

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5398-3

IULTCS/IUC
8:3

Première édition
2007-08-01

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

Partie 3:
**Quantification par spectrométrie
d'absorption atomique**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Leather — Chemical determination of chromic oxide content —
Part 3: Quantification by atomic absorption spectrometry*
(standards.iteh.ai)

ISO 5398-3:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>



Numéro de référence
ISO 5398-3:2007(F)
IULTCS/IUC 8:3:2007(F)

© ISO 2007

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 5398-3:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2007

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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
6 Réactifs	2
6.1 Méthode d'oxydation en milieu humide	2
6.2 Spectrométrie d'absorption atomique	2
7 Appareillage	2
8 Méthodes	3
8.1 Préparation de la solution d'analyse	3
8.2 Mesurage de la solution aqueuse	3
9 Calcul et expression des résultats	4
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles	6

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>

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 la Commission d'essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes des industries du cuir (Commission IUC, IULTCS) en association avec le Comité Européen de Normalisation (CEN), Comité Technique CEN/TC 289, *Cuir*, dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément aux accords de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accords de Vienne). Elle s'appuie sur l'IUC 8, initialement publiée dans *J. Soc. Leather Trades Chemists* 49 p. 17, (1965) et déclarée méthode officielle de l'IULTCS en 1965.

L'IULTCS, initialement créée en 1897, est une organisation internationale d'entreprises du cuir ayant pour but de faire progresser les connaissances scientifiques et techniques dans ce domaine. L'IULTCS possède trois commissions, chargées d'élaborer des méthodes d'échantillonnage et des méthodes d'essais sur le cuir. L'IULTCS est reconnue par l'ISO comme un organisme international de normalisation chargé de l'élaboration de méthodes d'essai appliquées 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, chacune indiquant des méthodes de dosage de l'oxyde de chrome dans le cuir. Ces différentes techniques ont été décrites afin de refléter les différentes pratiques industrielles, par comparaison avec le matériel d'analyse plus précis utilisé par les laboratoires d'essai. Ces méthodes sont adaptées à la gamme des teneurs en oxyde de chrome usuellement trouvées dans le cuir.

L'ISO 5398-3 décrit une technique qui est appropriée pour déterminer plus précisément le chrome que celles décrites dans l'ISO 5398-1 et l'ISO 5398-2. Elle requiert l'utilisation d'instruments d'analyse sophistiqués comme le spectromètre d'absorption atomique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5398-3:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5398-3:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome —

Partie 3:

Quantification par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5398 spécifie une méthode permettant de doser le chrome dans une solution aqueuse obtenue à partir de cuir. C'est une analyse du chrome total dans le cuir; elle est non spécifique du composé ou de son degré d'oxydation.

La présente méthode indique comment doser le chrome par spectrométrie d'absorption atomique et elle s'applique aux cuirs susceptibles de contenir de l'oxyde de chrome dans des proportions supérieures à 5 mg/kg. Deux techniques de préparation de la solution à analyser sont décrites. En cas de désaccord, c'est la méthode d'oxydation en milieu humide qui doit être utilisée.

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*

EN 14602, *Chaussure — Méthodes d'essai pour l'évaluation de critères écologiques*

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 et exprimée en termes d'oxyde de chrome

NOTE La teneur en oxyde de chrome est exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), basée sur la matière sèche.

4 Principe

Le chrome présent dans le cuir est solubilisé à l'état hexavalent, puis la solution est analysée par spectrométrie d'absorption atomique.

5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Si possible, effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et broyer le cuir conformément à l'ISO 4044. S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple avec des cuirs de produits finis comme les chaussures, les vêtements), des détails sur l'échantillonnage doivent être fournis avec le rapport d'essai.

Peser 2 g de cuir broyé à 0,001 g près. Au moins deux dosages doivent être effectués sur chaque type de cuir.

6 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser seulement des produits chimiques de qualité analytique. L'eau doit être de qualité 3, conformément à l'ISO 3696:1987. Toutes les solutions sont des solutions aqueuses.

6.1 Méthode d'oxydation en milieu humide

6.1.1 Acide nitrique, 70 %.

6.1.2 Acide sulfurique, concentré (98 %), et acide perchlorique (60 % à 70 %), mélangés dans un rapport de 1/3 en volume.

6.2 Spectrométrie d'absorption atomique

6.2.1 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), séché pendant $16\text{ h} \pm 2\text{ h}$ à $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

6.2.2 Chlorure de potassium (KCl).

6.2.3 Solution étalon de dichromate: dissoudre 2,829 g de dichromate de potassium (6.2.1) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml; compléter avec de l'eau. 1 ml de cette solution contient 1 mg de chrome.

6.2.4 Solution de chlorure de potassium: dissoudre 2 g de chlorure de potassium (6.2.2) dans 1 l d'eau distillée. Ajouter 1 ml d'acide nitrique (6.1.1) pour chaque litre préparé.

7 Appareillage

Un matériel classique de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

7.1 Fiole conique, 500 ml, avec un bouchon en verre rodé.

7.2 Spectrophotomètre d'absorption atomique, avec une lampe à cathode creuse et une tête de brûleur à l'hémioxyde d'azote ou une tête de brûleur à l'hémioxyde d'azote à haute teneur en solides.

7.3 Système de filtration, utilisant de la fibre de verre (GFC) ou des filtres à membrane.

7.4 Granules régulateurs d'ébullition (ou équivalent) (méthode d'oxydation en milieu humide).

8 Méthodes

8.1 Préparation de la solution d'analyse

8.1.1 Méthode d'oxydation en milieu humide

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique doit impérativement être ajouté en premier en raison de l'éventuelle réaction explosive de l'acide perchlorique avec le cuir.

Peser avec précision une masse de cuir (voir Article 5) dans la fiole conique (7.1). Ajouter 10 ml d'acide nitrique (6.1.1) et laisser reposer 2 min. Ajouter 15 ml du mélange d'acide sulfurique/acide perchlorique (6.1.2) et une petite quantité de granules régulateurs d'ébullition (7.4). Placer un entonnoir ou une tête anti-projection dans le goulot de la fiole et porter à ébullition sur une toile métallique avec une flamme modérée. Dès que le mélange de réaction vire à l'orange, diminuer la flamme. Après que la couleur a entièrement changé, chauffer modérément pendant au moins 2 min. Laisser refroidir à l'air pendant 5 min et diluer à approximativement 200 ml. Faire bouillir pendant 10 min afin d'éliminer toute trace de chlore.

Il est préférable d'utiliser un mélange d'acide sulfurique/acide perchlorique plutôt que d'utiliser ces acides individuellement afin d'empêcher toute utilisation accidentelle d'acide perchlorique seul.

Si l'oxydation est incomplète (c'est à dire que la solution ne vire pas à l'orange), il est permis d'ajouter à nouveau du mélange d'acide sulfurique/acide perchlorique à l'échantillon.

8.1.2 Digestion par micro-ondes

L'échantillon à analyser peut également être préparé selon la technique de digestion assistée par micro-ondes. Si ce procédé est choisi, c'est le mode opératoire décrit dans l'EN 14602 qui doit être appliqué.

8.2 Mesurage de la solution aqueuse

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/549b415a-201c-4152-be58-dffa3eb1b8ad/iso-5398-3-2007>

8.2.1 Généralités

Préparer le spectrophotomètre d'absorption atomique (7.2) en suivant les instructions du fabricant pour le réglage de tous les paramètres.

S'il est indiqué d'effectuer le paramétrage en suivant les instructions du fabricant, il convient de suivre ces instructions pour le cas du chrome.

Courant de lampe	selon les instructions du fabricant
Largeur de bande/passe bande	0,5 nm
Longueur d'onde	357,9 nm
Tête de brûleur	hémioxyde d'azote ou hémioxyde d'azote à haute teneur en solides à simple fente donnant un cône rouge de 10 mm à 20 mm de hauteur
Débit de combustible	selon les instructions du fabricant
Débit de comburant	selon les instructions du fabricant
Tension photomultiplicatrice	donnant un rapport signal/bruit optimal

Avant d'effectuer les mesurages spectrométriques, régler le spectrophotomètre d'après les instructions du fabricant en aspirant une solution d'étalonnage de 4,0 µg/ml. Optimiser l'aspiration et la flamme (débit d'aspiration, type de flamme, positions du rayon lumineux dans la flamme).