

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5398-1

IULTCS/IUC
8:1

Première édition
2007-08-01

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

Partie 1:
Quantification par titrage

(standards.iteh.ai)

Leather — Chemical determination of chromic oxide content —

Part 1: Quantification by titration

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007>



Numéro de référence
ISO 5398-1:2007(F)
IULTCS/IUC 8:1:2007(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 5398-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007>



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 Méthode par fusion alcaline	2
6.3 Titration iodométrique	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
9.1 Généralités	4
9.2 Répétabilité	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles	5

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 5398-1 décrit une technique classique de la profession qui ne requiert pas l'utilisation d'instruments d'analyse complexes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5398-1:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5398-1:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007>

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome —

Partie 1: Quantification par titrage

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 contenu dans le cuir; elle est non spécifique du composé de chrome ou de son état d'oxydation.

La présente méthode indique comment doser le chrome par titrage iodométrique; elle doit être applicable aux cuirs tannés au chrome, susceptibles de contenir de l'oxyde de chrome dans des proportions supérieures à 0,3 %. Deux méthodes différentes sont décrites pour obtenir du chrome dans une solution appropriée. Ces deux méthodes peuvent être appliquées.

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 4047, *Cuir — Dosage des cendres sulfatées totales et des cendres sulfatées insolubles dans l'eau*

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 et exprimée en termes d'oxyde de chrome

NOTE La teneur en oxyde de chrome est exprimée en pourcentage par masse, 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 titrage iodométrique.

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 avec précision le cuir broyé à 0,001 g près (il est suggéré d'utiliser, pour les cuirs tannés au chrome 1 g, les cuirs contenant la moitié de chrome 2 g, les cuirs contenant peu de chrome 2 g à 5 g). Pour chaque cuir, un minimum de deux dosages doit être effectué.

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 selon un rapport de 1 pour 3 en volume.

6.1.3 Acide orthophosphorique, 90 %.

ISO 5398-1:2007
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/dfd442c6-4949-4d58-ba74-ed5386b6c78c/iso-5398-1-2007>

6.2 Méthode par fusion alcaline

6.2.1 Mélange de fusion, consistant en des masses égales de carbonate de sodium (Na_2CO_3), carbonate de potassium (K_2CO_3) et tétraborate de sodium ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$).

6.2.2 Acide chlorhydrique, concentré (37 %).

6.3 Titrage iodométrique

6.3.1 Solution d'iodure de potassium, préparée le jour même, 100 grammes par litre (g/l).

6.3.2 Solution étalon de thiosulfate de sodium, 0,1 mol/l dans de l'eau.

6.3.3 Solution d'indicateur à l'empois d'amidon, à 10 g/l (ou poudre d'empois d'amidon soluble).

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 Creuset, en porcelaine émaillée ou en platine (uniquement nécessaire pour la méthode par fusion alcaline).

7.3 **Burette**, 50 ml.

7.4 **Système de filtration**, utilisant du papier simple, de la fibre de verre (GFC) ou des filtres à membrane.

7.5 **Granules régulateurs d'ébullition** (ou équivalent) (méthode d'oxydation par voie 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 (7.5). Placer un entonnoir ou une tête anti-projection dans le goulot de la fiole et porter à ébullition sur une toile métallique, sur une flamme moyenne. 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. Laisser refroidir et ajouter 5 ml d'acide orthophosphorique (6.1.3) afin de masquer toute trace de fer.

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 Méthode par fusion alcaline

Calciner l'échantillon de cuir pesé avec précision (voir Article 5) conformément à l'ISO 4047. Dans le creuset (7.2) contenant le cuir calciné, ajouter délicatement 5 g de mélange de fusion (6.2.1) et bien mélanger à l'aide d'un fil de platine ou d'une fine baguette de verre. Commencer par chauffer le creuset modérément sur une flamme moyenne, puis chauffer plus intensément pendant environ 30 min. (Un four à moufle opérant à $750\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant au moins 30 min peut être utilisé pour obtenir le même effet). Après qu'il a refroidi, placer le creuset dans un bécher contenant 100 ml à 150 ml d'eau bouillante et continuer à chauffer l'eau jusqu'à complète dissolution du mélange de fusion. Filtrer (7.4) la solution obtenue dans la fiole conique (7.1). Laver minutieusement le bécher, le creuset et le filtre sous l'eau chaude en collectant les eaux de lavage dans la fiole. Ajouter précautionneusement au moins 10 ml d'acide chlorhydrique dans la fiole et laisser refroidir à température ambiante.

8.2 Mesurage de la solution aqueuse

Ajouter à la solution obtenue selon 8.1.1 ou 8.1.2 20 ml de la solution d'iodure de potassium (6.3.1), reboucher la fiole et laisser reposer pendant 10 min à l'abri de la lumière. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium 0,1 mol/l (6.3.2) jusqu'à ce que la solution dans la fiole vire au bleu ou au vert clair en utilisant 5 ml de la solution d'indicateur à l'empois d'amidon (6.3.3) (ou une légère quantité de poudre d'empois d'amidon), ajoutée vers la fin de la titration. Noter le nombre de millilitres de solution de thiosulfate coulé.

Si l'on utilise de l'empois d'amidon, il convient de préparer la solution le jour même ou de l'avoir préparé en y ajoutant un peu d'iodure mercurique afin que celle-ci se conserve pendant plusieurs mois.

Si la quantité de thiosulfate coulé est supérieure à 50 ml, il convient de renouveler l'analyse en réduisant la taille de l'échantillon ou en diluant de manière appropriée la solution obtenue selon 8.1.1 ou 8.1.2.