

NORME ISO
INTERNATIONALE 17072-1
IULTCS/IUC27-1

Deuxième édition
2019-02

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

Partie 1:
Métaux extractibles

Leather — Chemical determination of metal content —

Part 1: Extractable metals
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17072-1:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4cd7ba47-dfaa-4326-9ea8-6cd3652ca845/iso-17072-1-2019>



Numéros de référence
ISO 17072-1:2019(F)
IULTCS/IUC27-1:2019(F)

© ISO 2019

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 17072-1:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4cd7ba47-dfaa-4326-9ea8-6cd3652ca845/iso-17072-1-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4cd7ba47-dfaa-4326-9ea8-6cd3652ca845/iso-17072-1-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage et matériel	3
7 Échantillonnage et préparation des échantillons	3
8 Mode opératoire	4
8.1 Préparation d'une solution de sueur artificielle acide.....	4
8.2 Extraction d'un échantillon de cuir.....	4
8.3 Analyse par ICP, AAS et SFA.....	4
8.3.1 Généralités.....	4
8.3.2 ICP.....	5
8.3.3 AAS.....	5
8.3.4 Analyse par la technique SFA.....	5
9 Calcul et expression des résultats	5
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires et limites de quantification	7
Bibliographie	8

iTeH STANDARD PREVIEW
(standard.iTeH.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4cd7ba47-dfaa-4326-9ea8-6cd3652ca845/iso-17072-1-2019>

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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.

Le présent document a été élaboré 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 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 17072-1:2011), qui a fait l'objet d'une révision technique comme suit:

- le Domaine d'application et les [Articles 5, 6, 7, 8.3, 9](#) et [10](#) ont fait l'objet de modifications éditoriales;
- [7.2](#) et [8.2](#) ont fait l'objet de modifications techniques. [7.2](#) fait référence à l'ISO 4044 pour la préparation des échantillons, laquelle exige des utilisateurs de broyer des morceaux de cuir suffisamment larges ou de découper de petits morceaux de cuir;
- les précédents paragraphes 6.3 et 7.3 de l'ISO 17072-1:2011 ont été supprimés.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17072 peut être trouvée sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Cuir — Détermination chimique de la teneur en métal —

Partie 1: Métaux extractibles

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des métaux extractibles du cuir s'appuyant sur l'extraction à l'aide d'une solution de sueur artificielle acide suivie d'une détermination par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES), par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS), par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique (SFA).

La présente méthode détermine les métaux extractibles présents dans le cuir. Elle n'est pas spécifique à un composé ou à l'état d'oxydation des métaux. La présente méthode est particulièrement adaptée à la détermination du chrome extractible dans les cuirs tannés au chrome.

La méthode s'applique également à la détermination de nombreux métaux extractibles, dont:

Aluminium (Al)	Cuivre (Cu)	Nickel (Ni)
Antimoine (Sb)	Fer (Fe)	Potassium (K)
Arsenic (As)	Plomb (Pb)	Sélénium (Se)
Baryum (Ba)	Magnésium (Mg)	Étain (Sn)
Cadmium (Cd)	Manganèse (Mn)	Titane (Ti)
Calcium (Ca)	Mercure (Hg)	Zinc (Zn)
Chrome (Cr)	Molybdène (Mo)	Zirconium (Zr)
Cobalt (Co)		

Les résultats de l'essai interlaboratoires et les limites de quantification possibles avec l'ICP-OES sont indiqués dans les [Tableaux A.1](#) et [A.2](#) de l'[Annexe A](#).

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 105-E04, *Textiles — Essais de solidité des coloris — Partie E04: Solidité des coloris à la sueur*

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, *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 des éléments sélectionnés y compris les isotopes d'uranium*

ISO 17852, *Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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 <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 Principe

Un échantillon de cuir est placé pour extraction à (37 ± 2) °C pendant $4 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ dans une solution de sueur artificielle acide. La solution extraite est filtrée, acidifiée et analysée par ICP, SFA ou AAS.

Les résultats sont donnés par rapport à la matière sèche du cuir.

5 Réactifs

AVERTISSEMENT — Les acides concentrés utilisés dans la présente méthode sont des liquides très corrosifs et/ou oxydants qui peuvent augmenter la possibilité d'incendie en cas de contact avec des matériaux inflammables et attiser fortement un incendie existant, ou qui peuvent se décomposer de manière explosive en chauffant. Ils peuvent également entraîner des risques graves ou chroniques pour la santé. En outre, ils sont dangereux pour l'eau. Des mesures de sécurité appropriées sont par conséquent nécessaires.

5.1 Généralités

Sauf indication contraire, seuls des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés. Toutes les solutions sont aqueuses.

5.2 Acide nitrique de concentration massique comprise entre 60 % et 70 %.

5.3 Monochlorohydrate de L-histidine monohydraté

5.4 Chlorure de sodium

5.5 Dihydrogénophosphate de sodium dihydraté

5.6 Hydroxyde de sodium, 0,1 mol/l.

5.7 Solutions mères des éléments des différents métaux, présentant des concentrations massiques de 1 000 mg/l chacune.

5.8 Acide nitrique, 0,1 mol/l.

5.9 **Eau** de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

5.10 **Solution d'or (Au)**, dans de l'acide chlorhydrique ou du permanganate de potassium, 1 000 µg/l.

6 Appareillage et matériel

6.1 Généralités

L'ensemble de la verrerie, des dispositifs d'analyse et du 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.

6.2 **Étuve de laboratoire** pouvant être maintenue à (102 ± 2) °C.

6.3 **Balance analytique** d'une exactitude de 0,1 mg.

6.4 **Balance de laboratoire** d'une exactitude de 0,01 g.

6.5 **Membranes filtrantes et support** adaptés à la filtration de solutions aqueuses, de porosité 0,45 µm.

6.6 **Dispositif de filtration**, utilisant des filtres en fibre de verre (GFC) ou à membrane.

6.7 **Fioles jaugées** de différentes tailles (50 ml, 100 ml, 1 000 ml).

6.8 **Erlenmeyers** d'une capacité d'environ 250 ml, munis de bouchons.

6.9 **Fioles coniques jaugées** de différentes tailles.

6.10 **Bain-marie**, pouvant être maintenu à (37 ± 2) °C, équipé d'un agitateur de fiole horizontal d'une fréquence de (60 ± 5) r/min ou d'un agitateur orbital d'une fréquence de (100 ± 10) r/min.

6.11 **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.

6.12 **Spectromètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite ou avec flamme (AAS)** (voir l'ISO 15586), muni d'un module générateur d'hydrure, de têtes de brûlage appropriées et de lampes à cathode creuse. Les gaz utilisés doivent être de qualité analytique.

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

6.14 **Spectromètre de fluorescence atomique (SFA)**, pour l'analyse du mercure.

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

7.1 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.

7.2 Préparer 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 ± 2) °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.

7.3 Déterminer la teneur en matières volatiles conformément à l'ISO 4684. Le même échantillon de cuir peut être utilisé pour l'extraction décrite en 8.2.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation d'une solution de sueur artificielle acide

La préparation de la solution de sueur artificielle acide doit s'effectuer conformément à l'ISO 105-E04. La solution doit être préparée de nouveau chaque jour et contenir, par litre:

- 0,5 g de monochlorohydrate de l-histidine monohydraté (5.3);
- 5 g de chlorure de sodium (5.4);
- 2,2 g de dihydrogénophosphate de sodium dihydraté (5.5).

Amener la solution au pH $(5,5 \pm 0,1)$ par ajout d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l.

8.2 Extraction d'un échantillon de cuir

Peser avec exactitude, à 0,001 g près, 2 g du cuir préparé à l'aide d'une balance analytique (5.3) et les placer dans un erlenmeyer de 250 ml (5.8).

À l'aide d'une pipette, ajouter 100 ml de solution de sueur artificielle acide (8.1) et agiter (6.10) au bain-marie (6.10) à (37 ± 2) °C pendant 4 h ± 5 min.

En cas d'échantillon insuffisant, il est possible de prélever 1 g de cuir, mais dans ce cas, l'extraction doit être effectuée avec 50 ml de solution de sueur artificielle acide dans un erlenmeyer de 150 ml.

Filtrer l'extrait sur un papier filtre (6.6), puis filtrer sur une membrane filtrante (6.5).

Dans le cas de la détermination de Sn, Sb et Pb, vérifier que la filtration ne provoque pas de perte partielle de ces éléments.

Pour le mesurage direct des éléments, prélever une quantité appropriée d'extrait à analyser et ajouter 5 % (en volume) d'acide nitrique (5.2). Tenir compte de cet ajout dans le facteur de dilution.

Il est nécessaire d'effectuer un mode opératoire à blanc afin de contrôler les contaminants. Placer une partie aliquote de solution de sueur acide dans un récipient d'échantillonnage et la traiter comme un échantillon à tous égards, y compris tous les modes opératoires analytiques.

Les conditions d'extraction ci-dessus doivent être scrupuleusement respectées. Tout écart entraînerait des résultats erronés.

Dans le cas de la détermination du mercure (Hg), ajouter 10 µl de solution d'or (5.10) en même temps que la solution de sueur artificielle acide.

8.3 Analyse par ICP, AAS et SFA

8.3.1 Généralités

La solution obtenue en 8.2 peut être analysée directement, à condition de contenir une concentration en métaux analysés s'inscrivant dans les limites d'étalonnage. Dans le cas contraire, il convient de diluer la solution suivant le cas.

Préparer des solutions étalons de référence des métaux requis conformément à l'ISO 11885 à l'aide d'une solution de sueur (8.1), d'eau ou d'eau acidifiée.

8.3.2 ICP

8.3.2.1 ICP-OES

Régler le spectromètre ICP-OES (6.11) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 11885.

Analyser la solution obtenue selon 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-OES (6.11) à la longueur d'onde propre à chacun des différents éléments.

8.3.2.2 ICP-MS

Régler le spectromètre ICP-MS (6.13) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 17294-2.

Analyser la solution obtenue selon 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-MS (6.13) à la masse ionique propre à chacun des différents éléments.

8.3.3 AAS

Préparer le spectromètre d'absorption atomique (6.12) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés conformément à l'ISO 15586.

Analyser la solution obtenue selon 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'AAS (6.12), avec la lampe à cathode creuse appropriée pour chacun des différents éléments.

8.3.4 Analyse par la technique SFA

Régler le spectromètre SFA (6.14) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 17852.

Analyser la solution obtenue en 8.2 par rapport aux solutions de référence de mercure (Hg) de concentration connue à l'aide du SFA (6.14).

9 Calcul et expression des résultats

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:

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

où