

## Mercure M-119

**Prélèvement :** Actif sur tube de charbon actif

**Analyse :** spectrométrie d'absorption atomique sans flamme

**Données de validation** \_\_\_\_\_ Validation non disponible

**Numéro de la méthode** \_\_\_\_\_ M-119

**Ancien numéro de fiche** \_\_\_\_\_ 024

### Substances

#### Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
Mercure	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ M2</li> <li>■ R1B</li> <li>■ R2</li> </ul>	CMR-INRS	FT Mercure

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire
Mercure	7439-97-6	Hg	200,59

Substance
Mercure

#### Famille de substances

- METALLOIDES
- METAUX

#### Principe et informations

Cette méthode permet de prélever et de déterminer le mercure total sous toutes ses formes (vapeur métallique, composés minéraux et organiques).

Le mercure est piégé par adsorption sur charbon actif. Pour l'analyse, il est désorbé sous courant d'azote à 500°C, et solubilisé en milieu oxydant acide. Le mercure II obtenu est analysé par absorption atomique de la vapeur froide.

### Principe de prélèvement et d'analyse

**Etat physique** \_\_\_\_\_ Gaz et vapeurs

**Type de prélèvements** \_\_\_\_\_ Actif

**Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement** <sup>1</sup>

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

**Nom du dispositif** \_\_\_\_\_ tube de charbon actif

**Technique analytique** \_\_\_\_\_ SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE SANS FLAMME

### Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif	Concentration minimum	Concentration maximum	Volume prélevé
Mercure	0,18 µg	408 µg	0,003 mg/m <sup>3</sup>	1,7 mg/m <sup>3</sup>	60 à 240 L

## Liste des réactifs

- ACIDE NITRIQUE
- ACIDE SULFURIQUE
- CHLORURE STANNEUX
- DICHROMATE DE POTASSIUM
- EAU
- HYDROXYLAMMONIUM CHLORURE
- PERMANGANATE DE POTASSIUM
- SOLUTION ETALON 1g/L

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire <sup>2</sup>

<sup>2</sup><http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

## Méthode de prélèvement

### Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs<sup>3</sup>

<sup>3</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

Nombre d'éléments (dispositifs) composant le dispositif en série \_\_\_\_\_ 1

### Dispositif de prélèvement

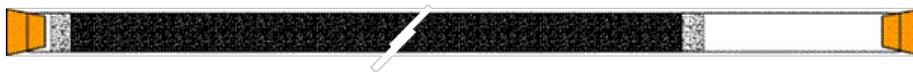
Type de dispositif \_\_\_\_\_ ■ TUBE 200 mm diam 8 mm

Support ou substrat de collecte \_\_\_\_\_ ■ CHARBON ACTIF

#### Préparation du substrat :

Les tubes sont en verre PYREX. Entre deux tampons de laine de quartz, remplir le tube de 14 cm de charbon actif. Quand les tubes sont utilisés pour la première fois il doivent être purifiés par séchage à l'étuve à 105°C durant une nuit puis chauffés à 500°C sous courant d'azote dans un four tubulaire jusqu'à élimination totale du mercure. La diminution est suivie par un analyseur de mercure relié au tube. Après refroidissement les tubes sont conservés bouchés.

#### Commentaires, conseils, consignes :



## Conditions de prélèvement

### Plage de débit

Débit mini (L/min) \_\_\_\_\_ 0,500

Débit maxi (L/min) \_\_\_\_\_ 1

Temps de prélèvement maximum en heures \_\_\_\_\_ 4

### Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit de 1 à 3 L/min

### Conditionnement particulier

Choix conditionnement particulier \_\_\_\_\_ autre

#### Description :

Éviter le stockage des tubes prélevés à proximité de toute source potentielle de mercure.

### Compléments

Lors de la préparation des tubes, le charbon actif (diamètre 0,5 à 0,75 mm) ne doit pas être tassé pour éviter une perte de charge trop importante.

Remarque : Tous les éléments composant les tubes doivent résister au chauffage à 500°C. Les tubes seront gravés ou repérés à l'aide d'un marqueur résistant au chauffage.

### Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise<sup>4</sup>

<sup>4</sup> <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation.pdf>

## Méthode d'analyse

### Principe général de l'analyse en laboratoire<sup>5</sup>

<sup>5</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

### Préparation de l'analyse

**Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :**

Les tubes prélevés, conservés à température ambiante, sont stables au moins un mois.

Nombre d'étapes de préparation \_\_\_\_\_ 1

**1 étape de préparation :**

Etape de préparation n° 1

Désorption thermique \_\_\_\_\_ oui

**Description****Préparation des réactifs**

Tous les réactifs sont préparés extemporanément et ne peuvent se conserver, l'atmosphère étant source de pollution.

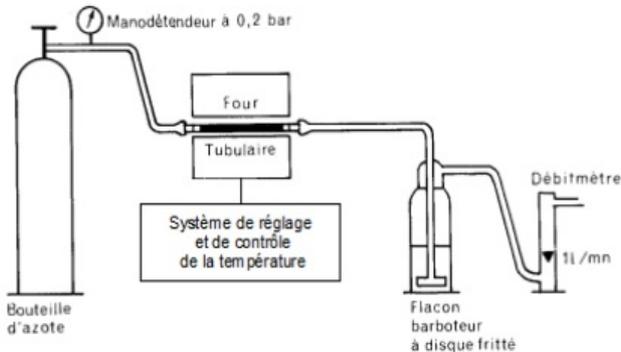
- Solution de permanganate de potassium saturée (la solubilité de  $\text{KMnO}_4$  à  $20^\circ\text{C}$  est de 6,38 g pour 100 mL d'eau).
- Solution d'acide nitrique (1+1) dans l'eau.
- Solution d'hydroxylammonium chloruré à 1,5 % dans l'eau.
- Solution d'acide sulfurique (1+1) dans l'eau.
- Solution de chlorure stanneux à environ 10 % dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 5 % (solubiliser d'abord le chlorure stanneux dans HCl concentré et compléter avec de l'eau). Purifier cette solution par barbotage d'azote jusqu'à ce que le mercure contenu soit totalement éliminé.
- Solution standard de mercure à 1 g/L.

**Désorption**

La désorption est réalisée dans un four tubulaire ouvrant, longueur utile 200 mm, température du four  $500 \pm 20^\circ\text{C}$ .

Les vapeurs de mercure sont récupérées dans des barboteurs 250 mL à disque fritté de diamètre 30 mm.

Montage utilisé pour désorber les tubes prélevés ou tubes vierges à  $500^\circ\text{C}$  sous courant d'azote



- Le mercure est désorbé du charbon actif par chauffage du tube à  $500^\circ\text{C}$  sous courant d'azote à 1 L/min durant 20 minutes environ.
- Il est envoyé vers un barboteur contenant de l'eau (environ 60 mL), 5 mL  $\text{HNO}_3$  (1 + 1), 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 + 1), et de 10 gouttes de  $\text{KMnO}_4$  en solution saturée. Porter le tube à  $500^\circ\text{C}$  pendant 20 minutes, puis le laisser refroidir en maintenant le courant d'azote. Quand le tube est froid, transvaser le contenu du barboteur, sans oublier de le rincer, dans une fiole et jauger avec de l'eau.

**Remarques :**

- Cette méthode de désorption permet de réutiliser les tubes de charbon actif pour d'autres prélèvements. En cas de concentration très élevée en mercure, une deuxième désorption est conseillée. Les tubes devront être stockés dans un endroit exempt de mercure. Vérifier un tube vierge avant analyse.
- Traiter les échantillons servant de blanc de laboratoire et de blanc de terrain de la même façon.

**1 condition analytique :**

Condition analytique n° 1

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique \_\_\_\_\_ ■ SPECTROMETRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE SANS FLAMME

**Commentaires, conseils ou conditions particulières :**

Système d'absorption atomique sans flamme avec lampe à vapeur de mercure et cellule à fenêtres en quartz. Détection à 253,7 nm.

## Étalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

### Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants<sup>6</sup>

<sup>6</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etallonnage.pdf>

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

#### Commentaires :

#### Étalonnage

- Préparer une solution étalon intermédiaire à 1 µg/mL par dilution de l'étalon de mercure à 1 g/L dans une solution oxydante contenant 1 % de dichromate de potassium et 5 % d'acide sulfurique. Cette solution permet de stabiliser le mercure.
- Prélever des quantités aliquotes de 100 à 1000 µL de cette solution et les traiter comme les solutions de désorption.
- Analyser les solutions et tracer la droite d'étalonnage : densité optique en fonction de la quantité de mercure présente dans la solution (en µg).

#### Dosage

- Diluer une quantité aliquote de la solution de désorption dans un volume d'eau connu (en général de l'ordre de 100 mL).
- Ajouter ensuite dans l'ordre 5 gouttes de  $\text{KMnO}_4$  saturé, 5 mL  $\text{HNO}_3$  (1 + 1), 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1 + 1), 5 mL  $\text{NH}_2\text{OH}$ , HCl 1,5 % puis, quand la solution est décolorée, 5 mL  $\text{SnCl}_2$  10 %.
- Boucher rapidement le flacon, le mercure libéré est entraîné vers la cellule de l'analyseur.
- Analyser de la même façon les solutions de désorption des tubes servant de blanc de laboratoire et blanc de terrain.
- Si la quantité de mercure dépasse la valeur du point haut de l'étalonnage (environ 1 µg), diminuer la prise d'essai. Si la concentration de mercure est très élevée (plusieurs dizaines de microgrammes), effectuer une deuxième désorption du tube, et analyser la solution obtenue. Ajouter le résultat de cette analyse à celui trouvé lors de la première désorption.

Remarque : Il est possible de remplacer la solution de chlorure stanneux par une solution de borohydrure de sodium réalisée en milieu basique (par exemple : 0,3 %  $\text{NaBH}_4$  ; 0,5 %  $\text{NaOH}$ ). Cette solution est stable une semaine à environ 5°C.

### Calcul de la concentration atmosphérique<sup>7</sup>

<sup>7</sup><http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

## Contacts

metropol@inrs.fr

## Bibliographie

- Le mercure. Prévention de l'hydrargyrisme. ED 546. Paris, INRS, 1982, 47 p.
- A. PELTIER - Contrôle de risque d'hydrargyrisme. Prélèvement et dosage du mercure organique. NS 18. Paris, INRS, 1979, 22 p.
- A. PELTIER, M. DEMANGE - Méthode de prélèvement et de dosage de vapeurs de mercure et de mercure urinaire. Cahiers de notes documentaires, 1977, 89, ND 1077, pp. 419-426.

## Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version	Paragraphes concernés
024	12/09/2000	Création.	
024/V01	2012	Révision de la terminologie (VLEP-8h, VLCT, dispositif de prélèvement et support de collecte, eau ultra-pure, blanc de terrain et blanc de laboratoire)	Tous
M-119/V01	Novembre 2015	Mise en ligne Prélèvement sur tube de charbon actif Analyse par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.	