

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Mercure	7439-97-6

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°

Désorption thermique _____ oui

Description

Préparation des réactifs

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

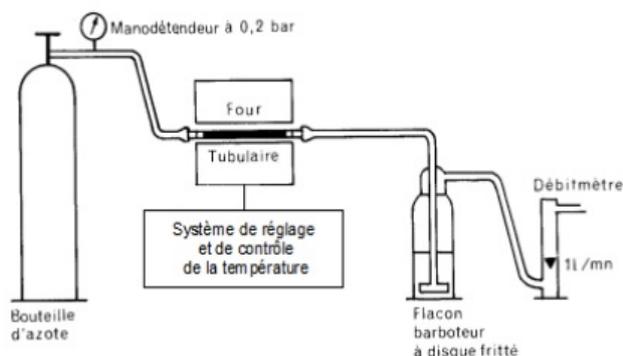
- Solution de permanganate de potassium saturée (la solubilité de KMnO_4 à 20°C est de 6,38 g pour 100 mL d'eau).
- Solution d'acide nitrique (1+1) dans l'eau.
- Solution d'hydroxylammonium chloruré à 1,5 % dans l'eau.
- Solution d'acide sulfurique (1+1) dans l'eau.
- Solution de chlorure stanneux à 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°C sous courant d'azote



- Le mercure est désorbé du charbon actif par chauffage du tube à 500°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 HNO_3 (1 + 1), 5 mL H_2SO_4 (1 + 1), et de 10 gouttes de KMnO_4 en solution saturée. Porter le tube à 500°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.

Condition analytique n°

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 polluants¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.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 KMnO_4 saturé, 5 mL HNO_3 (1 + 1), 5 mL H_2SO_4 (1 + 1), 5 mL NH_2OH , HCl 1,5 % puis, quand la solution est décolorée, 5 mL 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 % NaBH_4 ; 0,5 % NaOH). Cette solution est stable une semaine à environ 5°C.

Calcul de la concentration atmosphérique²

² <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :