Norme internationale ISO 6503

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Peintures et vernis — Détermination du plomb total — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

Paints and varnishes — Determination of total lead — Flame atomic absorption spectrometric method

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1984-10-15

ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a48d96e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

CDU 667.6 : 543.422 : 546.815 **Réf. nº : ISO 6503-1984 (F)**

Descripteurs : peinture, vernis, analyse chimique, dosage, plomb, méthode d'absorption atomique.

ISO 6503-1984 (F)

Prix basé sur 6 pages

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 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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 6503 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a48d96e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

© **Organisation internationale de normalisation, 1984** ●

Imprimé en Suisse

Sommaire

Page

1 Objet et domaine d'application 1

2 Références 1

3 Principe 1

4 Extraction selon la méthode par calcination sèche 1

5 Extraction selon la méthode par voie humide 3

6 Détermination 4

7 Expression des résultats 5

8 Procès-verbal d'essai 6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a48d96e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a48d96e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

Peintures et vernis — Détermination du plomb total — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme, pour la détermination du plomb total dans les peintures et produits assimilés.

La méthode est applicable aux produits présentant une teneur en plomb total comprise entre environ 0,01 et 2 % (m/m).

NOTE — La méthode peut être applicable aussi aux produits présentant une teneur en plomb de plus de 2 % (m/m), mais elle ne peut être utilisée que si la fidélité n'excède pas les valeurs données en 7.2.

Deux méthodes de traitement de la prise d'essai sont indiquées; la méthode par calcination sèche (chapitre 4) doit être utilisée comme méthode de référence en cas de litige.

Pour la détermination du plomb dans la solution d'essai, la méthode spectrophotométrique à la dithizone décrite dans l'ISO 3856/1 peut être utilisée comme méthode alternative.

2 Références

ISO 385/1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : Spécifications générales.*[1]

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1512, *Peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 1513, *Peintures et vernis — Examen et préparation des échantillons pour essais.*

ISO 3696, *Eau à usage de laboratoire — Spécifications.*[2]

ISO 3856/1, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» — Partie 1 : Détermination de la teneur en plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme et méthode spectrophotométrique à la dithizone.*

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.*

3 Principe

Décomposition d'une prise d'essai soit selon la méthode par calcination sèche (chapitre 4), soit selon la méthode d'oxydation par voie humide (chapitre 5), et détermination du plomb par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

4 Extraction selon la méthode par calcination sèche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f4e196e-d72f-490e-8986-939513cb1ea8/iso-6503-1984

4.1 Principe

Évaporation d'une prise d'essai jusqu'à siccité et calcination à 475 °C afin d'éliminer tous les constituants organiques. Extraction de tout le plomb contenu dans le résidu par l'acide chlorhydrique.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

4.2.1 Carbonate de sodium, anhydre.

4.2.2 Carbonate de magnésium.

4.2.3 Soufre.

4.2.4 Paraffine liquide.

4.2.5 Sulfure de sodium, solution à 10 g/l.

4.2.6 Acide chlorhydrique, à environ 180 g/l.

Ajouter 450 ml d'acide chlorhydrique concentré [36 % (m/m), ϱ approximativement 1,18 g/ml] à un volume à peu près égal d'eau et compléter à 1 000 ml.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision partielle de l'ISO/R 385-1964.)

2) Actuellement au stade de projet.

4.2.7 Acide chlorhydrique, à environ 18 g/l.

Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (4.2.6) à de l'eau et compléter à 1 000 ml.

4.2.8 Acide nitrique, à environ 315 g/l.

Ajouter 1 volume d'acide nitrique concentré [environ 65 % (m/m), ϱ approximativement 1,40 g/ml] à 2 volumes d'eau.

4.2.9 Plomb, solution étalon mère contenant 1 g de Pb par litre.

Soit

a) transvaser le contenu d'une ampoule de solution étalon de plomb contenant exactement 1 g de Pb dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant de l'eau et 30 ml d'acide nitrique (4.2.8), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement;

soit

b) peser, à 1 mg près, 1,598 g de nitrate de plomb [$Pb(NO_3)_2$] (préalablement séché durant 2 h à 105 °C) et le dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 30 ml d'acide nitrique (4.2.8), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon mère contient 1 mg de Pb.

4.2.10 Plomb, solution étalon contenant 100 mg de Pb par litre.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

Transvaser, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon mère (4.2.9) dans une fiole jaugée de 100 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de l'acide chlorhydrique (4.2.7) et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de Pb.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1 Creusets, en silice, de préférence neufs.

4.3.2 Four à moufle, réglable à 475 ± 25 °C.

4.3.3 Plaque chauffante régulée.

4.4 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer selon l'ISO 1512.

Examiner et préparer l'échantillon pour l'essai selon l'ISO 1513.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Essais préliminaires

Si la composition du produit à essayer n'est pas connue, procéder à des essais qualitatifs de mise en évidence du nitrate de cellulose et de l'antimoine. Si les résultats de ces essais ne confirment pas l'absence de nitrate de cellulose et celle d'antimoine, procéder selon le mode opératoire complet.

4.5.2 Prise d'essai

Effectuer les opérations en double.

Mélanger soigneusement l'échantillon et en introduire immédiatement environ 5 g dans un creuset en silice (4.3.1) préalablement pesé. Peser la prise d'essai à 10 mg près.

Si le produit contient du nitrate de cellulose (voir 4.5.1), mélanger environ 2 g de paraffine liquide (4.2.4) à la prise d'essai dans le creuset.

4.5.3 Calcination

Mettre le creuset et son contenu sur la plaque chauffante (4.3.3) sous hotte. Augmenter progressivement la température afin d'éliminer tous les solvants volatils.

Disperser 2 g de carbonate de magnésium (4.2.2) sur la prise d'essai, et, sur une période de 10 min, introduire progressivement le creuset dans le four à moufle (4.3.2) porté à environ 350 °C. Augmenter la température du four jusqu'à 475 ± 25 °C sur une période de 60 min et maintenir à cette température jusqu'à calcination complète. S'assurer de l'alimentation en air pour l'oxydation.

Le contenu du creuset ne doit en aucun cas s'enflammer.

4.5.4 Extraction

4.5.4.1 Si le produit ne contient pas d'antimoine (voir 4.5.1), procéder de la façon suivante.

Laisser refroidir le creuset et son contenu (voir 4.5.3). Transférer le creuset et la cendre dans un bécher de 250 ml, ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (4.2.6), porter et maintenir à ébullition lente durant 15 min sur la plaque chauffante (4.3.3). Laisser digérer durant 15 autres minutes sur la plaque chauffante.

Pendant que la solution est chaude, filtrer par décantation au travers d'un papier filtre à texture fine[1] dans un bécher de 250 ml. Laver le papier filtre et le résidu avec de l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans le bécher. Refroidir le bécher et transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

1) Les papiers filtres suivants conviennent :

Whatman nos 42 et 44
Schleicher et Schüll nos 589/3 et 589/6.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a4d1be6e-f3b0-4e6e-9e9d-939513eb1ea8/iso-6503-1984

4.5.4.2 Si le produit contient de l'antimoine (voir 4.5.1), procéder de la façon suivante.

Broyer la cendre (voir 4.5.3) en poudre fine, la replacer dans le même creuset et la mélanger avec environ 10 g d'un mélange formé à égales parties de carbonate de sodium (4.2.1) et de soufre (4.2.3). Couvrir le creuset et le chauffer au-dessus d'une flamme modérée jusqu'à disparition de l'odeur de dioxyde de soufre; cela nécessite 1 à 2 h.

Refroidir le creuset et digérer le contenu avec une petite quantité d'eau chaude jusqu'à destruction complète du culot de fusion. Filtrer, en transférant tout le résidu sur un papier filtre avec la solution de sulfure de sodium (4.2.5) et laver le résidu avec cette solution de sulfure de sodium. Éliminer le filtrat.

Transférer le papier filtre et le résidu dans un bécher de 250 ml. Ajouter 15 ml d'acide nitrique (4.2.8), porter et maintenir à ébullition lente durant 15 min sur la plaque chauffante (4.3.3). Ajouter 100 ml d'acide chlorhydrique (4.2.6) et laisser digérer durant 30 min. Pendant que la solution est chaude, filtrer au travers d'un papier filtre à texture fine dans un bécher de 250 ml. Laver le papier filtre et le résidu avec de l'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans le bécher. Refroidir le bécher et transvaser le filtrat et les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 250 ml. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.5.5 Préparation des solutions d'essai

Prélever une partie aliquote de chaque solution extraite (4.5.4), déterminée selon la teneur présumée en plomb de l'échantillon, conformément au tableau 1.

ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a48d96e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

Tableau 1

Teneur présumée en plomb	Partie aliquote
% (m/m)	ml
inférieure à 0,4	25
de 0,4 à 1	10
de 1 à 2	5

NOTE — Si la teneur en plomb est supérieure à 2 % (m/m), il faudra prendre une partie aliquote convenable.

Placer la partie aliquote dans une fiole jaugée de 100 ml et, lorsqu'on prend 5 ml d'une partie aliquote de 10 ml, ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2.6). Compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

4.5.6 Préparation de la solution d'essai à blanc

Répéter les opérations décrites en 4.5.3, 4.5.4.1 ou 4.5.4.2, et 4.5.5, mais en omettant la prise d'essai.

5 Extraction selon la méthode par voie humide

5.1 Principe

Oxydation humide d'une prise d'essai par un mélange formé d'acide sulfurique et de peroxyde d'hydrogène dans un bécher (méthode A), ou par un mélange formé d'acide sulfurique et d'acide nitrique dans une fiole de Kjeldahl (méthode B), afin d'éliminer tous les constituants organiques. Chauffage pour éliminer l'excès d'acide sulfurique et extraction de tout le plomb (sous forme de sulfate de plomb) contenu dans le résidu par l'EDTA en milieu ammoniacal.

NOTE — La présence d'antimoine ou de nitrate de cellulose dans un échantillon ne provoque pas d'interférence dans le cadre de cette méthode.

5.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

5.2.1 Acide sulfurique, à environ 96 % (m/m) (ϱ approximativement 1,84 g/ml).

5.2.2 Peroxyde d'hydrogène, solution à environ 30 % (m/m), ou, moyennant les précautions supplémentaires de sécurité appropriées, solution à environ 50 % (m/m).

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

5.2.4 Acide nitrique, à environ 315 g/l.

Ajouter 1 volume d'acide nitrique (5.2.3) à 2 volumes d'eau.

5.2.5 Hydroxyde d'ammonium, solution à environ 85 g de NH_3 par litre.

Diluer 380 ml de solution concentrée d'hydroxyde d'ammonium [25 % (m/m)] à 1 000 ml avec de l'eau.

5.2.6 EDTA (Acide éthylène diamino-tétraacétique, sel disodique), solution à 37 g/l.

5.2.7 Plomb, solution étalon mère contenant 1 g de Pb par litre.

Soit

a) transvaser le contenu d'une ampoule de solution étalon de plomb contenant exactement 1 g de Pb dans une fiole jaugée de 1 000 ml contenant de l'eau et 30 ml d'acide nitrique (5.2.4), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement;

soit

b) peser, à 1 mg près, 1,598 g de nitrate de plomb [$Pb(NO_3)_2$] (préalablement séché durant 2 h à 105 °C) et le dissoudre dans de l'eau, dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (5.2.3), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon mère contient 1 mg de Pb.

5.2.8 Plomb, solution étalon contenant 100 mg de Pb par litre.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

Transvaser, à l'aide d'une pipette, 10 ml de la solution étalon mère (5.2.7) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 10 ml d'acide nitrique (5.2.4), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

1 ml de cette solution étalon contient 100 µg de Pb.

5.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.3.1 Plaque chauffante régulée.

5.4 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer selon l'ISO 1512.

Examiner et préparer l'échantillon pour l'essai selon l'ISO 1513.

5.5 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ea48d96e-d721-490e-8986-
b0e54eb1ea8/iso-6503-1984

5.5.1 Prise d'essai

Effectuer les opérations en double.

Mélanger soigneusement l'échantillon et en introduire immédiatement environ 0,5 g dans un bécher de 400 ml (méthode A) ou dans une fiole de Kjeldahl de 250 ml (méthode B). Peser la prise d'essai à 1 mg près.

5.5.2 Décomposition

5.5.2.1 Méthode A

Placer le bécher et son contenu sur la plaque chauffante (5.3.1) sous une hotte, et chauffer doucement afin d'éliminer tous les solvants volatils. Ajouter environ 5 ml d'acide sulfurique (5.2.1). Couvrir le bécher d'un verre de montre, et chauffer durant environ 15 min à température plus élevée afin de décomposer et carboniser les substances organiques. Poursuivre le chauffage jusqu'à dégagement de fumées blanches.

Retirer le bécher de la plaque chauffante et le laisser refroidir durant environ 10 min. Ajouter lentement, à l'aide d'une pipette de 5 ml, quatre portions de 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.2.2), en laissant la réaction se calmer après chaque addition (voir AVERTISSEMENT).

AVERTISSEMENT — En raison du danger dû aux projections, le bécher doit être couvert entre les opérations d'addition de solution de peroxyde d'hydrogène.

Chauffer à nouveau durant environ 10 min et laisser refroidir durant 5 min. Ajouter à nouveau deux portions de 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène, chauffer durant environ 5 min et laisser refroidir durant 5 min. Finalement, ajouter une autre portion de 5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène. Chauffer à nouveau afin de décomposer le peroxyde d'hydrogène restant, retirer le verre de montre et chauffer jusqu'à dégagement d'abondantes fumées blanches, presqu'à siccité. Retirer le bécher de la plaque chauffante et le laisser refroidir.

5.5.2.2 Méthode B

Chauffer doucement la fiole de Kjeldahl et son contenu sur un bec Bunsen afin d'éliminer tous les solvants volatils. Ajouter environ 5 ml d'acide sulfurique (5.2.1) et chauffer durant environ 10 min afin de décomposer et carboniser les substances organiques. Laisser refroidir durant environ 10 min. Ajouter lentement, à l'aide d'une pipette de 5 ml, quatre portions de 5 ml d'acide nitrique (5.2.3), en laissant la réaction se calmer après chaque addition.

Chauffer à nouveau durant environ 10 min et laisser refroidir durant 5 min. Ajouter à nouveau deux portions de 5 ml d'acide nitrique, chauffer durant 5 min et laisser refroidir durant 5 min. Finalement, ajouter une autre portion de 5 ml d'acide nitrique. Chauffer, afin de décomposer tout l'acide nitrique, jusqu'à dégagement d'abondantes fumées blanches, presqu'à siccité. Laisser refroidir. Si une calcination se produit au cours de l'opération finale, il est nécessaire d'ajouter d'autres portions d'acide nitrique et de recommencer les opérations de chauffage et de refroidissement.

5.5.3 Extraction

Verser, dans le bécher (méthode A) ou dans la fiole de Kjeldahl (méthode B), 50 ml de la solution d'EDTA (5.2.6), 10 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (5.2.5) et 50 ml d'eau. Porter et maintenir à ébullition lente durant environ 15 min, refroidir et, si nécessaire, filtrer par décantation au travers d'un papier filtre à texture moyenne dans une fiole jaugée de 250 ml. Laver le papier filtre et le résidu avec de l'eau, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole jaugée. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

5.5.4 Préparation des solutions d'essai

Prélever une partie aliquote de chaque solution extraite (5.5.3), déterminée selon la teneur présumée en plomb de l'échantillon, conformément au tableau 2.

Tableau 2

Teneur présumée en plomb	Partie aliquote
% (m/m)	ml
inférieure à 0,5	100 (non dilué)
de 0,5 à 1	75
de 1 à 2	50

NOTE — Si la teneur en plomb est supérieure à 2 % (m/m), il faudra prendre une partie aliquote convenable.

Placer la partie aliquote dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

5.5.5 Préparation de la solution d'essai à blanc

Répéter les opérations décrites en 5.5.2.1 (méthode A) ou 5.5.2.2 (méthode B), 5.5.3 et 5.5.4, mais en omettant la prise d'essai.

6 Détermination

6.1 Principe

Aspiration de la solution d'essai dans une flamme d'acétylène/air. Mesurage de l'absorption de la raie spectrale choisie, émise par une lampe à cathode creuse au plomb ou une lampe à décharge au plomb dans la région de 283,3 nm.

6.2 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau d'une pureté d'au moins qualité 3 selon l'ISO 3696.

6.2.1 Acétylène, de qualité industrielle, dans une bouteille en acier.

6.2.2 Air comprimé.

6.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.3.1 Spectromètre d'absorption atomique dans la flamme, convenant pour des mesurages à une longueur d'onde de 283,3 nm et muni d'un brûleur alimenté avec de l'acétylène et de l'air.

ISO 6503:1984
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6a46b196e-d72f-490e-8986-939513eb1ea8/iso-6503-1984

6.3.2 Lampe à cathode creuse au plomb ou **lampe à décharge au plomb.**

6.3.3 Burette, de 50 ml de capacité, conforme aux spécifications de l'ISO 385/1.

6.3.4 Fioles jaugées à un trait, de 100 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

6.4 Mode opératoire

6.4.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Préparer une courbe d'étalonnage comme décrit ci-après ou utiliser une méthode d'étalonnage instrumentale d'une précision et d'une fidélité au moins équivalentes.

6.4.1.1 Préparation des solutions témoins

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

Dans une série de six fioles jaugées de 100 ml (6.3.4), introduire, à l'aide de la burette (6.3.3), les volumes de la solution étalon de plomb (4.2.10 ou 5.2.8) indiqués dans le tableau 3. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2.6) à chacun de ceux-ci, diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger soigneusement.

Tableau 3

Solution témoin nº	Volume de la solution étalon de plomb (4.2.10 ou 5.2.8, selon le cas)	Concentration correspondante en Pb dans la solution témoin
	ml	µg/ml
0*	0	0
1	2	2
2	5	5
3	10	10
4	20	20
5	30	30

* Solution témoin à blanc.

6.4.1.2 Mesurages spectrométriques

Monter la lampe à cathode creuse ou à décharge au plomb (6.3.2) dans le spectromètre (6.3.1) et optimiser les conditions pour la détermination du plomb. Régler l'appareil selon les instructions du fabricant et régler le monochromateur au voisinage de 283,3 nm afin d'obtenir l'absorbance maximale.

Régler les débits de l'acétylène (6.2.1) et de l'air (6.2.2) selon les caractéristiques de l'aspirateur-brûleur et allumer. Régler l'échelle, si elle est prévue, de sorte que la solution nº 5, (voir tableau 3) corresponde à la déflexion maximale.

Aspirer la série des solutions témoins (6.4.1.1) dans la flamme, dans l'ordre croissant des concentrations, et une nouvelle fois la solution témoin nº 4 pour vérifier que l'appareil a atteint sa stabilité. Aspirer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage, en prenant soin de maintenir constante la vitesse d'aspiration.

6.4.1.3 Courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de Pb contenues dans 1 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les valeurs correspondantes des absorbances, diminuées de l'absorbance de la solution témoin à blanc.

6.4.2 Détermination

6.4.2.1 Mesurer d'abord l'absorbance de la solution d'essai à blanc (4.5.6 ou 5.5.5) dans le spectromètre (6.3.1) après l'avoir réglé comme décrit en 6.4.1.2. Mesurer alors l'absorbance de chaque solution d'essai (4.5.5 ou 5.5.4) trois fois et ensuite à nouveau celle de la solution d'essai à blanc. Finalement, déterminer à nouveau l'absorbance de la solution témoin nº 4 (voir tableau 3) de façon à vérifier que la réponse de l'appareil n'a pas changé. Si l'absorbance d'une solution d'essai est plus élevée que celle de la solution témoin ayant la plus forte concentration en plomb, diluer de façon appropriée la solution d'essai (facteur de dilution F) avec un volume connu d'eau.

6.4.2.2 Si les lectures obtenues pour une solution d'essai diffèrent de plus de 2 % ou de plus de 1 % de leur moyenne, recommencer les opérations décrites en 6.4.2.1.

6.4.2.3 À partir de l'absorbance corrigée de l'absorbance de la solution d'essai à blanc, déterminer la concentration en plomb,