

**NORME FRANÇAISE  
ENREGISTRÉE**

**HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL  
DOSAGE DU MERCURE  
MÉTHODE PAR SPECTROMÉTRIE  
D'ABSORPTION ATOMIQUE SANS FLAMME**

**NF  
T 20-435**  
Juin 1980

### AVANT-PROPOS

À sa date d'enregistrement la présente norme reproduit la norme internationale ISO 5993, première édition — Septembre 1979.

Les documents mentionnés au chapitre 2 « Références » font l'objet respectivement des normes françaises **NF T 20-421**, **NF T 20-056 (\*)** et **NF T 20-434**.

**NOTE** : Par expérimentation il a été démontré que la méthode retenue dans cette norme pouvait être appliquée avec des prises d'essai plus faibles et en conséquence avec des quantités de réactifs proportionnellement réduites, toutefois il est vivement conseillé de contrôler régulièrement les résultats obtenus par application intégrale de la méthode décrite dans la norme.

(\*) En préparation.

Enregistrée par décision  
du 1980-05-12  
pour prendre effet  
le 1980-06-12

© **AFNOR 1980**  
Droits de reproduction  
et de traduction réservés  
pour tous pays

# Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, pour le dosage du mercure dans l'hydroxyde de sodium à usage industriel.

La méthode est applicable aux produits, solides ou liquides, dont la teneur en mercure (Hg) est supérieure à 0,02 mg/kg.

NOTE — L'autre méthode de dosage du mercure par photométrie à la dithizone, spécifiée dans l'ISO 5992, est destinée aux laboratoires qui ne disposent pas de l'équipement nécessaire.

## 2 Références

ISO 3195, *Hydroxyde de sodium à usage industriel — Prélèvement — Échantillon pour essai — Préparation de la solution principale pour l'exécution de certains dosages.*

ISO 5790, *Produits chimiques inorganiques à usage industriel — Méthode générale de dosage des chlorures — Méthode mercurimétrique.*

ISO 5992, *Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode photométrique à la dithizone.*

## 3 Principe

Oxydation du mercure contenu dans une prise d'essai en ions mercure(II) par le permanganate de potassium en présence d'acide sulfurique. Réduction de l'excès d'oxydant par le chlorure d'hydroxylammonium. Réduction des ions mercure(II) en mercure par le chlorure d'étain(II). Entraînement du mercure par un courant d'air ou d'azote et passage du mélange gazeux à travers une cuve de mesure.

Mesurage de l'absorption à la longueur d'onde de 253,7 nm, à l'aide d'un spectromètre d'absorption atomique.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue dont la teneur en mercure est aussi faible que possible, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**4.1 Azote**, en bouteille.

**4.2 Acide sulfurique**, solution à 490 g/l environ.

**4.3 Permanganate de potassium**, solution à 40 g/l.

**4.4 Chlorure d'hydroxylammonium** ( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ ), solution à 100 g/l.

**4.5 Chlorure d'étain(II)**, solution chlorhydrique à 100 g/l.

Dissoudre 25 g de chlorure d'étain(II) dihydraté ( $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) dans 50 ml d'une solution d'acide chlorhydrique,  $\rho \approx 1,19$  g/ml, chaude. Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transvaser cette solution dans un flacon en verre et l'épurer par barbotage de l'azote (4.1) durant 5 min, puis y ajouter quelques grains d'étain métallique en vue de sa conservation. La rejeter lorsqu'elle devient trouble.

**4.6 Iode**, solution à 2,5 g/l.

Dissoudre 2,5 g d'iode et 30 g d'iodure de potassium dans de l'eau, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

**4.7 Mercure**, solution étalon correspondant à 1,000 g de Hg par litre.

Dissoudre 1,354 g de chlorure de mercure(II) ( $\text{HgCl}_2$ ) dans 25 ml de solution d'acide chlorhydrique,  $\rho \approx 1,19$  g/ml, solution à 38 % (m/m). Transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Conserver cette solution à l'obscurité, dans un endroit frais, et la renouveler après 2 mois.

1 ml de cette solution étalon contient 1 mg de Hg.

**4.8 Mercure**, solutions étalons correspondant respectivement à 1 et 0,1 mg de Hg par litre.

Préparer ces solutions le jour de l'emploi par dilutions successives de la solution étalon (4.7) au moyen d'une solution d'acide chlorhydrique à 11 g/l environ. Ces solutions doivent être préparées fraîchement étant donné que leur concentration risque de varier par évaporation ou par adsorption sur les parois.

1 ml de ces solutions étalons contient respectivement 1  $\mu\text{g}$  et 0,1  $\mu\text{g}$  de Hg.

NOTE — Afin d'éviter la pollution des eaux de rejet, recueillir les solutions contenant des sels de mercure et les démercureiser suivant les instructions données dans l'annexe B de l'ISO 5790.