

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17070

IULTCS/IUC
25

Première édition
2006-10-01

**Cuir — Essais chimiques —
Détermination de la teneur en
pentachlorophénol**

*Leather — Chemical tests — Determination of pentachlorophenol
content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17070:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>



Numéro de référence
ISO 17070:2006(F)
IULTCS/IUC 25:2006(F)

© ISO 2006

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 17070:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>

© ISO 2006

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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage	1
5 Réactifs	2
6 Échantillonnage et préparation des échantillons	2
7 Modes opératoires	3
7.1 Distillation à la vapeur	3
7.2 Extraction liquide-liquide et acétylation	3
7.3 Préparation du mélange d'étalonnage pour le PCP acétylé et le TCG	3
7.4 Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire	4
8 Expression des résultats	4
9 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Fiabilité de la méthode	6

[ISO 17070:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>

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 17070 a été élaboré par la Commission Essais chimiques de l'Union Internationale des Sociétés de Techniciens et Chimistes des Industries du Cuir (Commission IUC, IULTCS) en collaboration avec le Comité Technique CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité Européen de Normalisation (CEN), dont le secrétariat est tenu par l'UNI, conformément aux Accords de coopération entre l'ISO et le CEN (Accords 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 17070 annule et remplace la première édition de la CEN TS 14494:2003, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

Le présent document est fondé sur la traduction anglaise du *Projet DIN 53313 de 1999* et décrit un mode opératoire selon lequel le pentachlorophénol (PCP) est acétylé avant le dosage par chromatographie et la concentration d'acétate de PCP détectée est quantifiée en appliquant une correction par rapport à un étalon interne.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17070:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17070:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>

Cuir — Essais chimiques — Détermination de la teneur en pentachlorophénol

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en pentachlorophénol (PCP), ses sels et ses esters, dans le 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 4684, *Cuir — Essais chimiques — Détermination des matières volatiles*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 4044, *Cuir — Préparation des échantillons pour essais chimiques*

ISO 2418, *Cuir — Essais chimiques, physiques, mécaniques et de solidité — Emplacement de l'échantillonnage*

3 Principe

L'échantillon de cuir est tout d'abord soumis à un procédé de distillation à la vapeur.

Après extraction dans le *n*-hexane, le PCP est acétylé à l'anhydride acétique, puis analysé sous forme d'acétate de PCP par chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à capture d'électrons (ECD) ou à spectrométrie de masse (MSD). La quantification est effectuée par comparaison avec un étalon externe et une correction est apportée à l'aide d'un étalon interne.

4 Appareillage

- 4.1 **Chromatographe en phase gazeuse avec ECD ou MSD.**
- 4.2 **Balance analytique**, d'une exactitude de 0,1 mg.
- 4.3 **Appareillage conçu pour la distillation à la vapeur.**
- 4.4 **Agitateur.**
- 4.5 **Fioles jaugées**, de 500 ml et de 50 ml.
- 4.6 **Erlenmeyer (fiolle conique)**, de 100 ml.

4.7 **Ampoule à décanter**, de 250 ml ou tout autre **réceptacle adapté à la séparation des phases organique et aqueuse**, munie d'un bouchon pour permettre une agitation vigoureuse.

4.8 **Pipette de Pasteur, pipette graduée, pipette automatique adaptée.**

4.9 **Filtre avec papier-filtre de qualité 4**, de 125 mm de diamètre.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, il convient d'utiliser des produits chimiques de qualité analytique. Utiliser de l'eau distillée ou déminéralisée de Classe 3 selon l'ISO 3696.

5.1 Solutions de PCP.

La concentration en pentachlorophénol peut inclure le pentachlorophénol libre, ses sels et ses esters.

5.1.1 **Pentachlorophénol**, 100 µg/ml dans l'acétone.

5.1.2 **Acétate de PCP**, 10 µg/ml dans le *n*-hexane.

5.1.3 **Solution étalon d'acétate de PCP**, 0,04 mg/l d'acétate de PCP (correspond à 0,034 6 mg/l de PCP) dans le *n*-hexane.

5.2 **Tétrachloroguaiacol (TCG)** (tétrachloro-*o*-méthoxyphénol), 100 µg/ml dans l'acétone, marqueur et étalon interne, point de fusion de 118 °C à 119 °C.

5.3 **Acide sulfurique**, 1 mol/l.

5.4 ***n*-Hexane**, pour l'analyse du résidu. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/717ee3ed-4c54-4766-aa66-c81e93ac6978/iso-17070-2006>

5.5 **Carbonate de potassium**, K₂CO₃.

5.6 **Anhydride acétique**, C₄H₆O₃.

5.7 **Sulfate de sodium anhydre.**

5.8 **Eau distillée**, selon la Classe 3 de l'ISO 3696.

5.9 **Triéthylamine.**

5.10 **Acétone.**

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418 et mouler le cuir conformément à l'ISO 4044. 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 Modes opératoires

7.1 Distillation à la vapeur

Peser avec précision environ 1,0 g de l'échantillon de cuir dans l'appareil de distillation (4.3) et ajouter 20 ml d'acide sulfurique 1 mol/l (5.3) et 0,1 ml de solution-mère de TCG (5.2). Soumettre le contenu du flacon à une distillation à la vapeur au moyen d'un appareil approprié de distillation à la vapeur. Utiliser une fiole jaugée de 500 ml (4.5) contenant 5 g de K_2CO_3 (5.5) pour recueillir le distillat.

Distiller environ 450 ml. Compléter au volume avec de l'eau.

En cas de moussage excessif, il convient de réduire la température de chauffe.

7.2 Extraction liquide-liquide et acétylation

7.2.1 Transférer 100 ml du distillat obtenu en 8.1 dans une ampoule à décanter de 250 ml (4.7).

7.2.2 Ajouter à la solution 20 ml de *n*-hexane (5.4), 0,5 ml de triéthylamine (5.9) et 1,5 ml d'anhydride acétique (5.6) et agiter vigoureusement durant 30 min sur un agitateur-secoueur mécanique (4.4).

La dérivatisation est une réaction en deux phases fortement tributaire de l'intensité de l'agitation. Utiliser un agitateur-secoueur mécanique approprié ayant une fréquence d'agitation élevée (au moins 200 cycles/min). L'agitation manuelle n'est pas recommandée car elle produit des résultats erronés. Il convient de procéder à l'équilibrage de pression avant de poser l'ampoule à décanter (4.7) sur l'agitateur-secoueur mécanique (4.4).

7.2.3 Après séparation des phases, transférer la couche organique dans une fiole conique de 100 ml (4.6) et agiter à nouveau la couche aqueuse additionnée de 20 ml de *n*-hexane.

7.2.4 Déshydrater ensuite les extraits combinés de *n*-hexane durant environ 10 min dans une fiole conique de 100 ml (4.6) au moyen de sulfate de sodium anhydre (5.7).

7.2.5 Filtrer (4.9) ensuite l'extrait de *n*-hexane quantitativement, par lavage au *n*-hexane dans une fiole jaugée de 50 ml (4.5).

7.2.6 Compléter au volume avec du *n*-hexane.

7.2.7 Analyser cette solution par chromatographie en phase gazeuse (4.1).

7.3 Préparation du mélange d'étalonnage pour le PCP acétylé et le TCG

7.3.1 Dérivatisation de l'étalon de PCP et de TCG pour le taux de récupération

Pour le calcul du taux de récupération, préparer un mélange étalon de PCP/TCG, comme dans le cas de l'échantillon.

À cet effet, mesurer 100 μ l de solution-mère (5.1.1) et 100 μ l de TCG (5.2) dans le ballon de distillation avec 20 ml d'acide sulfurique (5.3). Traiter cette solution de la même façon que l'échantillon.

Le taux de récupération doit être supérieur à 90 %.

7.3.2 Étalon d'acétate de PCP (étalon externe)

En outre, analyser un étalon d'acétate de PCP (5.1.3) directement par chromatographie en phase gazeuse. La concentration finale obtenue par chromatographie en phase gazeuse est de 0,04 mg/l d'acétate de PCP.

Cette valeur étalon est incluse dans le calcul.