

NORME
INTERNATIONALE

ISO
3549

Deuxième édition
1995-11-15

**Pigments à base de poussière de zinc pour
peintures — Spécifications et méthodes
d'essai**

iTeh STANDARD PREVIEW
Zinc dust pigments for paints — Specifications and test methods
(standards.iteh.ai)

[ISO 3549:1995](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb5dd5a7-a7ce-4de0-8252-7e7fbd263b20/iso-3549-1995>



Numéro de référence
ISO 3549:1995(F)

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3549 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 35, *Peintures et vernis*, sous-comité SC 2, *Pigments et matières de charge*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eb5dd5a7-a7ce-4de0-8252-7e7fbd263b20/iso-3549-1995>

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 3549:1976), dont elle constitue une révision technique.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Pigments à base de poussière de zinc pour peintures — Spécifications et méthodes d'essai

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale fixe des prescriptions et les méthodes d'essai correspondantes des pigments à base de poussière de zinc convenant à l'usage pour les revêtements protecteurs.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 594-1:1986, *Assemblages coniques à 6 % (Luer) des seringues et aiguilles et de certains autres appareils à usage médical — Partie 1: Spécifications générales.*

ISO 842:1984, *Matière première pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1 pigment à base de poussière de zinc: Fine poudre grise, formée de particules essentiellement sphéroïdales, composée principalement de zinc métallique.

NOTE 1 Les poussières de zinc pigmentaires peuvent varier, par exemple, dans leur teneur en zinc métal, leur pureté chimique, la forme des particules, la répartition granulométrique, les diamètres moyen et maximal, etc. Toutes ces variations sont susceptibles d'avoir une influence sur le comportement de la poussière de zinc dans la peinture, notamment sur les paramètres tels que la dispersibilité, la finesse de broyage, la réactivité et la conductibilité électrique et les propriétés de tassement.

4 Caractéristiques requises et leurs tolérances

4.1 Pour les pigments à base de poussière de zinc satisfaisant à la présente Norme internationale, les prescriptions essentielles sont indiquées dans les tableaux 1 et 2.

4.2 Les prescriptions pour d'autres propriétés physiques (surface enveloppe, répartition granulométrique, etc.) et pour le choix du pigment de référence auquel ces propriétés se réfèrent doivent faire l'objet d'un accord entre les parties intéressées.

4.3 Le pigment de référence doit aussi satisfaire aux prescriptions indiquées dans les tableaux 1 et 2.

5 Échantillonnage

Prélever un échantillon représentatif du produit à essayer, selon l'ISO 842.

AVERTISSEMENT — L'échantillon ne doit en aucun cas être séché avant l'essai, et aucune partie de l'échantillon non utilisée ne doit être remise dans le récipient à échantillon après manipulation.

Tableau 1 — Composition du pigment de poussière de zinc

Caractéristique	Unité	Prescription	Méthode d'essai
Teneur totale en zinc	% (m/m)	98 min.	Voir article 7
Teneur en zinc métal	% (m/m)	94 min.	Voir article 8
Teneur en plomb (Pb)	% (m/m)	0,2 max.	Voir article 9
Teneur en cadmium (Cd)	% (m/m)	0,1 max.	Voir article 9
Teneur en fer (Fe)	% (m/m)	0,05 max.	Voir article 9
Teneur en arsenic (As)	% (m/m)	0,000 5 max.	Voir article 10
Teneur en chlorure (Cl)	% (m/m)	0,005 max.	Voir article 11
Matières insolubles dans l'acide	% (m/m)	0,05 max.	Voir article 12

NOTE — Si la teneur en oxyde de zinc est requise, celle-ci peut être calculée en multipliant la différence entre la teneur totale en zinc et la teneur en zinc métal par 1,244 7.

Tableau 2 — Refus sur tamis

Dimension nominale de l'ouverture du tamis µm	Refus sur tamis % (m/m)	Méthode d'essai
125	0,01 max.	Voir article 6
90	0,1 max.	Voir article 6
45	5 max.	Voir article 6

6 Détermination du refus sur tamis

6.1 Principe

Une prise d'essai appropriée de l'échantillon est tamisée sur un appareil à jet d'air équipé de tamis d'ouvertures nominales de maille de 45 µm, 90 µm et 125 µm. Le résidu sur chacun de ces tamis est déterminé.

6.2 Appareillage

6.2.1 Tamis, circulaires, avec une surface utile de 200 mm de diamètre et avec des ouvertures nominales de maille de 45 µm, 90 µm et 125 µm, satisfaisant à l'ISO 565. Le tamis doit être couvert d'un couvercle transparent pendant l'utilisation.

6.2.2 Appareil de tamisage à jet d'air (voir figure 1), constitué d'un boîtier cylindrique qui contient un tamis (voir 6.2.1). Il doit y avoir à la base du boîtier une ouverture (à laquelle est branché un extracteur) et une arrivée d'air pour permettre l'injection.

L'arrivée d'air est connectée à une buse tournant à une vitesse de 20 r/min à 25 r/min, et est composée d'un ajutage en forme de fente disposé radialement sous le tamis et très près de celui-ci (voir figure 1). Lorsque la buse tourne, elle souffle en continu de l'air à travers le tamis, ce qui empêche les particules de poudre de se déposer. L'air est extrait par l'ouverture prévue à cet effet, entraînant les particules les plus fines au travers du tamis. Le débit d'air est contrôlé par réglage de la fente de sortie.

La dépression à réaliser doit être au moins égale à 1 250 Pa.

6.2.3 Horloge (par exemple chronomètre), donnant le temps avec une précision d'au moins 1 s. Elle peut être équipée d'un interrupteur pour l'arrêt automatique de l'appareil de tamisage (6.2.2).

6.2.4 Balance analytique, d'une capacité de pesée d'au moins 50 g, avec une précision d'au moins 1 mg.

6.2.5 Maillet, de construction légère avec tête en plastique, utilisable pour taper sur le couvercle de la tamiseuse afin de déloger la poudre collant au couvercle et au tamis.

6.2.6 Pinceau propre.

6.2.7 Nacelle en acier inoxydable.

6.3 Contrôle et nettoyage du tamis

Vérifier que le tamis est propre et intact, et qu'il n'est pas obstrué par de la matière restant d'une détermination antérieure. Pour effectuer cette inspection, il est recommandé de s'aider d'une loupe ayant un grossissement suffisant.

S'il est nécessaire de nettoyer le tamis, il est recommandé d'utiliser pour ce faire un système à ultrasons. Il est aussi possible de nettoyer le tamis en le retournant sur une feuille de papier propre, en frappant vigoureusement de façon à éliminer toute particule résiduelle.

6.4 Mode opératoire

Effectuer la détermination en double.

6.4.1 Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai d'environ 50 g (m_0).

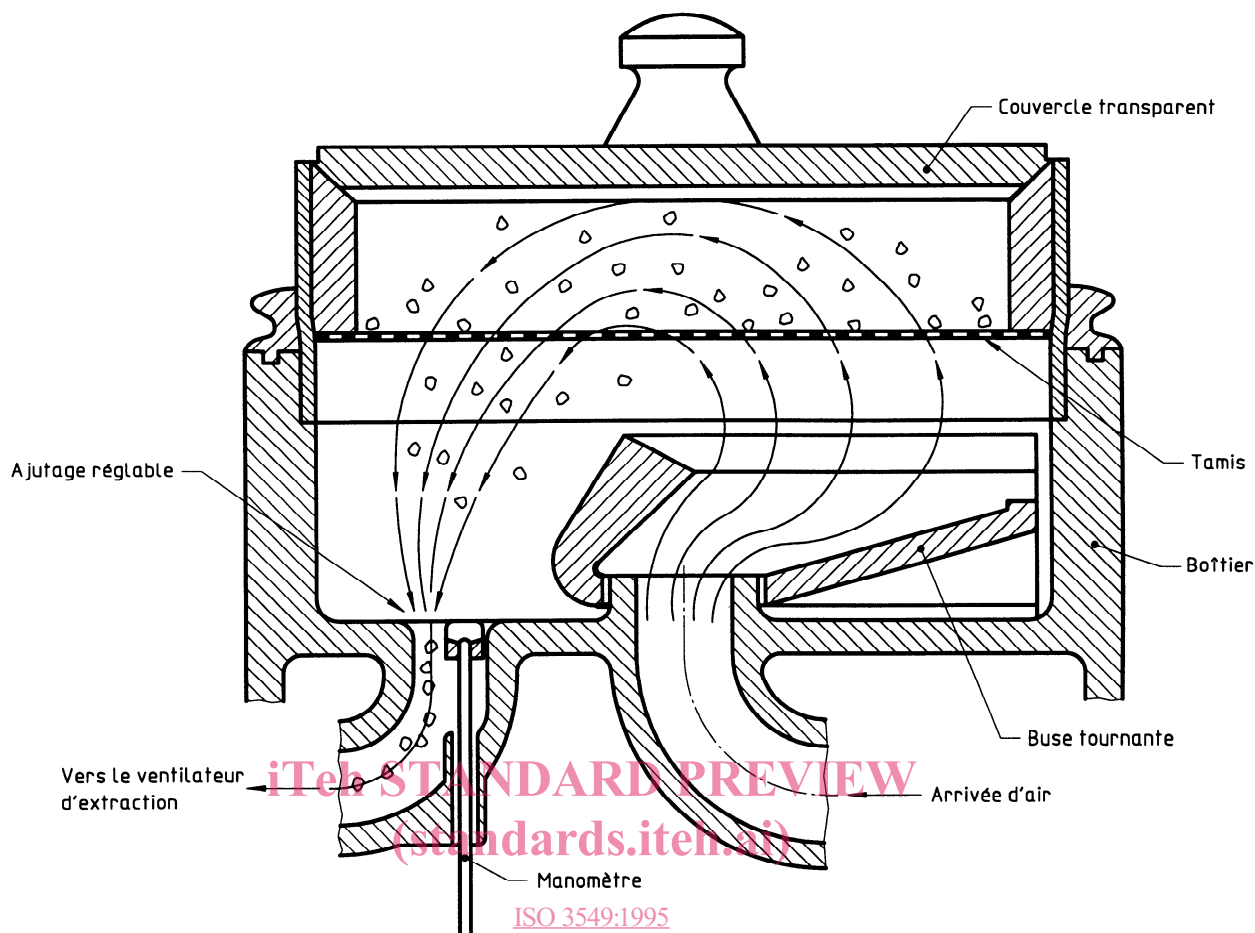


Figure 1 — Appareil de tamisage

6.4.2 Placer le tamis de 45 µm (6.2.1) en position dans l'appareil de tamisage (6.2.2) et transférer la prise d'essai sur le tamis.

6.4.3 Couvrir le tamis avec le couvercle transparent, mettre en marche le système d'aspiration d'air et l'appareil de tamisage (6.2.2), et, de temps à autre, taper légèrement le couvercle et le tamis avec le maillet (6.2.5) pour répartir la matière et déloger les particules adhérentes.

6.4.4 Après 120 s, arrêter l'appareil et enlever le couvercle transparent et le tamis. Recueillir le refus de tamisage en retournant le tamis sur une feuille de papier propre et frapper vigoureusement afin d'être sûr de récupérer toutes les particules.

6.4.5 Peser la nacelle en acier inoxydable (6.2.7) à 1 mg près (m_1). Transférer le résidu de tamisage dans la nacelle et peser à nouveau à 1 mg près (m_2).

6.4.6 Sur de nouvelles prises d'essai de 50 g d'échantillon, répéter les opérations décrites en 6.4.1 à 6.4.5 avec le tamis de 90 µm, et ensuite, avec le tamis de 125 µm.

6.5 Expression des résultats

Calculer le résidu sur chaque tamis, R , exprimé en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$R = \frac{(m_2 - m_1)}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de la nacelle en acier;

m_2 est la masse, en grammes, de la nacelle contenant le résidu de tamisage.

Si les deux résultats («jumeaux») pour chaque tamis considéré dans le tableau 2 diffèrent de plus de un dixième de la limite haute respectivement permise, répéter le mode opératoire.

Calculer la moyenne des deux résultats valables («répétitions») et consigner le résultat avec trois décimales pour le tamis de 125 µm, avec deux décima-

les pour le tamis de 90 µm, et avec une décimale pour le tamis de 45 µm.

7 Détermination de la teneur totale en zinc

7.1 Principe

Le zinc est titré à l'aide d'une solution d'EDTA.

7.2 Réactifs

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

7.2.1 Acide chlorhydrique, concentré, à 38 % (m/m) environ, $\rho \approx 1,19$ g/ml.

7.2.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

Diluer 200 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.2.1) à 1 litre avec de l'eau.

7.2.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.

Ajouter lentement, et en refroidissant, 1 partie en volume d'acide sulfurique concentré [à 96 % (m/m) environ, $\rho \approx 1,84$ g/ml] à une partie en volume d'eau.

7.2.4 Acide nitrique, concentré, à 68 % (m/m) environ, $\rho \approx 1,42$ g/ml.

7.2.5 Hydroxyde d'ammonium, à 25 % (m/m) environ, $\rho \approx 0,81$ g/ml.

7.2.6 Solution tampon.

Dissoudre 200 g de chlorure d'hydroxylammonium (NH₂OH,HCl) dans environ 300 ml d'eau. Dissoudre 28 g d'hydroxyde de sodium dans environ 300 ml d'eau. Réunir les deux solutions, refroidir et diluer à 1 litre avec de l'eau.

7.2.7 Acide (éthylène dinitrilo)tétracétique (EDTA), sel disodique dihydraté, solution titrée.

7.2.7.1 Préparation

Peser, à 1 mg près, environ 20 g de sel disodique dihydraté d'EDTA, dissoudre dans de l'eau et compléter à 1 litre avec de l'eau. Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

7.2.7.2 Étalonnage

Peser, à 1 mg près, environ 1,5 g de zinc métal pur à 99,99 % (masse m_0) dans un bécher de 250 ml. Dissoudre dans 20 ml d'acide chlorhydrique (7.2.1) et

ajouter 1 ml ou 2 ml d'acide nitrique (7.2.4). Après dissolution complète, transférer quantitativement dans une fiole jaugée de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Pipetter 50 ml de la solution de zinc dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 200 ml d'eau et 3 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromothymol (7.2.9), puis ajouter la solution d'hydroxyde d'ammonium (7.2.5) goutte à goutte jusqu'à ce que la couleur vire au bleu. Ajouter ensuite l'acide chlorhydrique dilué (7.2.2) jusqu'au retour de la couleur jaune. Ajouter finalement 20 ml de la solution tampon (7.2.6) et 3 gouttes de la solution d'indicateur au xylénol-orange (7.2.8) et titrer avec la solution d'EDTA préparée en 7.2.7.1 jusqu'à ce que la couleur rouge vire au jaune pâle.

Calculer l'équivalent en zinc de la solution d'EDTA, $\rho(\text{Zn})$, exprimé en grammes par millilitre (c'est-à-dire la masse, en grammes, de zinc qui est complexée par 1 ml de solution d'EDTA), à l'aide de l'équation

$$\rho(\text{Zn}) = \frac{m_0 \times 50}{500 \times V_0}$$

$$= \frac{m_0}{10 \times V_0}$$

où

ISO 3549:1995

m_0 est la masse, en grammes, de zinc métallique utilisée;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution d'EDTA utilisé pour le titrage.

Répéter trois fois le titrage, et calculer la valeur moyenne de l'équivalent en zinc, $\rho(\text{Zn})$, en grammes par millilitre.

7.2.8 Xylénol-orange, solution d'indicateur à 1 g/l de son sel de sodium dans l'eau.

7.2.9 Bleu de bromothymol, solution d'indicateur à 1 g/l dans de l'éthanol à 96 % (V/V).

7.3 Mode opératoire

7.3.1 Prise d'essai

Peser, à 1 mg près, 1,5 g de l'échantillon (m_1) dans un bécher de 250 ml.

7.3.2 Détermination

Effectuer la détermination en double.

Dissoudre la prise d'essai dans 20 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.2.1) et ajouter 1 ml ou 2 ml d'acide nitrique (7.2.4) pour s'assurer que tout le plomb présent est dissous. Ajouter 5 ml d'acide sul-

furique (7.2.3) et évaporer jusqu'à formation d'épaisse fumée blanche. Refroidir, puis ajouter 100 ml d'eau, faire bouillir un court moment, et laisser reposer jusqu'au jour suivant.

Filtrer la solution sur un creuset à plaque en verre fritté ou en silice frittée (porosité P 40), laver le bécher et le creuset, recueillir les filtrats dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

Pipetter 50 ml de la solution dans une fiole conique de 500 ml. Ajouter 200 ml d'eau et 3 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromothymol (7.2.9), puis ajouter goutte à goutte la solution d'hydroxyde d'ammonium (7.2.5) jusqu'à ce que la couleur vire au bleu. Ajouter ensuite l'acide chlorhydrique dilué (7.2.2) jusqu'au retour de la couleur jaune. Finalement, ajouter 20 ml de la solution tampon (7.2.6), 3 gouttes de la solution d'indicateur au xylénol-orange (7.2.8) et titrer avec la solution d'EDTA (7.2.7) jusqu'à ce que la couleur rouge vire au jaune pâle.

7.4 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en zinc, $w(\text{Zn})_t$, exprimée en pourcentage, en masse, à l'aide de l'équation

$$w(\text{Zn})_t = \frac{1\,000 \times V_1 \times \rho(\text{Zn})}{m_1}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$\rho(\text{Zn})$ est l'équivalent en zinc, en grammes par millilitre, de la solution d'EDTA;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA utilisé.

Si les deux résultats («jumeaux») diffèrent de plus de 0,5 % (*m/m*), répéter le mode opératoire.

Calculer la valeur moyenne des deux résultats valables («répétitions») et consigner le résultat à la première décimale.

8 Détermination de la teneur en zinc métal

8.1 Principe

Une solution de sulfate de fer(III) et une solution de sulfate de cuivre(II) utilisée comme catalyseur sont ajoutées à la prise d'essai du pigment à base de poussière de zinc. Le zinc est dissous sous forme de sulfate de zinc et le sulfate de fer(II) résultant est titré avec une solution de permanganate de potassium.

8.2 Réactifs et produits

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

8.2.1 Azote, qualité commerciale, en bouteille.

8.2.2 Acide orthophosphorique, à 85 % (*m/m*) environ, $\rho \approx 1,71$ g/ml.

8.2.3 Acide sulfurique, dilué 1 + 19.

Ajouter lentement, et en refroidissant, 1 partie en volume d'acide sulfurique concentré [à 96 % (*m/m*) environ, $\rho \approx 1,84$ g/ml] à 19 parties en volume d'eau.

8.2.4 Sulfate de cuivre(II), solution.

Dissoudre 200 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans 1 litre d'eau.

8.2.5 Sulfate de fer(III), solution saturée.

Dissoudre aussi complètement que possible 330 g de sulfate de fer(III) [$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$] dans 1 litre d'eau froide. Chauffer jusqu'à dissolution complète. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante, puis filtrer.

8.2.6 Permanganate de potassium, solution titrée, $c(\text{KMnO}_4) \approx 0,06$ mol/l.

8.2.6.1 Préparation

Peser 20 g de permanganate de potassium (KMnO_4) dans un ballon de 3 litres ou 4 litres et ajouter 2 litres d'eau. Faire bouillir pendant 1 h, laisser refroidir et laisser au repos jusqu'au jour suivant.

Décanté à travers un filtre en laine de verre ou un filtre en verre fritté de porosité 0,5 μm dans une fiole jaugée à un trait de 2 000 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Transférer dans une bouteille en verre brun munie d'un bouchon rodé.

8.2.6.2 Étalonnage

Peser, à 1 mg près, 0,72 g d'oxalate de sodium (qui a été séché pendant 1 h à 105 °C) dans une fiole conique de 500 ml. Dissoudre dans approximativement 200 ml d'acide sulfurique dilué (8.2.3).

Chauffer jusqu'au point d'ébullition et titrer avec la solution de permanganate de potassium préparée en 8.2.6.1 jusqu'à ce qu'une couleur rose apparaisse.

Calculer la concentration de la solution de permanganate de potassium, $c(\text{KMnO}_4)$, exprimée en moles par litre, à l'aide de l'équation

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2 \times m_0}{5 \times V_0 \times M_{\text{ox}}} \times 1000$$

où

m_0 est la masse, en grammes, d'oxalate de sodium utilisée;

V_0 est le volume, en millilitres, de solution de permanganate de potassium utilisé pour le titrage;

M_{ox} est la masse molaire, en grammes par mole, de l'oxalate de sodium ($M_{\text{ox}} = 134,00 \text{ g/mol}$).

Réaliser trois fois le titrage et calculer la valeur moyenne de la concentration de permanganate de potassium dans la solution, \bar{c} , en moles par litre.

Réaliser cet étalonnage juste avant d'utiliser la solution.

8.3 Mode opératoire

Réaliser la détermination en double et aussi rapidement que possible, S'assurer de ce que la fiole est gardée fermée autant que faire se peut.

8.3.1 Prise d'essai

Prendre une fiole conique sèche de 750 ml et la remplir avec de l'azote (8.2.1). Boucher la fiole soigneusement avec un bouchon en caoutchouc. Peser, à 0,1 mg près, environ 0,4 g d'échantillon et le laver rapidement dans la fiole avec 4 ml ou 5 ml d'eau à l'aide d'un jet de pissette. Replacer immédiatement le bouchon en caoutchouc. Empêcher autant que possible la formation d'agglomérats en agitant régulièrement.

8.3.2 Détermination

Ajouter dans la fiole 10 ml de la solution de sulfate de cuivre(II) (8.2.4) et agiter vigoureusement pendant 1 min environ pour éviter la formation d'agglomérats. Puis, à l'aide d'une pipette, laver le col de la fiole pour détacher toute particule métallique avec 50 ml de solution de sulfate de fer(III) (8.2.5), laquelle a été préalablement désoxygénée par le passage dans la solution d'un courant d'azote (8.2.1) pendant 10 min.

Laisser reposer la fiole, agiter fréquemment jusqu'à dissolution complète. Cela prend de 15 min à 30 min.

Lorsque la dissolution est complète, ajouter 20 ml d'acide orthophosphorique (8.2.2) et 200 ml d'acide sulfurique dilué (8.2.3) et titrer immédiatement avec la solution de permanganate de potassium (8.2.6) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose pâle (volume de solution de permanganate de potassium utilisé: V_1).

Effectuer un essai à blanc sans la prise d'essai (volume de solution de permanganate utilisé: V_2).

8.4 Expression des résultats

Calculer la teneur en zinc métal, $w(\text{Zn})_m$, exprimée en pourcentage en masse, à l'aide de l'équation

$$w(\text{Zn})_m = \frac{5 (V_1 - V_2) \times \bar{c} \times M_{\text{Zn}} \times 100}{2 m_1 \times 1000}$$

$$= 16,34 \times \frac{(V_1 - V_2) \times \bar{c}}{m_1}$$

où

\bar{c} est la concentration moyenne, en moles par litre, de la solution de permanganate de potassium;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé dans la détermination;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium utilisé dans l'essai à blanc;

M_{Zn} est la masse molaire, en grammes par mole, du zinc ($M_{\text{Zn}} = 65,37 \text{ g/mol}$).

Si les deux résultats («jumeaux») diffèrent de plus de 0,5 % (m/m), répéter le mode opératoire.

Calculer la moyenne de deux résultats valables («répétitions») et consigner le résultat à la première décimale.

9 Détermination de la teneur en plomb, en cadmium et en fer

9.1 Principe

La solution de dosage est aspirée à l'intérieur d'une flamme acétylène/air dans un spectromètre d'absorption atomique, et l'absorption est mesurée à des raies d'émission spectrale sélectionnées émises par des lampes à cathode creuse ou des lampes à décharge sans électrode.

9.2 Réactifs et produits

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

9.2.1 Acide nitrique, concentré, à 68 % (m/m) environ, $\rho \approx 1,42$ g/ml.

9.2.2 Plomb métallique, à 99,99 % (m/m) de pureté minimale.

9.2.3 Cadmium métallique, à 99,99 % (m/m) de pureté minimale.

9.2.4 Fer métallique, à 99,99 % (m/m) de pureté minimale.

9.2.5 Zinc métallique, à 99,999 9 % (m/m) de pureté minimale.

9.2.6 Plomb, cadmium et fer, solution mère étalon contenant 1 g de chacun des métaux par litre.

Peser, à 0,1 mg près, 1 g de cadmium (9.2.3) et 1 g de fer (9.2.4) dans un bécher de 500 ml. Dissoudre les métaux dans environ 20 ml d'acide nitrique concentré (9.2.1), en chauffant, après avoir couvert avec un verre de montre. Après dissolution complète, ajouter environ 40 ml d'eau. Peser, à 0,1 mg près, 1 g de plomb (9.2.2) et l'introduire dans le bécher. Chauffer à nouveau pendant quelques minutes et, après dissolution complète, chauffer à ébullition et laisser bouillir doucement pendant environ 5 min. Laisser refroidir à la température ambiante, puis transférer quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de plomb, de cadmium et de fer.

9.2.7 Plomb, cadmium et fer, solution étalon contenant 50 mg de chacun des métaux par litre.

À l'aide d'une pipette, transférer 25 ml de la solution mère étalon (9.2.6) dans une fiole jaugée à un trait de 500 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 50 µg de plomb, de cadmium et de fer.

9.2.8 Plomb, cadmium et fer, solutions d'étalonnage.

Ces solutions diluées ne doivent plus être utilisées après un stockage de plus de 1 mois.

9.2.8.1 Pour l'étalonnage dans la gamme 0,000 1 % à 0,01 %

Peser, à 10 mg près, 10 g de zinc (9.2.5) dans cinq béchers de 300 ml. À l'aide de pipettes, introduire dans ces béchers respectivement 0 ml, 2 ml, 6 ml,

10 ml et 20 ml de la solution étalon (9.2.7). Dissoudre le zinc dans environ 50 ml d'acide nitrique concentré (9.2.1), en couvrant les béchers avec des verres de montre. Après dissolution complète, chauffer jusqu'à début d'ébullition, puis laisser refroidir jusqu'à température ambiante, et transférer quantitativement dans des fioles jaugées à un trait de 100 ml. Compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et transvaser dans des bouteilles en polyéthylène, qui sont maintenues hermétiquement fermées pendant le stockage.

Ces cinq solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0 mg, 1 mg, 3 mg, 5 mg et 10 mg de plomb, de cadmium et de fer par litre.

9.2.8.2 Pour l'étalonnage dans la gamme 0,01 % à 1 %

Pipetter respectivement 0 ml, 2 ml, 6 ml, 10 ml et 20 ml de la solution étalon (9.2.7) dans cinq fioles jaugées à un trait de 100 ml. Ajouter dans chacune environ 10 ml d'acide nitrique concentré (9.2.1) et compléter au volume avec de l'eau, homogénéiser et transvaser dans des bouteilles en polyéthylène, qui sont maintenues hermétiquement fermées pendant le stockage.

Ces cinq solutions d'étalonnage contiennent respectivement 0 mg, 1 mg, 3 mg, 5 mg et 10 mg de plomb, de cadmium et de fer par litre.

9.2.9 Acétylène, de qualité commerciale, dans une bouteille.

9.3 Appareillage

Matériel et verrerie courants de laboratoire, ainsi que le matériel suivant:

9.3.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé de lampes à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode pour plomb, cadmium et fer, et d'un ensemble nébuliseur-brûleur alimenté avec de l'acétylène et de l'air.

9.3.2 Bouteilles en polyéthylène, de 500 ml, avec fermeture double.

9.4 Mode opératoire

9.4.1 Prise d'essai

Détermination dans la gamme de 0,000 1 % à 0,01 %: peser, à 1 mg près, 10 g de l'échantillon.

Détermination dans la gamme de 0,01 % à 1 %: peser, à 1 mg près, 1 g de l'échantillon.