

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
17075

IULTCS/IUC  
18

Première édition  
2007-11-15

---

---

**Cuir — Essais chimiques —  
Détermination de la teneur en chrome(VI)**

*Leather — Chemical tests — Determination of chromium(VI) content*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 17075:2007

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-  
fe868576ad25/iso-17075-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-fe868576ad25/iso-17075-2007)



Numéro de référence  
ISO 17075:2007(F)  
IULTCS/IUC 18:2007(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 17075:2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-fe868576ad25/iso-17075-2007)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-  
fe868576ad25/iso-17075-2007](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-fe868576ad25/iso-17075-2007)



**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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Appareillage</b> .....	2
7 <b>Mode opératoire</b> .....	3
7.1 <b>Échantillonnage et préparation des échantillons</b> .....	3
7.2 <b>Préparation des solutions pour analyse</b> .....	3
7.3 <b>Dosage du chrome(VI) dans la solution obtenue par extraction</b> .....	3
7.4 <b>Solution témoin</b> .....	4
7.5 <b>Étalonnage</b> .....	4
7.6 <b>Détermination du taux de récupération</b> .....	4
8 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	5
8.1 <b>Calcul de la teneur en chrome(VI)</b> .....	5
8.2 <b>Taux de récupération (selon 7.6.1)</b> .....	6
8.3 <b>Expression des résultats</b> .....	6
9 <b>Rapport d'essai</b> .....	7
<b>Annexe A (informative) Matières à polarité de phases inversées</b> .....	8
<b>Annexe B (informative) Précision</b> .....	9

## 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 17075:2007 a été élaborée par la Commission des essais chimiques de l'Union internationale des chimistes et techniciens des industries 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 collaboration technique passé entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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 première édition de l'ISO 17075 annule et remplace la première édition du CEN/TS 14495:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique.

# Cuir — Essais chimiques — Détermination de la teneur en chrome(VI)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en chrome(VI) de solutions obtenues par lessivage du cuir dans des conditions définies. La méthode décrite est adaptée à la quantification dans les cuirs de teneurs en chrome(VI) pouvant descendre jusqu'à 3 mg/kg.

Ce document est applicable à tous les types de cuir.

## 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, *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*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **teneur en chrome(VI)**

quantité de chrome(VI) du cuir déterminée selon la présente méthode après extraction au moyen d'une solution saline aqueuse à un pH de 7,5 à 8,0

NOTE La teneur en chrome(VI) est rapportée en tant que chrome(VI) en milligrammes par kilogramme (mg/kg), exprimée en masse de matière sèche.

## 4 Principe

Le chrome(VI) soluble est extrait de l'échantillon dans un tampon phosphaté par lessivage à un pH de 7,5 à 8,0 et, s'il y a lieu, les substances affectant la détection sont retirées par extraction en phase solide. La solution de chrome(VI) provoque l'oxydation du 1,5-diphénylcarbazine en 1,5-diphénylcarbazone pour donner un complexe rouge/violet avec le chrome qui peut être quantifié par photométrie à 540 nm.

Les résultats obtenus par la méthode décrite sont strictement tributaires des conditions d'extraction. Les résultats obtenus par d'autres procédés d'extraction (solution d'extraction, pH, durée d'extraction, etc.) ne sont pas comparables aux résultats produits par le mode opératoire décrit dans la présente norme.

## 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être au moins de qualité analytique.

### 5.1 Solution d'extraction.

Dissoudre 22,8 g d'hydrogénophosphate de dipotassium  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  dans 1 000 ml d'eau, ajuster au pH  $8,0 \pm 0,1$  avec de l'acide phosphorique (5.3). Dégazer cette solution soit à l'argon, soit à l'azote.

### 5.2 Solution de diphenylcarbazide.

Dissoudre 1,0 g de 1,5-diphénylcarbazide  $CO(NHNHC_6H_5)_2$  dans 100 ml d'acétone  $(CH_3)_2CO$  et acidifier avec une goutte d'acide acétique glacial  $CH_3COOH$ .

Il convient de conserver la solution dans un flacon en verre brun. La durée de conservation peut aller jusqu'à 14 jours à 4 °C.

### 5.3 Solution d'acide phosphorique.

Compléter 700 ml d'acide o-phosphorique,  $\rho = 1,71$  g/ml, à 1 000 ml avec de l'eau distillée.

### 5.4 Solution mère de chrome(VI).

Dissoudre 2,829 g de dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ) (5.8) dans l'eau dans une fiole jaugée et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. 1 ml de cette solution contient 1 mg de chrome.

### 5.5 Solution étalon de chrome(VI).

Transférer à la pipette 1 ml de la solution (5.4) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter à la marque avec la solution d'extraction (5.1). 1 ml de cette solution contient 1 µg de chrome.

### 5.6 Argon ou azote, désoxygéné.

Il convient de préférer l'argon, gaz inerte, à l'azote dans la mesure où l'argon a une densité supérieure à celle de l'air.

### 5.7 Eau distillée de Classe 3, telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

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

### 5.9 Méthanol de qualité CLHP.

## 6 Appareillage

### 6.1 Agitateur mécanique approprié, de $50 \text{ min}^{-1}$ à $150 \text{ min}^{-1}$ .

### 6.2 Fiole conique, 250 ml de capacité, munie d'un bouchon.

### 6.3 Tube d'aération et débitmètre.

### 6.4 pH-mètre, à électrode en verre.

- 6.5 Filtre à membrane**, de 0,45 µm de diamètre de pore (polytétrafluoroéthylène ou nylon).
- 6.6 Fioles jaugées**, de 25 ml, de 100 ml et de 1 000 ml de capacité.
- 6.7 Pipettes**, de volumes nominaux variés.
- 6.8 Spectrophotomètre ou photomètre à filtres**, de 540 nm de longueur d'onde.
- 6.9 Cellule photométrique**, en quartz, de 4 cm de longueur ou de toute autre longueur de cellule appropriée.
- 6.10 Cartouches en verre ou en polypropylène remplies d'une matière convenant à la chromatographie à polarité de phases inversées**, par exemple reversed phase (RP) 18.
- 6.11 Système d'extraction liquide-solide (extraction en phase solide)**, avec système d'aspiration ou seringue médicale résistante aux solvants.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et moudre le cuir conformément à l'ISO 4044. Il est recommandé de moudre le cuir très peu de temps avant l'extraction. S'il n'est pas possible de procéder à l'échantillonnage selon l'ISO 2418 (par exemple dans le cas de cuirs provenant de produits finis tels que chaussures ou vêtements), des précisions concernant l'échantillonnage doivent être fournies avec le rapport d'essai.

### 7.2 Préparation des solutions pour analyse

Peser  $2 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  de cuir moulu à  $0,001 \text{ g}$  près. Transférer à la pipette 100 ml de solution dégazée (5.1) dans une fiole conique de 250 ml (6.2). Déplacer l'oxygène en faisant passer dans la fiole de l'argon ou de l'azote désoxygéné (5.6) pendant 5 min ( $50 \text{ ml/min} \pm 10 \text{ ml/min}$ ). Enlever le tube d'aération (6.3), ajouter le cuir et fermer la fiole au moyen d'un bouchon. Enregistrer le volume d'extraction comme  $V_0$ .

Prolonger l'extraction sur la poudre de cuir en l'agitant pendant  $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  sur un agitateur mécanique.

Régler l'agitateur pour imprimer à la poudre de cuir un mouvement circulaire régulier, en évitant toute adhérence à la paroi de la fiole. Éviter les mouvements trop rapides.

Après 3 h d'extraction, filtrer immédiatement le contenu de la fiole conique au moyen d'un filtre à membrane au-dessus d'un flacon en verre muni d'un bouchon à vis. Vérifier le pH de la solution. Celui-ci doit se situer entre 7,5 et 8,0. S'il ne se situe pas dans cette fourchette, recommencer toute la procédure.

### 7.3 Dosage du chrome(VI) dans la solution obtenue par extraction

Traiter préalablement les cartouches comme suit:

- rincer la cartouche (6.10) tout d'abord avec 5 ml de méthanol (5.9),
- puis avec 5 ml d'eau distillée (5.7) et
- immédiatement après avec 10 ml de la solution d'extraction (5.1).

Ne pas sécher les cartouches (6.10), ni pendant ni après le prétraitement.

Prélever 10 ml de la solution obtenue en 7.2 ( $V_1$ ) et transférer quantitativement par la cartouche (6.10) sur un système d'extraction liquide-solide muni d'un système d'aspiration (6.11). Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 25 ml (6.6). Rincer la cartouche avec 10 ml de solution d'extraction (5.1) dans la fiole de 25 ml. Compléter à la marque (volume  $V_2$ ) avec la solution d'extraction (5.1). Repérer cette solution comme  $S_1$ .

Transférer à la pipette 10 ml ( $V_3$ ) de la solution  $S_1$  dans une fiole jaugée de 25 ml. Diluer la solution aux 3/4 du volume de la fiole avec la solution d'extraction (5.1). Ajouter 0,5 ml d'acide phosphorique (5.3) puis 0,5 ml de solution de diphénylcarbazine (5.2). Compléter à la marque (volume  $V_4$ ) avec la solution d'extraction (5.1) et homogénéiser.

Laisser reposer 15 min  $\pm$  5 min. Mesurer l'absorbance de la solution à 540 nm dans une cellule de 4 cm par rapport à la solution témoin (7.4). Noter l'absorbance obtenue comme  $A_1$ .

Pour chaque itération, transférer une portion aliquote de 10 ml de la solution  $S_1$  à la pipette dans une fiole jaugée de 25 ml et la traiter comme décrit ci-dessus, mais sans l'adjonction de solution de diphénylcarbazine (5.2). Mesurer l'absorbance de cette solution comme ci-dessus et la noter comme  $A_2$ .

#### 7.4 Solution témoin

Remplir une fiole jaugée de 25 ml aux trois quarts de solution d'extraction (5.1), ajouter 0,5 ml d'acide phosphorique (5.3) puis 0,5 ml de solution de diphénylcarbazine (5.2), compléter à la marque avec la solution d'extraction (5.1) et homogénéiser. Préparer cette solution chaque jour et la conserver à l'abri de la lumière. Traiter la solution témoin de la même façon que la solution d'essai, y compris la phase d'extraction liquide-solide.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

#### 7.5 Étalonnage

Préparer les solutions d'étalonnage à partir de la solution étalon (5.5). Il convient que les concentrations en chrome dans ces solutions couvrent la plage des mesures attendues.

Préparer les solutions d'étalonnage dans des fioles jaugées de 25 ml (6.6).

Établir une courbe d'étalonnage appropriée à partir d'au moins six solutions d'étalonnage, sur une plage allant de 0,5 ml à 15 ml de solution étalon (5.5). Transférer les volumes indiqués de solution étalon (5.5) à la pipette dans des fioles jaugées de 25 ml, puis ajouter à chaque fiole 0,5 ml d'acide phosphorique (5.3) et 0,5 ml de solution de diphénylcarbazine (5.2). Compléter à la marque avec la solution d'extraction (5.1), homogénéiser et laisser reposer 15 min  $\pm$  5 min.

Mesurer l'absorbance des solutions dans la même cellule photométrique que les échantillons à 540 nm par rapport au témoin obtenu en 7.4.

Établir une courbe des concentrations en chrome(VI), en  $\mu\text{g/ml}$ , en fonction de l'absorbance mesurée. Noter la concentration en chrome(VI) en abscisse et l'absorbance en ordonnée.

Des essais interlaboratoires ont démontré l'adéquation d'une cellule de 4 cm. Les solutions étalons décrites ci-dessus sont adaptées à une analyse avec cellule de 4 cm. Dans certains cas, toutefois, il peut s'avérer judicieux d'utiliser une cellule plus longue ou plus courte. La gamme d'étalonnage doit toutefois être choisie avec soin dans la plage de mesurage linéaire du spectrophotomètre. Il est recommandé que l'extinction mesurée ne dépasse pas 0,9 unité d'extinction.

#### 7.6 Détermination du taux de récupération

##### 7.6.1 Influence de la matrice

La détermination du taux de récupération est importante, car elle fournit des indications quant aux éventuels effets de matrice susceptibles d'influer sur les résultats.



Enrichir une portion aliquote de 10 ml de la solution obtenue en 7.2 d'un volume approprié de solution de chrome(VI) pour doubler approximativement la concentration en chrome(VI) de l'extrait ( $\pm 25\%$ ). Choisir la concentration de la solution enrichie de telle sorte que le volume final de solution enrichie atteigne au maximum 11 ml. Traiter cette solution de la même façon que l'échantillon en notant les absorbances  $A_{1s}$  et  $A_{2s}$  (voir 7.3).

L'absorbance de la solution doit se situer dans la plage de la courbe d'étalonnage, sinon il convient de répéter l'opération en utilisant une portion aliquote plus petite. Le taux de récupération doit être supérieur à 80 %.

NOTE 1 Si un ajout de chrome(VI) reste indétectable, cela peut constituer un indice que le cuir contient des agents réducteurs. Dans certains cas, si le taux de récupération selon 7.6.2 est supérieur à 90 %, et après examen rigoureux, on peut être amené à conclure que le cuir en question ne contient pas de chrome(VI) (teneur inférieure à la limite de détection).

NOTE 2 Le taux de récupération donne une indication du fait que le mode opératoire fonctionne ou que les résultats sont affectés par des effets de matrice. Normalement, le taux de récupération est supérieur à 80 %.

### 7.6.2 Influence de la matière à polarité de phases inversées

Transférer à la pipette un volume de solution (5.5) qui correspond à la teneur en chrome(VI) du cuir dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter au volume avec la solution d'extraction (5.1).

Traiter cette solution de la même façon que l'extrait de cuir. Déterminer la teneur de cette solution de la même façon que celle de l'extrait de cuir et comparer avec la teneur calculée. Lorsque aucune présence de chrome(VI) n'a été décelée dans l'échantillon de cuir, la concentration de la solution doit être de 6  $\mu\text{g}/100\text{ ml}$ . Le taux de récupération doit être supérieur à 90 %. Si le taux de récupération est inférieur ou égal à 90 %, la matière à polarité de phases inversées ne convient pas à ce mode opératoire et doit être remplacée.

(standards.iteh.ai)

## 8 Calcul et expression des résultats

ISO 17075:2007

### 8.1 Calcul de la teneur en chrome(VI)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e361549-7e8e-4257-9212-1e868576ad25/iso-17075-2007>

$$w_{\text{Cr(VI)}} = \frac{(A_1 - A_2) \times V_0 \times V_2 \times V_4}{V_1 \times V_3 \times m \times F}$$

où

$w_{\text{Cr(VI)}}$  est la fraction massique de Cr(VI) soluble du cuir, exprimée en milligrammes par kilogrammes (mg/kg);

$A_1$  est l'absorbance de la solution échantillon avec diphénylcarbazine;

$A_2$  est l'absorbance de la solution échantillon sans diphénylcarbazine;

$F$  est la pente de la courbe d'étalonnage ( $y/x$ ), exprimée en millilitres par microgrammes (ml/ $\mu\text{g}$ );

$m$  est la masse initiale du cuir prélevé, exprimée en grammes (g);

$V_0$  est le volume d'extraction de l'échantillon initial, exprimé en millilitres (ml);

$V_1$  est la prise aliquote du volume d'extraction de l'échantillon initial, exprimée en millilitres (ml);

$V_2$  est le volume total d'éluat ( $S_1$ ), après passage dans la colonne du système d'extraction liquide-solide, auquel l'aliquote  $V_1$  a été complétée, exprimé en millilitres (ml);

$V_3$  est la prise aliquote de la solution  $S_1$ , exprimée en millilitres (ml);

$V_4$  est le volume final de complément à la marque de l'aliquote de la solution  $S_1$ , exprimé en millilitres (ml).