

---

---

**Méthodes générales d'essai des  
pigments et matières de charge —**

Partie 28:

**Détermination de la teneur totale  
en biphényles polychlorés (PCB) par  
dissolution, purification et GC/MS**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*General methods of tests for pigments and extenders —*

*Part 28: Determination of total content of polychlorinated biphenyls  
(PCB) by dissolution, cleanup and GC-MS*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a099381-ec9f-4441-bafd-04d5e9646e12/iso-787-28-2019>



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

ISO 787-28:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a099381-ec9f-4441-bafd-04d5e9646e12/iso-787-28-2019>



### 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

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>2</b>
<b>6</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>2</b>
6.1   Généralités.....	2
6.2   Nettoyage pour éliminer les espèces interférentes.....	3
6.3   Séparation et quantification.....	3
<b>7</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
7.1   Mesures de sécurité.....	4
7.2   Réactifs, solvants et absorbants.....	4
7.3   Matériaux de référence internes pour les PCB, marqués au 13C12.....	5
7.4   Agents de nettoyage/de traitement.....	5
<b>8</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>7</b>
9.1   Préparation de l'échantillon d'essai.....	7
9.2   Extraction liquide-liquide.....	8
9.2.1   Ampoule à décanter.....	8
9.2.2   Extraction de Ludwig.....	8
9.3   Purification.....	9
9.3.1   Généralités.....	9
9.3.2   Colonne de terre de diatomées et d'acide sulfurique (facultative).....	9
9.3.3   Chromatographie par perméation de gel (d'exclusion)/colonne de perles poreuses de divinylbenzène styrénique (facultative).....	10
9.3.4   Colonnes multicouches (obligatoires).....	10
9.3.5   Colonne d'alumine (facultative).....	12
9.4   Préparation de solution de GC et mode opératoire de GC.....	12
9.5   Méthode de calcul et de quantification.....	13
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>15</b>
<b>Annexe A (informative) Nomenclature des PCB</b> .....	<b>16</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>22</b>

## 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](http://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](http://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](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 256, *Pigments, colorants et matières de charge*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 787 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](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

De nombreuses méthodes permettant de quantifier les PCB dans des «échantillons environnementaux» ou des résidus pétroliers se révèlent inappropriées pour les pigments en raison du fait que dans ces méthodes, les PCB sont simplement extraits à la surface des particules sans tenir compte des occlusions de contaminants dans le réseau cristallin des pigments (voir Références [1] à [3]).

Des principes d'occurrence et de formation sont mentionnés dans les Références [5], [6] et [8].

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

ISO 787-28:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a099381-ec9f-4441-bafd-04d5e9646e12/iso-787-28-2019>

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

ISO 787-28:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a099381-ec9f-4441-bafd-04d5e9646e12/iso-787-28-2019>

# Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge —

Partie 28:

## Détermination de la teneur totale en biphényles polychlorés (PCB) par dissolution, purification et GC/MS

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la teneur totale en biphényles polychlorés (PCB) en vérifiant la présence de chacun des 209 congénères possibles dans les matières pigmentaires.

Le présent document est applicable à une plage de travail de 1 mg/kg à 150 mg/kg. La limite inférieure de quantification de cette méthode est de 1 mg/kg par congénère. Les résultats inférieurs à 1 mg/kg sont considérés comme étant uniquement qualitatifs.

### 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 15528, *Peintures, vernis et matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage*

ISO 18451-1, *Pigments, colorants et matières de charge — Terminologie — Partie 1: Termes généraux*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 18451-1 ainsi que les suivants, s'appliquent.

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/>.

#### 3.1

#### biphényles polychlorés

#### PCB

209 congénères, des biphényles monochlorés à décachlorés, qui peuvent être subdivisés en groupes d'homologues comprenant des congénères de PCB ayant le même degré de chloration, c'est-à-dire la même formule brute

Note 1 à l'article: Le numéro CAS général pour les biphényles polychlorés est le 1336-36-3. Pour une liste de congénères exhaustive avec leurs numéros CAS, voir l'[Annexe A](#) ou la Référence [5].

### 3.2

#### matériau de référence interne

mélange de quantités définies de PCB marqués à l'isotope  $^{13}\text{C}$  ajoutées directement à l'échantillon de pigment fraîchement pesé

Note 1 à l'article: Aucun ajout ultérieur de matériau de référence interne n'est autorisé. Des matériaux de référence normalisés de substitution peuvent être ajoutés uniquement aux fins d'évaluer les taux de récupération, mais ils ne peuvent pas être considérés comme des matériaux de référence internes ni être utilisés pour la quantification.

Note 2 à l'article: La spectrométrie de masse suppose une large gamme linéaire de sensibilités de détection; par conséquent, un étalonnage avec une seule quantité est généralement suffisant.

Note 3 à l'article: En cas d'écarts importants entre les concentrations des analytes et du matériau de référence, il peut être nécessaire de confirmer la quantification par une deuxième analyse (depuis le début) en utilisant un poids d'échantillon adapté.

## 4 Principe

Les principes ont été élaborés en s'appuyant sur les Références [1] à [4], [6] et [7].

L'utilisation de méthodes d'extraction sur surface solide risque de donner une estimation sous-évaluée du contenu réel par des ordres de grandeur. Ces erreurs sont souvent encore plus importantes lorsque la quantification des PCB est effectuée en utilisant des matériaux de référence externes ou internes qui ne subissent pas les mêmes pertes que les analytes qui sont occlus dans le réseau cristallin du pigment.

## 5 Échantillonnage

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Prélever un échantillon représentatif du produit à soumettre à l'essai comme décrit dans l'ISO 15528.

Les échantillons doivent avoir la consistance d'une poudre sèche. Il convient que les composants volatils soient inférieurs à 1 % (fraction massique), déterminé avec une partie échantillonnée séparée des parties échantillonnées utilisées pour les analyses des PCB.

Les échantillons doivent être conservés dans l'obscurité et dans des bouteilles ou des flacons en verre bouchés.

Les échantillons suspectés d'avoir une teneur élevée en impuretés doivent être manipulés dans de la verrerie spécialement prévue à cet effet et conservés séparément des autres équipements de laboratoire. La masse des échantillons peut être réduite et les quantités de matériaux de référence internes doublées afin de compenser les éventuels niveaux d'interférences élevés induits par les impuretés. Il est recommandé de procéder à un cycle de criblage préalable afin d'éviter la surcharge du détecteur.

La détection du brome ou la présence d'échantillons partiellement bromés (par exemple, I.C. Pigment Rouge 168, I.C. Pigment Vert 36) exigent une certaine prudence en raison de la présence de composés aromatiques halogénés «mélangés». L'analyse peut être effectuée dès lors qu'il a été vérifié que les résultats ne présentent aucune interférence (voir 9.5).

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Généralités

Cette méthode exige une application séquentielle stricte des étapes suivantes:

- pesage des échantillons;
- ajout du matériau de référence interne et mélange homogène;
- dissolution dans l'acide sulfurique concentré de 92 % (fraction massique) à 95 % (fraction massique);



- sonication du mélange jusqu'à dissolution complète et obtention d'une solution sombre homogène dans la phase d'acide sulfurique. La température doit être maintenue en dessous de 50 °C à tout moment, par exemple par circulation ou par échange continu d'eau dans le bain de sonication.

NOTE 1 L'utilisation de cette plage de concentrations permet d'éviter une désintégration et un réarrangement majeurs des biphényles monochlorés et bichlorés.

NOTE 2 Une dissolution suffisante est indiquée par l'absence de «l'effet Tyndall» (c'est-à-dire l'absence de diffusion d'un faisceau de lumière de préférence bleue par la solution).

Lors de la dissolution dans l'acide sulfurique concentré, les molécules de pigment sont protonées et peuvent être considérées de manière simplifiée comme étant retirées de leur réseau cristallin une par une à la manière de tiroirs jusqu'à ce que toute la matière solide soit dissoute, sans clivage au niveau moléculaire (chromophore).

Une possible destruction accidentelle d'analytes est susceptible de se produire également dans les matériaux de référence internes à un taux correspondant pratiquement équivalent, compensant ainsi tout effet destructeur aux dépens d'un rapport signal/bruit légèrement inférieur (voir Référence [5]). Le taux de destruction peut être légèrement plus élevé pour les biphényles faiblement chlorés.

Cela peut être compensé par une étape préalable de lixiviation, comme décrit dans la Note en 9.1.

## 6.2 Nettoyage pour éliminer les espèces interférentes

Les espèces interférentes telles que les acides arylsulfuriques, les acides carboxyliques, les esters, les tensioactifs polymères et les composés hétérocycliques sont éliminés par un nettoyage effectué par chromatographie séquentielle sur colonne humide.

## 6.3 Séparation et quantification

Séparation (facultative) des PCDD/PCDF, (qui peuvent être ultérieurement élués et analysés) ainsi que d'autres substances interférentes sur une colonne d'alumine.

Séparation finale et quantification par chromatographie en phase gazeuse (GC) en utilisant le mode de détection par spectrométrie de masse (MS) (voir 8.18). L'application d'une colonne de 60 m (voir 8.3) permet de garantir que la plupart des congénères de PCB sont séparés ou identifiables à différents temps de rétention.

Une colonne de 30 m peut exceptionnellement être utilisée à des fins de criblage. Il convient que l'instrument comprenne un dispositif de régulation automatique de la pression et du débit, des commandes de température programmables et d'un dispositif de prélèvement automatique (voir 8.2).

Dans l'idéal, il convient que le détecteur MS soit exploité en mode SIM.

NOTE SIM est le mode le plus approprié pour la quantification. Le mode SCAN est le mieux adapté pour l'identification qualitative des signaux, mais présente une sensibilité réduite.

La quantification est obtenue en appliquant le rapport entre les aires de pic des analytes (identifiés comme analytes par au moins trois traces de masse spécifiques en tant que «qualificateurs») et les aires des étalons internes correspondantes afin de compenser les plages de chevauchement des groupes de chloration et des pics d'interférence résiduels.

Il n'y a aucune réaction chimique intentionnelle, excepté pour l'étape de dissolution qui induit une protonation simplement pour cliver le réseau cristallin, car toutes les autres étapes sont purement physiques.

Il est considéré que les réactions chimiques conduisant à la désintégration des analytes se produisent aussi bien avec le matériau de référence interne qu'avec les analytes, en supposant une compensation complète de l'erreur qui en résulte. Par conséquent, il est essentiel d'utiliser des matériaux de référence internes ayant un degré de correspondance relativement élevé avec le profil de distribution des

congénères de l'échantillon. D'autres approches d'évaluation approfondie des artefacts (voir exemple dans la Référence [1]) doivent être mentionnées dans le rapport d'essai.

## 7 Réactifs

### 7.1 Mesures de sécurité

En cas de déversement accidentel, utiliser une lampe à ultraviolets de 30 VA pour irradier les zones de déversement (puissance maximale émise d'une longueur d'onde de 254 nm).

Il est requis que le personnel soit qualifié et maîtrise les pratiques de manipulation de substances dangereuses en laboratoire.

Tous les matériaux, solvants, réactifs et étalons doivent être manipulés avec les précautions appropriées. Les installations, les équipements et le personnel du laboratoire doivent se conformer aux dernières normes légales et de sécurité en matière de manipulation des PCB, telles qu'applicables localement.

En cas de contact accidentel de PCB avec la peau, essuyer à trois reprises la zone cutanée affectée avec un chiffon imbibé de polyéthylène glycol (à rincer ensuite) et consulter immédiatement les services médicaux d'urgence.

Des projections importantes de gouttelettes peuvent entraîner la fermeture de l'ensemble des installations du laboratoire. Protéger les yeux lors de l'application d'une irradiation par lampe UV des déversements accidentels pour décomposer les contaminants.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 7.2 Réactifs, solvants et adsorbants

Seuls des réactifs et solvants de qualité analytique reconnue et certifiée pour les analyses de pesticides ou de qualité comparable doivent être utilisés. [ISO 787-28:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3a099381-ec9f-4441-bafd-74d5c9646c12/iso-787-28-2019)

Les solvants doivent être utilisés tels que livrés. Les nouveaux adsorbants de colonne doivent être purgés par agitation et décantation de dichlorométhane (ou d'un solvant approprié similaire), puis séchage sous un abri approprié.

7.2.1 **Acide sulfurique**, de 92 % à 95 % (fraction massique).

7.2.2 **Acide phosphorique**, p.a., à 85 % (fraction massique).

7.2.3 **Terre de diatomées**.

7.2.4 **Gel de silice**, 63 mesh à 200 mesh.

7.2.5 **Oxyde d'aluminium** (alumine) (basique, activité: Super 1).

7.2.6 **Nitrate d'argent**, p.a., ultrapur.

7.2.7 **Hydroxyde de césium**, hémihydrate.

7.2.8 **Sulfate de sodium**, p.a., granulé.

NOTE Le sulfate de sodium (anhydre) est utilisé pour éliminer les matières aqueuses et alcooliques résiduelles dans la phase hexane, car celles-ci peuvent avoir des effets néfastes sur les matériaux de la colonne GC.

7.2.9 **Perles poreuses de divinylbenzène styrénique** pour la chromatographie d'exclusion.

7.2.10 **n-hexane**.

**7.2.11 Dichlorométhane.****7.2.12 Toluène.****7.2.13 *n*-nonane.****7.2.14 Éthanol.****7.2.15 Acétate d'éthyle.****7.2.16 Cyclohexane.**

Les solutions de référence d'origine doivent être diluées par un facteur 5 ou 2 (MBP-MXP) en utilisant du *n*-nonane, de l'octane ou des solvants similaires non aromatiques à haut point d'ébullition. Il convient de procéder à la dilution en remplissant le contenu du flacon jusqu'à 2 fois ou 5 fois sa masse par ajout du solvant. L'erreur due à la légère différence entre la masse volumique du concentré de référence et celle du solvant pur est < 0,5 %, donc négligeable.

**7.3 Matériaux de référence internes pour les PCB, marqués au 13C12**

- Congénères de PCB n° 3, 15, 28, 52, 118, 153, 180, 194, 208, 209: LGC/Cambridge #CIL-EC-4189<sup>1)</sup>
- Congénères de PCB n° 3, 8, 28, 52, 101, 118, 138, 153, 180, 194, 206, 209: Wellington-CAMPRO #MBP-MXP<sup>1)</sup>
- Congénères de PCB n° 3, 8, 28, 52, 101, 114, 118, 138, 153, 180, 194, 206, 209: LGC/Cambridge #CIL-EC 5411<sup>1)</sup>

Ces matériaux de référence internes ou autres matériaux similaires sont recommandés pour répondre à l'exigence d'une «valeur seuil de déclaration» de 2 mg/kg pour tout pic de PCB résoluble, couvrant en principe l'ensemble des 209 congénères.

Facultatif: pour évaluer de manière approfondie les biphényles faiblement chlorés (mono-CB, di-CB), l'utilisateur peut les soumettre à une contre-vérification en utilisant une série de pics pour les groupes d'homologues spécifiques.

**7.4 Agents de nettoyage/de traitement**

Toute la verrerie doit être purgée à l'aide d'un solvant approprié avant d'être utilisée, puis soigneusement lavée avec un détergent ou un savon fortement alcalin contenant des tensioactifs anioniques et phosphatés facilement solubles, afin d'exclure toute source de contamination croisée. L'utilisation de graisse pour joint doit être exclue du laboratoire. La verrerie neuve doit être purgée par agitation et décantation de dichlorométhane (ou d'un solvant approprié similaire), puis séchage sous un abri approprié.

Savon de décontamination, brosses pour toute la verrerie, bacs de collecte des déchets (flux de déchets séparés); polyéthylène glycol de qualité pharmaceutique comme traitement de premier secours en cas de contamination de la peau.

**8 Appareillage****8.1 Verrerie, équipée de joints rodés B (NS) 29 uniquement en géométrie normale et inversée.**

1) Exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ces produits.

**8.2 Colonne** (pour la procédure de nettoyage), d'une longueur de 30 cm et d'un diamètre interne de 14 mm, douilles B (NS) 29/32, réservoir supérieur intégré de 250 ml et robinet d'arrêt en PTFE en bas de la colonne.

**8.3 Colonne capillaire** (pour la détermination par chromatographie en phase gazeuse) d'une longueur de 60 m et d'un diamètre interne de 0,25 mm, revêtue d'un film de 0,25 µm d'épaisseur de 5 % de phénylméthylsiloxane équivalent à un polymère de phénylarylène présentant les caractéristiques suivantes:

- non polaire avec de très faibles caractéristiques de perte en phase stationnaire, idéal pour la GC-MS;
- excellente inertie pour les composés actifs;
- rapport signal/bruit amélioré pour une meilleure sensibilité et une plus grande intégrité du spectre de masse;
- lié et réticulé;
- pouvant être rincé avec un solvant pour séparer la plupart des 209 congénères de PCB.

NOTE La «GC rapide» permet de rechercher des congénères particuliers (c'est-à-dire une sélection du spectre des 209 congénères à des fins spécifiques, laquelle doit être mentionnée dans le rapport final).

**8.4 Ballons à fond rond**, B (NS) 29, 1 000 ml, 500 ml et 250 ml.

**8.5 Ballons à fond plat**, 100 ml.

**8.6 Bouteilles**, étalonnées, 100 ml et 500 ml.

**8.7 Erlenmeyer**, avec joint rodé B (NS) 29 et bouchons à l'émeri appropriés, 500 ml.

**8.8 Bouteilles en verre brun**, B-(NS) — 1 l, équipées de bouchons.

**8.9 Agitateurs magnétiques.**

**8.10 Évaporateur rotatif**, avec régulation automatique du vide; l'utilisation d'un stop-mousse et d'un ballon à bouchon pour l'évaporation éclair est recommandée.

**8.11 Bain à ultrasons**, ≥ 250 W.

**8.12 Balance à plateau**, protégée du vent, d'une exactitude de 0,001 g près ou mieux.

**8.13 Distributeurs pneumatiques**, 20 µl à 200 µl, 100 µl à 1 000 µl et les embouts appropriés.

**8.14 Ampoules à décanter**, 500 ml.

**8.15 Système de GC-MS**, satisfaisant aux exigences suivantes: interfaces de GC-MS fabriquées intégralement en verre ou en matériaux vitrifiés, le cas échéant. Le verre peut être désactivé par silanisation avec du diméthylchlorosilane. Il est recommandé d'insérer une colonne de silice fondue (8.3) directement dans la source MS. Il faut veiller à ne pas exposer l'extrémité de la colonne au faisceau d'électrons; voir Référence [9].

**8.16 Matériau de référence**, équivalent à des flacons GC de 1 ml.