
Norme internationale



7252

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

**Peintures et vernis — Détermination du mercure total —
Méthode par spectrométrie d'absorption atomique
sans flamme**

Paints and varnishes — Determination of total mercury — Flameless atomic absorption spectrometric method

Première édition — 1984-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7252:1984](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78432976-9aac-4fb9-a69b-200fb93f9cfe/iso-7252-1984>

CDU 667.612 : 543.422 : 546.49

Réf. n° : ISO 7252-1984 (F)

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

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.

La Norme internationale ISO 7252 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*.

ISO 7252:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78432976-9aac-4fb9-a69b-200fb93f9cfe/iso-7252-1984>

Peintures et vernis — Détermination du mercure total — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode de référence par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme pour la détermination de la teneur en mercure total des peintures et produits assimilés.

La méthode est applicable aux produits présentant une teneur en mercure total comprise entre environ 0,01 et 0,5 % (m/m).

NOTE — La méthode peut être applicable aussi aux produits présentant une teneur en mercure total de plus de 0,5 % (m/m), à condition que des modifications appropriées soient apportées aux quantités des réactifs et à la prise d'essai.

2 Références

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

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

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⁾

3 Principe

Combustion d'une prise d'essai en présence d'oxygène dans un système clos.

Réduction des composés de mercure(II), contenus dans la solution résultante, jusqu'à obtention du mercure élémentaire. Entraînement du mercure dans un flux gazeux à la température ambiante et mesurage de l'absorption spectrale de la vapeur de mercure comme vapeur monoatomique à une longueur d'onde dans la région de 253,7 nm par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme (vapeur froide).

4 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.

4.1 Oxygène, de qualité commerciale, dans une bouteille en 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'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, à 5 % (m/m).

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

4.5 Mercure, solution étalon mère contenant 100 mg de Hg par litre.

Soit

a) 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 de l'acide sulfurique (4.3) et mélanger soigneusement;

soit

b) peser, à 0,1 mg près, 0,135 4 g de chlorure de mercure(II), dissoudre dans de l'acide sulfurique (4.3) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec le même acide sulfurique et mélanger soigneusement.

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

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

2) Actuellement au stade de projet.

4.6 Mercure, solution étalon contenant 1 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 (4.5) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique (4.3) et mélanger soigneusement.

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

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Spectromètre d'absorption atomique, convenant pour des mesurages à une longueur d'onde de 253,7 nm et pouvant opérer avec la cuve de mesure spécifiée en 5.2.

NOTE — Si des analyseurs à mercure du commerce spéciaux, fondés sur le principe de l'absorption atomique sans flamme, sont utilisés (voir la note de 7.1.2.1), des aménagements du mode opératoire décrit en 7.1.2 et en 7.2.3 peuvent être nécessaires et ils devront être mentionnés dans le procès-verbal d'essai.

5.2 Cuve de mesure, à fenêtres (par exemple en silice) transparentes à la radiation ultraviolette (dans la région de 253,7 nm) dont le parcours optique sera approprié pour le spectromètre utilisé, mais au moins 100 mm.

5.3 Lampe à cathode creuse au mercure ou lampe à décharge au mercure.

5.4 Enregistreur potentiométrique.

NOTE — Un dispositif approprié de mesure du pic, par exemple un intégrateur électronique, peut également être utilisé.

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

5.6 Porte-prise d'essai (nacelle 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 fuite pour installations de vide convient.

5.8 Débitmètre, muni d'une vanne à pointe en acier inoxydable et pouvant mesurer des débits de 0,4 à 3 l/min.

5.9 Pompe, du type à diaphragme, pouvant délivrer des débits d'air contrôlés 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 25 ml de capacité, munie d'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 dans la cuve de mesure (5.2).

Tout dispositif peut convenir (par exemple une lampe à infrarouge, un élément à chauffage électrique noir, une baguette chauffante).

5.12 Tuyau souple résistant à l'acide (par exemple en caoutchouc silicone), convenant pour raccorder les éléments de l'appareillage (voir figure 2).

5.13 Capsules, en gélatine durcie, de qualité pharmaceutique.

5.14 Burettes de 10 ml et 25 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 385/1.

5.15 Fioles jaugées à un trait, de 25 ml et 100 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 1042.

5.16 Pipettes, de 1 ml et 5 ml de capacité, conformes aux spécifications de l'ISO 648.

5.17 Balance, précise à 0,1 mg.

6 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.

7 Mode opératoire

7.1 Établissement de la courbe d'étalonnage

7.1.1 Préparation des solutions témoins

Préparer ces solutions le jour même de leur utilisation.

Dans une série de six fioles jaugées à un trait de 25 ml (5.15), introduire, à l'aide d'une burette de 10 ml (5.14), les volumes de la solution étalon de mercure (4.6) indiqués dans le tableau suivant. Diluer chacun de ceux-ci jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique (4.3) et mélanger soigneusement.

Solution témoin n°	Volume de la solution étalon de mercure (4.6)	Concentration correspondante en Hg dans la solution témoin
	ml	µg/ml
0*	0	0
1	1	0,04
2	2	0,08
3	3	0,12
4	4	0,16
5	5	0,20

* Solution témoin à blanc.

7.1.2 Mesurages spectrométriques

7.1.2.1 Monter la cuve de mesure (5.2) et la lampe à cathode creuse ou à décharge au mercure (5.3) dans le spectromètre (5.1) et optimiser les conditions pour la détermination du mercure. Régler l'appareil selon les instructions du fabricant et régler le monochromateur au voisinage de 253,7 nm afin d'obtenir l'absorbance maximale. Raccorder le débitmètre (5.8), la pompe (5.9), la fiole à réaction (5.10) et la cuve (5.2) avec le minimum de longueur de tuyau souple (5.12) comme représenté à la figure 2.

NOTE — On peut également utiliser un système en circuit fermé dans lequel la circulation de la vapeur de mercure se fait à l'aide d'une pompe. Cela peut être intéressant dans le cas où la production de la vapeur de mercure est entravée par la présence de produits qui interfèrent, par exemple les ions brome.

7.1.2.2 Mettre en route la pompe et tourner le robinet à quatre voies sur la position «by-pass». Régler la vanne à pointeau ou ouvrir le détendeur afin d'obtenir un débit convenable (par exemple 1 l/min.). Mettre l'enregistreur potentiométrique (5.4) sur l'échelle appropriée. Ajuster le zéro de l'enregistreur à sa position correcte sur le graphique et vérifier la dérive de la ligne de base et le niveau du bruit de fond (voir 7.1.2.4).

7.1.2.3 Déconnecter la fiole à réaction et y introduire, à l'aide d'une pipette (5.16), 5 ml de la solution témoin n° 5. Ajouter, à l'aide d'une pipette (5.16), 1 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.2), mélanger soigneusement et raccorder immédiatement à l'appareillage. Tourner le robinet à quatre voies afin de permettre au courant d'air d'entraîner la vapeur de mercure libérée à travers la cuve.

7.1.2.4 Lorsqu'un pic apparaît sur l'enregistreur, régler, au moyen du potentiomètre et des contrôles de débit, sa hauteur à environ la moitié de l'échelle entière. S'assurer de la finesse du pic et recommencer si une vérification ultérieure s'avère nécessaire.

Remettre le robinet sur la position «by-pass» et répéter en utilisant des parties aliquotes de 5 ml des solutions témoins restantes.

NOTE — Il est parfois nécessaire de recommencer le premier essai plusieurs fois avec la solution témoin n° 5 afin de travailler dans les meilleures conditions.

7.1.3 Courbe d'étalonnage

Tracer un graphique en portant, sur l'axe des abscisses, les masses, en microgrammes, de Hg contenues dans 1 ml de solution témoin et, sur l'axe des ordonnées, les hauteurs correspondantes des pics ou, de façon plus précise, les aires des pics (par exemple le produit de la hauteur du pic par sa largeur à mi-hauteur) après soustraction de la valeur de la solution témoin à blanc.

Dans cette zone, la courbe ne doit dévier que très légèrement de la linéarité.

NOTE — La contamination d'une partie quelconque de l'appareillage avec des solvants aromatiques peut fausser par excès les résultats en raison d'une absorption au voisinage de 254 nm.

7.2 Détermination

Effectuer deux déterminations.

7.2.1 Prise d'essai

Placer approximativement 20 mg d'échantillon dans une capsule en gélatine (5.13) tarée et fermer immédiatement. Peser la capsule avec la prise d'essai à 0,1 mg près.

7.2.2 Combustion

Placer la capsule pesée dans le porte-prise d'essai (5.6 — voir figure 1). Remplir la fiole à combustion (5.5) avec de l'oxygène (4.1) à la pression atmosphérique, introduire rapidement, à l'aide d'une burette de 10 ml (5.14), 3 ml d'acide nitrique (4.4) et placer le porte-prise d'essai en réalisant une fermeture hermétique au joint rodé. Raccorder le générateur d'étincelles (5.7) aux conducteurs électriques du porte-prise d'essai (voir figure 3), placer l'appareillage derrière un écran de sécurité et brancher la haute tension afin d'activer l'étincelle et brûler la prise d'essai.

Après combustion complète, laisser reposer la fiole et son contenu durant 30 min, en agitant de temps à autre. Retirer le porte-prise d'essai et ajouter, à l'aide d'une barette de 25 ml (5.14), 22 ml d'eau au contenu de la fiole. Remettre le porte-prise d'essai et agiter énergiquement.

Conserver le contenu de la fiole à combustion dans un récipient en verre d'environ 25 ml de capacité, muni d'un bouchon.

7.2.3 Mesurage spectrométrique

Dans une fiole jaugée de 100 ml (5.15), introduire, à l'aide d'une pipette (5.16), 5 ml de la solution obtenue en 7.2.2, diluer jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique (4.3) et mélanger soigneusement. Ceci est la solution A.

Introduire, à l'aide d'une pipette (5.16), 5 ml de la solution A dans la fiole à réaction (5.10). Ajouter, à l'aide d'une pipette (5.16), 1 ml de la solution de chlorure d'étain(II) (4.2), mélanger soigneusement et raccorder immédiatement à l'appareillage. Tourner le robinet à quatre voies afin de permettre au courant d'air d'entraîner la vapeur de mercure libérée à travers la cuve.

Noter la valeur du pic (c'est-à-dire sa hauteur ou son aire — voir 7.1.3) après soustraction de la lecture obtenue avec la solution d'essai à blanc. Déduire la concentration en mercure à partir de la courbe d'étalonnage. Si la réponse obtenue avec la solution d'essai est plus élevée que celle obtenue avec la solution témoin ayant la plus forte concentration en mercure (c'est-à-dire la solution n° 5), diluer de façon appropriée la solution d'essai (facteur de dilution F) avec un volume connu d'acide sulfurique (4.3) et recommencer le processus.

Calculer la moyenne des deux résultats. Si les résultats diffèrent de plus de 20 % de la moyenne, répéter la détermination.

7.2.4 Essai à blanc

Exécuter un essai à blanc immédiatement après la détermination, en suivant le même mode opératoire, en employant une capsule en gélatine (5.13) et les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées au cours de la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

8 Expression des résultats

Dimensions en millimètres

8.1 Calculs

Calculer la teneur en mercure total à l'aide de l'équation

$$c_{\text{Hg}} = \frac{a \times 25 \times F}{V \times m \times 10^2} = 0,25 \frac{a \times F}{V \times m}$$

où

a est la concentration en mercure, en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage;

c_{Hg} est la teneur en mercure total de la peinture, exprimée en pourcentage en masse;

F est le facteur de dilution comme indiqué en 7.2.3;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2.1);

V est le volume, en millilitres, de la solution (7.2.2) utilisé en 7.2.3 pour préparer la solution d'essai A (= 5 ml).

Calculer la moyenne des deux résultats.

8.2 Fidélité

Aucune donnée de fidélité n'est actuellement disponible. [ISO 7252:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78432976-9aac-4fb9-200fb93b9cf6/iso-7252-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/78432976-9aac-4fb9-200fb93b9cf6/iso-7252-1984>

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit mentionner au moins les informations suivantes:

- le type et l'identification du produit essayé;
- la référence à la présente Norme internationale (ISO 7252);
- le résultat de l'essai;
- tout écart, par accord ou autrement, au mode opératoire spécifié;
- la date de l'essai.

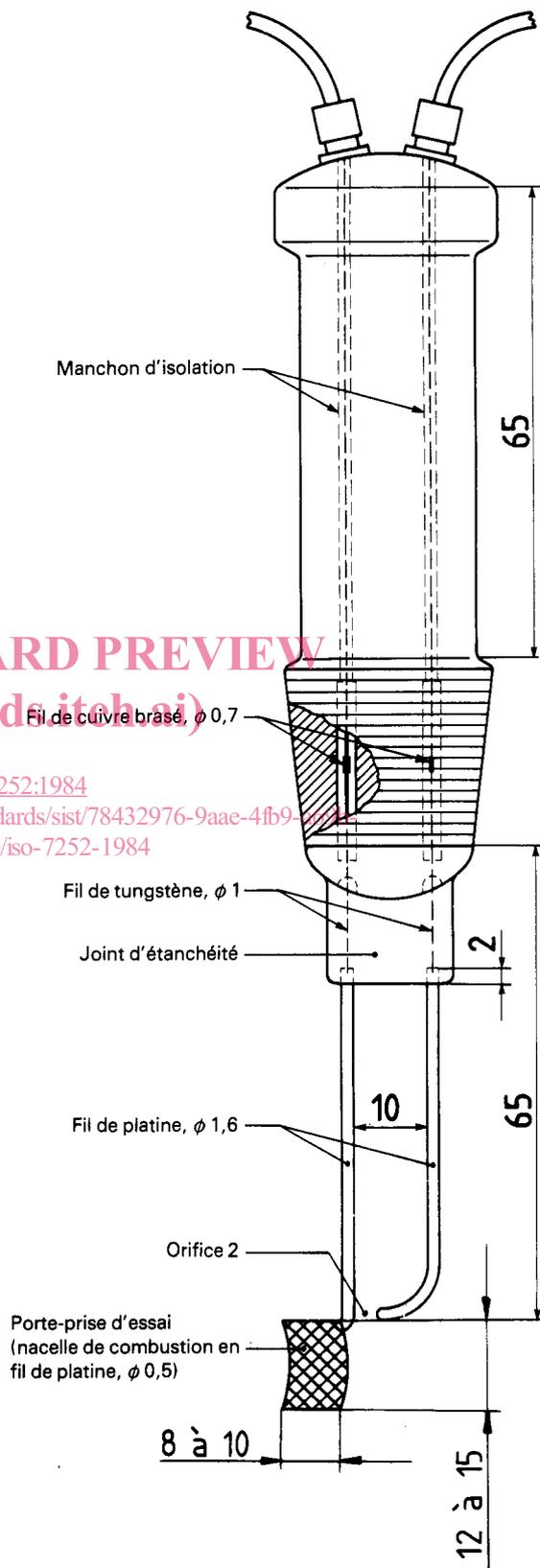


Figure 1 – Adaptateur de combustion

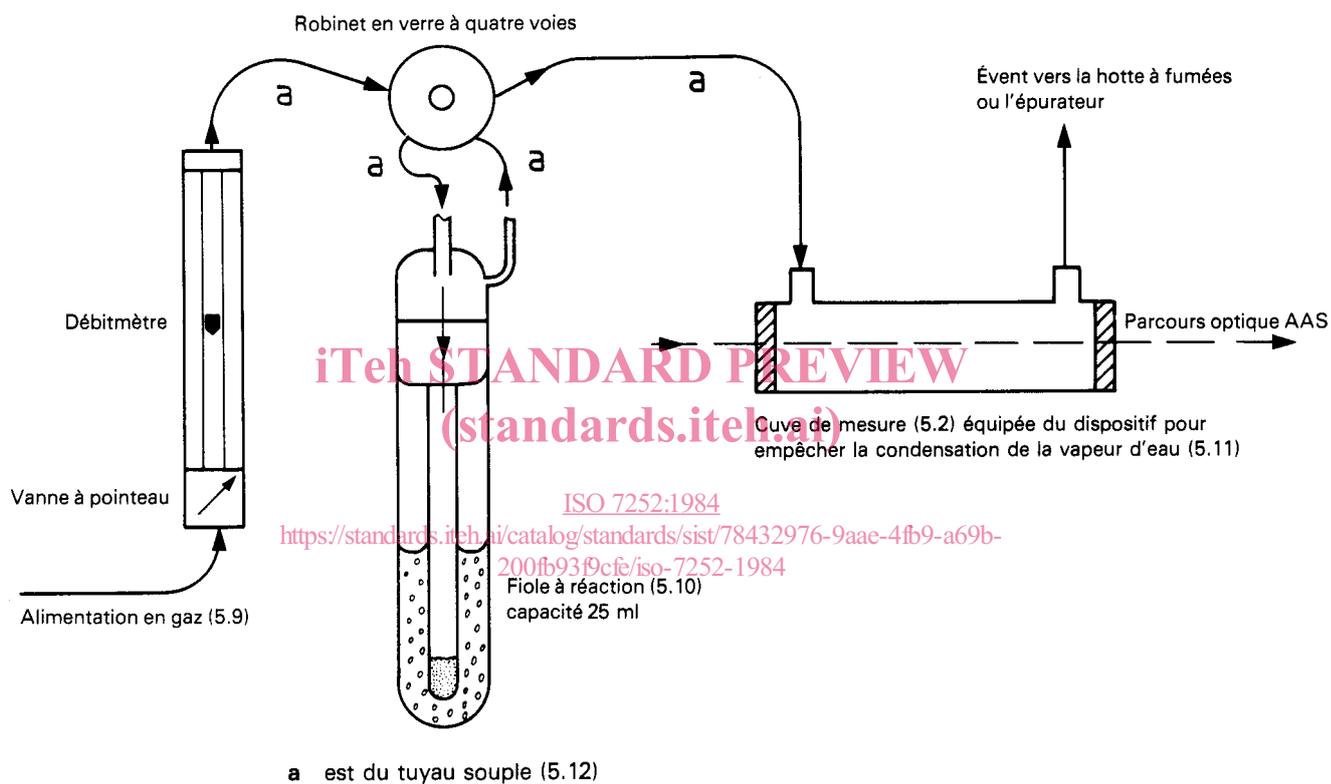


Figure 2 — Exemple d'appareil pour le dosage du mercure par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

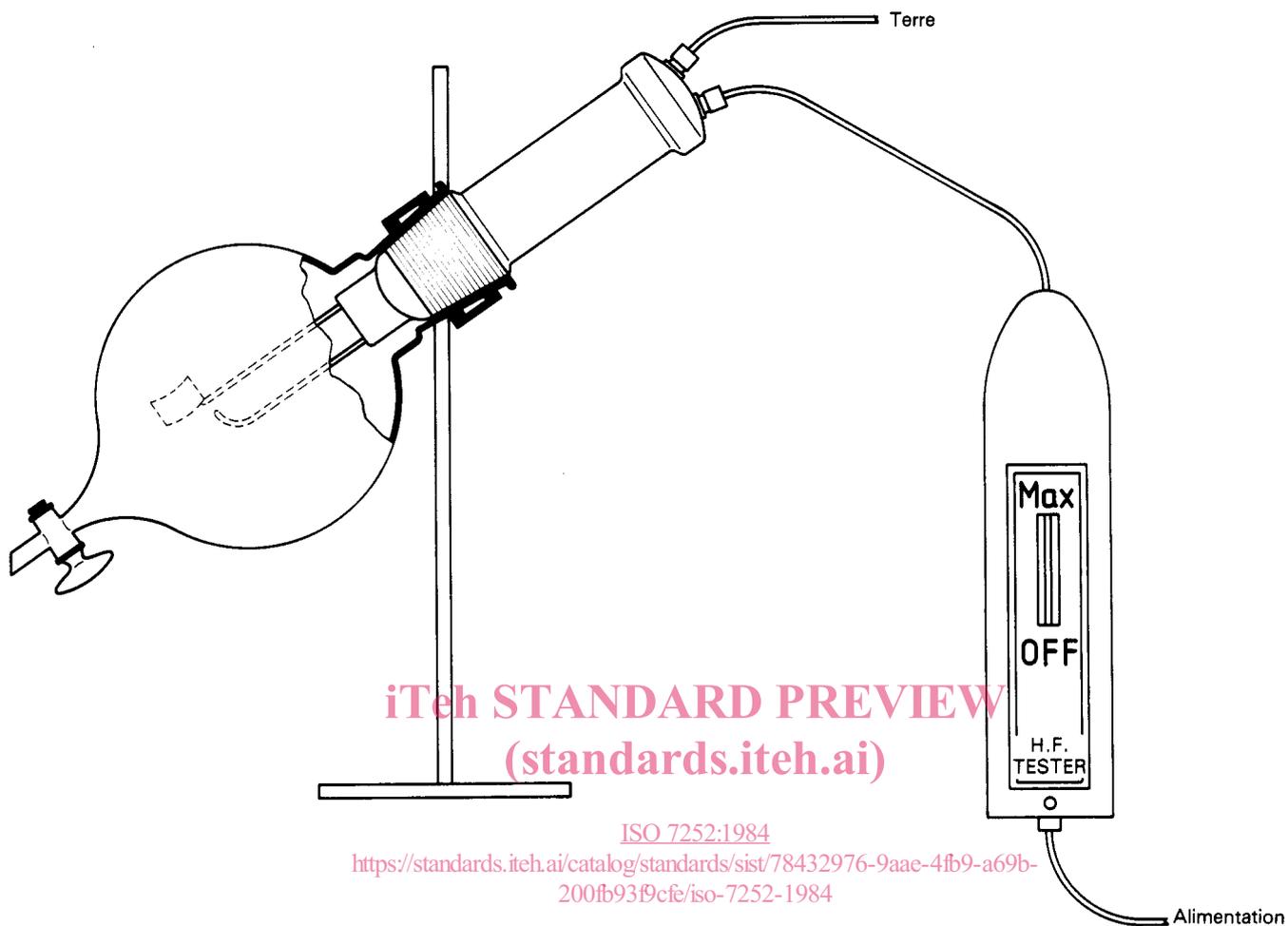


Figure 3 – Vue générale de l'appareillage de combustion