

NORME INTERNATIONALE

ISO 5398-3:2018 (F)

Deleted: FDIS

IULTCS/IUC 8-3:2018(F)

Seconde édition

Date: 2018-06

Deleted: 03-09

Cuir — Dosage chimique de l'oxyde de chrome — Partie 3: Quantification par spectrométrie d'absorption atomique

Leather — Chemical determination of chromic oxide content — Part 3: Quantification by atomic absorption spectrometry

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>

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 Réactifs pour la méthode d'oxydation en milieu humide	2
6.2 Réactifs pour la spectrométrie d'absorption atomique	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 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	4
8.2.3 Analyse de la solution d'essai	4
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
Annexe B (informative) Équipement de spectrométrie d'absorption atomique (AAS) approprié	7

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;

- 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 5398-3:2018(F)
IULTCS/IUC 8-3:2018(F)

- 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 (informativ).

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 5398-3:2018](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>

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>

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*

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

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

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.

Aspirer la solution d'essai et déterminer l'absorbance obtenue. Calculer la concentration de chrome dans la solution en utilisant la courbe d'étalonnage normalisée. Si l'étalonnage est enregistré dans la mémoire du spectrophotomètre, la lecture peut alors être directement indiquée en termes de concentration.

Si l'absorbance est en dehors de la gamme d'étalonnage, 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

Calculer la teneur en oxyde de chrome dans le cuir, w_{Cr} , exprimée en milligrammes par kilogrammes (mg/kg), à l'aide de l'équation suivante:

$$w_{Cr} = \frac{\rho \times 1,462 \times V \times F}{m_0}$$

où

ρ est la concentration de chrome déterminée en 8.2.3, en microgrammes par millilitres (µg/ml);

V est le volume total, en millilitres (ml) (si aucune dilution supplémentaire n'est exigée, $V = 250$ ml);

m_0 est la masse initiale du cuir, en grammes (g);

1,462 est le facteur de correction pour convertir le Cr en Cr_2O_3 ;

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.