

NORME INTERNATIONALE

ISO 5398-1:2018

Deleted: /FDIS

IULTCS/IUC 8-1:2018

Seconde édition

Date: 2018-06

Deleted: 03-09

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome — Partie 1: Quantification par titrage

*Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 1:
Quantification by titration*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5398-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46b229d-1cf3-4673-9cbb-0653f81f6705/iso-5398-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46b229d-1cf3-4673-9cbb-0653f81f6705/iso-5398-1-2018>

Sommaire

Avant-propos	iii
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 de fusion alcaline	2
6.3 Titration iodométrique	2
7 Appareillage	3
8 Méthodes	3
8.1 Préparation de la solution d'analyse	3
8.1.1 Méthode d'oxydation en milieu humide	3
8.1.2 Méthode de fusion alcaline	3
8.2 Mesurage de la solution aqueuse	4
9 Calcul et expression des résultats	4
9.1 Généralités	4
9.2 Répétabilité	5
10 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles	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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (Commission IUC, IULTCS) en collaboration avec le comité technique du Comité européen de normalisation (CEN) CEN/TC 289, Cuir, dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il est fondé sur le document IUC 8, publié dans le J. Soc. Leather Tech. Chem., 49, p. 17, 1965, et déclaré méthode officielle de l'IULTCS en 1965.

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.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 5398-1:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique, comme suit:

— quelques corrections éditoriales;

Deleted: Comité
Deleted: CEN/TC 289, Cuir,
Deleted:),
Deleted: s'appuie
Deleted: l'IUC
Deleted: initialement publiée
Deleted: déclarée
Deleted: Fondée en 1897, l'IULTCS
Deleted: regroupant les professionnels
Deleted: , dont le but est
Deleted: faire évoluer la science
Deleted: la technologie
Deleted: L'IULTCS est composée de
Deleted: Commissions
Deleted: l'établissement de
Deleted: d'échantillonnage
Deleted: d'essai du cuir. L'ISO
Deleted: l'IULTCS comme un organisme
Deleted: de normalisation
Deleted: l'élaboration
Deleted: d'essai portant sur le

ISO 5398-1:2018(F)
IULTCS/IUC 8-1:2018(F)

— au lieu du broyage du cuir, l'Article 5 renvoie à l'ISO 4044 pour la préparation de l'échantillon.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 5398 se trouve sur le site Web de l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5398-1:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46b229d-1c3-4673-9cbb-0653f81f6705/iso-5398-1-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46b229d-1c3-4673-9cbb-0653f81f6705/iso-5398-1-2018>

Introduction

La série de l'ISO 5398 comporte quatre parties, chacune indiquant des méthodes appropriées pour le 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.

Le présent document décrit une technique classique de la profession qui ne requiert pas l'utilisation d'instruments d'analyse complexes.

Deleted: L'ISO

Deleted: a été divisée en

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5398-1:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b46b229d-1cf3-4673-9cbb-0653f81f6705/iso-5398-1-2018>

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome — Partie 1: Quantification par titrage

1 Domaine d'application

Le présent document décrit 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 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 suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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, *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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

— ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

teneur en oxyde de chrome

quantité de chrome dans le cuir, déterminée par la présente méthode et exprimée sous forme d'oxyde de chrome

ISO 5398-1:2018(F)
IULTCS/IUC 8-1:2018(F)

Note 1 à l'article: La teneur en oxyde de chrome est exprimée en pourcentage en masse, sur la base de 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

Procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et préparer 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 ou les vêtements), des précisions sur l'échantillonnage doivent être fournies avec le rapport d'essai.

Peser avec précision le cuir préparé à 0,001 g près (il est suggéré d'utiliser 1 g pour les cuirs tannés au chrome, 2 g pour les cuirs semi-tannés au chrome et 2 g à 5 g pour les cuirs contenant peu de chrome). Pour chaque échantillon de 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. 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.

6.1.3 **Acide orthophosphorique**, 90 %.

6.2 Méthode de fusion alcaline

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

6.2.2 **Acide chlorhydrique**, concentré (37 %).

6.3 Titration iodométrique

6.3.1 **Solution d'iode de potassium**, préparée le jour même, à 100 g/l.

6.3.2 **Thiosulfate de sodium**, solution étalon à 0,1 mol/l dans 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 courant 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 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 l'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 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. 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 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 Méthode de fusion alcaline

Calciner l'échantillon de cuir pesé avec précision (voir l'Article 5) conformément à l'ISO 4047. Dans le creuset (7.2) contenant les cendres de cuir, ajouter avec précaution 5 g de mélange fondant (6.2.1) 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 $750\text{ °C} \pm 50\text{ °C}$ pendant au moins 30 min peut être utilisé pour obtenir le même effet.) Après refroidissement, placer le creuset dans un bécher contenant de 100 ml à 150 ml d'eau bouillante et continuer de faire chauffer dans l'eau jusqu'à ce que le mélange soit complètement dissous. 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

ISO 5398-1:2018(F)
IULTCS/IUC 8-1:2018(F)

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 20 ml de la solution d'iodure de potassium (6.3.1) à la solution obtenue selon 8.1.1 ou 8.1.2, reboucher la fiole et laisser reposer pendant 10 min à l'abri de la lumière. Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 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 petite quantité de poudre d'empois d'amidon), ajoutée vers la fin du titrage. Noter le nombre de millilitres de solution de thiosulfate utilisés.

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

Si la quantité de thiosulfate utilisée 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.

9 Calcul et expression des résultats

9.1 Généralités

Calculer le pourcentage suivant.

Le pourcentage en masse sur matière sèche, w_{Cr} , d'oxyde de chrome, Cr_2O_3 , dans le cuir est donné par l'équation:

$$w_{Cr} = \frac{V_1 \times 0,00253 \times 100 \times F}{m_0}$$

où

V_1 est le volume de la solution de thiosulfate à 0,1 mol/l utilisé pour le titrage, en millilitres (ml);

m_0 est la masse de l'échantillon de cuir initial, en grammes (g);

F est le facteur pour corriger la matière volatile à 0 %; il est calculé comme suit:

$$F = \frac{100}{100 - w_W}$$

où w_W est la teneur en matières volatiles, selon l'ISO 4684 (voir l'Annexe A), en pourcentage en masse.

NOTE 1 ml exactement de solution de thiosulfate à 0,1 mol/l correspond à 0,002 53 g de Cr_2O_3 .

Il est permis, si cela est demandé, de produire des résultats en se basant sur la masse de l'échantillon à l'état sec et dégraissé.