

NORME
INTERNATIONALE

ISO
17072-2

IULTCS
IUC 27-2

Troisième édition
2022-07

**Cuir — Dosage chimique des
métaux —**

**Partie 2:
Teneur totale en métaux**

Leather — Chemical determination of metal content —

Part 2: Total metal content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17072-2:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cbbba77-87e6-45ad-baef-2981701efa2f/iso-17072-2-2022>



Numéros de référence
ISO 17072-2:2022(F)
IULTCS/IUC 27-2:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17072-2:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cbbba77-87e6-45ad-baef-2981701efa2f/iso-17072-2-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
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	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Digestion en milieu acide	4
8.2 Digestion aux micro-ondes	5
8.3 Analyse par ICP, AAS et AFS	5
8.3.1 Généralités	5
8.3.2 ICP	5
8.3.3 AAS	5
8.3.4 Analyse par la technique AFS	6
9 Calculs et expression des résultats	6
10 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires et limites de quantification	7
Annexe B (normative) Digestion en milieu acide pour le dosage de l'aluminium total et du titane total dans le cuir	8
Bibliographie	10

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: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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.

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 CEN/TC 289, *Cuir*, du Comité européen de normalisation (CEN), dont le secrétariat est tenu par UNI, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 17072-2:2019), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications sont les suivantes :

- modifications éditoriales et techniques de l'[Article 1](#), de l'[Article 6](#) et du paragraphe [8.1](#);
- ajout d'une nouvelle annexe, l'[Annexe B](#), qui décrit le mode opératoire de digestion pour le dosage de l'aluminium et du titane.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 17072 se trouve 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 — Dosage chimique des métaux —

Partie 2: Teneur totale en métaux

1 Domaine d'application

Le présent document 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), par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS), par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique (AFS).

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 au dosage 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 pour les cuirs tannés au chrome)	Molybdène (Mo)	Zinc (Zn)
Cobalt (Co)	Nickel (Ni)	Zirconium (Zr)

La présente méthode est également applicable au dosage du bore (B) dans le cuir.

Dans le cas des cuirs tannés au chrome, il est souvent plus pertinent d'utiliser l'ISO 5398-1, l'ISO 5398-2, l'ISO 5398-3 ou l'ISO 5398-4.

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](#).

Un mode opératoire de digestion est indiqué à l'[Annexe B](#) pour le dosage de l'aluminium et du titane dans le cuir.

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 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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

La digestion de l'échantillon de cuir (voir l'ISO 4044) est réalisée en utilisant un mélange 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, ICP ou AFS (pour le mercure).

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.

Des produits chimiques de qualité analytique doivent être utilisés pour la digestion avec la méthode Kjeldhal. De l'acide ultrapur doit être utilisé pour la digestion aux micro-ondes. Toutes les solutions sont aqueuses.

5.1 Acide nitrique, de fraction massique comprise entre 60 % et 70 %, numéro de registre CAS® (CAS RN®)¹: 7697-37-2.

5.2 Acide sulfurique, de fraction massique égale à 98 %, CAS RN: 7664-93-9.

5.3 Acide perchlorique, de fraction massique comprise entre 60 % et 70 %, CAS RN: 7601-90-3.

1) Numéro de registre CAS® (CAS RN®) est une marque de commerce de CAS Corporation. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve l'emploi du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils aboutissent aux mêmes résultats.

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

5.5 Acide chlorhydrique, de fraction massique égale à 37 %, CAS RN: 7647-01-0.

5.6 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

5.7 Acide fluorhydrique, CAS RN: 7664-39-3.

6 Appareillage et matériel

L'ensemble de la verrerie, des dispositifs d'analyse et du matériel de laboratoire, filtres compris, doit être adapté à l'analyse des métaux à l'état de trace. Il est notamment connu que certains types de verrerie peuvent libérer de l'aluminium. Effectuer un essai à blanc pour sélectionner la verrerie la mieux adaptée.

L'appareillage de laboratoire courant et, en particulier, les éléments ci-après doivent être utilisés.

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

6.2 Balance analytique d'une précision de 0,1 mg.

6.3 Appareil de chauffage pour ballons de Kjeldahl, muni d'un extracteur de fumée.

6.4 Ballon de digestion Kjeldahl à long col, capacité 1 l, muni d'un condensateur à reflux.

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

6.6 Système de filtre sous vide pour membranes filtrantes.

6.7 Agitateur magnétique.

6.8 Régulateurs d'ébullition en verre.

6.9 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.

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

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

6.12 Spectromètre de fluorescence atomique (AFS) (voir l'ISO 17852), pour l'analyse du mercure.

6.13 Fioles jaugées, de capacité 50 ml et 100 ml.

6.14 Appareil de digestion aux micro-ondes (MAD).

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

7.1 Si le morceau de cuir disponible pour l'essai correspond à une peau complète, les éprouvettes doivent être prélevées 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 informations détaillées sur l'échantillonnage doivent être fournies 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 sèches conformément à l'ISO 4684.

8 Mode opératoire

8.1 Digestion en milieu acide

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

À l'aide d'une balance analytique (6.2), peser avec exactitude, à 0,001 g près, 1 g du cuir préparé et le placer dans un ballon de digestion Kjeldahl à long col (6.4). À l'aide d'une éprouvette graduée, ajouter 10 ml à 20 ml d'un mélange ternaire d'acide nitrique (5.1), d'acide sulfurique (5.2) et d'acide perchlorique (5.3) selon un rapport de 3:1:1, ainsi que quelques régulateurs d'ébullition en verre (6.8). Placer un entonnoir ou un bouchon en caoutchouc avec tube capillaire dans le col du ballon et chauffer jusqu'à ébullition. Laisser la réaction s'effectuer sur l'appareil de chauffage (6.3) jusqu'à la fin de la digestion et la disparition des vapeurs rouges de dioxyde d'azote. Arrêter de chauffer une fois la digestion terminée.

Dans l'éventualité d'une digestion incomplète, laisser le ballon refroidir, ajouter 10 ml à 20 ml supplémentaires de mélange acide ternaire et répéter le mode opératoire.

Si la digestion demeure incomplète, utiliser d'autres méthodes de digestion (voir 8.2) ou transvaser la solution dans une fiole en plastique (ou constituée d'un autre matériau inerte) et ajouter lentement 1 ml d'acide fluorhydrique (5.7) tout en agitant la solution.

Dans le cas du dosage de métaux hautement volatils, vérifier que cette digestion ouverte en milieu acide ne provoque pas de perte partielle de ces éléments.

Pour le dosage du plomb (Pb) et du baryum (Ba), le mode opératoire de digestion doit être réalisé séparément, en remplaçant l'acide sulfurique (5.2) par de l'acide chlorhydrique (5.5).

Pour le dosage de l'aluminium (Al) et du titane (Ti), la digestion décrite n'est en principe pas complète. Pour obtenir une digestion complète, le mode opératoire décrit à l'Annexe B doit être réalisé séparément.

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 dans le mélange d'acides. Une partie aliquote du mélange d'acides est placée dans un récipient pour échantillons et soumise aux mêmes traitements qu'un échantillon, y compris tous les étapes du processus analytique.

8.2 Digestion aux micro-ondes

L'échantillon à analyser peut aussi être préparé en appliquant une digestion aux micro-ondes (MAD) (6.14) ou d'autres techniques de digestion validées. Si cette technique est utilisée, le mode opératoire et la quantité d'échantillon doivent alors être adaptés. Peser 0,1 g à 1,0 g du cuir préparé à 0,001 g près.

Pour le dosage de l'aluminium (Al) et du titane (Ti), la digestion décrit n'est en principe pas complet. Pour obtenir une digestion complète, le mode opératoire décrit à l'Annexe B doit être réalisé séparément.

8.3 Analyse par ICP, AAS et AFS

8.3.1 Généralités

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 de grandeur que celle de l'échantillon. Pour l'étalonnage, préparer au moins quatre solutions étalons de référence ainsi qu'une solution d'étalonnage à blanc.

8.3.2 ICP

8.3.2.1 Généralités

La solution obtenue en 8.1 ou 8.2 peut être analysée directement, à condition que sa concentration en métaux analysés s'inscrive dans les limites d'étalonnage. Dans le cas contraire, il convient de diluer la solution suivant le cas.

8.3.2.2 ICP-OES

Préparer le spectromètre ICP-OES (6.9) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 11885. Si requis, réaliser le dosage de As, Sb, Sn, Se et Hg en utilisant un générateur d'hydrure, et conformément aux instructions du fabricant.

Analyser la solution obtenue en 8.1 ou 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-OES (6.9), à la longueur d'onde propre à chacun des différents éléments.

8.3.2.3 ICP-MS

Préparer le spectromètre ICP-MS (6.11) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 17294-2.

Analyser la solution obtenue en 8.1 ou 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'ICP-MS (6.11), à la masse ionique propre à chacun des différents éléments.

8.3.3 AAS

Préparer le spectromètre d'absorption atomique (6.10) conformément aux instructions du fabricant et utiliser les réglages recommandés indiqués dans l'ISO 15586. Si requis, réaliser le dosage de As, Sb, Sn, Se et Hg en utilisant un générateur d'hydrure, et conformément aux instructions du fabricant.

Analyser la solution obtenue en 8.1 ou 8.2 par rapport aux solutions de référence des métaux, dont la concentration est connue, à l'aide de l'AAS (6.10), avec une lampe à cathode creuse appropriée pour chacun des différents éléments.

8.3.4 Analyse par la technique AFS

Préparer le spectromètre AFS (6.12) 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 de concentration connue à l'aide du spectromètre AFS (6.12).

9 Calculs 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, conformément à la [Formule \(1\)](#) :

$$w_x = \frac{w_{x,i}}{m} \times V_1 \times F_d \quad (1)$$

où

w_x est la fraction massique du métal dans le cuir, exprimée en milligrammes par kilogramme (mg/kg) de produit analysé et arrondie à deux chiffres significatifs ;

$w_{x,i}$ est la concentration du métal concerné déterminée 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, s'il est nécessaire de diluer la solution obtenue en 8.1.

Si requis, les résultats peuvent être indiqués par rapport à la masse dégraissée sèche de l'échantillon de cuir. Les détails doivent être consignés dans le rapport d'essai.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter au moins les informations suivantes :

- le nom du laboratoire ;
- une référence au présent document, c'est-à-dire l'ISO 17072-2:2022 ;
- une description du système analytique appliqué ;
- une description de l'échantillon de cuir soumis à essai ;
- les résultats de la détermination de la matière sèche ;
- les résultats obtenus pour la quantité de métal total, exprimée en milligrammes par kilogramme de cuir sec (mg/kg) ;
- les détails relatifs à tout écart par rapport à la présente méthode d'essai normalisée ;
- la date de l'essai.