

**PEINTURES ET PRODUITS ASSIMILES
DOSAGE DU PLOMB, CHROME ET CADMIUM
(METHODE PAR ABSORPTION ATOMIQUE)**

Page 1/4

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode a pour objet de décrire le mode opératoire permettant le dosage du plomb, du chrome et du cadmium dans les peintures : électrophorèses, de finition et intermédiaires (produits à l'état neuf). Elle s'applique à des concentrations de 0 à 1 % pour plomb et chrome et de 0 à 0,2 % pour cadmium. Si le produit contient des quantités supérieures de l'un ou l'autre élément, il suffit de diluer pour se retrouver dans les limites de l'étalonnage.

2.PRINCIPE

Après évaporation des solvants et minéralisation du produit, les éléments chrome, cadmium et plomb sont dosés par absorption atomique.

3.REACTIFS

3.1.ACIDE NITRIQUE

(pour analyses) $d = 1,38$.

3.2.ACIDE CHLORHYDRIQUE

(pour analyses) $d = 1,18$.

3.3.ACIDE PERCHLORIQUE

(pour analyses) $d = 1,67$.

3.4.BICHROMATE DE POTASSIUM

(pour analyses).

3.5.SOLUTIONS-MERES

3.5.1.SOLUTION DE PLOMB

Attaquer doucement sur bain de sable 500 mg de plomb à 99,9 % par 50 ml d'acide nitrique au 1/2. Ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique pour favoriser l'attaque. Après mise en solution complète, faire un volume dans une fiole jaugée de 500 ml.
 $1 \text{ ml} \rightarrow 1 \text{ mg Pb}$

3.5.2.SOLUTION DE CADMIUM

Attaquer doucement 500 mg de cadmium à 99,9999 % par 30 ml d'acide chlorhydrique au 1/2. Après mise en solution, faire un volume dans une fiole jaugée de 500 ml.
 $1 \text{ ml} \rightarrow 1 \text{ mg Cd}$

3.5.3.SOLUTION DE CHROME

Peser exactement 1,415 g de bichromate de potassium dans de l'eau distillée. Volumer à 500 ml.

4. APPAREILLAGE

4.1. MATERIEL COURANT DE LABORATOIRE

4.2. SPECTROMETRE D'ABSORPTION ATOMIQUE

5. MODE OPERATOIRE

5.1. PRECAUTIONS PRELIMINAIRES

Avant tout prélèvement, le produit à analyser doit être soigneusement homogénéisé. De plus, le solvant étant très volatil, la pesée doit se faire le plus rapidement possible.

5.2. MISE EN SOLUTION

Dans un bécher de 150 ml de poids m_1 (au mg près) introduire environ 1 g de produit.

Soit m_2 le nouveau poids du bécher (au mg près).

Le poids du produit m est égal à $(m_2 - m_1)$ g.

Evaporer pendant une heure environ sur bain de sable à 300 °C.

Après refroidissement, le bécher a un poids m_3 ,

d'où poids du solvant = $m_2 - m_3$

poids de l'extrait sec = $m_3 - m_1$

Attaquer alors l'extrait sec par 10 ml d'acide nitrique.

Aller à sec sur bain de sable.

Laisser refroidir.

Reprendre par un peu d'eau distillée, puis ajouter successivement 10 ml d'acide nitrique, 5 ml d'acide chlorhydrique et 5 ml d'acide perchlorique. Chauffer doucement sur bain de sable jusqu'à oxydation perchlorique, puis plus fortement sur plaque chauffante jusqu'à dégagement des fumées perchloriques du fond du bécher.

Refroidir. Reprendre par 30 ml d'eau distillée puis 20 ml d'eau régale (deux volumes d'HCl pour un volume d' HNO_3). Chauffer doucement sur bain de sable jusqu'à dissolution complète des sels.

Filtrer sur filtre de porosité moyenne dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter avec de l'eau distillée.

5.3. ETALONNAGE

Dans cinq fioles jaugées de 500 ml contenant au préalable 20 ml d'eau régale et 5 ml d'acide perchlorique, introduire des quantités de plomb et chrome allant de 0 à 10 mg et des quantités de cadmium allant de 0 à 2 mg. Un exemple d'étalonnage (qui n'est pas exclusif) est donné ci-dessous.

	Pb	Cd	Cr
A	0	2	10
B	1	1,5	5
C	3	1	3
D	5	0,5	0
E	10	0	1

5.4. MESURES

Le dosage se fait par absorption atomique.

Les conditions opératoires préconisées pour le PERKIN-ELMER "403" sont les suivantes :

Eléments à doser	Longueur d'onde (en nm)	Fente	Flamme	Débits (l/min)
Pb	217	4	air - acétylène	23 - 8
Cr	357,8	3	air - acétylène	23 - 8
Cd	228,8	4	air - acétylène	23 - 8

PEINTURES ET PRODUITS ASSIMILES - DOSAGE	D50 1593	3/4
---	-----------------	-----

Avant d'effectuer les mesures, faire les réglages nécessaires pour optimiser les solutions d'étalonnage et l'échantillon.

Rincer à l'eau distillée après le passage de chaque solution.

6.EXPRESSION DES RESULTATS

Tracer la courbe des densités optiques en fonction des quantités de chacun des éléments.

Lire la valeur de plomb, chrome et cadmium et en déduire le pourcentage de chacun d'eux en tenant compte des dilutions éventuelles faites au départ.

Le pourcentage de plomb par exemple sera donné par les formules :

$$\% \text{ plomb dans la peinture} = \frac{(\text{poids de Pb}) \cdot g.100}{(m_2 - m_1)}$$

$$\% \text{ plomb dans l'extrait sec} = \frac{(\text{poids de Pb}) \cdot g.100}{(m_3 - m_1)}$$

Le pourcentage de chrome et cadmium sera obtenu de la même façon.

7.REMARQUES

7.1 Cette méthode ne présente aucun risque si le mode opératoire est rigoureusement respecté.

7.2 Il est possible de doser de la même façon les éléments : Fe - Ca - Sr - Mo. Il suffit d'effectuer les étalonnages appropriés.

8.HISTORIQUE ET DOCUMENT CITES

8.1.HISTORIQUE

8.1.1.CREATION

- OR: 01/10/1978 - CREATION DE LA NORME.

8.1.2.OBJET DE LA MODIFICATION

- B: 12/02/1997 - REPRISE SOUS IDEM.
- C: 28/11/1997 - CORRECTION DE LA REPRISE SOUS IDEM.

8.2.DOCUMENTS CITES

8.2.1.DOCUMENTS PSA

8.2.1.1.Normes

8.2.1.2.Autres

8.2.2.DOCUMENTS EXTERIEURS

8.3.EQUIVALENT A :

8.4.CONFORME A :

8.5.MOTS CLEFS