

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
19071

IULTCS/IUC 35

IULTCS

Début de vote:
2015-11-12

Vote clos le:
2016-01-12

**Cuir — Essais chimiques —
Détermination de la teneur en chrome
(VI) et du potentiel de réduction des
agents de tannage au chrome**

*Leather — Chemical tests — Determination of chromium (VI) and the
reductive potential for chromium tanning agents*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/21a0-4e89-b0d9-c75f39d86a68/iso-19071-210>

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

Veillez consulter les notes administratives en page iii



Numéros de référence
ISO/FDIS 19071:2015(F)
IULTCS/IUC 35:2015(F)

© ISO 2015

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet final a été élaboré dans le cadre du Comité européen de normalisation (CEN) et soumis selon le mode de collaboration **sous la direction du CEN**, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Ce projet final a été établi sur la base des observations reçues lors de l'enquête parallèle sur le projet.

Le projet final est par conséquent soumis aux comités membres de l'ISO et aux comités membres du CEN en parallèle à un vote d'approbation de deux mois au sein de l'ISO et à un vote formel de deux mois au sein du CEN.

Les votes positifs ne doivent pas être accompagnés d'observations.

Les votes négatifs doivent être accompagnés des arguments techniques pertinents.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3846beb1-21a0-4e89-b0d9-c75f39d86a68/iso-19071-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs	1
5 Appareillage	2
6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
7 Détermination de la teneur en chrome (VI) suivant la technique des ajouts dosés	2
7.1 Généralités.....	2
7.2 Procédure.....	2
8 Maîtrise de la qualité	3
9 Calcul et expression des résultats	3
10 Rapport d'essai	5
Bibliographie.....	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/3846/beb1-21a0-4e89-b0d9-c75f39d86a68/iso-19071-2016>

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos – Informations supplémentaires](#).

L'ISO 19071 a été élaborée 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).

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 de 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.

Introduction

En vertu de la réglementation REACH, les fabricants de produits chimiques doivent enregistrer leurs produits avant de les mettre sur le marché. En conséquence, une nouvelle méthode est indiquée pour la détermination de la teneur en chrome (VI) dans les agents de tannage au chrome.

Les agents de tannage au chrome sont composés de sulfate de chrome contenant des groupes hydroxyle supplémentaires en différentes quantités. Ces agents de tannage présentent un potentiel de réduction. En présence d'agents réducteurs, le taux de récupération du chrome (VI) peut être significativement inférieur à 90 %.

Il est, par conséquent, nécessaire de choisir une autre méthode pour déterminer la teneur exacte en chrome (VI). Cette méthode est fondée sur la technique des ajouts dosés; elle a été développée en coopération avec le groupe de travail TEGEWA «Produits auxiliaires pour le cuir» (TEGEWA est l'Association des fabricants allemands de textiles, cuirs, agents de nettoyage et produits chimiques).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3846beb1-21a0-4e89-b0d9-c75f39d86a68/iso-19071-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3846beb1-21a0-4e89-b0d9-c75f39d86a68/iso-19071-2016>

Cuir — Essais chimiques — Détermination de la teneur en chrome (VI) et du potentiel de réduction des agents de tannage au chrome

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer la teneur en chrome (VI) dans les agents de tannage au chrome. Les résultats obtenus donnent des informations sur le potentiel de réduction de l'agent de tannage au chrome.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique* — *Spécification et méthodes d'essai*

3 Principe

L'agent de tannage au chrome est dissous dans l'eau. Après avoir fait réagir du chrome (VI) avec du 1,5-diphénylcarbazide, le complexe en résultant est extrait à l'aide de *n*-hexanol. La concentration du complexe dans l'extrait est déterminée par photométrie à une longueur d'onde de 540 nm.

En raison de la présence d'agents réducteurs dans les agents de tannage au chrome du commerce, il est nécessaire d'appliquer la méthode des ajouts dosés pour déterminer le potentiel de réduction. Le mode opératoire est répété en ajoutant différentes quantités de chrome (VI) à la solution d'origine d'agent de tannage au chrome.

4 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent avoir un degré de pureté correspondant au moins à la qualité analytique.

4.1 Eau désionisée, fraîchement préparée conformément à l'ISO 3696, qualité 3.

4.2 Solution d'acide phosphorique, 700 ml d'acide *o*-phosphorique ($\rho = 1,71 \text{ g/ml}^1$) complétés à 1 000 ml avec de l'eau (4.1).

4.3 Solution mère de chrome (VI) (1 mg Cr/ml). Du dichromate de potassium, ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), est séché pendant $(16 \pm 2) \text{ h}$ à $(102 \pm 2) \text{ °C}$. Dissoudre 2,829 g de dichromate de potassium séché dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait avec de l'eau (4.1).

4.4 Solution étalon au chrome (VI) I (10 µg Cr/ml). Introduire à la pipette 10 ml de la solution mère de chrome (VI) dans une fiole jaugée de 1000 ml et compléter au trait avec de l'eau (4.1).

4.5 Acide acétique glacial.

1) ρ = concentration massique.

4.6 Solution de diphénylcarbazine. Dissoudre 1,0 g de 1,5-diphénylcarbazine, $\text{CO}(\text{NHNHC}_6\text{H}_5)_2$, dans 100 ml d'acétone et acidifier avec une goutte d'acide acétique glacial. Cette solution peut être conservée dans un ballon de couleur brune muni d'un bouchon (5.3), au réfrigérateur à approximativement 4 °C, pendant une semaine.

4.7 n-Hexanol.

4.8 Chlorure de sodium.

4.9 Acétone.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Fioles jaugées.

5.2 Pipettes.

5.3 Ballon de couleur brune avec un bouchon, 100 ml.

5.4 Ampoule à décanter, 100 ml.

5.5 Agitateur mécanique horizontal, pouvant avoir une vitesse d'agitation de 250 tr/min.

5.6 Balance analytique.

5.7 Spectrophotomètre, pouvant mesurer l'absorbance à une longueur d'onde de 540 nm.

5.8 Cellule photométrique, ayant un trajet optique de 20 mm ou toute autre valeur appropriée.

6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

L'agent de tannage au chrome doit être soigneusement homogénéisé avant le prélèvement d'un échantillon représentatif.

NOTE Les échantillons solides sont utilisés sous forme pulvérisée, si possible. Sinon, ils doivent être broyés.

La solution d'agent de tannage au chrome pour analyse doit être utilisée immédiatement après préparation.

7 Détermination de la teneur en chrome (VI) suivant la technique des ajouts dosés

7.1 Généralités

En général, les agents de tannage ont un potentiel de réduction inconnu. C'est pourquoi il faut que les premières quantités de chrome (VI) ajoutées soient suffisamment élevées. Les quantités types initiales pour les premiers ajouts dosés sont de 60 µg de chrome (VI) et 40 µg de chrome (VI) (4.4).

7.2 Procédure

Chaque niveau de concentration peut être préparé séparément et sans délai.

Peser $1,000 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ d'agent de tannage au chrome pour chaque niveau de concentration (au moins 4 niveaux au total) dans des fioles jaugées distinctes de 50 ml. Mettre l'agent de tannage en solution dans une petite quantité d'eau (4.1) avant d'ajouter 60 μg , 40 μg , 30 μg et 20 μg de chrome (VI) (4.4) et compléter à 50 ml avec de l'eau.

Introduire à la pipette 25 ml de la solution ainsi obtenue dans une ampoule à décanter de 100 ml. Ajouter 0,5 ml de la solution d'acide phosphorique (4.2) et 0,5 ml de la solution de diphénylcarbazine (4.6), puis agiter l'ampoule plusieurs fois à la main. Après au moins 5 minutes, ajouter environ 3 g de chlorure de sodium (pour améliorer la séparation de phases) et environ 5 ml de *n*-hexanol dans l'ampoule à décanter.

Agiter l'ampoule pendant encore 5 minutes (environ) à 250 tr/min dans un agitateur horizontal (5.5). La laisser reposer pendant 2 min à 3 min pour obtenir la séparation des phases. Transvaser la phase organique dans une fiole jaugée de 25 ml (*première extraction*).

En utilisant la phase aqueuse, répéter l'extraction avec environ 5 ml de *n*-hexanol frais tel que décrit ci-dessus après avoir ajouté 0,5 ml de la solution de diphénylcarbazine (*deuxième extraction*).

Si après une troisième extraction, l'extrait n'est pas de couleur pourpre, l'extraction peut être terminée. Sinon, elle doit être poursuivie.

Compléter les phases organiques recueillies dans la fiole jaugée à 25 ml avec du *n*-hexanol. Dix minutes après la fin de la procédure d'extraction, mesurer l'absorbance à 540 nm au moyen du spectrophotomètre (5.7) et de la cellule photométrique (5.8). Utiliser du *n*-hexanol pour la cellule photométrique du faisceau de référence.

La procédure décrite doit être répétée à chaque niveau de concentration du chrome (VI) ajouté.

Si les agents de tannage au chrome contiennent une quantité accrue de réducteurs, les ajouts dosés doivent être réalisés en augmentant la quantité de chrome (VI). Pour éviter les effets de dilution entraînés par l'ajout de grandes quantités de solution mère de chrome (VI), il est nécessaire, dans ce cas, d'utiliser des solutions mères ayant de plus fortes concentrations en chrome hexavalent.

8 Maîtrise de la qualité

Le taux de récupération de l'échantillon témoin (15 μg de chrome (VI)) doit être déterminé chaque jour. L'échantillon témoin est préparé conformément à l'Article 7, en utilisant de l'eau comme matrice.

La teneur en chrome (VI) des échantillons témoins est déterminée au moyen d'une courbe d'étalonnage de 5 μg , 10 μg , 20 μg , 25 μg et 35 μg de chrome (VI). Les niveaux d'étalonnage sont préparés conformément à l'Article 7, en utilisant de l'eau comme matrice.

9 Calcul et expression des résultats

Les valeurs d'absorption obtenues sont utilisées pour calculer la teneur en chrome (VI) de l'agent de tannage au chrome suivant la technique des ajouts dosés.

L'extinction déterminée est représentée graphiquement en fonction du rapport de la quantité ajoutée de chrome (VI) à la quantité d'échantillon.