

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17072-1

IULTCS/IUC
27-1

Première édition
2011-02-15

**Cuir — Détermination chimique de la
teneur en métal —**

**Partie 1:
Métaux extractibles**

Leather — Chemical determination of metal content —

Part 1: Extractable metals

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17072-1:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011>



Numéro de référence
ISO 17072-1:2011(F)
IULTCS/IUC 27-1:2011(F)

© ISO 2011

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 17072-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Réactifs	2
5 Appareillage et matériel	3
6 Échantillonnage et préparation des échantillons	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Préparation d'une solution de sueur artificielle acide conformément à l'ISO 105-E04:2008, Article 4	4
7.2 Extraction d'un échantillon de cuir	4
7.3 Digestion de la solution extraite	4
7.4 Analyse par ICP, AAS et SFA	4
7.4.1 ICP	4
7.4.2 AAS	5
7.4.3 Analyse selon la technique SFA	5
8 Calcul et expression des résultats	5
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires	7
Bibliographie	8

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.

L'ISO 17072-1 a été élaborée par le comité technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), en collaboration avec la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des sociétés de techniciens et chimistes du cuir (commission IUC, IULTCS), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne). Cette méthode est techniquement identique à la méthode IUC 27-1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-189898989898>

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.

L'ISO 17072 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Cuir — Détermination chimique de la teneur en métal*:

- *Partie 1: Métaux extractibles*
- *Partie 2: Teneur totale en métaux*

Cuir — Détermination chimique de la teneur en métal —

Partie 1: Métaux extractibles

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17012 spécifie une méthode de détermination des métaux extractibles du cuir s'appuyant sur l'extraction à l'aide d'une solution de sueur artificielle acide suivie d'une détermination par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES), ou par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES), ou par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS), ou par spectrométrie d'absorption atomique (AAS), ou par spectrométrie de fluorescence atomique (SFA).

La présente méthode est particulièrement adaptée à la détermination du chrome extractible dans les cuirs tannés au chrome.

La présente méthode détermine les métaux extractibles présents dans le cuir; elle n'est pas spécifique à un composé ou à l'état d'oxydation des métaux.

La méthode s'applique également à la détermination de nombreux métaux extractibles, dont:

Aluminium (Al)	Cuivre (Cu)	Nickel (Ni)
Antimoine (Sb)	Fer (Fe)	Potassium (K)
Arsenic (As)	Plomb (Pb)	Sélénium (Se)
Baryum (Ba)	Magnésium (Mg)	Étain (Sn)
Cadmium (Cd)	Manganèse (Mn)	Titane (Ti)
Calcium (Ca)	Mercure (Hg)	Zinc (Zn)
Chrome (Cr)	Molybdène (Mo)	Zirconium (Zr)
Cobalt (Co)		

La limite de quantification du plomb extractible est de 3 mg/kg (voir l'Annexe A).

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 105-E04:2008, *Textiles — Essais de solidité des teintures — Partie E04: Solidité des teintures à la sueur*

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)*

ISO 15586, *Qualité de l'eau — Dosage des éléments traces par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite*

ISO 17072-2:2011, *Cuir — Détermination chimique de la teneur en métal — Partie 2: Teneur totale en métaux*

ISO 17294-2, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 2: Dosage de 62 éléments*

ISO 17852, *Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique*

3 Principe

Un échantillon de cuir est broyé et extrait à $37\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant $4\text{ h} \pm 5\text{ min}$ dans une solution de sueur artificielle acide. La solution extraite est filtrée, acidifiée et analysée, par ICP ou SFA ou AAS. Si nécessaire, une digestion d'une prise d'essai de la solution filtrée est effectuée conformément à l'ISO 17072-2.

Les résultats sont donnés par rapport à la matière sèche du cuir.

S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple avec des cuirs prélevés sur des produits finis comme les chaussures, les vêtements), des détails relatifs à l'échantillonnage doivent être fournis avec le rapport d'essai.

ISO 17072-1:2011
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011>

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — Des acides concentrés étant employés, il est impératif d'utiliser tous les équipements de protection individuelle nécessaires.

4.1 Généralités

Sauf indication contraire, seuls des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés. Toutes les solutions sont des solutions aqueuses.

4.2 Acide nitrique, de concentration 60 % à 70 % (en masse).

4.3 Monochlorohydrate de L-histidine monohydraté, $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_3 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$.

4.4 Chlorure de sodium.

4.5 Dihydrogéo-orthophosphate de sodium dihydraté, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

4.6 Hydroxyde de sodium, 0,1 mol/l.

4.7 Solutions mères des éléments, des différents métaux, présentant des concentrations en masse de 1 000 mg/l chacune.

4.8 Acide nitrique, 0,1 mol/l.

4.9 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696:1987.

5 Appareillage et matériel

5.1 Généralités

L'ensemble de la verrerie, les dispositifs d'analyse et le matériel de laboratoire, filtres compris, doivent être adaptés à l'analyse des métaux à l'état de trace.

Utiliser l'appareillage de laboratoire courant et, en particulier, ce qui suit.

5.2 Étuve, pouvant être maintenue à $102\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

5.3 Balance analytique, d'une précision de 0,1 mg.

5.4 Balance de laboratoire, d'une précision de 0,01 g.

5.5 Membranes filtrantes et support, adaptées à la filtration de solutions aqueuses, de porosité $0,45\text{ }\mu\text{m}$.

5.6 Papier filtre, de qualité pour une filtration rapide.

5.7 Fioles jaugées, de différentes tailles (50 ml, 100 ml, 1 000 ml).

5.8 Fioles coniques à col large, d'une capacité d'environ 250 ml, munies de bouchons.

5.9 Fioles coniques jaugées, de différentes tailles.

5.10 Bain-marie, réglé par thermostat à $37\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$, équipé d'un agitateur ou d'un mélangeur de fiole.

5.11 Spectromètre d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) ou spectromètre d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES) (voir l'ISO 11885), avec module générateur d'hydruure. Les gaz utilisés doivent être de qualité analytique.

5.12 Spectromètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite ou avec flamme (AAS) (voir l'ISO 15586), muni d'un module générateur d'hydruure et d'une tête de brûlage à l'oxyde nitreux avec lampe à cathode creuse appropriée, ou d'une tête de brûlage à l'oxyde nitreux à forte teneur en solides. Les gaz utilisés doivent être de qualité analytique.

5.13 Spectromètre de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) (voir l'ISO 17294-2). Les gaz utilisés doivent être de qualité analytique.

5.14 Spectromètre de fluorescence atomique (SFA), pour l'analyse du mercure.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

6.1 Si le morceau de cuir disponible pour l'essai correspond à une peau complète, les échantillons pour essai doivent être prélevés conformément aux modes opératoires normalisés donnés dans l'ISO 2418. S'il est impossible d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 (par exemple dans le cas de cuirs prélevés sur des produits finis comme les chaussures ou les vêtements), des détails relatifs à l'échantillonnage doivent être fournis dans le rapport d'essai.

6.2 Broyer l'échantillon de cuir conformément à l'ISO 4044. Il convient de présécher les échantillons humides (plus de 30 % d'humidité) pendant au moins 12 h, à une température ne dépassant pas $50\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Il convient de sélectionner la température de séchage en tenant compte de l'incidence d'une température élevée sur la nature de l'analyte.

6.3 À l'aide de la balance analytique (5.3), peser précisément, à 0,001 g près, 2 g de cuir broyé et le placer dans une fiole conique à col large de 250 ml (5.8).

6.4 Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 4684. Le même échantillon de cuir broyé peut être utilisé pour l'extraction décrite en 7.2.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation d'une solution de sueur artificielle acide conformément à l'ISO 105-E04:2008, Article 4

La solution doit être préparée de nouveau chaque jour, et contenir, par litre:

- 0,5 g de monochlorohydrate de L-histidine monohydraté (4.3);
- 5 g de chlorure de sodium (4.4);
- 2,2 g d'hydrogène-orthophosphate de sodium dihydraté (4.5).

Amener la solution au pH 5,5 ($\pm 0,1$) par addition d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l.

7.2 Extraction d'un échantillon de cuir

À l'aide d'une pipette, ajouter dans une fiole conique (5.8), 100 ml de solution de sueur artificielle acide (7.1) à l'échantillon de cuir broyé de 2 g pesé précisément (voir 6.3), et agiter lentement au bain-marie (5.10) à $37\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ pendant $4\text{ h} \pm 5\text{ min}$.

Filter l'extrait sur un papier filtre (5.6), filtrer ensuite sur une membrane filtrante (5.5).

Pour le mesurage direct des éléments, prélever une quantité appropriée d'extrait à analyser et ajouter 5 % (en volume) d'acide nitrique (4.2). Tenir compte de cet ajout dans le facteur de dilution.

Il est nécessaire d'effectuer un mode opératoire à blanc afin de contrôler les contaminants. Une partie aliquote de solution de sueur acide est placée dans un récipient d'échantillonnage et traitée comme un échantillon à tous égards, y compris tous les modes opératoires analytiques.

Les conditions d'extraction ci-dessus doivent être scrupuleusement respectées. Tout écart entraînerait des résultats erronés.

7.3 Digestion de la solution extraite

Si, après filtration et acidification, la solution n'est pas claire, les modes opératoires suivants doivent être utilisés pour la digestion.

Après filtration, utiliser 25 ml de solution filtrée, en suivant les modes opératoires de digestion décrits dans l'ISO 17072-2:2011, Article 6, en fonction du métal à déterminer. Tenir compte du fait que, après la digestion, le volume final de la solution à analyser doit être de 25 ml. Dans le cas contraire, prendre en compte le facteur de dilution.

NOTE Selon le taux exigé d'un élément, il est possible que l'utilisation d'un générateur hydrure soit nécessaire pour la détermination de As, Sb, Sn, Se et Hg. Dans ce cas, une partie de la solution d'extraction filtrée (sans acidification) est utilisée conformément aux instructions du fabricant. Il est possible d'utiliser la SFA afin de déterminer le mercure (Hg).

7.4 Analyse par ICP, AAS et SFA

Pour l'étalonnage, préparer au moins quatre solutions étalons de référence ainsi qu'une solution d'étalonnage à blanc.

7.4.1 ICP

La solution obtenue en 7.2 peut être analysée directement à condition de contenir une concentration en métaux analysés s'inscrivant dans les limites d'étalonnage. Dans le cas contraire, il convient de diluer la solution de façon appropriée.

Préparer des solutions étalons de référence des métaux requis conformément à l'ISO 11885, à l'aide d'une solution de sueur et non d'eau.

7.4.1.1 ICP-OES ou ICP-AES

Régler le spectromètre ICP-OES (ou ICP-AES) (5.11) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 11885.

Préparer des solutions étalons de référence des métaux requis conformément à l'ISO 11885, à l'aide d'une solution de sueur et non d'eau. Analyser la solution obtenue selon 7.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-OES (5.11) à la longueur d'onde propre à chacun des différents éléments, soit en l'état, soit après une dilution appropriée.

7.4.1.2 ICP-MS

Régler le spectromètre ICP-MS (5.13) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 17294-2.

Analyser la solution obtenue selon 7.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-MS (5.13) à la masse ionique propre à chacun des différents éléments, soit en l'état, soit après une dilution appropriée.

7.4.2 AAS

Digérer la solution extraite filtrée comme indiqué en 7.3.

Préparer le spectromètre d'absorption atomique (5.12) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés conformément à l'ISO 15586.

7.4.3 Analyse selon la technique SFA (standards.iteh.ai)

L'analyse de Hg peut être réalisée à l'aide de la technique SFA. Si elle est employée, le mode opératoire décrit dans l'ISO 17852 doit alors être suivi. [ISO 17072-1:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e1ae4338-2f65-44ce-80bd-1cc8463628b2/iso-17072-1-2011>

8 Calcul et expression des résultats

Exprimer le résultat en indiquant la fraction massique (teneur) du métal analysé, en milligrammes par kilogramme (mg/kg), calculée par rapport à la masse sèche du cuir, de la façon suivante:

$$w_x = \frac{w_{x,i}}{m} \times V_1 \times F_d$$

où

w_x est la fraction massique du métal extrait du cuir, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de produit analysé et arrondie à une décimale près;

$w_{x,i}$ est la concentration du métal en question détectée par l'instrument, exprimée en milligrammes par litre (mg/l);

m est la masse sèche de l'échantillon, exprimée en grammes (g), calculée conformément à l'ISO 4684;

V_1 est le volume de solution de sueur artificielle acide nécessaire pour l'extraction, exprimé en millilitres (ml);

F_d est le facteur de dilution, résultant finalement du mode opératoire de digestion ou de l'acidification.

Il est possible, au besoin, d'indiquer les résultats par rapport à la masse dégraissée sèche de l'échantillon de cuir. Les détails doivent être notés dans le rapport d'essai.