

---

---

**Pâtes, papiers et cartons — Détermination  
de 7 polychlorobiphényles (PCB) spécifiés**

*Pulp, paper and board — Determination of 7 specified polychlorinated  
biphenyls (PCB)*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 15318:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6be777/iso-15318-1999>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 15318:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6be777/iso-15318-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6be777/iso-15318-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 734 10 79  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Imprimé en Suisse

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale 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.

La Norme internationale ISO 15318 a été élaborée par le Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, sous-comité SC 5, *Méthodes d'essai et spécifications de qualité des pâtes*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Tout au long du texte de la présente norme, lire «...la présente norme européenne...» avec le sens de «...la présente Norme internationale...».

[ISO 15318:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-15318)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-15318>

Les annexes A, B et C constituent des éléments normatifs de la présente Norme internationale.

Sommaire

	Page
Avant-propos .....	v
Introduction .....	1
1 Domaine d'application .....	1
2 Références normatives .....	1
3 Principe .....	1
4 Appareillage et matériels auxiliaires .....	2
5 Réactifs .....	2
6 Echantillonnage .....	4
7 Mode opératoire .....	4
8 Analyse .....	5
9 Confirmation .....	7
10 Expression des résultats .....	8
11 Précision .....	8
12 Rapport d'essai .....	8
Annexe A (informative): Méthode d'estimation de la teneur totale en PCB .....	9
Annexe B (informative): Description du réservoir d'extraction .....	10
Annexe C (informative): Détermination graphique de la teneur en congénère dans la pâte, le papier ou le carton .....	11

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO.15318:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6bc777/iso-15318-1999)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6bc777/iso-15318-1999)

[69142f6bc777/iso-15318-1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6bc777/iso-15318-1999)

## Avant-propos

Le texte de l'EN ISO 15318:1999 a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 172 "Pâtes, papier et carton" dont le secrétariat est tenu par le DIN, en collaboration avec le Comité Technique ISO/TC 6 "Papiers, cartons et pâtes".

La présente norme européenne remplace l'ENV 1798:1995.

Cette norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en mars 2000, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en mars 2000.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette norme européenne en application: Allemagne, Autriche, Belgique, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Suède et Suisse.

Par rapport à ENV 1798 : 1995-07, on a apporté les changements suivants:

- a) extension du domaine d'application à la "pâte";
- b) adjonction d'une information détaillée sur la "précision";
- c) transformation d'une prénorme européenne (ENV) en norme européenne (EN);
- d) mises à jour rédactionnelles.

**ITeH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
ISO 15318:1999  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6be777/iso-15318-1999>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 15318:1999

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/80da3c20-fc17-47d8-ac0f-69142f6be777/iso-15318-1999>

## Introduction

Le CEN/TC 172 a décidé de publier cette méthode d'essai comme norme européenne (EN) parce que la validation de la méthode d'essai sur la base de la limite actuelle pour PCB (2 ppm) était impossible jusqu'à présent en raison du fait qu'il n'y avait pas de matériau de référence avec ce niveau de PCB et que tous les échantillons testés ont une teneur en PCB se situant au niveau de la limite de détection (environ 5 µg/kg des congénères).

Avant l'arrêt de son utilisation en 1971, un PCB du commerce était un des constituants du papier autocopiant. La présence de ces papiers autocopiants dans les papiers de récupération peut entraîner une contamination par le PCB des produits réalisés à partir de pâtes, de papiers ou de cartons recyclés.

Le PCB contaminant présente la même distribution de congénères que le PCB utilisé antérieurement dans les papiers autocopiants, ce qui permet d'identifier la source de contamination.

Dans la présente méthode, sept congénères de PCB spécifiés (numéro 18, 28, 52, 101, 138, 153 et 180) sont déterminés séparément. Comme la source de la contamination par le PCB peut être identifiée à l'aide de la distribution de congénères, la teneur totale en PCB du papier peut être estimée à partir de ces 7 congénères.

Pour les analyses normales, la méthode par ajout indiquée aux 5.10.5 et 7.4.4 peut être omise à condition que la valeur du résultat soit inférieure à 50 % de toute limite actuelle. Cela nécessitera une modification du chapitre 8 pour prendre en compte ces changements. L'utilisation de cette modification doit être précisée dans le rapport d'essai. En cas de litige, la méthode complète doit être appliquée.

### Avertissement:

L'usage de la présente norme européenne peut nécessiter des matériaux, opérations et équipements dangereux. La présente norme européenne n'expose pas tous les problèmes de sécurité associés à son usage. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de cette norme européenne d'établir les pratiques appropriées de sécurité et de prévention et de déterminer l'applicabilité des mesures de sécurité avant l'utilisation de la norme.

ISO 15318:1999

## 1 Domaine d'application

Cette norme européenne donne les indications permettant la détermination de 7 PCB spécifiés dans la pâte, le papier et le carton. L'annexe A donne un mode opératoire permettant d'estimer la teneur totale en PCB à partir de celle du congénère.

## 2 Références normatives

Cette norme Européenne comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à cette norme européenne que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique.

EN ISO 186

Papier et carton - Echantillonnage pour déterminer la qualité moyenne (ISO 186 : 1994)

EN 27213

Pâtes – Echantillonnage pour essais (ISO 7213 : 1981)

## 3 Principe

Le matériau soumis à l'essai est extrait à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol ou le méthanol à l'ébullition. Une partie aliquote de l'extrait est mélangée à de l'eau et soumise à une séparation liquide-solide sur une cartouche d'extraction jetable en phase solide C<sub>18</sub>, suivie d'une élution à l'hexane ou à l'isooctane.

## ISO 15318:1999(F)

Les PCB contenus dans la solution d'hexane sont évalués quantitativement par chromatographie capillaire en phase gazeuse avec utilisation d'un détecteur à capture d'électrons ou d'un détecteur à sélection de masse. Le chromatogramme des sept congénères est comparé à celui d'un PCB technique.

En cas de concordance, la teneur totale de PCB peut être estimée à partir de celle du congénère après application d'un facteur approprié.

### 4 Appareillage et matériels auxiliaires

#### 4.1 Appareillage de laboratoire ordinaire

#### 4.2 Réservoir d'extraction

L'Annexe B donne un exemple de réservoir comprenant un tube en verre d'environ 200 mm de long et de 30 mm de diamètre interne.

L'extrémité inférieure du tube comporte deux rétrécissements afin de garantir l'étanchéité aux gaz du raccordement à la cartouche (4.3) et permettre la formation de gouttes.

**4.3 Cartouche jetable d'extraction en phase solide**, avec une phase liée C<sub>18</sub> (3,0 ml et 200 mg).

**4.4 Chromatographe en phase gazeuse** équipé d'un détecteur à capture d'électrons (DCE) ou d'un détecteur à sélection de masse.

**4.5 Colonne capillaire** permettant de déterminer la teneur en PCB comme spécifié en 8.4.

### 5 Réactifs

Sauf spécification contraire, les réactifs doivent être appropriés à l'analyse des traces. Il est recommandé d'utiliser de l'eau bidistillée ou de qualité équivalente. Le méthanol peut, si nécessaire, remplacer l'éthanol dans toutes les solutions et l'isooctane être utilisé à la place de l'hexane.

#### 5.1 Ethanol

(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH > 99,5 %)

#### 5.2 Méthanol

(CH<sub>3</sub>OH > 99,8 %)

#### 5.3 n-Hexane

(C<sub>6</sub>H<sub>14</sub> > 98,0 %)

#### 5.4 Acide sulfurique, concentré

(*d* = 1,84)

#### 5.5 Produits de référence

Nomenclature Ballschmit

5.5.1	Trichloro-2, 2', 5 biphenyle	18
5.5.2	Trichloro-2, 4, 4' biphenyle	28
5.5.3	Tétrachloro-2, 2', 5, 5' biphenyle	52
5.5.4	Pentachloro-2, 2', 4, 5, 5' biphenyle	101
5.5.5	Hexachloro-2, 2', 3, 4, 4', 5' biphenyle	138
5.5.6	Hexachloro-2, 2', 4, 4', 5, 5' biphenyle	153
5.5.7	Heptachloro-2, 2', 3, 4, 4', 5, 5' biphenyle	180



## 5.6 Echantillon de comparaison

Mélange technique de, par exemple, Chlophen<sup>1)</sup> A 30 à A 60® ou d'Arochlors<sup>2)</sup> 1242 à 1260.

## 5.7 Echantillon de résolution pour chromatographie en phase gazeuse

5.7.1 Trichloro-2, 4', 5 biphényle (TCBP, PCB 31)

## 5.8 Etalons internes

5.8.1 Trichloro-2, 4, 6 biphényle (TCBP, PCB 30)

5.8.2 Tribromo-2, 4, 6 biphényle (TBBP).

## 5.9 Solution d'hydroxyde de potassium dans l'éthanol (2 % m/v)

Dissoudre 30,0 g d'hydroxyde de potassium dans une solution 19 : 1 (v/v) d'éthanol/eau (1500 ml). Laisser reposer pendant 24 h, décanter et conserver la partie limpide.

## 5.10 Solutions étalons combinées

Préparer les solutions étalons suivantes en utilisant toujours une fiole de verre jaugée:

NOTE: Les mélanges correspondant aux 5.10.1 à 5.10.4 sont disponibles dans le commerce.

### 5.10.1 Solutions étalons intermédiaires A (200 µg/ml)

Prélever environ 10,0 mg (à 0,1 mg près) du congénère de référence 18 (5.5.1) et les transférer dans une fiole jaugée de 50,0 ml. Compléter à 50,0 ml avec de l'hexane. Agiter pour dissoudre.

Recommencer la même opération avec les congénères 28, 52, 101, 138, 153 et 180, avec l'échantillon 31 de résolution pour chromatographie en phase gazeuse et avec le TCBP ou le TBBP (5.8).

### 5.10.2 Solutions étalons intermédiaires B (20 µg/ml)

Prélever 5,00 ml de solution A réalisée avec le congénère 18 (5.10.1) et la diluer à 50,0 ml avec de l'hexane. Recommencer la même opération avec les congénères 28, 52, 101, 138, 153 et 180, avec l'échantillon 31 de résolution pour chromatographie en phase gazeuse et avec le TCBP ou le TBBP (5.8).

### 5.10.3 Solutions étalons individuelles pour chromatographie en phase gazeuse (0,1 µg/ml)

Prélever 1,00 ml de solution B réalisée avec le congénère 18 (5.10.2) et la diluer à 200,0 ml avec de l'hexane.

Recommencer la même opération avec les congénères 28, 52, 101, 138, 153 et 180 avec l'échantillon 31 de résolution pour chromatographie en phase gazeuse et avec le TCBP ou le TBBP (5.8).

### 5.10.4 Solutions étalons combinées pour chromatographie en phase gazeuse (0,1 µg/ml)

Prélever 1,00 ml de solution B réalisée avec chaque congénère 18, 28, 52, 101, 138, 153 et 180, avec l'échantillon

1) Chlophen est l'appellation commerciale d'un produit distribué par Bayer. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme et ne signifie nullement que CEN recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

2) Arochlors est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme et ne signifie nullement que CEN recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.