

NORME ISO
INTERNATIONALE 17075-2
IULTCS/IUC 18-2

Première édition
2017-02

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

**Partie 2:
Méthode chromatographique**

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

iTeh STANDARD PREVIEW
Part 2: Chromatographic method
(standards.iteh.ai)

ISO 17075-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/969a3ea9-dab4-46b8-8c66-3894ba190734/iso-17075-2-2017>



Numéros de référence
ISO 17075-2:2017(F)
IULTCS/IUC 18-2:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17075-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/969a3ea9-dab4-46b8-8c66-3894ba190734/iso-17075-2-2017>



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	3
7.1 Échantillonnage et préparation des échantillons	3
7.2 Préparation de la solution pour analyse	3
7.3 Conditions de la chromatographie	4
7.4 Étalonnage	4
7.5 Détermination du taux de récupération	5
8 Calcul et expression des résultats	6
8.1 Calcul de la teneur en chrome(VI)	6
8.2 Taux de récupération (selon 7.5)	6
8.3 Expression des résultats.....	7
9 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Exactitude	8
Annexe B (informative) Conditions de chromatographie pour la méthode par détection directe	10
Annexe C (informative) Conditions de chromatographie pour la méthode avec réaction post-colonne	13
Annexe D (informative) Comparaison entre la méthode colorimétrique (ISO 17075-1) et la méthode par chromatographie ionique (ISO 17075-2)	18

ITeH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 17075-2:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/969a3ea9-dab4-46b8-8c66-3894ba190734/iso-17075-2-2017>

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 17075-2 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 17075-2, conjointement avec l'ISO 17075-1, 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 technique d'analyse chromatographique a été ajoutée;
- la préparation des échantillons a fait l'objet d'une révision;
- l'agitation mécanique décrite en [7.1](#) et [7.2](#) 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 2: Méthode chromatographique

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 l'ISO 17075-1 et le présent document, les résultats obtenus avec le présent document sont considérés comme les valeurs de référence. L'avantage de la méthode décrite dans le présent document 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 D](#)) et les résultats obtenus avec chacune des deux méthodes sont comparables.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/969a3ea9-dab4-46b8-8c66-3894ba190734/iso-17075-2-2017>

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. La teneur en chrome(VI) d'une aliquote de l'extrait filtré est analysée par chromatographie par échange d'ions avec détection UV-Vis.

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 (5.7), puis ajuster au pH $8,0 \pm 0,1$ avec de l'acide phosphorique (5.2). 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 d'acide phosphorique

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

5.3 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), séché pendant (16 ± 2) h à $(102 \pm 2)^\circ C$.

5.4 Solution mère de chrome(VI)

Dissoudre 2,829 g de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) (5.3) dans de l'eau (5.7) dans une fiole jaugée et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.7). 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 $(4 \pm 3)^\circ C$, 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.

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 Verrerie courante de laboratoire et pipettes.

6.6 Chromatographe à échange d'ions avec détecteur d'UV ou chromatographe à phase liquide haute performance (CLHP) avec colonne d'échange d'anions et détecteur d'UV. Il est recommandé d'utiliser un détecteur à barrette de photodiodes (DAD).

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

6.8 Flacons appropriés pour la CLHP.

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

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 (6.9) en petites pièces selon la méthode spécifiée dans l'ISO 4044:2017, 6.3.

7.2 Préparation de la solution pour analyse

Peser (6.7) 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 le 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 à température ambiante pour extraire le chrome(VI).

Régler l'agitateur pour imprimer à la suspension un mouvement circulaire et régulier, afin d'éviter que les pièces de cuir adhèrent à la paroi de la fiole. Éviter d'agiter la suspension 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. Ce cas de figure entraîne une augmentation de la limite de quantification.

Transférer une aliquote de l'extrait filtré dans un flacon (6.8).

7.3 Conditions de la chromatographie

La teneur en chrome(VI) est déterminée au moyen de la technique de chromatographie par échange d'ions. Les instruments et le matériel des laboratoires pouvant varier, il n'est pas possible de donner des instructions spécifiques applicables pour l'analyse. Toutefois, les paramètres de fonctionnement et les exemples de conditions d'analyse de la teneur en chrome(VI) par chromatographie par échange d'ions donnés dans les Annexes B et C ont été soumis à essai et utilisés avec succès. L'Annexe B détermine la teneur en chrome(VI) par détection directe du pic de chromate à 372 nm. L'Annexe C détermine la teneur en chrome(VI) après une réaction post-colonne avec du 1,5-diphénylcarbazine en mesurant le pic d'absorption à 540 nm.

Il convient de vérifier la méthode utilisée en déterminant le taux de récupération (7.5). Il convient que les résultats observés se situent dans la plage indiquée à l'Annexe A.

Consigner le volume d'injection comme V_M et l'aire du pic de chromate comme A .

7.4 Étalonnage

ISO 17075-2:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/969a3ea9-dab4-46b8-8c66-3894ba190734/iso-17075-2-2017>

La teneur en chrome(VI) du cuir est déterminée par un étalonnage avec étalon externe.

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

Établir une courbe d'étalonnage appropriée à partir d'au moins cinq solutions d'étalonnage, sur une plage allant de 1 ml à 25 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. Compléter au volume avec la solution d'extraction (5.1), homogénéiser et transférer un volume aliquote approprié dans un flacon (6.8).

Préparer les niveaux d'étalonnage comme spécifié dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Préparation des niveaux d'étalonnage

Volume de solution étalon (5.5) (ml)	1,25	2,5	5	12,5	25
Volume de solution d'extraction (5.1) (ml)	23,75	22,5	20	12,5	0
Volume final (ml)	25 ml dans une fiole jaugée				
Concentration en chrome hexavalent ($\mu\text{g/l}$)	50	100	200	500	1 000

Transférer une aliquote dans un flacon approprié (6.8) correspondant au système de chromatographie (6.6).

Injecter un volume identique de chaque étalon dans le système de chromatographie (6.6). Il est recommandé d'injecter un volume égal dans chaque échantillon. Consigner le volume injecté comme V_C , en μl .

Établir une courbe des concentrations en chrome(VI), en microgrammes de Cr par millilitre ($\mu\text{g/ml}$), en fonction des aires des pics de chromate mesurées. Noter la concentration en chrome(VI) en abscisse et l'aire en ordonnée.

7.5 Détermination du taux de récupération

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 la solution obtenue en 7.2 d'un volume approprié de solution de chrome(VI) pour augmenter la concentration en chrome(VI) de 10 mg/kg. Injecter le même volume de cette solution que le volume injecté à la phase d'étalonnage (en notant l'aire comme A_S).

Enrichir une aliquote de la solution d'extraction (5.1) (même volume que celui précédemment prélevé à partir de la solution obtenue en 7.2) d'un volume approprié de solution de chrome(VI) pour augmenter la concentration en chrome(VI) de 10 mg/kg, de sorte que le volume final de cette solution soit le même que celui de la solution ci-dessus enrichie avec la solution de chrome(VI). Injecter le même volume de cette solution que le volume injecté à la phase d'étalonnage (en notant l'aire comme A_{St}).

L'aire du pic de chromate de ces solutions doit se situer dans la plage de la courbe d'étalonnage; dans le cas contraire, répéter le mode opératoire en utilisant une aliquote plus petite. Le taux de récupération doit être compris entre 80 % et 120 %.

NOTE La non-détection de l'ajout de chrome(VI) indique que le cuir contient des agents réducteurs, ce qui amène à conclure que le cuir en question ne contient pas de chrome(VI) (teneur inférieure à la limite de détection).

8 Calcul et expression des résultats

8.1 Calcul de la teneur en chrome(VI)

$$w_{Cr(VI)} = \frac{(A - b) \cdot V_0 \cdot V_C}{V_M \cdot m \cdot F} \quad (1)$$

où

$w_{Cr(VI)}$ est la fraction massique de chrome(VI) extractible du cuir, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg);

A est l'aire du pic de chromate dans le chromatogramme de l'extrait de l'échantillon;

F est la pente de la courbe d'étalonnage (y/x), exprimée en millilitres par microgramme (ml/ μ g);

b est l'ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage (y/x);

m est la masse de l'échantillon de cuir prélevé, exprimée en grammes (g);

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

V_C est le volume d'injection lors de la phase d'étalonnage, exprimé en microlitres (μ l);

V_M est le volume d'injection lors de l'analyse de l'échantillon, exprimé en microlitres (μ l).

Les résultats sont rapportés à la matière sèche.

$$w_{Cr(VI)\text{-matière sèche}} = w_{Cr(VI)} \cdot D \quad (2)$$

où D est le facteur de conversion à la matière sèche:

$$D = \frac{100}{100 - w} \quad (3)$$

où w est la fraction massique des matières volatiles déterminées conformément à l'ISO 4684 avec un autre échantillon, exprimée en pourcentage.

8.2 Taux de récupération (selon 7.5)

$$\eta = \frac{A_s \cdot (V_1 + V_2) - A \cdot V_1}{A_{st} \cdot (V_1 + V_2)} \cdot 100 \quad (4)$$

où

η est le taux de récupération, exprimé en pourcentage (%);

V_1 est le volume de solution échantillon dans la solution enrichie, exprimé en millilitres (ml);

V_2 est le volume d'étalon de chromate dans la solution enrichie, exprimé en millilitres (ml);

- A_s est l'aire du pic de chromate de la solution échantillon après l'ajout du chrome(VI), telle que déterminée en (7.5);
- A est l'aire du pic de chromate de l'échantillon original, telle que déterminée en (7.3);
- A_{st} est l'aire du pic de chromate de la solution d'extraction après l'ajout du chrome(VI), telle que déterminée en (7.5).

8.3 Expression des résultats

La teneur en chrome(VI) est exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg), arrondis à 0,1 mg près. La teneur est rapportée à la matière sèche. Les matières volatiles, déterminées conformément à l'ISO 4684, sont exprimées en pourcentage (%) arrondi à 0,1 % près.

La matrice d'extraction du cuir est complexe et les résultats inférieurs à 3 mg/kg montrent de fortes variations et sont peu fiables. La limite de quantification doit donc être 3 mg/kg.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- a) la ou les teneurs en chrome(VI) calculées en 8.1, à 0,1 mg/kg près;
- b) une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 17075-2:2017;
- c) une description de l'échantillon soumis à essai et des détails concernant l'échantillonnage (7.1), si nécessaire;
- d) une brève description de la technique chromatographique (c'est-à-dire si une technique de détection directe ou une réaction post-colonne a été utilisée);
- e) les matières volatiles du cuir, en pourcentage (%), à 0,1 % près;
- f) le taux de récupération en pourcentage (%);
- g) les détails de tout écart par rapport au mode opératoire.