

| | | |
|-----------------------------------|--|--|
| NORME FRANÇAISE HOMOLOGUÉE | PEINTURES ET VERNIS DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MERCURE « SOLUBLE » Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme | NF T 30-218 Septembre 1984 |
|-----------------------------------|--|--|

AVANT-PROPOS

La présente norme est en concordance technique avec le projet de norme internationale ISO/DIS 3856/7 de même objet.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente norme décrit une méthode par spectroscopie d'absorption atomique sans flamme (AAS), pour la détermination de la teneur en mercure des solutions d'essai préparées conformément à la norme T 30-210.

La partie de cette méthode concernant l'examen de la partie liquide de la peinture n'est applicable qu'aux peintures hydrosolubles présentant des teneurs en mercure « soluble » comprises entre environ 0,005 et 0,05 % (m/m).

2 RÉFÉRENCES

| | |
|-------------|--|
| NF B 35-301 | Burettes |
| NF B 35-305 | Pipettes à un trait |
| NF B 35-307 | Fioles jaugées à un trait |
| T 30-210 | Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux solubles — Préparation des extraits acides des peintures liquides et en poudre. |

3 PRINCIPE

Réduction des composés du mercure contenus dans les solutions d'essai jusqu'à obtention du mercure élémentaire. Mesurage dans une cuve optique de l'absorption atomique à 253,7 nm de la vapeur de mercure formée.

4 RÉACTIFS ET PRODUITS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

| | | |
|---|--|---|
| Homologuée par décision du 1984-08-20 effet le 1984-09-20 | | © afnor 1984 Droits de reproduction et de traduction réservés pour tous pays |
|---|--|---|

4.1 Oxygène, de qualité commerciale, en bouteille d'acier.

4.2 Chlorure d'étain (II) dihydraté, solution à 100 g/l.

Dissoudre 25 g chlorure d'étain (II) dihydraté ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 50 ml d'une solution d'acide chlorhydrique à 35 % (m/m) (ρ approximativement 1,18 g/ml) et diluer à 250 ml avec de l'eau. Ajouter quelques granules d'étain métallique et chauffer jusqu'à disparition du précipité. S'assurer de la présence de quelques granules d'étain brillant pour stabiliser la solution et s'assurer également, avant l'emploi, qu'il n'y a pas de précipité.

4.3 Acide sulfurique : solution à 5 % (m/m), préparée en ajoutant avec précaution 50 g d'acide sulfurique à 98 % (m/m) (ρ approximativement 1,84 g/ml) à 1 000 g d'eau.

4.4 Acide nitrique, solution à environ 65 % (m/m) (ρ approximativement 1,40 g/ml).

4.5 Permanganate de potassium, solution à 60 g/l.

Dissoudre 60 g de permanganate de potassium (KMnO_4) dans de l'eau et diluer à 1 l.

4.6 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 20 % (m/m).

Avertissement — Ce réactif est nocif au contact de la peau.

Dissoudre 20 g de chlorure d'hydroxylammonium (NH_3OHCl) dans environ 75 ml d'eau et diluer à 100 ml.

4.7 Mercure, solution étalon de réserve correspondant à 0,100 g de Hg par litre. Préparer cette solution selon l'une des méthodes suivantes :

4.7.1 Transvaser le contenu d'une ampoule de solution étalon de mercure contenant exactement 0,1 g de Hg dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec la solution d'acide sulfurique à 5 % et mélanger soigneusement.

4.7.2 Peser, à 0,1 mg près, 0,135 4 g de chlorure de mercure (II), dissoudre dans le volume minimal de solution d'acide sulfurique à 5%, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec la même solution d'acide sulfurique et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de Hg.

4.8 Mercure, solution étalon correspondant à 1,000 mg de Hg par litre. Préparer cette solution le jour même de son utilisation. Introduire, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon de mercure (4.7) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

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

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et :

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, permettant des mesurages dans la région de 253,7 nm et pouvant opérer avec la cuve spécifiée en 5.2.

Note : D'autres analyseurs à mercure du commerce fondés sur le principe de l'absorption atomique sans flamme peuvent être utilisés (voir note de 6.1.2.1). Dans ce cas, il faudra procéder à des aménagements du mode opératoire décrit en 6.1.2 et en 6.3.2 et ils devront être portés au procès-verbal.

5.2 Cuve en silice, de 100 mm de trajet optique, à fenêtres en silice de qualité UV.

La cuve doit pouvoir être placée dans le trajet optique du spectromètre et être munie d'orifices d'entrée et de sortie permettant un balayage continu par le gaz.

5.3 Lampe à cathode creuse au mercure.

5.4 Enregistreur potentiométrique.

Note : Un dispositif approprié de mesure du pic peut également être utilisé.

5.5 Fiole à combustion ou ampoule à décanter, de 500 ml de capacité, avec un joint en verre rodé.

5.6 Nacelle porte-échantillon, en fil de platine, et adaptateur de combustion, pouvant être raccordé à la fiole à combustion (5.5) (voir figure 1).

5.7 Générateur d'étincelles approprié.

Note : Un détecteur de fuites pour installations de vide convient.

5.8 Débitmètre, muni d'une vanne à pointeau en acier inoxydable et pouvant fonctionner à des débits de 0,4 à 5,0 l/min.

5.9 Pompe, du type à diaphragme, pouvant délivrer un débit d'air compris entre 0,4 et 3 l/min, ou bouteille d'air ou d'azote comprimé équipée d'un détendeur.

5.10 Fiole à réaction, comprenant un tube à essai de 50 ml de capacité, avec un joint en verre rodé connecté à une tête interchangeable et un robinet à quatre voies (voir figure 2).

5.11 Dispositif pour empêcher la condensation de la vapeur d'eau sur la cuve en silice (5.2). Tout dispositif peut convenir (par exemple une lampe à infra-rouge, un élément chauffé électriquement, etc.).

5.12 Tuyau souple résistant à l'acide, convenant pour raccorder les éléments de l'appareillage (voir figure 1).

5.13 Capsules, en gélatine durcie, de qualité pharmaceutique.

5.14 Évaporateur rotatif, refroidi à l'eau, pouvant fonctionner sous vide avec une fréquence de rotation de 150 tr/min.

5.15 Bain-marie, pouvant être maintenu à (45 ± 5) °C.

5.16 Burettes, de 10 ml et 25 ml de capacité, conformes à NF B 35-301.

5.17 Fioles jaugées à un trait, de 25 ml, 100 ml et 500 ml de capacité, conformes à NF B 35-307.

5.18 Pipettes, de 1 ml, 5 ml et 25 ml de capacité, conformes à NF B 35-305.

5.19 Balance, précise à 0,1 mg.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

6.1.1 Préparation des solutions témoins

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.