

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17072-2

IULTCS/IUC
27-2

Première édition
2011-02-15

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

**Partie 2:
Teneur totale en métaux**

Leather — Chemical determination of metal content —

iTeh STANDARD PREVIEW
Part 2: Total metal content
(standards.iteh.ai)

ISO 17072-2:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011>



Numéro de référence
ISO 17072-2:2011(F)
IULTCS/IUC 27-2:2011(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 17072-2:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011>



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 instrumental	4
7.1 Analyse par ICP, AAS et SFA	4
7.1.1 ICP	4
7.1.2 AAS	5
7.2 Analyse par la technique à base d'hydrure	5
7.3 Analyse par 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

[ISO 17072-2:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011>

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 17072-2 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 27-2.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4->

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 2: Teneur totale en métaux

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17072 spécifie une méthode de détermination de la teneur totale en métaux présents dans le cuir par digestion du cuir suivie d'une détermination par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES), ou par spectrométrie d'absorption atomique (AAS), ou par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS), ou par spectrométrie de fluorescence atomique (SFA).

Cette méthode détermine la teneur totale en métaux présents dans le cuir; elle n'est pas spécifique à un composé ni à l'état d'oxydation des métaux.

La méthode s'applique à la détermination des métaux suivants:

Aluminium (Al)	Cuivre (Cu)	Potassium (K)
Antimoine (Sb)	Fer (Fe)	Sélénium (Se)
Arsenic (As)	Plomb (Pb)	Silicium (Si)
Baryum (Ba)	Magnésium (Mg)	Sodium (Na)
Cadmium (Cd)	Manganèse (Mn)	Étain (Sn)
Calcium (Ca)	Mercure (Hg)	Titane (Ti)
Chrome (Cr) (sauf dans le cas des cuirs tannés au chrome)	Molybdène (Mo)	Zinc (Zn)
Cobalt (Co)	Nickel (Ni)	Zirconium (Zr)

La limite de quantification du plomb total est de 8 mg/kg (voir l'Annexe A).

La présente partie de l'ISO 17072 ne s'applique pas aux cuirs tannés au chrome. Dans ce cas, l'ISO 5398-1, l'ISO 5398-2, l'ISO 5398-3 ou l'ISO 5398-4 sont utilisées.

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 3696:1987, *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 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*

EN 14602, *Chaussure — Méthodes d'essai pour l'évaluation de critères écologiques*

3 Principe

La digestion de l'échantillon de cuir broyé (voir l'ISO 4044) est réalisée en utilisant un mélange d'acide ternaire ou une digestion aux micro-ondes jusqu'à minéralisation complète. Le résidu est de nouveau dissous avec de l'eau et analysé par AAS ou ICP.

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 ou les vêtements), des détails relatifs à l'échantillonnage doivent être fournis avec le rapport d'essai.

4 Réactifs

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-cb14-48d1-aba4-48736a23e22f/iso-17072-2:2011>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-cb14-48d1-aba4-48736a23e22f/iso-17072-2:2011>

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 aqueuses.

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

4.3 Acide sulfurique (H₂SO₄), de concentration 98 % (en masse).

4.4 Acide perchlorique, de concentration 60 % à 70 % (en masse).

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

4.6 Acide chlorhydrique (HCl), de concentration 37 %.

4.7 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 Appareil de chauffage pour ballon de Kjeldahl, muni d'un extracteur de fumée.

5.5 Ballon de digestion Kjeldahl, volume 1 l, muni d'un condensateur à reflux.

5.6 Membranes filtrantes et support, adaptées à la filtration de solutions aqueuses, de porosité 0,45 µm.

5.7 Système de filtre sous vide pour membranes filtrantes.

5.8 Agitateur magnétique.

5.9 Régulateurs d'ébullition en verre.

5.10 Spectromètre d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) (voir l'ISO 11885), avec module générateur d'hydrure. Les gaz utilisés doivent être de qualité analytique.

5.11 Spectromètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite ou à la flamme (AAS) (voir l'ISO 15586), muni d'un module générateur d'hydrure 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.

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

5.13 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 Déterminer la teneur en matière sèche conformément à l'ISO 4684. Le même échantillon de cuir broyé peut être utilisé pour la digestion décrite en 6.5.

6.4 À l'aide de la balance analytique (5.3), peser précisément, à 0,001 g près, 1 g de cuir broyé et le mettre dans un ballon de digestion Kjeldahl (5.5).

6.5 Préparer l'échantillon à l'aide de la méthode de digestion pour la détermination de Al, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Si, Sn, Ti, Zn, Zr, As, Se, Sb, Hg.

Si l'on utilise la digestion à l'acide (6.5.1) pour la détection de Pb, le mode opératoire de digestion doit être réalisé séparément, en remplaçant H_2SO_4 par HCl.

6.5.1 Digestion à l'acide

AVERTISSEMENT — Il est impératif que l'échantillon de cuir ne soit pas en contact direct avec l'acide perchlorique en raison d'une éventuelle réaction explosive.

Placer l'échantillon de cuir broyé dans le ballon de Kjeldahl (5.5) puis, à l'aide d'une éprouvette graduée, ajouter 10 ml à 20 ml d'un mélange ternaire d'acide nitrique (4.2), d'acide sulfurique (4.3) et d'acide perchlorique (4.4) selon un rapport de 3:1:1 ainsi que quelques régulateurs d'ébullition en verre (5.9). Placer un entonnoir ou un bouchon en caoutchouc avec tube capillaire dans le col du ballon et chauffer jusqu'à ébullition sur une toile métallique au-dessus d'une flamme modérée. Laisser la réaction s'effectuer sur l'appareil de chauffage (5.4) jusqu'à la fin de la digestion et la disparition des vapeurs rouges de dioxyde d'azote. Dans l'éventualité d'une digestion incomplète, laisser le ballon refroidir, ajouter 10 ml à 20 ml supplémentaires de mélange ternaire et répéter le mode opératoire.

Laisser refroidir, dissoudre de nouveau dans 30 ml d'eau distillée, filtrer au besoin, puis transvaser le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Laver soigneusement la fiole utilisée pour la digestion ainsi que le filtre à l'aide de 30 ml d'eau distillée, transvaser l'eau dans la fiole jaugée et compléter au volume.

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

6.5.2 Digestion aux micro-ondes

L'échantillon à analyser peut aussi être préparé en appliquant une digestion aux micro-ondes. Le cas échéant, un mode opératoire approprié tel que décrit dans l'EN 14602 doit être utilisé.

7 Mode opératoire instrumental

7.1 Analyse par ICP, AAS et SFA

Préparer des solutions étalons de référence des métaux requis, conformément à l'ISO 11885 ou à l'ISO 15586 en s'assurant que la concentration en acide des solutions étalons de référence est du même ordre que celle de l'échantillon. Pour l'étalonnage, préparer au moins quatre solutions étalons de référence ainsi qu'une solution d'étalonnage à blanc.

7.1.1 ICP

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

7.1.1.1 ICP-OES

Régler le spectromètre ICP-OES (5.10) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 11885.

Analyser le filtrat par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-OES (5.10) à la longueur d'onde propre à chacun des différents éléments, soit en l'état, soit après une dilution appropriée.

7.1.1.2 ICP-MS

Régler le spectromètre ICP-MS (5.12) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 17294-2.

Analyser le filtrat par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-MS (5.12) à la masse ionique propre à chacun des différents éléments, soit en l'état, soit après une dilution appropriée.

7.1.2 AAS

Préparer le spectromètre d'absorption atomique (5.11) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés conformément à l'ISO 15586.

7.2 Analyse par la technique à base d'hydrure

La détermination de As, Sb, Sn, Se et Hg peut être réalisée à l'aide d'un générateur d'hydrure, en se conformant aux instructions du fabricant.

7.3 Analyse par la technique SFA

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.

iTeh STANDARD PREVIEW

8 Calcul et expression des résultats

(standards.iteh.ai)

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:

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/38df967d-eb14-48d1-aba4-d8430a27a3e0/iso-17072-2-2011>

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

où

w_x est la fraction massique du métal présent dans le 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 la fiole jaugée utilisée pour la digestion, exprimé en millilitres (ml);

F_d est le facteur de dilution.

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.