

NORME
INTERNATIONALE

ISO
5398-3

IULTCS/IUC 8-3

Deuxième édition
2018-06

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 5398-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018>



Numéros de référence
ISO 5398-3:2018(F)
IULTCS/IUC 8-3:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5398-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Tél.: +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 Réactifs pour la méthode d'oxydation en milieu humide.....	2
6.2 Réactifs pour la spectrométrie d'absorption atomique.....	2
7 Appareillage	2
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 digestion par micro-ondes.....	3
8.2 Mesurage de la solution aqueuse.....	3
8.2.1 Généralités.....	3
8.2.2 Préparation de la courbe d'étalonnage.....	3
8.2.3 Analyse de la solution d'essai.....	3
9 Calcul et expression des résultats	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Dosage de l'eau et des autres matières volatiles	5
Annexe B (informative) Équipement de spectrométrie d'absorption atomique (AAS) approprié	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 5398-3:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique, comme suit:

- quelques corrections éditoriales;
- au lieu du broyage du cuir, [l'Article 5](#) renvoie à l'ISO 4044 pour la préparation de l'échantillon;
- la description de l'équipement d'AAS approprié, précédemment en [8.2.1](#), a été déplacée dans une nouvelle [Annexe B](#) (informatif).

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

Introduction

La série ISO 5398 comprend 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 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 5398-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5398-3:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8-b3c411131dca/iso-5398-3-2018>

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome —

Partie 3: Quantification par spectrométrie d'absorption atomique

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 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 litige, c'est la méthode d'oxydation en milieu humide qui doit être utilisée.

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*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5868c366-60a9-433f-96b8->

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 4684, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières volatiles*

EN 14602, *Chaussures — 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.

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

Note 1 à l'article: La teneur en oxyde de chrome est exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), 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 spectrométrie d'absorption atomique.

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 2 g de cuir préparé à 0,001 g près. 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 Réactifs pour la 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 Réactifs pour la spectrométrie d'absorption atomique

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

Pour des raisons de sécurité, il est conseillé d'utiliser une solution du commerce certifiée et prête à l'emploi. (Pour la concentration, voir [6.2.3](#).)

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 et compléter au volume avec de l'eau. 1 ml de cette solution contient 1 mg de chrome.

NOTE Cette solution est disponible dans le commerce.

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

Matériel courant 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 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 (7.4). 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 Méthode de digestion par micro-ondes

L'échantillon à analyser peut également être préparé selon la technique de digestion assistée par micro-ondes. Le mode opératoire décrit dans l'EN 14602 doit être appliqué.

8.2 Mesurage de la solution aqueuse

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. Voir l'Annexe B pour un exemple d'équipement approprié.

8.2.2 Préparation de la courbe d'étalonnage

Pour la préparation des solutions étalons, verser à l'aide d'une pipette 10 ml de la solution étalon de dichromate (6.2.3) dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec de l'eau distillée. Verser à l'aide d'une pipette des parties aliquotes de cette solution de 2,0 ml, 4,0 ml, 6,0 ml et 8,0 ml dans des fioles jaugées de 100 ml et compléter au volume avec la solution de chlorure de potassium (6.2.4). Ces solutions contiennent respectivement 2,0 µg/ml, 4,0 µg/ml, 6,0 µg/ml et 8,0 µg/ml de chrome.

Aspirer les solutions étalons et préparer une courbe d'étalonnage normalisée. Cet étalonnage peut être enregistré dans la mémoire du spectrophotomètre si l'on préfère.

8.2.3 Analyse de la solution d'essai

Transférer la solution d'analyse obtenue selon 8.1 dans une fiole jaugée de 250 ml et compléter au volume avec la solution de chlorure de potassium (6.2.4) en mélangeant bien.

Cette solution peut être analysée directement après la filtration (7.3) si elle ne contient pas plus de 7,5 µg/ml de chrome. Sinon, il convient de la diluer en conséquence.