

NORME FRANÇAISE
ENREGISTRÉE

HYDROXYDE DE SODIUM À USAGE INDUSTRIEL
DOSAGE DU MERCURE
MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE À LA DITHIZONE

NF
T 20-434
Juin 1980

AVANT-PROPOS

À sa date d'enregistrement la présente norme reproduit la norme internationale ISO 5992, 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 20-435**.*

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 photométrique à la dithizone

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique à la dithizone, 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 0,05 mg/kg.

NOTE — L'autre méthode de dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, spécifiée dans l'ISO 5993, est destinée aux laboratoires qui disposent 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 5993, *Hydroxyde de sodium à usage industriel — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.*

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, élimination des interférences du cuivre, du fer et de l'argent par un excès d'hydroxylammonium et de Na₂EDTA. Extraction par le chloroforme du complexe formé avec la dithizone dans l'intervalle de pH compris entre 0 et 2.

Mesurage photométrique du complexe, en présence de l'excès de dithizone, à une longueur d'onde aux environs de 490 nm.

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 Chloroforme.

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

4.3 Acide acétique, solution à 360 g/l environ.

Préparer cette solution par dilution d'acide acétique cristallisable, $\rho \approx 1,05$ g/ml.

4.4 (Éthylène dinitrilo)tétracétate disodique, dihydraté (Na₂EDTA), solution à 7,45 g/l.

Dissoudre, dans de l'eau, 7,45 g de Na₂EDTA, compléter le volume à 1 000 ml en fiole jaugée et homogénéiser.

4.5 Permanganate de potassium, solution à 40 g/l.

4.6 Chlorure d'hydroxylammonium (NH₂OH.HCl), solution à 100 g/l.

4.7 (Diphényl-1,5)thiocarbazone (Dithizone), solution chloroformique à 150 mg/l.

Préparer cette solution en utilisant le chloroforme (4.1) et la conserver dans un flacon en verre sombre, sec et hermétiquement fermé, à une température inférieure à 25 °C. La renouveler après 2 semaines.

4.8 (Diphényl-1,5)thiocarbazone (Dithizone), solution chloroformique à 3 mg/l.

Prélever 5,0 ml de la solution de dithizone (4.7), les introduire dans une fiole jaugée de 250 ml, compléter au volume avec le chloroforme (4.1) et homogénéiser.

Préparer cette solution le jour de l'emploi et la conserver à l'abri de la lumière et de la chaleur.

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

Dissoudre 1,354 g de chlorure de mercure(II) (HgCl₂) dans 25 ml d'une 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.