

NORME ISO
INTERNATIONALE 17075-1
IULTCS/IUC 18-1

Première édition
2017-02

**Cuir — Détermination chimique de la
teneur en chrome(VI) du cuir —**

Partie 1:
Méthode colorimétrique

*Leather — Chemical determination of chromium(VI) content in
leather —*

iTeh STANDARD PREVIEW
Part 1: Colorimetric method
(standards.iteh.ai)

ISO 17075-1:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d311bc96-0334-445a-9225-e57d3b15a7be/iso-17075-1-2017>



Numéros de référence
ISO 17075-1:2017(F)
IULTCS/IUC 18-1:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17075-1:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d311bc96-0334-445a-9225-e57d3b15a7be/iso-17075-1-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Substances chimiques	2
6 Appareillage et matériel	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons	4
7.2 Préparation de la solution pour analyse.....	4
7.3 Détermination du chrome(VI) dans la solution obtenue par extraction	4
7.4 Solution d'essai à blanc.....	5
7.5 Étalonnage.....	5
7.6 Détermination du taux de récupération	5
7.6.1 Influence de la matrice.....	5
7.6.2 Influence du substrat utilisé pour l'extraction en phase solide (6.9).....	6
8 Calcul et expression des résultats	6
8.1 Calcul de la teneur en chrome(VI).....	6
8.2 Taux de récupération (selon 7.6.1).....	7
8.3 Expression des résultats.....	7
9 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Substrat utilisé pour l'extraction en phase solide (EPS)	9
Annexe B (informative) Exactitude	10
Annexe C (informative) Comparaison entre la méthode colorimétrique (ISO 17075-1) et la méthode par chromatographie ionique (ISO 17075-2)	12

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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

L'ISO 17075-1 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 CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), 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 les progrès des sciences et technologies du cuir. L'IULTCS comprend 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 de normalisation pour l'élaboration de méthodes d'essai relatives au cuir.

Cette première édition de l'ISO 17075-1, conjointement avec l'ISO 17075-2, annule et remplace l'ISO 17075:2007, qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'ISO 17075:2007 sont les suivantes:

- la préparation des échantillons a fait l'objet d'une révision;
- l'agitation mécanique décrite en [7.1](#), [7.2](#) et [7.3](#) a fait l'objet d'une révision.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17075 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Cuir — Détermination chimique de la teneur en chrome(VI) du cuir —

Partie 1: Méthode colorimétrique

1 Domaine d'application

Le présent document 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) à partir de 3 mg/kg.

Ce document est applicable à tous les types de cuir.

Les résultats obtenus avec cette méthode sont strictement tributaires des conditions d'extraction. Les résultats obtenus avec d'autres modes opératoires d'extraction (solution d'extraction, pH, durée d'extraction, etc.) ne sont pas comparables aux résultats acquis avec le mode opératoire décrit dans le présent document.

Si un échantillon de cuir est soumis à essai selon le présent document et l'ISO 17075-2, les résultats obtenus avec l'ISO 17075-2 sont considérés comme les valeurs de référence. L'avantage de la méthode décrite dans l'ISO 17075-2 est qu'il n'y a pas d'interférence due aux colorants de l'extrait. Néanmoins, les essais interlaboratoires ne montrent pas de différences significatives (voir l'[Annexe C](#)) et les résultats avec chacune des deux méthodes sont comparables. 2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d311bc96-0334-445a-9225-e57d3b15a7be/iso-17075-1-2017>

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 4044:2017, *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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 teneur en chrome(VI)
quantité de chrome(VI) contenue dans le cuir, déterminée après extraction au moyen d'une solution saline aqueuse à un pH compris entre 7,0 et 8,0

Note 1 à l'article: La teneur en chrome(VI) est consignée en tant que chrome(VI) en milligrammes par kilogramme (mg/kg), exprimé en masse de matière sèche de l'échantillon.

4 Principe

Le chrome(VI) extractible est extrait de l'échantillon par lessivage dans un tampon phosphate à un pH compris entre 7,0 et 8,0 et, s'il y a lieu, les substances colorées co-extraites affectant la détection sont éliminées 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 contenant du chrome qui peut être quantifié par photométrie à 540 nm.

5 Substances chimiques

Tous les réactifs utilisés doivent être au moins de pureté 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, puis ajuster au pH $8,0 \pm 0,1$ avec de l'acide phosphorique (5.3). Dégazer cette solution à l'argon ou à l'azote (5.6), ou dans un bain à ultrasons.

Normalement, une nouvelle solution est préparée quotidiennement. Cependant, la solution peut être conservée jusqu'à une semaine au réfrigérateur à $(4 \pm 3) ^\circ C$, mais elle doit être chauffée à température ambiante et dégazée avant utilisation.

5.2 Solution de diphénylcarbazine (DPC)

Dissoudre 1,0 g de 1,5-diphénylcarbazine, $CO(NHNHC_6H_5)_2$ 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 $4 ^\circ C$.

5.3 Solution d'acide phosphorique

700 ml d'acide *o*-phosphorique, $\rho = 1,71$ g/ml, complétés à 1 000 ml avec de l'eau déionisée (5.7).

Verser d'abord environ 200 ml d'eau déionisée (5.7) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, puis ajouter les 700 ml d'acide *o*-phosphorique et compléter au trait avec de l'eau déionisée.

5.4 Solution mère de chrome(VI)

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

Une solution mère présentant la même concentration en chrome hexavalent constitue une autre option disponible dans le commerce.

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 au trait avec la solution d'extraction (5.1). Cette solution contient 1 μg de chrome par millilitre.

Cette solution peut être conservée jusqu'à une semaine au réfrigérateur à (4 ± 3) °C, mais elle doit être chauffée à température ambiante avant utilisation.

Une solution mère présentant la même concentration en chrome hexavalent constitue une autre option disponible dans le commerce.

5.6 Argon ou azote, désoxygéné

Il convient de privilégier l'argon à l'azote comme gaz inerte, dans la mesure où l'argon a une masse volumique supérieure à celle de l'air.

5.7 Eau distillée ou déionisée, de qualité 3 telle que spécifiée dans l'ISO 3696.

5.8 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), séché pendant (16 ± 2) h à (102 ± 2) °C.

5.9 Méthanol, de qualité CLHP.

6 Appareillage et matériel

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

6.1 Agitateur mécanique orbital approprié, (100 ± 10) r/min.

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

6.3 Tube d'aération et débitmètre, appropriés pour un débit de (50 ± 10) ml/min.

6.4 Filtre à membrane, de $0,45 \mu\text{m}$ de diamètre de pore [polytétrafluoroéthylène (PTFE) ou polyamide 66].

6.5 Fioles jaugées, d'une capacité de 25 ml, 100 ml et 1 000 ml.

6.6 Pipettes, de volumes nominaux variés.

6.7 Spectrophotomètre ou photomètre à filtre, de 540 nm de longueur d'onde.

6.8 Cellule photométrique, en quartz, de 40 mm de longueur ou de toute autre longueur de cellule appropriée.

6.9 Cartouches en verre ou en polypropylène remplies d'un substrat convenant à l'extraction en phase solide (EPS), par exemple en phase inversée sur C18, ou d'un silicate de magnésium activé approprié; voir l'Annexe A pour des exemples de substrats convenant à l'EPS.

6.10 Système d'extraction en phase solide (EPS), avec système d'aspiration ou seringue médicale résistante aux solvants.

6.11 Lame ou outil tranchant, approprié pour découper des pièces de cuir de 3 mm à 5 mm.

6.12 Balance analytique, permettant de peser à 0,1 mg près.

7 Mode opératoire

7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons

Si possible, procéder à l'échantillonnage conformément à l'ISO 2418. 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 dans le rapport d'essai.

Préparer l'échantillon de cuir en le découpant (6.11) en petites pièces selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4044:2017, 6.3.

7.2 Préparation de la solution pour analyse

Peser (6.12) environ $(2 \pm 0,1)$ g de pièces de cuir à 0,001 g près. Transférer à la pipette 100 ml de solution dégazée (5.1) dans une fiole conique de 250 ml (6.2). Chasser l'oxygène en faisant passer dans la fiole de l'argon (ou de l'azote) désoxygéné (5.6) pendant 5 min à un débit volumique de (50 ± 10) ml/min. Enlever le tube d'aération (6.3), ajouter les pièces de cuir et fermer la fiole au moyen d'un bouchon. Consigner le volume d'extraction comme V_0 .

Placer la fiole conique contenant les pièces de cuir sur un agitateur mécanique orbital (6.1) et l'agiter pendant $3 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ à (100 ± 10) r/min pour extraire le chrome(VI).

Régler l'agitateur pour imprimer à la fiole un mouvement circulaire et régulier, afin d'éviter que les pièces de cuir adhèrent à la paroi de la fiole. Éviter d'agiter la fiole à une vitesse supérieure à la valeur spécifiée.

À l'issue des 3 h d'extraction, filtrer immédiatement le contenu de la fiole conique, au moyen d'un filtre à membrane, dans un récipient en verre ou en plastique muni d'un couvercle. Vérifier le pH de la solution. Celui-ci doit se situer entre 7,0 et 8,0. S'il ne se situe pas dans cette fourchette, reprendre le mode opératoire depuis le début.

Si le pH ne se situe pas entre 7,0 et 8,0, envisager l'utilisation d'une plus petite masse d'échantillon. Dans ce cas, la limite de quantification augmente.

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

Si l'échantillon de cuir est teinté, il est probable que des substances colorées, par exemple des teintures, ont été co-extraites. Ces substances peuvent influencer sur la détection du chrome(VI). Les colorants extraits peuvent être éliminés en faisant passer la solution après extraction (7.2) à travers une cartouche contenant un substrat convenant à l'extraction en phase solide (6.9), voir les exemples de l'Annexe A.

Traiter préalablement les cartouches d'extraction en phase solide (6.9) comme suit:

- rincer la cartouche (6.9) 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 (6.9), ni pendant ni après le prétraitement.

Prélever 10 ml (V_1) de la solution obtenue en 7.2 et transférer quantitativement ce volume à travers la cartouche (6.9) sur un système d'extraction en phase solide muni d'un système d'aspiration ou d'une seringue (6.10). Recueillir l'éluat dans une fiole jaugée de 25 ml (6.5). Rincer la cartouche avec 10 ml de solution d'extraction (5.1) dans la fiole de 25 ml. Compléter au trait avec la solution d'extraction (5.1), volume V_2 . Repérer cette solution comme S_1 .

Transférer à la pipette (6.6) 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 de solution d'acide phosphorique (5.3), puis 0,5 ml de solution de diphénylcarbazine (5.2). Compléter au trait avec la solution d'extraction (5.1), volume V_4 , et homogénéiser.

Laisser reposer pendant au moins (15 ± 5) min. Mesurer l'absorbance de la solution à 540 nm dans une cellule de 40 mm (6.8) par rapport à la solution d'essai à blanc (7.4). Noter l'absorbance obtenue comme A_1 .

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

7.4 Solution d'essai à blanc

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 au trait 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 d'essai à blanc de la même façon que la solution pour analyse, à l'exclusion de l'extraction en phase solide.

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 (6.5).

Tracer 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 à la pipette les volumes indiqués de solution étalon (5.5) dans des fioles jaugées de 25 ml. Ajouter 0,5 ml d'acide phosphorique (5.3) et 0,5 ml de solution de diphénylcarbazine (5.2) dans chaque fiole. Compléter au volume avec la solution d'extraction (5.1), homogénéiser et laisser reposer pendant (15 ± 5) min. Mesurer l'absorbance des solutions dans la même cellule photométrique (6.8) que les échantillons à 540 nm par rapport au blanc obtenu en 7.4.

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

Des essais interlaboratoires ont démontré qu'une cellule de 40 mm (6.8) était la plus adaptée à ces mesures. Les solutions étalons décrites ci-dessus sont destinées à l'analyse avec une cellule de 40 mm. Dans certains cas, toutefois, il peut s'avérer judicieux d'utiliser une cellule plus longue ou plus courte. On doit veiller à ce que la plage d'étalonnage choisie se situe dans la plage de mesurage linéaire du spectrophotomètre.

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 aliquote de 10 ml de la solution obtenue en 7.2 d'un volume approprié de solution de chrome(VI) pour augmenter la concentration en chrome de 10 mg/kg maximum. Choisir la concentration de la solution d'enrichissement de sorte que le volume final de la solution enrichie atteigne au maximum 11 ml. Traiter cette solution de la même façon que l'échantillon (en notant les absorbances mesurées A_{1s} et A_{2s}). (Voir 7.3.)