

F. 97 — 2754

[C - 97/31438]

25 SEPTEMBRE 1997. — Arrêté du Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale réglant la gestion des déchets d'amalgame dentaire

Le Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale,

Vu la loi du 26 mars 1971 sur la protection des eaux de surface contre la pollution, notamment l'article 2, modifié par l'ordonnance du 30 juillet 1992;

Vu l'ordonnance du 7 mars 1991 relative à la prévention et à la gestion des déchets et notamment l'article 4, § 1^{er};

Vu l'avis du Conseil de l'Environnement du 1^{er} octobre 1996;

Vu l'urgence motivée par la circonstance que le délai d'application de la recommandation PARCOM 93/2 exigeant l'installation d'appareils destinés à séparer l'eau des amalgames dentaires, est dépassé depuis le 1^{er} janvier 1997;

Vu l'avis du Conseil d'Etat, donné le 1^{er} juillet 1997 en application de l'article 84, alinéa 1^{er}, 2^o des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat;

Sur proposition du Ministre qui a l'environnement dans ses attributions, et après en avoir délibéré,

Arrête :

Article 1^{er}. Pour l'application du présent arrêté, il faut entendre par :

1^o "cabinet dentaire" : cabinet regroupant un ou plusieurs praticiens de l'art dentaire, département de dentisterie dans les hôpitaux et centre de formation en dentisterie, à l'exception des cabinets qui pratiquent exclusivement l'orthodontie;

2^o "amalgame dentaire" : produit obtenu par la réaction d'un alliage avec une certaine quantité de mercure métallique, utilisé comme matériau d'obturation dans le secteur dentaire;

3^o "déchets d'amalgame dentaire" : particules d'amalgame dentaire obtenues lors de traitements dentaires, provenant de la bouche du patient ou constituées par des résidus de traitement ou de préparation et boues d'amalgame récoltées lors de la réalisation des opérations prescrites par l'article 4;

4^o "séparateur d'amalgame" : tout appareil pour la séparation des déchets d'amalgame dentaire des eaux usées des cabinets dentaires;

5^o "unité dentaire" : l'installation complète d'un cabinet dentaire.

Art. 2. § 1^{er}. Les déchets d'amalgame dentaire ne peuvent :

1^o être rejetés dans les égouts publics;

2^o être présentés à la collecte des immondices.

§ 2. Les déchets d'amalgame dentaire sont remis à un éliminateur agréé de déchets dangereux conformément à l'arrêté de l'Exécutif de la Région de Bruxelles-Capitale du 19 septembre 1991 réglant l'élimination des déchets dangereux.

L'éliminateur agréé est tenu d'assurer ou de faire assurer le recyclage des déchets d'amalgame.

Art. 3. § 1^{er}. Dans les cabinets dentaires, les déchets d'amalgame dentaire sont récupérés par un séparateur d'amalgame.

§ 2. Le principe de séparation du séparateur d'amalgame est basé sur la centrifugation, le cyclonage, la décantation et filtration, l'échange d'ions ou une combinaison de ces techniques.

Quelle que soit la technique utilisée, le séparateur d'amalgame ne peut laisser passer, en moyenne journalière, plus de 0,3 mg de mercure par litre d'eau filtrée.

N. 97 — 2754

[C - 97/31438]

25 SEPTEMBER 1997. — Besluit van de Regering van het Brussels Hoofdstedelijk Gewest tot regeling van het beheer van het tandamalgaamafval

De Brusselse Hoofdstedelijke Regering,

Gelet op de wet van 26 maart 1971 op de bescherming van de oppervlaktewateren en tegen verontreiniging, inzonderheid op artikel 2, gewijzigd door de ordonnantie van 30 juli 1992;

Gelet op de ordonnantie van 7 maart 1991 betreffende de preventie en het beheer van afvalstoffen, inzonderheid op artikel 4, § 1;

Gelet op het advies van de Raad voor het Leefmilieu van 1 oktober 1996;

Gelet op de hoogdringendheid gemotiveerd door het feit dat de termijn voor de toepassing van de aanbeveling PARCOM 93/2 waarbij de installatie van toestellen om het afvalwater van tandamalgaamafval te kunnen afscheiden verplicht wordt, sedert 1 januari 1997 verstreken is;

Gelet op het advies van de Raad van State, gegeven op 1 juli 1997 met toepassing van artikel 84, eerste lid, 2^o, van de gecoördineerde wetten op de Raad van State;

Op voorstel van de Minister bevoegd voor leefmilieu,

Na beraadslaging,

Besluit :

Artikel 1. Voor de toepassing van dit besluit moet worden verstaan onder :

1^o "tandartspraktijk" : praktijk met één of meer beoefenaars van de tandheelkunde, afdeling tandheelkunde in de ziekenhuizen en opleidingscentrum voor tandartsen, met uitzondering van de praktijken waarin uitsluitend de orthodontie wordt toegepast;

2^o "tandamalgaam" : product verkregen door de reactie van een legering met een hoeveelheid metaalkwik, gebruikt als opvullingsstof in de tandheelkundige sector;

3^o "tandamalgaamafval" : deeltjes tandamalgaam verkregen bij tandbehandelingen en voortkomend uit de mond van de patiënt of samengesteld uit behandelings- of bereidingsresten en amalgaamslib opgevangen bij de uitvoering van de in artikel 4 voorgeschreven operaties;

4^o "amalgaamafscheider" : elk toestel voor de afscheiding van het tandamalgaamafval van het afvalwater van tandartspraktijken;

5^o "tandartseenheid" : de volledige inrichting van een tandartspraktijk.

Art. 2. § 1. Het tandamalgaamafval mag niet :

1^o worden geloosd in de openbare riolen;

2^o voor ophaling bij het huisvuil worden aangeboden;

§ 2. Overeenkomstig het besluit van de Brusselse Hoofdstedelijke Executieve van 19 september 1991 tot regeling van de verwijdering van gevaarlijke afvalstoffen, wordt het tandamalgaamafval afgeleverd aan een erkende verwijderaar van gevaarlijke afvalstoffen.

De erkende verwijderaar is verplicht in te staan of te laten instaan voor de recycling van de amalgaamafvalstoffen.

Art. 3. § 1. In de tandartspraktijken wordt het tandamalgaamafval opgevangen door een amalgaamafscheider.

§ 2. Het afscheidingsprincipe van de amalgaamafscheider steunt op het centrifugeren, het cycloneren, het decanteren en filteren, het uitwisselen van ionen of een combinatie van deze technieken.

Ongeacht de toegepaste techniek, de amalgaamafscheider mag, in daggemiddelde, niet meer dan 0,3 mg kwik per liter gefiltreerd water laten passeren.

La méthode d'analyse pour déterminer la concentration totale en mercure est la spectrométrie par absorption atomique selon la norme ISO 5666/1-1983 annexée au présent arrêté. L'échantillon doit être homogénéisé pour l'analyse.

Art. 4. Lors de l'installation d'un séparateur d'amalgame sur une unité dentaire en service au moment de l'entrée en vigueur du présent arrêté, le tuyau d'évacuation doit être préalablement débranché entre le point de raccordement à l'unité dentaire et le point de raccordement aux conduites d'évacuation des eaux usées afin d'être vidé et rincé.

Art. 5. Le séparateur d'amalgame est installé de façon à ce que les déchets d'amalgame dentaire soient séparés des eaux usées en provenance de l'unité dentaire avant qu'elles ne soient mélangées à d'autres eaux usées.

A cette fin, le séparateur d'amalgame est raccordé sur une conduite spéciale aussi près que possible du point d'évacuation des déchets d'amalgame dentaires. Le crachoir, équipé d'un tamis, et le système de pompage de l'unité dentaire y sont directement raccordés.

Les eaux usées en provenance d'un lavabo du cabinet dentaire ne peuvent être évacuées par le séparateur d'amalgame.

Art. 6. Le séparateur d'amalgame doit être maintenu dans un parfait état d'entretien selon les instructions du fournisseur.

Le débit indiqué ne peut jamais être dépassé. Les déchets d'amalgame doivent être évacués à temps pour assurer un fonctionnement optimal du séparateur d'amalgame en permanence, selon le mode d'emploi du fournisseur.

Art. 7. Le présent arrêté ne sera applicable aux cabinets dentaires existants au moment de sa publication qu'à dater du 1^{er} janvier 1998.

Art. 8. Le Ministre qui a l'environnement dans ses attributions est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Bruxelles, le 25 septembre 1997.

Pour le Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale :

Le Ministre-Président,
Ch. PICQUE

Le Ministre de l'Environnement,
D. GOSUIN

Annexe I

Norme — ISO 5666/1 — 1983 (F)

**Qualité de l'eau. — Dossage du mercure total
par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme**

Partie 1 : Méthode après minéralisation
au permanganate-peroxodisulfate

0. Introduction.

Le présent document constitue la première partie d'une Norme internationale spécifiant des méthodes de dosage du mercure total dans les eaux par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme.

Compte tenu de la variété des types d'eau dans lesquels peut être recherchée la présence de mercure, il est apparu opportun de normaliser plusieurs méthodes de dosage, qui, si elles sont toutes basées sur la même technique instrumentale (spectrométrie d'absorption atomique), présentent néanmoins des différences suffisamment importantes au niveau de leur mode opératoire pour que leurs domaines d'application respectifs diffèrent sensiblement.

Ainsi la présente partie (partie 1) spécifie une méthode de dosage après minéralisation au permanganate-peroxodisulfate applicable en particulier aux eaux de surface et aux eaux résiduelles domestiques et industrielles.

De analysemethode om de totale kwikconcentratie te bepalen is de spectrometrie door atoomopslorping volgens de norm ISO 5666/1-1983, aangepast en gevoegd bij dit besluit. De monstername moet gehomogeniseerd zijn voor de analyse.

Art. 4. Bij de plaatsing van een amalgaamscheider op een tandartseenheid die in gebruik is op het ogenblik van de inwerkingtreding van dit besluit, dient de afvoerleiding vooraf te zijn ontkoppeld tussen het punt van aansluiting op de tandartseenheid en het punt van aansluiting op de afvoerleidingen van het afvalwater om geleidigd en gespoeld te worden.

Art. 5. De amalgaamscheider wordt zodanig geplaatst dat het tandamalgaamafval afgescheiden wordt van het afvalwater afkomstig van de tandartseenheid, alvorens het vermengd wordt met ander afvalwater.

Hiertoe wordt de amalgaamscheider aangesloten op een aparte leiding die zich zo dicht mogelijk bij het punt van afvoer van het tandamalgaamafval bevindt. Het spuwbakje, uitgerust met een zeef, en het pompsysteem van de tandartseenheid worden er rechtstreeks op aangesloten.

Het afvalwater afkomstig van een wastafel van de tandartspraktijk mag niet worden geloosd via de amalgaamscheider.

Art. 6. De amalgaamscheider moet in perfecte staat worden onderhouden volgens de gebruiksaanwijzingen van de leverancier.

Het aangegeven debiet mag nooit worden overschreden. Het amalgaamafval moet tijdig worden verwijderd om een voortdurende optimale werking van de amalgaamscheider te waarborgen, volgens de handleiding van de leverancier.

Art. 7. Bij de bekendmaking van dit besluit zal het slechts op de bestaande tandartspraktijken van toepassing zijn vanaf 1 januari 1998.

Art. 8. De Minister bevoegd voor leefmilieu wordt belast met de uitvoering van dit besluit.

Brussel, 25 september 1997.

Voor de Brusselse Hoofdstedelijke Regering,

De Minister-Voorzitter,
Ch. PICQUE

De Minister van Leefmilieu,
D. GOSUIN

Bijlage I

Internationale norm — ISO 5666/1 — 1983 (F)

**Kwaliteit van het water. — Dosering van het totale kwik
via spectrometrie van vlamloze atoomopslorping**

Deel 1 : Methode na mineralisering
met permangaan-peroxodisulfaat

0. Inleiding.

Dit document vormt het eerste deel van een internationale Norm waarbij de doseringsmethodes uitgestippeld worden voor het totale kwik in het water via spectrometrie van vlamloze atoomopslorping.

Uit de verscheidenheid van de watersoorten waar de aanwezigheid van kwik waargenomen kan worden, bleek het gepast om meerdere doseringsmethodes te normaliseren; ook al steunen ze alle op dezelfde instrumentele techniek (spectrometrie van atoomopslorping), toch zijn de verschillen op het vlak van de wijze waarop ze aangewend worden belangrijk genoeg opdat de respectieve toepassingsvelden aanzienlijk van elkaar zouden afwijken.

Zo stippelt dit deel (deel 1) een doseringsmethode uit na mineralisering met permangaan-peroxodisulfaat in het bijzonder van toepassing op het oppervlaktewater en op het huis- en bedrijfsafvalwater.

La partie 2 spécifie une méthode de dosage après minéralisation par irradiation aux rayons ultraviolets applicable aux eaux potables et aux eaux destinées à la production d'eau d'alimentation.

La partie 3, encore en cours d'étude, spécifie une méthode de dosage après minéralisation au brome applicable aux eaux douces et salées, aux eaux potables et autres eaux peu chargées en matières organiques.

Chacune de ces trois parties présente une méthode décrite dans son intégralité et peut donc être utilisée indépendamment des autres.

1. Objet et domaine d'application.

La présente partie de l'ISO 5666 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme pour le dosage du mercure total dans les eaux, particulièrement les eaux de surface, les eaux de surface, les eaux résiduelles domestiques et industrielles.

La méthode permet de doser jusqu'à 0,05 µg de mercure dans la prise d'essai soumise au dosage, lorsque les conditions optimales (ligne de base de l'appareil à faible bruit de fond, lampe de grande pureté spectrale, réactifs à très faible teneur en mercure) sont réunies. A titre d'exemple pour une prise d'essai de 100 ml en totalité soumise au dosage, la teneur inférieure dosable sera de 0,5 µg/l.

La présente méthode n'est pas applicable si la teneur en matières organiques est telle que les quantités de permanganate de potassium prévues en 7.3.1 sont insuffisantes pour obtenir la persistance de la coloration violette intense.

Par ailleurs, en présence d'ions iodures, la fidélité de la méthode peut sensiblement diminuer (voir chapitre 9).

2. Référence.

ISO 5725, Fidélité des méthodes d'essai. — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires.

3. Principe.

Minéralisation d'une prise d'essai à l'aide de permanganate de potassium puis de peroxydisulfate de potassium à 95 °C, afin d'amener tout le mercure à l'état de mercure (II).

Réduction de l'excès d'oxydant par le chlorure d'hydroxylammonium et réduction et réduction du mercure (II) à l'état de métal par le chlorure d'étain (II).

Entraînement du mercure par un courant gazeux, à température ambiante, et dosage, à l'état de vapeur monoatomique, par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme, à la longueur d'onde de 253,7 nm.

4. Réactifs.

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement de l'eau (4.1) et des réactifs de qualité analytique reconnue, dont la teneur en mercure est aussi faible que possible (1).

4.1. Eau déminéralisée puis distillée, ou eau de pureté au moins équivalente, exempte de mercure.

4.2. Acide sulfurique, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2.1. Acide sulfurique (4.2) dilué 1 + 1.

Attention : Ajouter l'acide à l'eau lentement et en agitant constamment pour éviter les éclaboussures d'acide concentré.

4.3. Acide nitrique, $\rho_{20} = 1,42$ g/ml.

4.4. Acide chlorhydrique, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.5. Acide chlorhydrique, solution à environ 0,3 mol/l.

Diluer 10 ml d'acide chlorhydrique (4.4) à 1 litre avec de l'eau.

(1) Si les réactifs utilisés conduisent à des blancs élevés, il convient d'employer des produits de qualité supérieure.

Deel 2 stippelt een doseringsmethode uit na mineralisering door bestraling met ultraviolette stralen van toepassing op drinkwater en op water bestemd om voedingswater te produceren.

Deel 3 waaraan verder gewerkt wordt, stippelt een doseringsmethode uit na mineralisering met broom van toepassing op zoet- en zoutwater, op drinkwater en op ander water dat weinig organische stoffen bevat.

Elk deel bevat een grondig omschreven methode en kan bijgevolg afzonderlijk van elkaar worden aangewend.

1. Doelstelling en toepassingsveld.

Dit deel van het ISO 5666 stippelt een methode uit via spectrometrie met vlamloze atoomopslorping voor de dosering van het totale kwik in het water, in het bijzonder het oppervlaktewater en het huis- en bedrijfsafvalwater.

Met deze methode kan bij een aan dosering onderworpen proefname tot 0,05mg kwik worden gedoseerd, dit weliswaar in optimale omstandigheden (basislijn van het toestel met zwak achtergrondgeluid, lamp met hoge spectrale zuiverheid, reagentiëmiddelen met zeer laag kwikgehalte). Als voorbeeld, voor een algehele aan dosering onderworpen proefname van 100 ml, zal het lagere doseerbare gehalte van 0,05 µg/l zijn.

Deze methode is niet van toepassing in geval het gehalte aan organische stoffen aan de in de 7.3.1 voorgeschreven kaliumpermanganaathoeveelheden op onvoldoende wijze reageert om de dieppaarse verkleuring aanhoudend te verkrijgen.

Bovendien, wanneer er zich jodide ionen voordoen, dan kan de betrouwbaarheid van de methode fel in twijfel worden getrokken (zie hoofdstuk 9).

2. Verwijzing.

ISO 5725, Betrouwbaarheid van de proefmethodes. — Bepaling van de herhaalbaarheid en herproduceerbaarheid door proefnemingen in verschillende laboratoria.

3. Principe.

Mineralisering door proefname via kaliumpermanganaat vervolgens via kaliumperoxydisulfaat op 95 °C, teneinde al het kwik tot de kwiktoestand te brengen (II).

Reductie van het teveel aan oxiderende stoffen door de chloride van hydroxylammonium en reductie van het kwik (II) tot de metaaltoestand via de tinchloride (II).

Wegdrijving van het kwik door een gasstroom, op omgevingstemperatuur, en dosering in monoatoomtoestand, via spectrometrie van vlamloze atoomopslorping, met een golflengte van 253,7 nm.

4. Reactiemiddelen.

In de loop van de analyse, uitsluitend water (4.1) en reagentiëmiddelen van erkende analysewaarden gebruiken, waarvan het kwikgehalte zo laag mogelijk is (1).

4.1. Gedemineraliseerd en vervolgens gedestilleerd water, of water met minstens gelijkwaardige kwikvrije zuiverheid.

4.2. Zwavelzuur $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

4.2.1. Zwavelzuur (4.2) verdund 1 + 1.

Opgepast : Het zuur langzaam toevoegen en aanhoudend schudden om geconcentreerde zuurspatten te vermijden.

4.3. Salpeterzuur, $\rho_{20} = 1,42$ g/ml.

4.4. Chloorwaterstofzuur, $\rho_{20} = 1,19$ g/ml.

4.5. Chloorwaterstofzuur, oplossing van ongeveer 0,3 mol/l.

10 ml chloorwaterstofzuur (4.4) met water verdunnen tot een liter.

(1) Wanneer de gebruikte reagentiëmiddelen tot belangrijke blanco's leiden, dan dienen de producten van hogere kwaliteit te worden gebruikt.

4.6. Permanganate de potassium, solution à 50 g/l.
Dissoudre 50 g de permanganate de potassium dans de l'eau et diluer 1 litre.

Préparer et manipuler cette solution avec soin, de façon à éviter que des particules ne restent ou ne soient mises en suspension.

Conserver cette solution dans un flacon en verre brun avec bouchon en verre.

4.7. Peroxodisulfate de potassium, solution à 50 g/l.
Dissoudre 5 g de peroxodisulfate de potassium ($K_2S_2O_8$) dans 100 ml d'eau.

Préparer cette solution extemporanément.

4.8. Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 100 g/l.
Dissoudre 10 g de chlorure d'hydroxylammonium ($NH_2OH.HCl$) dans de l'eau et compléter à 100 ml.

4.9. Chlorure d'étain (II), solution à 100 g de $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ par litre.
Préparer cette solution le jour même de son utilisation de l'une des deux manières suivantes :

a) Dissoudre 25 g de chlorure d'étain (II) dihydraté dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.4) chaud. S'il y a trouble, filtrer et ajouter un petit grain d'étain au filtrat. Refroidir et transférer quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

b) Dissoudre, en chauffant dans un bain d'eau bouillante, 13 g d'étain dans 50 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Refroidir, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Éliminer le mercure éventuel de cette solution par barbotage d'azote (par exemple durant 30 min).

4.10. Dichromate de potassium, solution acide à 4g/l.
Dissoudre 4 g de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) dans 500 ml d'eau et ajouter avec précaution soit 500 ml d'acide sulfurique ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml), soit 500 ml d'acide nitrique (4.3).

4.11. Iode, solution à 2,5 g/m dans une solution d'iodure de potassium à 30 g/l, pour l'absorption des vapeurs de mercure.

4.12. Mercure, solution étalon correspondant à 1 g de Hg par litre.

Peser, à 0,001 g près, 1,354 g de chlorure de mercure (II) ($HgCl_2$), l'introduire dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml et le dissoudre dans environ 25 ml d'acide chlorhydrique (4.4). Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Cette solution peut être conservée dans des flacons en verre borosilicaté pendant environ 1 mois.

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

NOTE : Cette solution peut être stabilisée par addition de 50 ml de la solution acide de dichromate de potassium (4.10) avant de compléter au volume avec de l'eau.

4.13. Mercure, solution étalon correspondant à 10 mg de Hg par litre.

Diluer 10,0 ml de la solution étalon de mercure (4.12) avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) et compléter à 1 000 ml avec cette solution).

1 ml de cette solution étalon contient 10 µg de Hg.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

4.14. Mercure, solution étalon correspondant à 0,1 mg de Hg par litre.

Diluer 10,0 ml de la solution étalon de mercure (4.13) avec de la solution d'acide chlorhydrique (4.5) et compléter à 1 000 ml avec cette solution.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 µg de Hg.

Préparer cette solution le jour même de son utilisation.

4.15. Air comprimé ou gaz inerte, en bouteille d'acier.

5. Appareillage.

Avant toute utilisation, la verrerie doit être très soigneusement lavée à l'aide de la solution acide de dichromate de potassium (4.10), puis rincée plusieurs fois à l'eau (4.1).

4.6. Kaliumpermanganaat, oplossing van 50 g/l.
50 g kaliumpermanganaat in water oplossen en tot een liter verdunnen.

Deze oplossing zorgvuldig voorbereiden en hanteren om blijvende of in zwevende toestand gebrachte deeltjes te voorkomen.

Deze oplossing bewaren in een fles uit bruin glas met een glazen stop.

4.7. Kaliumperoxodisulfaat, oplossing van 50 g/l.
5 g kaliumperoxodisulfaat ($K_2S_2O_8$) in 100 ml water oplossen.

Deze oplossing extemporaneus voorbereiden.

4.8. Hydroxylammoniumchloride, oplossing van 100 g/l.
10 g hydroxylammoniumchloride ($NH_2OH.HCl$) in water oplossen en bijvoegen tot 100 ml.

4.9. Tinchloride (II), oplossing van 100 g $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ per liter.
Deze oplossing op de dag van gebruik op een van de volgende twee wijzen voorbereiden :

a) 25 g dihydraattinchloride (II) oplossen in de 50 ml warm chloorwaterstofzuur (4.4). Bij troebeling, filteren en een korreltje tin bij het filtraat toevoegen. Laten afkoelen en de oplossing kwantitatief overgieten in een maatkolf tot een teken van 250 ml. Water op volume bijgieten en homogeniseren.

b) 13 g tin in 50 ml chloorwaterstofzuur (4.4) oplossen door opwarming in een bad ziedend water. Laten verkouden en de oplossing kwantitatief overgieten in een maatkolf tot een teken van 250 ml, met water op volume bijgieten en homogeniseren.

De mogelijke aanwezigheid van kwik verwijderen door het opborrelen van stikstof (bijvoorbeeld 30 minuten lang).

4.10. Kaliumdichromaat, zuuroplossing van 4g/l.
4 g Kaliumdichromaat ($K_2Cr_2O_7$) in 500 ml water oplossen en vervolgens voorzichtig hetzij 500 ml zwavelzuur ($\rho_{20} = 1,84$ g/ml), hetzij 500 ml salpeterzuur (4.3) toevoegen.

4.11. Jodium, oplossing van 2,5 g/m in een oplossing van kaliumjodide van 30 g/l, voor de opslorping van kwikdampen.

4.12. Kwik, standaardoplossing overeenkomend met 1 g Hg per liter.

Op 0,001 g na, 1,354 g kwikchloride (II) ($HgCl_2$), wegen; deze in een maatbeker overgieten tot een teken van 1 000 ml en in ongeveer 25 ml chloorwaterstofzuur oplossen (4.4). Op volume met water bijvoegen en homogeniseren.

Deze oplossing kan ongeveer een maand lang bewaard worden in flessen uit boroversteend glas.

1 ml van deze standaardoplossing bevat 1 mg Hg.

Nota : Deze oplossing kan gestabiliseerd worden via toevoeging van 50 ml zure oplossing van kaliumdichromaat (4.10) alvorens met water op volume te brengen.

4.13. Kwik, standaardoplossing overeenkomend met 10 mg Hg per liter.

10,0 ml kwikstandaardoplossing (4.12) verdunnen met een oplossing chloorwaterstofzuur (4.5) en vervolgens met deze oplossing tot 1 000 ml bijvoegen.

1 ml van deze standaardoplossing bevat 10 µg Hg.

Deze oplossing op de dag zelf van gebruik voorbereiden.

4.14. Kwik, standaardoplossing overeenkomend met 0,1 mg Hg per liter.

10,0 ml kwikstandaardoplossing (4.13) met chloorwaterstofzuur (4.5) verdunnen en tot 1 000 ml met deze oplossing bijgieten.

1 ml van deze standaardoplossing bevat 0,1 mg Hg.

De oplossing op de dag zelf van gebruik voorbereiden.

4.15. Geperste lucht of inert gas, in stalen flessen.

5. Apparatuur.

Vooraleer deze te gebruiken, moeten de glazen voorwerpen zeer zorgvuldig gewassen worden met behulp van de zure oplossing kaliumdichromaat (4.10), en vervolgens meermaals met water worden gespoeld (4.1).

Ne jamais sécher la verrerie entre deux opérations et maintenir le flacon dégazeur (5.3) rempli d'eau (4.1).

Dans le cas de verrerie nouvellement utilisée, on peut appliquer le traitement préalable suivant :

- laver à l'acide nitrique concentré;
- laver avec un mélange, préparé dans le récipient au moment de l'emploi, formé de 4 volumes d'acide sulfurique (4.2) et de 1 volume de la solution de permanganate de potassium (4.6);
- laver avec la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.8) pour éliminer tout dépôt de dioxyde de manganèse;
- terminer par plusieurs lavages à l'eau (4.1).

5.1. Spectromètre d'absorption atomique, muni d'une lampe à vapeur de mercure basse pression (ou d'une lampe à cathode creuse au mercure), ou analyseur de vapeur de mercure.

5.2. Enregistreur, muni d'un indicateur à maximum de déviation ou d'un intégrateur de surface (voir la note de 5.7).

5.3. Flacons dégazeurs, de forme haute, de volume adapté à la prise d'essai et au restant de l'appareillage, portant un trait repère correspondant au niveau de remplissage optimal, de géométrie telle que le volume mort soit réduit le plus possible et que le courant gazeux barbote dans des conditions optimales. Pour cela, le tube de barbotage doit être terminé par une pointe effilée, une boule percée de trous ou une extrémité frittée (pores de 100 à 250 μ). Il convient de vérifier que les divers flacons successivement utilisés conduisent aux mêmes résultats.

Après chaque utilisation, traiter le flacon dégazeur au moyen de la solution acide de dichromate de potassium (4.10), pour oxyder les traces d'étain (II) qu'il pourrait contenir.

5.4. Cuve de mesure, à fenêtre en quartz ou autre matériau transparent à l'ultraviolet (autour de 253,7 nm) dont la longueur est adaptée à l'appareil de spectrométrie utilisé.

5.5 Dispositif permettant d'éviter, si nécessaire, toute condensation de vapeur d'eau à l'intérieur de la cuve de mesure. Pour cela, adopter un système approprié (lampe à infrarouge, ampoule électrique noircie, épiradiateur, piège dessiccateur, etc.).

5.6. Dispositif d'absorption des vapeurs de mercure, à la sortie de la cuve de mesure (voir la figure à titre d'exemple).

5.7. Dispositif annexes.

La figure illustre, à titre d'exemple, le montage des divers éléments et le principe de fonctionnement de l'appareillage dans le cas d'un système de mesure à circuit ouvert (voir la note).

D'autres dispositifs donnant satisfaction peuvent être utilisés. Le gaz d'entraînement peut, par exemple, être de l'air, de l'azote ou de l'argon, et une autre solution absorbante que celle du dispositif J peut convenir pour le dispositif (5.6).

Note : Il est possible d'employer un système d'entraînement à circuit fermé dans lequel le mercure est recyclé au moyen d'une pompe. Dans ce cas, un enregistreur n'est plus nécessaire et l'on peut utiliser un appareillage à lecture directe ou à indicateur à maximum de déviation.

6. Echantillons.

Immédiatement après leur prélèvement, ajuster le pH de chaque échantillon à une valeur inférieure ou égale à 1 par addition d'acide nitrique (4.3) (voir note 1).

Si le dosage ne peut pas être effectué immédiatement à la suite du prélèvement, en plus de l'acide nitrique, ajouter 4 ml de la solution de permanganate de potassium (4.6) par litre d'échantillon et, si nécessaire, une quantité supplémentaire jusqu'à coloration rose persistante (voir note 2). Conserver les échantillons dans les flacons en verre borosilicaté.

Notes :

1. Si l'on désire doser séparément le mercure soluble et le mercure insoluble, effectuer une séparation appropriée (filtration sur maille de 0,45 μ ou centrifugation) sur l'échantillon immédiatement après son prélèvement, puis ajouter, à la partie soluble, l'acide nitrique et la solution de permanganate de potassium. Si la filtration est utilisée pour la séparation, employer un filtre en fibre de verre de façon à réduire les pertes possibles par absorption.

Tussen twee handelingen de glazen voorwerpen nooit droogmaken en de ontgassingsfles (5.3) vol water (4.1) laten.

Bij pas gebruikte glazen voorwerpen, kan de volgende voorafgaande behandeling uitgevoerd worden :

- met geconcentreerd salpeterzuur wassen;
- wassen met een mengsel dat op het ogenblik van gebruik in de fles voorbereid wordt en dat bestaat uit 4 maten zwavelzuur (4.2) en een maat oplossing van kaliumpermanganaat (4.6);
- wassen met de oplossing hydroxylammoniumchloride (4.8) om iedere vorming van mangaandioxide te verwijderen;
- eindigen door verscheidene malen met water te wassen (4.1).

5.1. Spectrometer voor atoomopsorping, uitgerust met een lagedruk kwikdamplamp (of holle kwikcathodelamp), of kwikstoomanalyseator.

5.2. Registrator, uitgerust met een indicator met maximum afwijking of een oppervlakte-indicator (zie nota van 5.7).

5.3. Ontgassingsflessen, met hoge vorm, met volume aangepast aan de proefname en aan de rest van apparatuur, voorzien van een merkstreep die overeenstemt met het peil van optimale vulling, met het geometrisch peil, zodat het dode volume zoveel mogelijk zou worden beperkt en de gasstroom in optimale omstandigheden zou opborrelen. Om die reden moet de opborrelingsbuis eindigen op een smalle hals, een bol met gaatjes of een gesinterd uiteinde (poriën van 100 tot 250 μ). Er dient te worden nagegaan dat de opeenvolgend gebruikte diverse flessen tot dezelfde resultaten leiden.

Na elk gebruik, het ontgassingsflesje behandelen door middel van de oplossing kaliumdichromaatzuur (4.10), om de tinsporen (II) die het zou kunnen bevatten, te oxideren.

5.4. Meetketel, met kwartsvenster of ander doorzichtig materiaal met supraviolet (rond 253,7 nm) waarvan de lengte is aangepast aan het gebruikte spectrometrieoestel.

5.5. Toestel waardoor, indien nodig, elke waterstoomcondensatie binnen de meetketel kan worden vermeden. Hiervoor een geschikt systeem aanwenden (infraroodlamp, gezwart elektrisch peertje, épiradiator, droogvanger, enz.).

5.6. Toestel voor kwikstoomopsorping, aan de opening van de meetketel (zie figuur als voorbeeld).

5.7. Bijhorende toestellen.

De figuur toont een voorbeeld van de opstelling van de diverse onderdelen en het werkingsprincipe van de apparatuur in het geval van een meetsysteem met open kringloop (zie nota).

Andere toestellen die voldoening geven, kunnen worden gebruikt. Het wegdrijingsgas kan bijvoorbeeld lucht, stikstof of argon zijn, en een andere absorberende oplossing dan die van het toestel J kan voor het toestel passend zijn (5.6).

Nota : Er kan een wegdrijvinssysteem met gesloten kringloop worden gebruikt waarin het kwik wordt gerecycleerd door middel van een pomp. In dit geval is een registrator niet meer nodig en kan rechtstreeks leesapparatuur of een indicator met maximum afwijking worden gebruikt.

6. Monsters.

Onmiddellijk na de monstername, de pH van elk monster aanpassen aan een waarde lager dan of gelijk aan 1 door toevoeging van salpeterzuur (4.3) (zie nota 1).

Indien de dosering niet onmiddellijk na de monstername kan worden uitgevoerd, naast het salpeterzuur, 4 ml van de kaliumpermanganaat-oplossing (4.6) per liter monstername toevoegen en, indien nodig, een bijkomende hoeveelheid toevoegen, totdat een blijvende roze kleur wordt verkregen (zie nota 2). De monsternames bewaren in flesjes uit geborosilicateerd glas.

Nota's :

1. Indien men het oplosbaar kwik en het onoplosbaar kwik afzonderlijk wil doseren, een aangepaste scheiding uitvoeren (filtrering op maaswijdte van 0,45 μ of centrifugering) op het monster onmiddellijk na de monstername, vervolgens aan het opgeloste gedeelte het salpeterzuur en de oplossing van kaliumpermanganaat toevoegen. Indien de filtrering wordt gebruikt voor de scheiding, een filter in glasvezel gebruiken teneinde de mogelijke verliezen door opslorping te beperken.

2. Noter le volume de l'échantillon ainsi que celui des réactifs ajoutés, afin d'en tenir compte dans l'essai à blanc et dans le calcul des résultats. Veiller à utiliser les mêmes réactifs pour l'échantillon et pour l'essai à blanc.

7. Mode opératoire.

7.1. Prise d'essai.

Traiter la totalité de l'échantillon (chapitre 6) par la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.8) jusqu'à dissolution du dioxyde de manganèse, puis, sans attendre, prélever deux prises d'essai de 100 ml représentatives des parties solubles et insolubles de l'échantillon, et poursuivre immédiatement le dosage selon 7.3, la deuxième prise d'essai étant destinée à l'essai de contrôle (7.5).

Note : Le volume des prises d'essai peut être diminué lorsque l'échantillon a des teneurs en mercure et matières organiques relativement élevées.

7.2. Etalonnage.

Préparer au moment de l'emploi, à partir des solutions étalons de mercure (4.13 et 4.14); au moins cinq solutions témoins couvrant la gamme des teneurs dosables avec l'appareillage utilisé (suivant les cas, cette gamme peut couvrir tout ou partie de l'intervalle 0,1 µg de mercure par litre à 10 µg de mercure par litre).

Traiter chacune de ces solutions aussitôt après leur préparation, exactement de la même manière que la prise d'essai (voir 7.3.1 et 7.3.2).

Opérer également de la même manière en remplaçant la prise d'essai par de l'eau (4.1) (terme zéro).

Selon les cas, mesurer les hauteurs des pics obtenus en centimètres ou les aires des pics en centimètres carrés, et tracer la courbe d'étalonnage.

7.3. Dosage.

7.3.1. Minéralisation.

Introduire les prises d'essai (7.1) ou des parties aliquotes diluées à 100 ml, ne contenant pas plus de 1 µg de mercure, dans des fioles coniques à bouchons rodés. Ajouter avec précaution 10 ml d'acide sulfurique (4.2) et 2,5 ml d'acide nitrique (4.3) en homogénéisant après chaque addition.

Ajouter 15 ml de la solution de permanganate de potassium (4.6). Si la coloration violette intense ne persiste pas au moins 15 min, agiter et ajouter à nouveau 15 ml de la solution de permanganate de potassium (4.6) afin d'obtenir la persistance de la coloration. Ajouter alors 8 ml de la solution de peroxydisulfate de potassium (4.7) et chauffer durant 2 h dans un bain d'eau réglé à 95°C, puis laisser refroidir à la température ambiante.

Réserver la deuxième prise d'essai pour l'essai de contrôle (7.5) et poursuivre le dosage sur la première prise d'essai.

Réduire l'excès d'oxydant en ajoutant, jusqu'à décoloration et dissolution complète des oxydes de manganèse, la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.8), transvaser dans l'un des flacons (5.3) et ajouter, si nécessaire, de l'eau distillée pour que le volume total soit celui correspondant au trait repère marqué sur le flacon.

Note : Si les 30 ml de solution de permanganate de potassium ne suffisent pas à obtenir la persistance de la coloration, les prises d'essai doivent être réduites ou un autre type de minéralisation doit être envisagé et, dans ce cas, la présente méthode n'est plus applicable.

7.3.2. Entraînement et dosage.

Régler le fonctionnement de l'appareillage et notamment le débit du gaz d'entraînement (par exemple à 1 l/min) en opérant avec un flacon (5.3) rempli d'eau (4.1) jusqu'au trait repère. Attendre que l'appareillage et le débit du gaz se stabilisent.

Dévier le courant gazeux et remplacer le flacon rempli d'eau par celui contenant la solution d'essai (7.3.1) à laquelle auront été ajoutés, immédiatement avant, 2 ml de la solution de chlorure d'étain (II) (4.9) (voir note 1). Agiter, attendre 30 s, puis rétablir le passage du gaz dans le flacon. L'entraînement du mercure dans la cuve de mesure (5.4) se traduit par l'enregistrement d'un pic qui atteint rapidement son maximum.

2. Het volume van het monster noteren, alsook dat van de toegevoegde reagentiën om ermee rekening te houden bij de blancoproef en bij de berekening van de resultaten. Hierbij dienen dezelfde reagentiën voor de monstername en voor de blancoproef te worden gebruikt.

7. Werkwijze.

7.1. Proefname.

Het volledige monster behandelen (hoofdstuk 6) met de oplossing hydroxylammoniumchloride (4.8) tot oplossing van het mangaan-dioxide, vervolgens, zonder te wachten, twee representatieve proeven van 100 ml nemen van de oplosbare en onoplosbare gedeelten van het monster, en onmiddellijk de dosering verderzetten volgens 7.3, daar de tweede proefname is bestemd voor de controleproef (7.5).

Nota : Het volume van de proefnames kan worden verminderd, wanneer het monster tamelijk hoge kwikgehalten en organische stoffen heeft.

7.2. IJking.

Op het ogenblik van het gebruik, op basis van de kwikstandaardoplossingen (4.13 en 4.14), ten minste vijf proefoplossingen voorbereiden die de reeks van doseerbare gehalten dekt met de gebruikte apparatuur (naargelang het geval, kan deze reeks het interval 0,1 µg kwik per liter tot 10 µg kwik per liter volledig of gedeeltelijk dekken).

Elk van deze oplossingen behandelen onmiddellijk na hun voorbereiding, op precies dezelfde manier als de proefname (zie 7.3.1 en 7.3.2).

Tevens op dezelfde manier tewerk gaan door de proefname te vervangen door water (4.1) (nulterm).

Naargelang het geval, de verkregen piekhoogten in centimeter of het piekoppervlak in vierkante centimeter meten, en de ijkingcurve trekken.

7.3. Dosering.

7.3.1. Mineralisering.

De proefnames (7.1) of de op 100 ml ontbonden evenmatig delen, die niet meer dan 1 µg kwik bevatten, in kegelvormige kolpjes met geslepen stop brengen. Voorzichtig 10 ml zwavelzuur (4.2) en 2,5 ml salpeterzuur (4.3) toevoegen door homogénéisering na elke toevoeging.

15 ml van de kaliumpermanganaatoplossing toevoegen (4.6). Indien de dieppaarse verkleuring niet gedurende ten minste 15 min. aanhoudt, schudden en opnieuw 15 ml van de kaliumpermanganaatoplossing (4.6) toevoegen, om een aanhoudende verkleuring te verkrijgen. Dan 8 ml van de oplossing van kaliumperoxydisulfaat toevoegen (4.7) en gedurende 2 uur opwarmen in een bad met water gebracht op 95°C, dan laten afkoelen aan de omgevingstemperatuur.

De tweede proefname voorbehouden voor de controleproef (7.5) en de dosering op de eerste proefname voortzetten.

Het overschot aan oxiderend middel verminderen door toevoeging, tot ontcleuring en volledige oplossing van de mangaanoxiden, van de oplossing hydroxylammoniumchloride (4.8), overgieten in één van de flesjes (5.3) en, indien nodig, gedestilleerd water toevoegen, opdat het totale volume het volume bereikt dat overeenstemt met het op het flesje aangebrachte merkteken.

Nota : Indien de 30 ml kaliumpermanganaatoplossing niet volstaat om de verkleuring te doen aanhouden, moeten de proefnames worden verminderd of moet worden gedacht aan een ander type van mineralisering en, in dit geval, is deze werkwijze niet meer toepasbaar.

7.3.2. Wegdrijving en dosering.

De werking van de apparatuur regelen en meer bepaald het debiet van het wegdrijvingsgas (bijvoorbeeld op 1 l/min) door te werken met een flesje (5.3) dat tot aan het merkteken met water is gevuld (4.1). Wachten totdat de apparatuur en het gasdebiet zich stabiliseren.

De gasstroom afleiden en het met water gevulde flesje vervangen door datgene dat de proefoplossing bevat (7.3.1) waaraan, onmiddellijk voordien, 2 ml van de oplossing van tinchloride (II) (4.9) werd toegevoegd (zie nota 1). Schudden, 30 s wachten, dan opnieuw de doorgang van het gas in het flesje herstellen. De wegdrijving van het kwik in de meetketel (5.4) wordt uitgedrukt door de registratie van een piek die snel zijn maximum bereikt.

Si l'on se réfère à la hauteur des pics, purger le circuit gazeux en remettant en place le flacon rempli d'eau dès que l'absorbance commence à décroître. Si le mesurage est effectué au moyen de l'aire des pics, n'interrompre le tracé de la courbe qu'après retour de traceur à la valeur de l'absorbance initiale.

Après chaque essai, purger le flacon dégazeur comme indiqué en 5.3.
Notes :

1. L'addition de chlorure d'étain (II) peut avantageusement être faite après que le flacon aura été mis en place, si celui-ci est équipé d'un dispositif permettant d'opérer ainsi.
2. Lorsque le pic obtenu lors du dosage ne présente pas la même forme que celui obtenu avec un étalon, il est recommandé de mesurer l'aire des pics et non leur hauteur. De toute façon, vérifier l'absence de perturbations par l'essai de contrôle (7.5).

7.4. Essai à blanc.

Effectuer un essai à blanc en opérant comme spécifié en 7.3.1 et 7.3.2, en remplaçant la prise d'essai par de l'eau (4.1) et en utilisant la même quantité de réactifs que pour l'essai. Tenir compte des volumes de réactifs versés lors du prélèvement des échantillons (voir note 2 du chapitre 6).

Contrôler la valeur de l'essai à blanc à chaque série d'échantillon (voir l'annexe).

7.5. Essai de contrôle.

Une indication des interférences possibles peut être obtenue en répétant les opérations spécifiées dans le dernier alinéa de 7.3.1 et en 7.3.2 sur la deuxième prise d'essai réservée en 7.3.1 additionnée d'une quantité connue de la solution étalon de mercure (4.13). Si la teneur en mercure est trop élevée, opérer sur une partie aliquote.

8. Expression des résultats.

A partir de la hauteur ou de l'aire du pic (en centimètre ou en centimètres carrés selon le cas) correspondant du dosage, déterminer par référence à la courbe d'étalonnage et en tenant compte de l'essai à blanc, la teneur en mercure de la prise d'essai.

Dans le cas de l'emploi d'un appareillage à lecture digitale ou à indicateur de déviation, porter sur un graphique la masse de mercure en fonction des indications correspondantes observées.

Calculer, à partir de cette valeur, la teneur en mercure total de l'échantillon, en tenant compte des volumes de réactifs introduits au moment du prélèvement et du traitement de l'échantillon (voir 7.1), et exprimer cette teneur en microgrammes par litre.

9. Fidélité.

Un essai interlaboratoire conjoint à l'ISO et au BITC (Bureau international technique du chlore) a été réalisé en novembre 1977, d'une part sur un échantillon A contenant 0,58 µg de mercure par litre, d'autre part sur un échantillon B contenant 0,67 µg de mercure par litre et 1,5 mg d'ions iodures par litre.

L'analyse statistique des résultats selon l'ISO 5725 a fourni les indications ci-dessous :

Echantillon — Mon	Nombre de laboratoires participants — Aantal deeln. labo.	Nombre de laboratoires éliminés — Aantal uitge. labo	Moyenne µg/l — Gemid. µg/l	Ecart-type — Verschil-type			
				Répétabilité — Herhaalbaarheid		Reproductibilité — Herproduceerbaarheid	
				Absolu — Abso	Relatif — Relat	Absolu — Abso	Relatif — Relat
A	47	3	0,580 3	0,050	8,6 %	0,166	28,6 %
B	47	5	0,560 9	0,057	10,2 %	0,326	58,0 %

10. Procès-verbal d'essai.

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- b) la méthode utilisée;
- c) les résultats obtenus;
- d) les conditions de l'essai;
- e) tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que tous les incidents susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Als men verwijst naar de hoogte van de pieken, de gaskringloop purgeren door het met water gevuld flesje terug te plaatsen, zodra het absorberen begint af te nemen. Indien de meting wordt uitgevoerd door middel van het oppervlak van de pieken, het verloop van de curve slechts onderbreken na terugkeer van het registreertoestel naar de oorspronkelijke absorberingswaarde.

Na elke proef, het ontgassingsflesje purgeren zoals aangeduid in 5.3.
Nota's :

1. Het tinchloride (II) kan het best worden toegevoegd, nadat het flesje werd teruggeplaatst, indien dit is uitgerust met een toestel dat het mogelijk maakt op die manier te werken.
2. Wanneer de tijdens de dosering verkregen piek niet dezelfde vorm vertoont dan die verkregen met een ijkmaat, is het aangewezen het oppervlak van de pieken te meten en niet de hoogte ervan. In elk geval, de afwezigheid van storingen nagaan door de controleproef (7.5).

7.4. Blancoproef.

Een blancoproef uitvoeren door te werken zoals gespecificeerd in 7.3.1 en 7.3.2, door de proefname door water te vervangen (4.1) en door dezelfde hoeveelheid reactiemiddelen als voor de proef te gebruiken. Rekening houden met de volumes reactiemiddelen die tijdens de monsternamen werden overgegoten (zie nota 2 van het hoofdstuk 6).

De waarde van de blancoproef bij elke reeks monsternamen controleren (zie bijlage).

7.5. Controleproef.

Een aanwijzing over de mogelijke interferenties kan worden verkregen door herhaling van de bewerkingen, zoals beschreven in het laatste lid van 7.3.1 en in 7.3.2 op de in 7.3.1 voorbehouden tweede proefname, waarbij een gekende hoeveelheid van de kwikstandaardoplossing (4.13) werd toegevoegd. Indien het kwikgehalte te hoog is, werken op een evenmatig deel.

8. Uitdrukking van de resultaten.

Op basis van de hoogte of het oppervlak van de piek (in centimeter of in vierkante centimeter naargelang het geval) overeenstemmend met de dosering, het kwikgehalte van de proefname bepalen door verwijzing naar de ijkingscurve en rekening houdende met de blancoproef.

Bij gebruik van digitaal leesapparaat of apparaat met afwijkingindicator, de kwikmassa in een grafiek brengen naargelang de waargenomen overeenstemmende aanwijzingen.

Op basis van deze waarde, het totale kwikgehalte van het monster berekenen, rekening houdende met de volumes reactiemiddelen, toegevoegd op het ogenblik van de afname en van de monsterbehandeling (zie 7.1); en dit gehalte uitdrukken in microgram per liter.

9. Betrouwbaarheid.

In november 1977 werd op het ISO en het BITC (Bureau international technique du chlore) een gezamenlijke interlaboratoriumproef uitgevoerd, enerzijds op een monster A met 0,58 µg kwik per liter, anderzijds op een monster B met 0,67 µg kwik per liter en 1,5 mg jodide ionen per liter.

De statistische analyse van de resultaten volgens de ISO 5725 heeft de volgende aanwijzingen verstrekt :

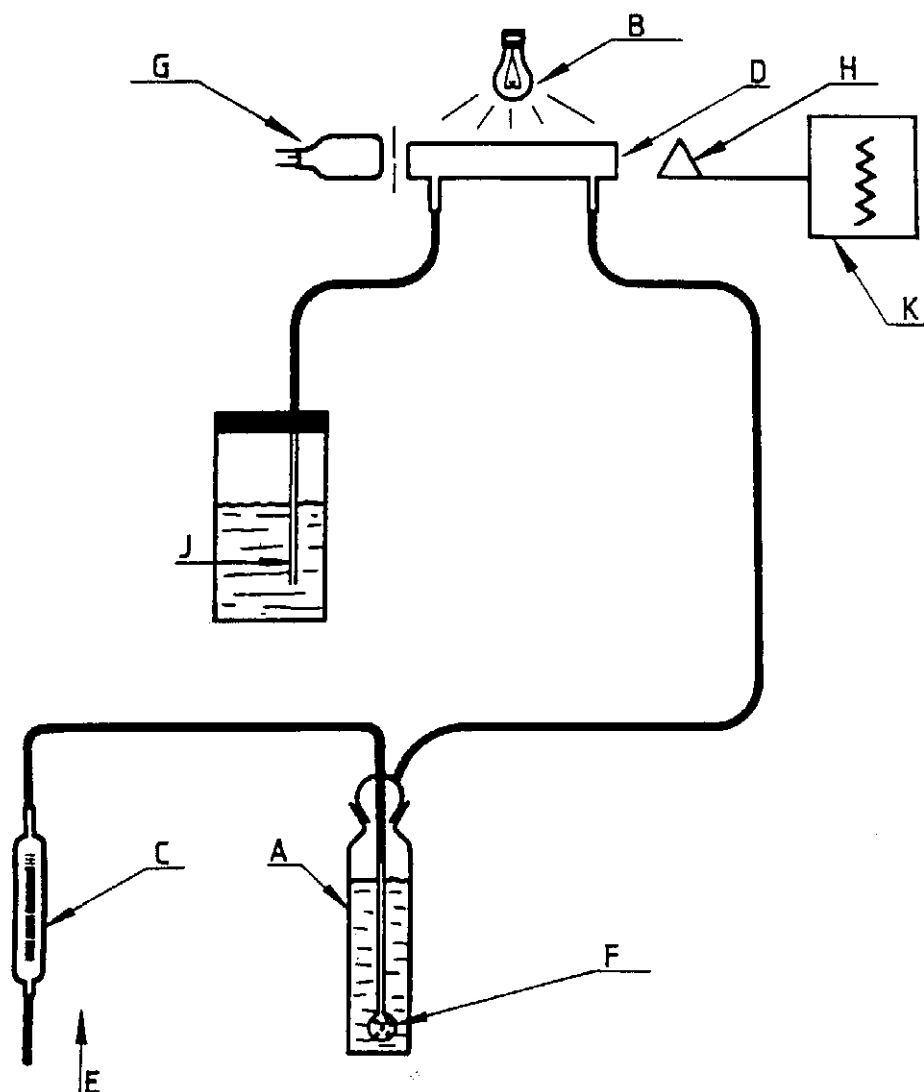
10. Proefverslag.

Het proefverslag moet de volgende gegevens bevatten :

- a) alle nodige inlichtingen voor de volledige identificatie van het monster;
- b) de aangewende methode;
- c) de verkregen resultaten;
- d) de proefvoorwaarden;
- e) alle details m.b.t. de handelingen die niet in deze internationale norm zijn voorzien, of facultatief zijn, alsook alle incidenten die de resultaten zouden kunnen hebben beïnvloed.

Figure — Exemple d'appareillage pour mesure en circuit ouvert

Figuur — Voorbeeld van apparatuur voor meting in open kringloop



- A. Flacon dégazeur (5.3)
- B. Dispositif (5.5) de chauffage de la cuve
- C. Rotamètre, environ 1 litre d'air par minute
- D. Cuve de mesure (5.4) en quartz
- E. Air comprimé ou gaz inerte (4.15), 1 l/min
- F. Tube barboteur en verre terminé par une boule percée de trous (voir 5.3)
- G. Lampe à cathode creuse au mercure ou autre lampe appropriée (voir 5.1)
- H. Dispositif de réception du spectromètre (5.1) (photomultiplicateur et monochromateur)
- J. Dispositif d'absorption des vapeurs de mercure (5.6) contenant de la solution d'iode (4.11)
- K. Enregistreur (5.2)

Vu pour être annexé à l'arrêté du Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale du 25 septembre 1997 réglant la gestion des déchets d'amalgame dentaire.

Bruxelles, le 25 septembre 1997.

Pour le Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale :

Le Ministre-Président,
Ch. PICQUE

Le Ministre de l'Environnement,
D. GOSUIN

- A. Ontgassingsflesje (5.3)
- B. Toestel (5.5) voor verwarming van de ketel
- C. Rotameter, ongeveer 1 liter lucht per minuut
- D. Kwartsmeetketel (5.4)
- E. Geperste lucht of inert gas (4.15), 1 l/min
- F. Glazen opborrelingsbuis afgewerkt met een bol met gaatjes (zie 5.3)
- G. Holle kwikkathodelamp of andere geschikte lamp (zie 5.1)
- H. Ontvangsttoestel van de spectrometer (5.1) (fotovermenigvuldiger en monochromateur)
- J. Toestel voor de opslorping van het kwikstoom (5.6) met iode-oplossing (4.11)
- K. Registrator (5.2)

Gezien om te worden gevoegd bij het besluit van de Brusselse Hoofdstedelijke Regering van 25 september 1997 tot regeling van het beheer van het tandamalgaamafval.

Brussel, 25 september 1997.

Voor de Brusselse Hoofdstedelijke Regering :

De Minister-Voorzitter,
Ch. PICQUE

De Minister van Leefmilieu,
D. GOSUIN

Annexe II

Contrôle de la valeur des blancs

A.1. Généralités.

Lors de dosages effectués à des niveaux de concentrations proches de la limite inférieure de détection, il est essentiel de bien maîtriser les valeurs des blancs. Les résultats y gagnent en signification, et une limite de détection réaliste peut être établie par chaque laboratoire sur la base des résultats obtenus pour ses propres blancs.

A.2. Evaluation et contrôle des blancs.

Diverses techniques, basées sur une approche statistique, peuvent être appliquées pour contrôler les blancs.

La technique suivante est donnée à titre indicatif.

Effectuer une série de 10 essais à blanc relatifs à la méthode d'analyse appliquée en suivant le mode opératoire correspondant (7.4).

Calculer l'écart-type et utiliser la valeur obtenue pour calculer l'intervalle de confiance (IC) à l'aide de l'équation.

$$IC = \bar{x} \pm s \frac{t(P, f)}{\sqrt{n}}$$

où

x = est la moyenne des valeurs des blancs;

s = est l'écart-type;

t = est le coefficient de Student (2.26 dans le cas présent);

P = est le niveau de confiance bilatéral choisi (95 % dans le cas présent);

f = est le degré de liberté (9 dans le cas présent);

n = est le nombre d'essais réalisés (10 dans le cas présent).

Procéder journalièrement à un essai à blanc. La teneur obtenue devrait se trouver dans l'intervalle de confiance IC. Si elle est nettement supérieure à $x + st(n^{-1/2})$, vérifier les réactifs utilisés en remplacer ceux qui sont trop riches en mercure. Si la nouvelle valeur du blanc demeure supérieure à la limite supérieure, ou si elle est nettement inférieure à $x + st(n^{-1/2})$, déterminer à nouveau l'intervalle de confiance IC et en déduire la limite de détection.

A titre indicatif, la valeur moyenne et l'intervalle de confiance IC (au niveau de confiance 95 %) des blancs obtenus à la suite d'un essai interlaboratoire conjoint à l'ISO et au BITC (Bureau international technique du chlore), réalisé en novembre 1977 et auquel 45 laboratoires ont participé, est de

$$IC = 0,025 \pm 0,006 \mu\text{g de mercure (pour un essai à blanc de 100 ml)}$$

Vu pour être annexé à l'arrêté du Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale du 25 septembre 1997 réglant la gestion des déchets d'amalgame dentaire.

Bruxelles, le 25 septembre 1997.

Pour le Gouvernement de la Région de Bruxelles-Capitale :

Le Ministre-Président,
Ch. PICQUE

Le Ministre de l'Environnement,
D. GOSUIN

Bijlage II

Controle van de waarden van de blanco's

A.1. Algemeenheden.

Bij de doseringen die worden uitgevoerd op concentratieniveaus dichtbij de laagste detectiegrens, is het noodzakelijk de blancowaarden goed te beheren. De resultaten winnen hierbij aan betekenis, en een realistische detectiegrens kan door elk laboratorium worden vastgesteld op basis van de verkregen resultaten voor zijn eigen blanco's.

A.2. Evaluatie en controle van de blanco's.

Diverse technieken, gebaseerd op een statistische benadering, kunnen worden toegepast om de blanco's te controleren.

De volgende techniek wordt gegeven ter informatie.

Een reeks van 10 blancoproeven uitvoeren met betrekking tot de toegepaste analysemethode door de overeenstemmende werkwijze te volgen (7.4).

Het verschil-type berekenen en de verkregen waarden gebruiken om het betrouwbaarheidsinterval (BI) te berekenen met behulp van de vergelijking.

$$BI = \bar{x} \pm s \frac{t(P, f)}{\sqrt{n}}$$

voor

x = het gemiddelde van de waarden van de blanco's is;

s = het verschil-type is;

t = de coëfficiënt van Student (2,26 in dit geval) is;

P = het gekozen bilateraal betrouwbaarheidspeil (95 % in dit geval) is;

f = de vrijheidsgraad (9 in dit geval) is;

n = het aantal uitgevoerde proeven (10 in dit geval) is.

Dagelijks tot een blancoproef overgaan. Het verkregen gehalte zou zich in het betrouwbaarheidsinterval BI moeten bevinden. Indien deze duidelijk hoger ligt dan $x + st(n^{-1/2})$, de gebruikte reagemiddelen nagaan en diegene vervangen die te rijk zijn aan kwik. Indien de nieuwe waarde van het blanco hoger blijft dan de hoogste grens, of indien deze duidelijk lager ligt dan $x + st(n^{-1/2})$, opnieuw het betrouwbaarheidsinterval BI bepalen en er de detectiegrens uit afleiden.

Ter informatie: de gemiddelde waarde en de betrouwbaarheidsinterval BI (op betrouwbaarheidspeil 95 %) van de blanco's, verkregen na een gezamenlijke interlaboratoriumproef op het ISO en het BITC (Bureau international technique du chlore), die in november 1977 werd uitgevoerd en waaraan 45 laboratoria hebben deelgenomen, bedraagt

$$BI = 0,025 \pm 0,006 \mu\text{g kwik (voor een blancoproef van 100 ml)}$$

Gezien om te worden gevoegd bij het besluit van de Brusselse Hoofdstedelijke Regering van 25 september 1997 tot regeling van het beheer van het tandamalgaamafval.

Brussel, 25 september 1997.

Voor de Brusselse Hoofdstedelijke Regering :

De Minister-Voorzitter,
Ch. PICQUE

De Minister van Leefmilieu,
D. GOSUIN