NORME INTERNATIONALE

ISO 15320

Deuxième édition
2011-08-15

Pâtes, papiers et cartons — Dosage du pentachlorophénol dans un extrait aqueux

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

Numéro de référence
ISO 15320:2011(F)

© ISO 2011

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

Sommaire

Page

Avant-propos iv

1 Domaine d'application 1

2 Références normatives 1

3 Principe 1

4 Appareillage 2

5 Réactifs 2

6 Échantillonnage 3

7 Extraction 4
7.1 Extrait aqueux à froid 4
7.2 Extrait aqueux à chaud 4

8 Mode opératoire 4
8.1 Préparation 4
8.2 Concentration en phase solide 4
8.3 Dérivation 5

9 Étalonnage 5

10 Analyse par chromatographie en phase gazeuse 5
10.1 Conditions de chromatographie en phase gazeuse 5
10.2 Établissement du temps de rétention du pentachlorophénol 6
10.3 Calcul du rapport de surface en fonction du rapport de masse 6
10.4 Étalonnage du spectromètre de masse avec du pentachlorophénol marqué en $^{13}C_6$ 7

11 Calculs 7

12 Rapport d'essai 7

Annexe A (informative) Fidélité 8

Bibliographie 9

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9cead05d-af47-4582-85f1-79fa28ad426f/iso-15320-2011

© ISO 2011 – Tous droits réservés

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 15320 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15320:2003), qui a fait l'objet d'une révision technique.

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

 © ISO 2011 – Tous droits réservés

Pâtes, papiers et cartons — Dosage du pentachlorophénol dans un extrait aqueux

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

La plage de travail pour l'acétylation est comprise entre 0,05 mg/kg et 0,5 mg/kg.

(standards.iteh.ai)

NOTE Il est possible d'augmenter la limite supérieure de la plage de travail si l'extrait aqueux est dilué.

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 186, *Papier et carton — Échantillonnage pour déterminer la qualité moyenne*

ISO 536, *Papier et carton — Détermination du grammage*

ISO 638, *Papiers, cartons et pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches — Méthode par séchage à l'étuve*

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Principe

Une éprouvette du matériau soumis à essai est traitée par extraction à l'eau froide ou à l'eau chaude. L'extrait de pentachlorophénol est concentré par adsorption sur une colonne de phényle silice, par extraction en phase solide. Le pentachlorophénol est ensuite élué sur la colonne de phényle silice avec du *n*-hexane et un dérivé acétylé est formé avec l'anhydride acétique. La quantité de pentachlorophénol présent est alors déterminée par chromatographie en phase gazeuse (CG) au moyen un détecteur à capture d'électrons (DCE) ou d'un spectromètre de masse (SM). Le résultat obtenu est exprimé en milligrammes par kilogramme de matériau.

© ISO 2011 – Tous droits réservés

4 Appareillage

4.1 Fiole conique, 500 ml, à col large avec bouchon en verre rodé avec robinet (voir l'ISO 1773).

4.2 Équipement de filtration, filtre en verre fritté de porosité 4 (dimension nominale de 90 µm), avec une fiole à filtrer de 500 ml (voir l'ISO 6556).

4.3 Fiole jaugée à un trait, 250 ml (voir l'ISO 1042).

4.4 Système d'extraction en phase solide (EPS) et colonnes EPS, colonnes de phényle silice, 500 mg/3 ml.

4.5 Chromatographe en phase gazeuse, un injecteur classique à débit divisé/non divisé donne une sensibilité appropriée lorsqu'il est utilisé en mode non divisé. Une autre solution consiste à utiliser l'injection sur colonne.

4.6 Colonne capillaire, convenant pour déterminer les dérivés acétylés du pentachlorophénol. Une colonne ayant les caractéristiques suivantes en est un exemple:

— phase stationnaire: polydiméthyle-siloxane avec 5 % de groupes phényliques;

— épaisseur du film: 0,25 µm;

— longueur: 30 m;

— diamètre intérieur: 0,32 mm.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.7 Détecteur, tel que détecteur à capture d'électrons (DCE) ou spectromètre de masse (SM) approprié pour effectuer le mesurage. Les caractéristiques suivantes sont données en exemple:

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

a) ionisation: EI 70 eV (par impact électronique);

b) résolution: 1 uma (unité de masse atomique);

c) fonctionnement: mode SIM (détection par sélection d'ions).

NOTE Dans le cas de certains appareils, le mode SIM est appelé SIR («selected ion recording», enregistrement en mode fragmentométrique).

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue ou de qualité équivalente.

5.1 Eau, de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

5.2 Méthanol, CH_3OH.

5.3 Acide chlorhydrique, HCl (0,1 mol/l).

5.4 *n*-Hexane, C_6H_{14}.

5.5 Acide sulfurique, H_2SO_4 (dilué 1+1).

5.6 Anhydride acétique, $C_4H_6O_3$ (99 %).

 © ISO 2011 – Tous droits réservés

5.7 Solution de carbonate de potassium, K_2CO_3 (0,1 mol/l). Peser 13,8 g de carbonate de potassium à 0,1 g près dans un bécher et dissoudre dans une petite quantité d'eau. Transvaser la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au volume avec de l'eau.

5.8 Sulfate de sodium, anhydre, Na_2SO_4.

5.9 Solutions étalons de référence

5.9.1 Solution mère étalon de référence de pentachlorophénol, à 100 µg/ml. Cette solution est disponible dans le commerce.

5.9.2 Solution mère étalon de référence de pentachlorophénol diluée, à 5 µg/ml. À l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml de la solution mère (5.9.1) dans une fiole jaugée de 20 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.2). Cette solution reste stable pendant au moins 6 mois lorsqu'elle est conservée au réfrigérateur à 4 °C.

5.9.3 Solution étalon de référence de pentachlorophénol, à 0,5 µg/ml. À l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml de la solution mère diluée (5.9.2) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.2). Cette solution reste stable pendant au moins 6 mois lorsqu'elle est conservée au réfrigérateur à 4 °C.

5.10 Solutions étalons internes pour DCE

5.10.1 Solution mère étalon interne de 2,3,6-trichlorophénol, à 10 µg/ml. Cette solution est disponible dans le commerce.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.10.2 Solution étalon interne de 2,3,6-trichlorophénol, à 2 µg/ml. À l'aide d'une pipette, transvaser 2 ml de la solution mère étalon interne (5.10.1) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.2). Cette solution reste stable pendant au moins 3 mois lorsqu'elle est conservée au réfrigérateur à 4 °C.

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a21eed496/iso-15320-2011

5.11 Solutions étalons internes pour SM

5.11.1 Solution mère étalon interne de pentachlorophénol marqué en $^{13}C_6$ (sur les six atomes de carbone), à 10 µg/ml. Cette solution est disponible dans le commerce. C'est une alternative à la solution de 2,3,6-trichlorophénol mentionnée en 5.10.1 et elle ne peut être mise en œuvre que lorsque l'on utilise un spectromètre de masse comme détecteur.

5.11.2 Solution étalon interne de pentachlorophénol marqué en $^{13}C_6$, à 1 µg/ml. À l'aide d'une pipette, transvaser 1 ml de la solution mère étalon interne (5.11.1) dans une fiole jaugée de 10 ml et compléter au volume avec du méthanol (5.2). Cette solution reste stable pendant au moins 6 mois lorsqu'elle est conservée au réfrigérateur à 4 °C.

6 Échantillonnage

Si l'analyse a pour objet d'évaluer un lot de papier, carton ou pâte, l'échantillon doit être choisi conformément à l'ISO 186 ou à l'ISO 7213, selon le cas. Si l'analyse porte sur un autre type d'échantillon, noter la provenance de l'échantillon et, si possible, le mode d'échantillonnage. Choisir les feuilles-échantillons de manière qu'elles soient représentatives de l'échantillon reçu.

Ne pas toucher la surface d'essai de l'échantillon ou de la feuille-échantillon avec les doigts; porter des gants de protection. Un minimum de 10 g d'échantillon est requis.

Prélever un échantillon distinct en vue de la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638.

© ISO 2011 – Tous droits réservés

7 Extraction

Déterminer la teneur en matières sèches de l'échantillon conformément à l'ISO 638.

7.1 Extrait aqueux à froid

En portant des gants de protection, déchirer ou découper l'échantillon prélevé en morceaux d'environ 1 cm^2 à 2 cm^2.

Peser (10 ± 0,1) g (séchés à l'étuve) d'éprouvettes à 0,01 g près, les introduire dans la fiole conique (4.1), ajouter 200 ml d'eau et boucher la fiole. Laisser reposer 24 h à (23 ± 2) °C en agitant de temps en temps.

Laisser la solution décanter et laver les éprouvettes restant dans la fiole à deux reprises. Si nécessaire, filtrer la préparation (voir 4.2). Transvaser l'extrait et les eaux de rinçage ou le filtrat dans une fiole jaugée à un trait (4.3) et compléter au volume avec de l'eau. Utiliser le contenu de la fiole pour le mesurage du PCP.

7.2 Extrait aqueux à chaud

En portant des gants de protection, déchirer ou découper l'échantillon prélevé en morceaux d'environ 1 cm^2 à 2 cm^2.

Peser (10 ± 0,1) g (séchés à l'étuve) d'éprouvettes à 0,01 g près, les introduire dans la fiole conique (4.1), ajouter 200 ml d'eau bouillante et boucher la fiole. Laisser reposer 2 h ± 5 min dans un bain d'eau à (80 ± 2) °C en agitant de temps en temps.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Laisser la solution décanter et laver les éprouvettes dans la fiole à deux reprises avec de l'eau à 80 °C. Si nécessaire, filtrer à chaud la préparation chaude (voir 4.2). Refroidir à (23 ± 2) °C, puis transvaser l'extrait et les eaux de rinçage ou le filtrat dans une fiole jaugée à un trait (4.3) et compléter au volume avec de l'eau. Utiliser le contenu de la fiole pour le mesurage du PCP.

ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0eead05d-af47-45b2-85f1-791a2feed496/iso-15320-2011

8 Mode opératoire

Analyser l'extrait aqueux obtenu en 7.1 ou 7.2 comme décrit ci-dessous. Effectuer les déterminations en double.

8.1 Préparation

Prélever 50 ml d'extrait aqueux. Ajouter 200 µl de la solution étalon interne (5.10.2 ou 5.11.2) et acidifier avec 1 ml d'acide sulfurique (5.5).

8.2 Concentration en phase solide

8.2.1 Conditionnement

Effectuer un pré-rinçage de la colonne de phényle (4.4) avec 2 ml de méthanol (5.2) puis 5 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (5.3). Ne pas laisser la colonne s'assécher.

8.2.2 Concentration

Verser l'extrait acidifié sur la colonne, éluer à raison de 2 ml/min à 3 ml/min. Rincer ensuite la colonne avec 5 ml d'eau et l'assécher par aspiration sous vide (pendant approximativement 5 min à 10 min).

 © ISO 2011 – Tous droits réservés

8.2.3 Élution

Comme fiole de réception de l'éluant *n*-hexane, utiliser par exemple une fiole conique de 50 ml ou une ampoule à décanter, contenant 35 ml de solution de carbonate de potassium (5.7). Verser 2,5 ml de *n*-hexane sur la colonne de phényle et attendre l'apparition de la première goutte au bas de la colonne. Fermer le robinet, attendre 2 min et éluer. Rincer de nouveau avec 2,5 ml de *n*-hexane.

8.3 Dérivation

Ajouter 1 ml d'anhydride acétique (5.6) à la solution éluée (voir 8.2.3) et mélanger vigoureusement pendant environ 3 min pour permettre la libération de tout le dioxyde de carbone. Laisser les deux phases se séparer. Remplir la fiole de réception avec de l'eau jusqu'à ce que la phase *n*-hexane se retrouve dans le col de la fiole. Transvaser la couche organique dans un flacon pour éviter une réaction en retour. Déshydrater l'extrait avec du sulfate de sodium anhydre (5.8). Analyser cet extrait par CG/DCE ou CG/SM.

NOTE Si la solution de *n*-hexane est séchée à l'aide de sulfate de sodium anhydre (5.8) par exemple, elle peut être conservée pendant au moins deux semaines si elle est maintenue au réfrigérateur à 4 °C.

9 Étalonnage

Verser 35 ml de solution de carbonate de potassium à 0,1 mol/l (5.7) dans une fiole conique de 50 ml ou une ampoule à décanter (voir 8.2.3). Ajouter 200 µl de la solution étalon interne (voir 5.10.2 ou 5.11.2) selon que l'on utilise un DCE ou un SM. Préparer quatre solutions en ajoutant des quantités différentes de PCP (utiliser les solutions de référence 5.9.2 et 5.9.3). Agiter pendant 3 min. Ajouter 5 ml de *n*-hexane (5.4) et 1 ml d'anhydride acétique (5.6) puis agiter jusqu'à la fin du dégagement gazeux (environ 3 min). Remplir avec de l'eau pure de qualité analytique (5.1) jusqu'à ce que la phase organique se retrouve dans le col de la fiole conique et puisse être enlevée à l'aide d'une pipette. Déshydrater l'extrait avec du sulfate de sodium. Analyser les extraits par CG/DCE ou CG/SM conformément à l'Article 10.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15320:2011
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f1b1d1b1-0b07-4f2b-8f2a-f91d2ddd496f/iso-15320-2011

NOTE Si la solution de *n*-hexane est séchée à l'aide de sulfate de sodium anhydre (5.8) par exemple, elle peut être conservée pendant au moins deux semaines si elle est maintenue au réfrigérateur à 4 °C.

10 Analyse par chromatographie en phase gazeuse

10.1 Conditions de chromatographie en phase gazeuse

Choisir les conditions appropriées au dosage du pentachlorophénol marqué en $^{13}C_6$. Suivre les instructions fournies par le fabricant de l'appareil. Un exemple de conditions adaptées est donné ci-dessous.

— injection à débit non divisé: 1 µl;

— température de l'injecteur: 250 °C;

— température du détecteur à capture d'électrons: 350 °C;

— gaz vecteur, débit: 1 ml/min;

— programme de températures: 1 min à 50 °C, puis à 20 °C/min jusqu'à 180 °C et maintenir pendant 2 min. Ensuite, à 2 °C/min jusqu'à 200 °C et maintenir 1 min ou à 20 °C/min jusqu'à 280 °C et maintenir 5 min.

Procéder à la détection au moyen du détecteur à capture d'électrons ou d'un spectromètre de masse. Dans les deux cas, suivre les instructions du fabricant de l'appareil.

© ISO 2011 – Tous droits réservés