

---

---

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

Partie 4:  
**Quantification par plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique (ICP-OES)**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Leather — Chemical determination of chromic oxide content —*

*Part 4: Quantification by inductively coupled plasma – optical emission spectrometer (ICP-OES)*

*ISO 5398-4:2007*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>



**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 5398-4:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>



**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](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> .....   | 2  |
| 5 <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon</b> .....                            | 2  |
| 6 <b>Réactifs</b> .....   | 2  |
| 6.1 <b>Méthode d'oxydation en milieu humide</b> .....                                     | 2  |
| 6.2 <b>Plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique (ICP – OES)</b> ..... | 2  |
| 7 <b>Appareillage</b> .....   | 2  |
| 8 <b>Méthodes</b> .....   | 3  |
| 8.1 <b>Préparation de la solution d'analyse</b> .....                                     | 3  |
| 8.2 <b>Mesurage de la solution aqueuse</b> .....  | 3  |
| 9 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....   | 4  |
| 10 <b>Rapport d'essai</b> .....   | 5  |
| <b>Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles</b> .....      | 6  |

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>

## 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 5398-4 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 plasma à couplage inductif et le spectromètre d'émission optique.

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

[ISO 5398-4:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>

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

ISO 5398-4:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>

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

## Partie 4:

# Quantification par plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique (ICP-OES)

## 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 chromé ou de l'état d'oxydation du chrome.

La présente méthode indique comment doser le chrome par plasma à couplage inductif – spectrométrie d'émission optique et elle s'applique aux cuirs susceptibles de contenir de l'oxyde de chrome dans des proportions supérieures à 1 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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*

ISO 11885, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

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 plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique.

## 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, seuls des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés. 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 Plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique (ICP – OES)

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

## 7 Appareillage

Matériel classique de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

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

7.2 Plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique, tel que décrit dans l'ISO 11885.

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 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 viré, 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 si 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/e767483a-8d93-4f1c-958e-eeb33743e219/iso-5398-4-2007>

#### 8.2.1 Généralités

Préparer le plasma à couplage inductif – spectromètre d'émission optique (7.2) en suivant les instructions du fabricant pour le réglage de tous les paramètres.

Certains paramètres recommandés sont indiqués ci-après; néanmoins, si le fabricant de l'ICP indique ses propres paramétrages pour le chrome, il convient de les appliquer. Pour plus d'information voir l'ISO 11885.

|                            |   |
|----------------------------|---|
| Débit argon plasma:        | 15 l/min  |
| Débit argon auxiliaire:    | 0,5 l/min   |
| Débit argon nébuliseur:    | 0,8 l/min   |
| Puissance:                 | 1 300 W   |
| Gaz:                       | Argon 4.6   |
| Débit d'échantillonnage:   | 1,3 ml/min  |
| Vitesse d'échantillonnage: | 4,0 ml/min  |
| Répétitions:               | 3   |
| Algorithmes de pic:        | Aire de pic, 3 points avec 2 points de correction de fond |
| Longueur d'onde:           | 357 nm, 869 nm  |