
**Pâtes, papier et carton — Détermination
du pentachlorophénol dans un extrait
aqueux**

*Pulp, paper and board — Determination of pentachlorophenol in
an aqueous extract*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15320:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003>



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 15320:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003>

© ISO 2003

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 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 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.

L'ISO 15320 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).

[ISO 15320:2003](#)

Tout au long du texte du présent document, lire « la présente Norme européenne ... » avec le sens de « ... la présente Norme internationale ». [477a1ef7c03/iso-15320-2003](#)

Sommaire

Avant-propos.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Appareillage	2
4.1 Appareillage courant de laboratoire	2
4.2 Système d'extraction en phase solide et colonnes d'extraction en phase solide	2
4.3 Chromatographe en phase gazeuse	2
4.4 Colonne capillaire,	2
4.5 Détecteur	2
5 Réactifs	3
5.1 Généralités	3
5.2 Méthanol	3
5.3 Acide chlorhydrique	3
5.4 n-Hexane	3
5.5 Acide sulfurique	3
5.6 Anhydride acétique	3
5.7 Solution de carbonate de potassium	3
5.8 Solutions étalons (pour DCE)	3
5.9 Solutions étalons internes pour DCE	4
5.10 Solutions étalons internes pour spectromètres de masse	4
6 Echantillonnage et extraction	4
7 Mode opératoire	4
7.1 Préparation	4
7.2 Concentration en phase solide	4
7.3 Acétylation	5
7.4 Analyse par chromatographie en phase gazeuse	5
8 Etalonnage	6
8.1 Etalonnage du détecteur à capture d'électrons (DCE)	6
8.2 Etalonnage du spectromètre de masse à l'aide de pentachlorophénol marqué en ¹³C	7
9 Calculs	7
10 Fidélité	7
11 Rapport d'essai	8
Bibliographie	9

Avant-propos

Le présent document EN ISO 15320:2003 a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 172 "Papier, cartons et pâtes", dont le secrétariat est tenu par le DIN, en collaboration avec le Comité Technique ISO/TC 6 "Papier, cartons et pâtes".

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en juin 2004, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en juin 2004.

AVERTISSEMENT — L'application de la présente Norme européenne peut nécessiter l'utilisation de produits dangereux comme le méthanol et le pentachlorophénol qui sont des substances toxiques comme l'anhydride acétique qui est corrosif. La présente Norme européenne n'a pas pour but d'aborder tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme européenne d'établir, avant de l'utiliser, des pratiques appropriées d'hygiène, de sécurité et d'environnement et de déterminer l'applicabilité des règles de sécurité.

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, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Slovaquie, Suède et Suisse.

(standards.iteh.ai)

[ISO 15320:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15320:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1ef7c03/iso-15320-2003>

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne spécifie une méthode d'essai pour le dosage du pentachlorophénol (PCP) dans un extrait aqueux de pâtes, papiers et cartons. Bien que développée pour les papiers et cartons destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires, elle est applicable à tous les types de pâtes, papiers et cartons.

NOTE 1 Il a été étudié qu'un extrait aqueux était suffisant pour le dosage du PCP dans les pâtes, papiers et cartons (conformément à l'EN 647).

La gamme de concentration pour cette méthode va de 0,05 mg/kg à 0,5 mg/kg.

NOTE 2 Si l'extrait aqueux est dilué, il est possible d'augmenter la limite supérieure de la gamme de concentration.

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 (y compris les amendements).

EN 645, *Papier et carton destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires – Préparation d'un extrait aqueux à froid.*

EN 647, *Papier et carton destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires – Préparation d'un extrait aqueux à chaud.*

EN ISO 3696 :1995, *Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et méthodes d'essai (ISO 3696 :1987).*

3 Principe

Préparation à partir d'une éprouvette du matériau à soumettre à essai d'un extrait aqueux à froid, conformément à l'EN 645, ou à chaud conformément à l'EN 647. Concentration du pentachlorophénol de l'extrait par extraction en phase solide sur une colonne de phényle. Puis élution du pentachlorophénol de la colonne de phényle à l'hexane, acétylation avec de l'anhydride acétique et dosage de la teneur en pentachlorophénol présent par chromatographie en phase gazeuse au moyen d'un détecteur à capture d'électrons (DCE) ou d'un spectromètre de masse (MS). Le résultat est exprimé en milligrammes par kilogramme de matériau.

4 Appareillage

4.1 Appareillage courant de laboratoire

4.2 Système d'extraction en phase solide et colonnes d'extraction en phase solide

Colonnes de propylphényl, dimension 500 mg/3ml.

4.3 Chromatographe en phase gazeuse

Un injecteur classique fonctionnant en mode division/sans division présente la sensibilité appropriée lorsqu'il est utilisé en mode sans division. Une autre solution consiste à utiliser la méthode par injection en tête de colonne.

4.4 Colonne capillaire,

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

adaptée au dosage des dérivés acétylés de pentachlorophénol. Une colonne possédant les caractéristiques suivantes est présentée à titre d'exemple :

phase stationnaire : polydiméthyle siloxane contenant 5 % de groupes phényles ;
épaisseur du film : 0,25 µm ;
longueur : 30 m ;
diamètre intérieur : 0,32 mm.

4.5 Détecteur

— Un détecteur à capture d'électrons (DCE) ;

ou

— un spectromètre de masse présentant les caractéristiques suivantes est donné en exemple :

- a) ionisation : IE 70 eV (impact électronique) ;
- b) résolution : 1 u.m.a (unité de masse atomique) ;
- c) machinabilité : mode SIM (détection en sélection d'ions) (SIM est appelé SIR sur certains appareils).

5 Réactifs

5.1 Généralités

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue ou de qualité équivalente, soit de l'eau de qualité 2 selon la norme EN ISO 3696 :1995.

5.2 Méthanol

CH₃OH.

5.3 Acide chlorhydrique

HCl (0,1 mol/l).

5.4 n-Hexane

C₆H₁₄.

5.5 Acide sulfurique

H₂SO₄ (dilué 1 + 1).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.6 Anhydride acétique

C₄H₆O₃ (99%).

ISO 15320:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3bd11019-3a24-48ce-b4b6-47a7a1c17c03/iso-15320-2003>

5.7 Solution de carbonate de potassium

K₂CO₃ (0,1 mol/l). Peser 13,8 g de carbonate de potassium à 0,1 g près et les mettre en solution dans un bécher contenant une petite quantité d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml et diluer avec de l'eau jusqu'au trait.

5.8 Solutions étalons (pour DCE)

5.8.1 Solution-mère étalon de pentachlorophénol dans le méthanol,

à 100 µg/ml. Cette solution est disponible dans le commerce.

5.8.2 Solution-mère étalon diluée de pentachlorophénol dans le méthanol,

à 5 µg/ml. A l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml de la solution-mère (voir 5.8.1) dans une fiole jaugée de 20 ml et diluer jusqu'au trait avec du méthanol. Cette solution reste stable pendant plus de 6 mois au réfrigérateur.

5.8.3 Solution étalon de pentachlorophénol dans le méthanol,

à 0,5 µg/ml. A l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml de la solution-mère diluée (voir 5.8.2) dans une fiole jaugée de 10 ml et diluer jusqu'au trait avec du méthanol. Cette solution reste stable pendant plus de 3 mois au réfrigérateur.