 publiée dans le *J. Soc. Leather Tech. Chem.*, **49**, p. 17, 1965, et déclarée méthode officielle de l'IULTCS en 1965.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009>

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.

L'ISO 5398 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome*:

- *Partie 1: Quantification par titrage*
- *Partie 2: Quantification par dosage colorimétrique*
- *Partie 3: Quantification par spectrométrie d'absorption atomique*
- *Partie 4: Quantification par plasma à couplage inductif - spectromètre d'émission optique (ICP-OES)*

## Introduction

L'ISO 5398 a été divisée en quatre parties qui décrivent chacune des méthodes adaptées au dosage de l'oxyde de chrome dans le cuir. Ces différentes techniques ont été décrites pour illustrer les variations existant dans la pratique industrielle par rapport à l'équipement d'analyse plus sensible, disponible pour les essais en laboratoire. Différentes gammes de teneur en oxyde de chrome peuvent être quantifiées par ces méthodes.

L'ISO 5398-2 décrit une technique colorimétrique nécessitant l'utilisation d'un spectrophotomètre.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5398-2:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 5398-2:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c094282c-3e1f-44d0-b2fd-8f1c0011e250/iso-5398-2-2009>

# Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome —

## Partie 2: Quantification par dosage colorimétrique

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5398 décrit le dosage du chrome par des moyens colorimétriques. Elle est applicable aux cuirs susceptibles d'avoir des teneurs en oxyde de chrome supérieures à 0,05 %.

Il s'agit d'une analyse du chrome total dans le cuir qui n'est spécifique ni d'un composant particulier ni de l'état d'oxydation.

### 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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.

#### 3.1

##### **teneur en oxyde de chrome**

quantité de chrome dans le cuir, déterminée par la présente méthode, qui s'exprime en oxyde de chrome

NOTE La teneur en oxyde de chrome est exprimée en pourcentage en masse, basée sur la matière sèche.

### 4 Principe

Le cuir est réduit en cendres, fondues à l'aide d'un mélange alcalin. Le chrome présent dans le cuir est mis en solution à l'état hexavalent et la solution qui en résulte est analysée après réaction avec du 1,5-diphénylcarbazine en diphenylcarbazone par des moyens photométriques.

## 5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et broyer le cuir conformément à l'ISO 4044. Si l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 n'est pas possible (par exemple avec les cuirs issus de produits finis comme les chaussures ou les vêtements), les détails relatifs à l'échantillonnage doivent être donnés dans le rapport d'essai.

Peser exactement 0,75 g de cuir broyé, en fonction de la teneur en chrome attendue, à 0,001 g près. Procéder à deux dosages au minimum, pour chaque cuir, en utilisant des portions de cuir distinctes.

## 6 Réactifs

Sauf spécification contraire, n'utiliser que des produits chimiques de qualité analytique. L'eau doit être de qualité 3 conformément à l'ISO 3696:1987.

### 6.1 Fusion alcaline

**6.1.1 Mélange fondant**, consistant en masses égales de **carbonate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), de **carbonate de potassium** ( $\text{K}_2\text{CO}_3$ ) et de **tétraborate de sodium** ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ).

### 6.2 Dosage photométrique

**6.2.1 Acide sulfurique**, 98 %.

**6.2.2 Solution mère de dichromate de potassium** (0,2 mg  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ /ml), préparée à partir de 0,387 1 g de dichromate de potassium (6.2.7) dans 1 l d'eau distillée.

**6.2.3 Solution étalon de dichromate de potassium**, préparée à partir de 50 ml de solution mère (6.2.2), versée à l'aide d'une pipette dans une fiole jaugée de 250 ml et complétée au volume avec de l'eau distillée. (1 ml de cette solution contient 0,04 mg de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ).

**6.2.4 Solution de diphénylcarbazine**, préparée à partir de 1,00 g de 1,5-diphénylcarbazine dissous dans 100 ml d'acétone, avec ajout d'une goutte d'acide acétique glacial. Cette solution peut être conservée jusqu'à deux semaines à 4 °C.

**6.2.5 Acétone**.

**6.2.6 Acide acétique glacial**, 100 %.

**6.2.7 Dichromate de potassium** ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), séché pendant  $16 \pm 2$  h à  $102 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

## 7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

**7.1 Creuset**, en porcelaine émaillée ou en platine.

**7.2 Spectrophotomètre**, capable de lire les valeurs de l'absorbance avec une précision d'au moins 3 chiffres après la virgule, à une longueur d'onde de 540 nm.

**7.3 Cuves**, ayant un trajet optique de 1 cm.

**7.4 Four à moufle**.

**7.5 Dispositif de filtration**, utilisant du papier exempt de cendre.



## 8 Méthodes

### 8.1 Méthode de fusion alcaline

Chauffer préalablement l'échantillon de cuir pesé avec précision (voir Article 5) sur une flamme nue avant de le réduire en cendres par incinération à  $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant 4 h.

Dans le creuset (7.1) contenant les cendres de cuir, ajouter avec précaution 5 g de mélange fondant (6.1.1) et bien mélanger à l'aide d'un fil de platine ou d'une fine tige de verre. Commencer par chauffer doucement le creuset sur une flamme nue, puis augmenter la chaleur et chauffer pendant environ 30 min. (Un four à moufle fonctionnant à  $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$  pendant environ 30 min peut être utilisé pour chauffer le mélange). Après refroidissement, placer le creuset dans un bécher contenant de 100 ml à 150 ml d'eau tiède et continuer de faire chauffer dans l'eau jusqu'à ce que le mélange soit complètement dissous. Il ne doit se produire aucune perte de la solution par éclaboussures.

Filtrer (7.5) la solution obtenue dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Laver soigneusement le bécher, le creuset et le filtre avec de l'eau chaude en recueillant les eaux de lavage dans la fiole. Au cas où un résidu vert serait observé dans le filtre, il doit être réduit en cendres comme décrit ci-dessus et le filtrat doit être recueilli dans la fiole de 1 000 ml.

Ajouter avec précaution de l'acide sulfurique dans la fiole jusqu'à amener la solution à pH 1, laisser refroidir à température ambiante et compléter au volume avec de l'eau distillée.

Pour les échantillons dont la teneur en  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  est supérieure à 0,5 %, la solution obtenue reste stable pendant 4 jours si elle est conservée à l'abri de la lumière. Pour les teneurs plus faibles, l'analyse doit être effectuée immédiatement.

### 8.2 Mesurage de la solution aqueuse

Verser 10 ml, ou jusqu'à 50 ml pour un cuir avec une faible teneur en chrome prévue, de la solution (8.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Ajouter 1 ml de solution de diphénylcarbazine (6.2.4). Compléter au volume avec de l'eau distillée et agiter plusieurs fois pour bien mélanger. Il convient d'effectuer le mesurage colorimétrique 15 min  $\pm$  5 min après l'ajout de la solution de diphénylcarbazine.

Mesurer l'absorbance de la solution pour essai par rapport à une solution témoin préparée avec 25 ml d'eau distillée à la place de l'échantillon, 1 ml d'acide sulfurique et 1 ml de solution de diphénylcarbazine (6.2.4), à 540 nm à l'aide d'une cuve de 1 cm.

Si l'absorbance dépasse celle de la solution d'étalonnage la plus élevée, il convient de répéter l'analyse, soit sur un échantillon de plus petite taille, soit en utilisant la dilution de solution appropriée obtenue en 8.1.

### 8.3 Préparation d'une solution d'étalonnage

À partir de la solution étalon de dichromate de potassium (6.2.3), les volumes indiqués dans le Tableau 1 sont versés dans différentes fioles jaugées de 100 ml.

Tableau 1 — Volumes nécessaires

Concentration mg $\text{Cr}_2\text{O}_3$ /100ml	$V_{\text{étalon}}$ ml
0,02	0,5
0,04	1
0,08	2
0,16	4
0,24	6
0,28	7