

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps

Préparation des échantillons en vue de la mesure du niveau de mercure dans les lampes fluorescentes



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2011 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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 la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland
Email: inmail@iec.ch
Web: www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

- Catalogue of IEC publications: www.iec.ch/searchpub

The IEC on-line Catalogue enables you to search by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...). It also gives information on projects, withdrawn and replaced publications.

- IEC Just Published: www.iec.ch/online_news/justpub

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details twice a month all new publications released. Available on-line and also by email.

- Electropedia: www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 20 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary online.

- Customer Service Centre: www.iec.ch/webstore/custserv

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please visit the Customer Service Centre FAQ or contact us:

Email: csc@iec.ch
Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

- Catalogue des publications de la CEI: www.iec.ch/searchpub/cur_fut-f.htm

Le Catalogue en-ligne de la CEI vous permet d'effectuer des recherches en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...). Il donne aussi des informations sur les projets et les publications retirées ou remplacées.

- Just Published CEI: www.iec.ch/online_news/justpub

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille deux fois par mois les nouvelles publications parues. Disponible en-ligne et aussi par email.

- Electropedia: www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 20 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International en ligne.

- Service Clients: www.iec.ch/webstore/custserv/custserv_entry-f.htm

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions, visitez le FAQ du Service clients ou contactez-nous:

Email: csc@iec.ch
Tél.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00



IEC 62554

Edition 1.0 2011-08

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE



Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps

Préparation des échantillons en vue de la mesure du niveau de mercure dans les lampes fluorescentes

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

S

ICS 29.140.30

ISBN 978-2-88912-632-3

CONTENTS

FOREWORD.....	3
INTRODUCTION.....	5
1 Scope.....	6
2 Normative references	6
3 Terms and definitions	6
4 General	7
5 Procedure for collecting mercury from a fluorescent lamp.....	7
5.1 General.....	7
5.2 Reagents.....	7
5.3 Chemical lab ware.....	8
5.4 Sample preparation	8
5.4.1 Cold spotting methods.....	8
5.4.2 Sample preparation of fluorescent lamps by non-cold-spot (sectioning) methods	10
5.4.3 Sample preparation of fluorescent lamps by non-cold-spot (crushing) methods	11
5.4.4 Nitric acid rinse method for linear fluorescent lamps.....	12
5.4.5 Direct mercury measurement.....	12
5.4.6 Sample preparation of other fluorescent lamps	13
5.5 Sample digestion.....	13
5.5.1 Ambient conditions	13
5.5.2 Glass samples (in 250 ml, 500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml container).....	13
5.5.3 Metal samples (in 125 ml container)	13
5.6 Filtering.....	14
6 Measurement	14
6.1 Blank test.....	14
6.2 Data reporting	14
6.3 Analysis	14
Annex A (informative) Electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry (EVAAS) method.....	15
Annex B (informative) Information on the cold spotting method.....	18
Figure A.1 – Configuration of the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry testing apparatus.....	15
Figure A.2 – An example of the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometer test apparatus layout	16
Figure B.1 – Example of glass cell arrangement	19
Figure B.2 – Example of cooling device arrangement.....	20

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**SAMPLE PREPARATION FOR MEASUREMENT
OF MERCURY LEVEL IN FLUORESCENT LAMPS**
FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as "IEC Publication(s)"). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 62554 has been prepared by subcommittee 34A: Lamps, of IEC technical committee 34: Lamps and related equipment.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
34A/1484/FDIS	34A/1502/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

IMPORTANT – The 'colour inside' logo on the cover page of this publication indicates that it contains colours which are considered to be useful for the correct understanding of its contents. Users should therefore print this document using a colour printer.

INTRODUCTION

The International Electrotechnical Commission (IEC) draws attention to the fact that it is claimed that compliance with this document may involve the use of a patent concerning Cold spotting given in 5.4.1.

IEC takes no position concerning the evidence, validity and scope of this patent right.

The holder of this patent right has assured the IEC that he/she is willing to negotiate licences free of charge with applicants throughout the world. In this respect, the statement of the holder of this patent right is registered with IEC. Information may be obtained from:

General Electric Company

Appliance Park AP35-1002, Louisville, KY, 40225-0001, US

Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this document may be the subject of patent rights other than those identified above. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

ISO (www.iso.org/patents) and IEC (<http://patents.iec.ch>) maintain on-line data bases of patents relevant to their standards. Users are encouraged to consult the data bases for the most up to date information concerning patents.

According to IEC SMB 136/7 decision, the technical committee decided to remove designation of a reference method.

SAMPLE PREPARATION FOR MEASUREMENT OF MERCURY LEVEL IN FLUORESCENT LAMPS

1 Scope

This International Standard specifies sample preparation methods for determining mercury levels in new tubular fluorescent lamps (including single capped, double capped, self-ballasted and CCFL for backlighting) containing 0,1 mg mercury or more. The intended resolution of the methods described in this standard is of the order of 5 %.

Mercury level measurement of spent lamps is excluded, as during lamp operation, mercury gradually diffuses into the glass wall and reacts with the glass materials. The test method of this standard does not recover mercury that is diffused into or reacted with or otherwise incorporated irreversibly with the glass wall of discharge tubes.

This standard does not contain information on measurement. Measurement is specified in IEC 62321.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO/IEC 17025:2005, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

IEC 62321:2008, *Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)*

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use – Specification and test methods*

3 Terms and definitions

For the purposes of the present document, the following terms and definitions apply.

3.1

new lamp

a lamp that has not been energized since manufacture

3.2

cold cathode fluorescent lamp (CCFL) for backlighting

small diameter fluorescent lamp having cold cathode in the lamp, in which most of light is emitted by the excitation of phosphors coated in discharge tube and used as backlight in LCD

3.3

external electrode fluorescent lamp (EEFL) for backlighting

small diameter fluorescent lamp having cold cathode attached outside the lamp, in which most of light is emitted by the excitation of phosphors coated in discharge tube and used as backlighting in LCD

EEFL is a subtype in CCFL lamp group.

4 General

Mercury in fluorescent lamps exists in the following states:

- a) vapour in a lamp;
- b) liquid metal;
- c) compound;
- d) alloy.

There is a wide variety of mercury dosing solutions including appearance and placement of mercury dispensing devices and also composition and structure of those devices. Although some of the lamps are dosed with amalgam or solid mercury alloy, there are also many fluorescent lamps dosed with liquid mercury.

Amalgam dosed lamps often have device(s) that act as an auxiliary amalgam. Form and location of these devices vary widely as well.

The introduction of a cold spot (see Annex B) minimizes the loss of mercury in the vapour state when the discharge tube is opened. With the lamp operating, the cold spot will condense all the mercury in the discharge, allowing superior control for mercury recovery.

The procedure in Clause 5 below includes a method to collect liquid mercury, mercury compounds and alloys and amalgams.

The total amount of mercury is determined by measuring the amount of liquid mercury, mercury compounds and alloys and amalgam.

The amount of mercury is calculated from the measured mercury concentration, the volume of the filtered solution and the dilution factor.

5 Procedure for collecting mercury from a fluorescent lamp

5.1 General

For test arrangement and ambient conditions, relevant parts of ISO/IEC 17025:2005 shall be followed.

WARNING – Persons using this International Standard should be familiar with normal laboratory practice. This standard does not purport to address all of the safety problems, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user to establish appropriate safety and health practices, to avoid pollution of the environment and to ensure compliance with any national regulatory conditions.

5.2 Reagents

The following reagents shall be used:

- water: Grade 1, as specified in ISO 3696;
- the mass fraction of mercury in the following reagents shall be below 1×10^{-9} ;
- potassium permanganate 5 % aqueous solution (m/v);
- nitric acid, concentrated 65 %;
- hydrochloric acid, concentrated 37 %;
- hydrofluoric acid, concentrated 40 %.

5.3 Chemical lab ware

Chemical lab ware shall be verified to be mercury non-absorbing.

Chemical lab ware shall be as follows:

- disposable vacuum filter pack with medium retention filter;
- disposable wide mouth screw-capped plastic bottles: 125 ml, 250 ml, 500 ml, 1 000 ml, 2 000 ml;
- disposable wide mouth sturdy plastic bag nominal 500 ml, 1 000 ml;
- beaker 50 ml, 100 ml, 125 ml, 250 ml, 500 ml;
- volumetric flasks: 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml;
- micropipettes;
- dispensers;
- bench coat: sheet of plastic lined laboratory bench paper.

NOTE The plastic bag may be clear polyethylene or similar chemical and acid resistant material nominally 0,01 mm or thicker. The 1 000 ml bag would be approximately 200 mm × 300 mm. Sometimes known as a “blender or stomacher bag” they are available from biological laboratory suppliers. Bag size may be adjusted to suit availability and lamp size being tested.

5.4 Sample preparation

Sample preparation process shall be a continuous operation without excessive hold time.

5.4.1 Cold spotting methods

5.4.1.1 General

Cold spotting is a method for condensing free mercury in a localized position (see Annex B).

The mercury localization occurs while the low-pressure discharge lamp is “ON” under normal operating conditions while a small area (the cold spot) of the discharge tube is maintained at a low temperature. During the cold spotting process, no heavy end blackening should be observed.

When the free mercury is fully condensed, the light output of the lamp will drop significantly and the discharge colour will typically turn pink. The process of free mercury localization (cold-spotting) is then completed.

NOTE Mercury collection with cold spot below 0 °C and operating with the normal control gear of the lamp may take several days.

5.4.1.2 Sample preparation of self-ballasted and single capped compact fluorescent multi limbed lamps with cold-spotting

Discharge tube cutting operations shall be carried out above the wide mouth screw capped plastic bottle to minimize the risk of material loss.

Sample containers shall be as follows.

- Use 250 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for cold spot section as first container.
- Use 125 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for end portions of discharge tube as second container.
- Use 500 ml or 1 000 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for glass parts of discharge tube, depending on which one fits better to the discharge tube dimensions under test as third container.

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Separate discharge tube from its outer bulb, if any.
- b) Clean the discharge tube with chemical wipe.
- c) Mark discharge tube in a non-destructive manner for first sectioning. Mark 3 cm on both sides of the cold spot.
- d) Collect the free mercury with cold spotting – see 5.4.1.1 – until mercury starvation is verified.
- e) Remove lamp from cooler. Keep lamp in same position as it was during cold spotting until sectioning.
- f) Place the lamp on cutting table covered by bench coat – with the plastic side up, toward the lamp.
- g) Score and break the discharge tube at the first mark allowing the arc tube to fill with air slowly so that no fluorescent powder coating of the tube is blown off.
- h) Break the lamp fully at the first mark. Score and break the lamp at the other mark around the cold spot. Place cold spot section (6 cm) immediately into the first container. Close the container. Shake first container allowing the discharge tube section to crush. Keep the first container in crushed ice until digestion. Allow 5 min for the floating dust to settle before continuing. Proceed to 5.5.2 sample digestion with the first container immediately.
- i) Next, separate discharge tube from plastic surrounds and associated electronics, if any. Cut associated lead wires as close to the glass seal as possible. Only the discharge tube will be used for mercury level measurement.
- j) Score and break all tip offs and check for metal parts. Crush tip offs with pliers into the second container.
- k) Score both of the lead wire containing ends of the discharge tube approximately 7 mm from the end of the tube. Pre-score discharge tube for sectioning, step n) below. Use the minimum possible number of sections allowing the parts to fit into the third container.
- l) Cut lead wire containing ends of the discharge tube at the score using hot rod or hot wire.
- m) Check end portions for any hollow glass objects and crush them gently with pliers into the second container. Carefully avoid touching the content of hollow glass objects with the pliers. Place the removed end portions – inclusive of metal parts in them – of the discharge tube into the second container and close the container.
- n) Section the discharge tube using hot rod or wire at scores marked in step k) above.
- o) Place discharge tube section(s) into the third container.
- p) Check bench coat for material chips. Any material on bench coat shall be placed into the third container. Then, close the third container.
- q) Shake the third container allowing the discharge tube sections(s) to crush. Allow 5 min for the floating dust to settle before continuing.

Samples are ready for digestion. Proceed to 5.5 sample digestion immediately.

5.4.1.3 Sample preparation of linear fluorescent lamps with cold spotting

Sample containers shall be as follows.

- Use 250 ml or 500 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for cold spot section as first container.
- Use 125 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for end portions of discharge tube as second container.
- Use 250 ml, 500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for glass parts of discharge tube, depending on which one fits better to the discharge tube dimensions under test as third container.

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Separate discharge tube from its fragment retention cover, if any.
- b) Mark discharge tube in a non-destructive manner for first sectioning. Mark 12 cm from the labelled end for the initial cut; mark 6 cm on both sides of the cold spot.
- c) Collect the free mercury with cold spotting – see 5.4.1.1 – until mercury starvation is verified.
- d) Remove lamp from cooler. Keep lamp horizontal until sectioning.
- e) Place the lamp on cutting table covered by bench coat – with the plastic side up, toward the lamp.
- f) Score and break the discharge tube at the first mark allowing the arc tube to fill with air slowly so that no fluorescent powder coating of the tube is blown off.
- g) Score and break the lamp at the remaining two marks. Place cold spot section (12 cm) immediately into the first container. Close the first container. Shake the first container allowing the discharge tube section to crush. Keep the first container in crushed ice until digestion. Allow 5 min for the floating dust to settle before continuing. Proceed to the 5.5.2 sample digestion immediately.
- h) Next, separate discharge tube from its plastic and metallic surrounds. Cut associated lead wires as close to the glass seal as possible. Only the discharge tube will be used for mercury level measurement.
- i) Score both of the lead wire containing ends of the discharge tube approximately 7 mm from the end of the tube. Pre-score discharge tube for sectioning. Use the minimum possible number of sections allowing the parts to fit into the third container.
- j) Section the ends of the discharge tube using hot rod or wire at scores marked. Score and break tip offs and check for metal parts. Crush tip offs with pliers into the second container. Check end portions for any hollow glass objects and crush them gently with pliers into the second container. Carefully avoid touching the content of hollow glass objects with the pliers. Place the end portions – inclusive of metal parts in them – of the discharge tube into the second container and close the second container.
- k) Section the remaining discharge tube using hot rod or wire at scores marked in step i).
- l) Place discharge tube sections into the third container.
- m) Check bench coat for material chips. Any material on bench coat shall be placed into the third container. Then close the third container.
- n) Shake the third container allowing the discharge tube to crush. Allow 5 min for the floating dust to settle before opening.

Samples are ready for digestion. Proceed to 5.5 sample digestion immediately.

5.4.2 Sample preparation of fluorescent lamps by non-cold-spot (sectioning) methods

Sample containers shall be as follows.

- Use 500 ml or 1 000 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for glass parts of discharge tube, depending on which one fits better to the discharge tube dimensions under test as first container.
- Use 125 ml wide mouth screw-capped plastic bottle for end portions of discharge tube as second container.

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Separate discharge tube from its outer bulb, if any.
- b) Separate discharge tube from its plastic and metallic surrounds. Cut associated lead wires as close to the glass seal as possible. Only the discharge tube will be used for mercury level measurement.
- c) Clean the discharge tube with chemical wipe.

- d) Place the lamp on cutting table covered by bench coat – with the plastic side up, toward the lamp.
- e) Score both of the lead wire containing ends of the discharge tube approximately 7 mm from the end of the tube. Pre-score discharge tube for sectioning. Use the minimum possible number of sections allowing the parts to fit into the first container.
- f) Select a tip off that does not contain metal part. Score and break it allowing the discharge tube to fill with air slowly that no fluorescent powder coating of the tube is blown off. Break tip off with pliers into the second container.
- g) Score and break all tip offs and check for metal parts. Break tip-offs with pliers into the second container.
- h) Cut lead wire containing ends of the discharge tube at the score using hot rod or hot wire.
- i) Check end portions for any hollow glass objects and crush them gently with pliers into the second container. Carefully avoid touching the content of hollow glass objects with the pliers. Place the removed end portions – inclusive of metal parts in them – of the discharge tube into the second container.
- j) Section the discharge tube using hot rod or wire at scores marked in step e).
- k) Place discharge tube sections into the first container.
- l) Check bench coat for material chips. Any material on bench coat shall be placed into the first container. Then close the first container.
- m) Shake the first container allowing the discharge tube to crush. Allow 5 min for the floating dust to settle before continuing.

Samples are ready for digestion. Proceed to 5.5 sample digestion immediately.

5.4.3 Sample preparation of fluorescent lamps by non-cold-spot (crushing) methods

The sample preparation shall be executed according to the following procedure.

- a) Separate discharge tube from any plastic surrounds or metallic ends. Cut lead wires as close to the glass seal as possible. Only the discharge tube will be used for mercury measurement.
- b) Clean the discharge tube with a chemical wipe to remove any dust particles.
- c) Using pliers, break the tip off at one end of the fluorescent lamp, allowing the discharge tube to fill with air. Place broken tip into plastic bag.
- d) Squirt a small amount (approximately 3 ml) of deionised water into the fluorescent lamp to wet the phosphor powder inside the lamp. This will prevent the loss of any mercury contained in the dry phosphor coating when the bulb is broken into pieces.
- e) If the fluorescent lamp is of a small compact type (single capped fluorescent multi limbed), place the whole lamp into a wide mouthed thick plastic bag. Fold over the open end to create a temporary seal and using a mallet carefully break the lamp into small pieces hitting the outside of the bag.
- f) If the fluorescent lamp is of a linear type, place the first portion in to a wide mouth thick plastic bag. Carefully using a mallet break the lamp hitting the outside of the bag while feeding the non-broken end into the bag until all the linear lamp is in the bag. Fold over the open end to create a temporary seal and using a mallet carefully break the lamp into small pieces hitting the outside of the bag.
- g) Empty the contents of the plastic bag into a suitable sized first container of 5.4.2.
- h) Rinse the contents of the plastic bag using a small amount of deionised water. This can be achieved by cutting the sealed end of the plastic bag off and rinsing the inside straight into the container with the broken lamp.

Samples are ready for digestion. Proceed to sample digestion immediately according to 5.5.2. If any metals remain after digestion according to 5.5.2 these are to be dissolved using step 5.5.3.

5.4.4 Nitric acid rinse method for linear fluorescent lamps

Sample containers shall be as follows.

- Use 50 ml or 100 ml plastic sample beaker for end portions of discharge tube as first container.
- Use 250 ml plastic sample beaker as second container.

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Separate discharge tube from its fragment retention cover, if any.
- b) Separate discharge tube from its plastic and metallic surrounds (including end caps). Cut associated lead wires as close to the glass seal as possible. Only the discharge tube will be used for mercury level measurement.
- c) Carefully break the tip-off, crush and collect it into the first container. Inject a volume of concentrated nitric acid 1/30th of the lamps interior volume using a pipette or an injection syringe having no attached needle. Alternatively use the following method for the injection of nitric acid. Place a plastic tubing over the tip-off. Place the other end of the tubing into a vessel containing the appropriate volume of nitric acid. Carefully break the tip-off inside the tubing with a pair of needle nose pliers. The less than atmosphere pressure inside the lamp will draw the acid into the lamp.

NOTE 1 An appropriate example of plastic tubing is a 30 cm piece of Tygon or PVC tubing with 4,8 mm inner and 7,9 mm outer diameter.

- d) Holding the lamp in a near horizontal orientation, rotate the lamp such that the acid contacts all interior surfaces. Place the lamp in a vertical orientation for 15 min. Repeat this procedure a minimum of three times.
- e) Remove the open tip-off end of the lamp (approximately 2 cm) using a diamond pen or hot wire and place the 2 cm section including the coil mount into the first container. Decant the concentrated nitric acid from the lamp into the second container.
- f) Wash the interior of the lamp with water and decant into the second container. Wash the interior of the lamp a minimum of five times.
- g) Remove the other end of the lamp (approximately 2 cm) using a diamond pen or hot wire. Crush tip off with pliers into the first container and place the 2 cm section including the coil mount also into the first container. Add an appropriate volume of concentrated nitric acid and allow to stand for at least 15 min.
- h) Decant the concentrated nitric acid from the first container into the second container and wash the first container a minimum of three times with water and decant into the second container.
- i) Transfer all glass components from the first container to the second container, leaving the metallic components.

NOTE 2 It is important that the majority of glass is removed from the first container as this may influence the results of the metal digestion using HF (see 5.5.3).

- j) Process the first container in accordance with 5.5.3 digestion of metal samples.
- k) Process the second container in accordance with 5.5.2 b) digestion of glass samples.

5.4.5 Direct mercury measurement

This method is applicable for small diameter fluorescent lamps (e.g. EEFL, CCFL).

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Cut associated lead wires as close to the glass seal as possible. Remove the external electrodes of EEFL. Only the discharge tube will be used for mercury level measurement (see Note 1).
- b) Clean the discharge tube with a chemical wipe.

- c) Make scratches and section discharge tube near the both ends. Then section discharge tube remainder into 100 mm segments. Place discharge tube segments on a quartz boat (see Note 2).

Sample is ready for analysis with electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry.

NOTE 1 Any solder adhered to the lead may cause contamination in the measurement section because it has a low boiling point and contains paste. Completely remove any oil from the surface as it may cause contamination in the measurement section.

NOTE 2 Carefully break the sample just above the boat, so that the mercury does not scatter.

5.4.6 Sample preparation of other fluorescent lamps

For any other differently shaped fluorescent lamps follow 5.4.1.2 if lamp is self-ballasted or 5.4.1.3 if not self-ballasted.

5.5 Sample digestion

5.5.1 Ambient conditions

The sample digestion shall be executed at room temperature.

5.5.2 Glass samples (in 250 ml, 500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml container)

Samples prepared according to Subclause 5.4.1.2 h), 5.4.1.2 q), 5.4.1.3 g), 5.4.1.3 n), 5.4.2. k), 5.4.3 h) and 5.4.4 k).

The following recipe applies to samples in 250 ml container. For samples in 500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml container, use appropriate multiple (2x, 4x, 8x) amount of each listed ingredient. Make sure that acid mixture covers crushed material.

The sample digestion shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Add 25 ml concentrated nitric acid. Add 10 ml water and swirl to mix.
- b) Add 0,25 ml of 5 % potassium permanganate and allow to stand for 16 h (overnight) in a well-ventilated fume cupboard.

NOTE To accelerate reactions, heating solution up to 80 degree centigrade on a hot plate is also allowed.

If any metal remains after digestion these are to be dissolved using step 5.5.3.

5.5.3 Metal samples (in 125 ml container)

Samples prepared according to Subclause 5.4.1.2 m), 5.4.1.3 j), 5.4.2.i) and 5.4.4.j).

The sample digestion shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Add 3 ml concentrated hydrochloric acid and 1 ml concentrated nitric acid.
- b) If dissolution is incomplete except tungsten coils, add 2 ml HF.
When all metals (not necessarily glass materials) are dissolved, add 20 ml nitric acid. Add 10 ml water and swirl to mix.
- c) Add 0,25 ml of 5 % potassium permanganate and let stand for 16 h (overnight) in a well-ventilated fume cupboard.

NOTE To accelerate reactions, heating solution up to 80 degree centigrade on a hot plate is also allowed.

5.6 Filtering

Filter all digested samples through a medium retention filter into the same 250 ml (500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml) volumetric filter flask and dilute with deionised water to the mark on the flask. The filter packs are never reused.

6 Measurement

6.1 Blank test

Before sample is treated, a blank test should be performed in order to confirm that the blank value has no influence on the sample measurement value.

6.2 Data reporting

Measurements should be repeated three times on each of the extracted solutions. The reported values should be the average and 95 % confidence interval of the average.

Amount of mercury measured in accordance with this standard should be expressed with 2 significant digits.

6.3 Analysis

The analytical test procedure shall comply with the requirements of Clause 7 of IEC 62321.

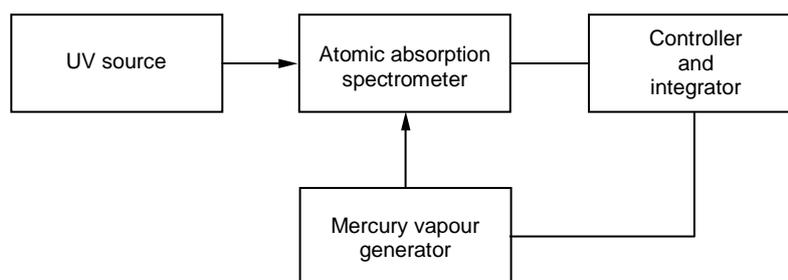
For 5.4.5 sample preparation method, the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry method is applicable (see Annex A).

Annex A (informative)

Electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry (EVAAS) method

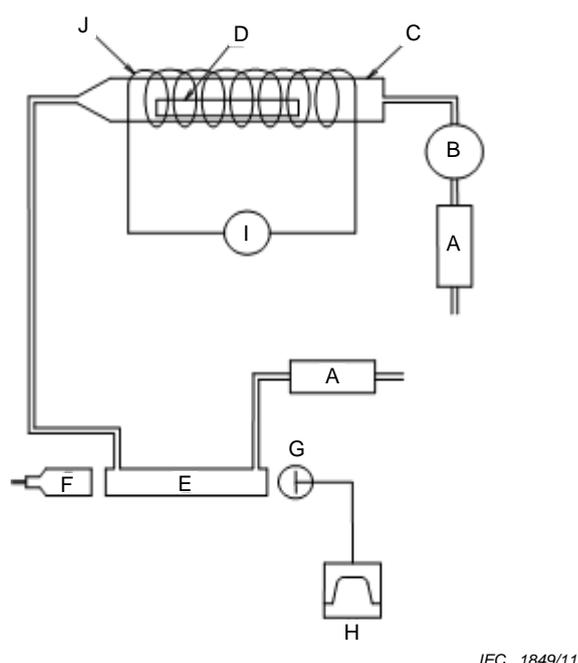
A.1 Electrothermal vaporization atomic absorption spectrometer

The mercury vapour generator vaporizes mercury from the sample by heating broken pieces of a lamp. This mercury vapour is then introduced into the atomic absorption spectrometer to measure the total mercury quantity. The atomic absorption spectrometer should be stable and linear across the measuring range. The controller monitors the ultraviolet absorbance of mercury introduced into the spectrometer, and controls the temperature of the generator so that the absorbance does not exceed the linear range of the spectrometer. The integrator sums the ultraviolet absorbance signal during the entire heating period. Figure A.1 shows a block diagram of the EVAAS test. Figure A.2 illustrates an example of an EVAAS test apparatus layout.



IEC 1848/11

Figure A.1 – Configuration of the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry testing apparatus



Key

- | | |
|---------------------------|------------------------------|
| A Mercury removing device | F Mercury lamp |
| B Air pump | G Atomic absorption detector |
| C Quartz heating tube | H Integrator |
| D Quartz boat | I Power unit with controller |
| E Quartz absorption cell | J Heater |

Figure A.2 – An example of the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometer test apparatus layout

A.2 Reagents

The following reagents shall be used.

- a) Water: Ion-exchange water or distilled water should be used throughout this procedure.
- b) Mercury acetate standard solutions: Mercury acetate of more than 99 % purity is dissolved in water to make standard solutions. The mercury acetate standard solution should be a certified reference material or should be traceable to it.
- c) Granular or powdered activated alumina having particle size range from 40 µm to 2 000 µm should be used.

A.3 Measurement

A.3.1 Sample measurement

Insert the boat into (see 5.4.5) the quartz heating tube of the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometer, and start the generator (heater), controller and integrator to initiate measurement. Integration of the ultraviolet absorbance signal from the atomic absorption spectrometer should begin as soon as heating starts. Control the heater while monitoring the concentration of mercury being generated (see Note in A.3.2). Keep the temperature at 240 °C or higher, and continue heating and integrating until no more mercury is generated.

A.3.2 Calibration curve

The calibration curve of the apparatus should be linear over the measuring range from 0,01 mg to 20 mg. Use a mercury acetate standard solution to make calibration curves. Place a layer of activated alumina on the boat and drop the appropriate quantity of standard solution onto the activated alumina with a micropipette. Start measuring as soon as the boat is inserted into the quartz heating tube in the electrothermal vaporization atomic absorption spectrometer, and keep the temperature at least 360 °C. Make a calibration curve from the relation between the amounts of mercury vaporized from the standard solution and the measured integration of the ultra violet absorbance signal. The amount of mercury in the lamp sample is estimated from the calibration curve.

NOTE Occasionally, samples may suddenly generate an amount of mercury that exceeds the concentration measurement range of the atomic absorption spectrometer. If this does occur, the measurement results may be biased toward underestimation of the total mercury quantity.

Annex B (informative)

Information on the cold spotting method

B.1 General description of mercury collection by the cold spotting method on both single- and double capped lamps

B.1.1 General

A cold spot is a certain area on a fluorescent lamp which is cooled to approximately 0 °C.

Mercury will condense at the coldest place in the discharge chamber.

After the process has reached completion, virtually no free mercury is left in the lamp and consequently no UV radiation is emitted. The light output of the lamp becomes very dim and typically pink in colour. This state of the lamp is called 'dark burning'. When this 'dark burning' state is observed, nearly all of the free mercury is condensed at the cold spot.

B.1.2 Double-capped fluorescent lamp

For double-capped lamps, the cold spot is created by a cooling system. This cooling system circulates a mixture of water and ethanol at approximately 0 °C through a glass cell. This cell has a round shape that fits tightly around the discharge tube.

B.1.3 Single-capped fluorescent lamp

For a single-capped lamp, the cold spot is created by using a copper rod, which is tightly applied to the lamp surface. The copper rod in turn is connected to the same or identical cell and cooling system as is used with double-capped lamps (see B.1.2).

B.1.4 General

Usually the middle of the double-capped tube is selected for the site to condense the mercury.

For a single-capped lamp the middle of one of the legs is selected.

The lamp shall be operated on a suitable control gear while condensing the free mercury at the cold spot.

Operating the lamp during mercury collection causes large temperature difference between the cold spot and the rest of the lamp, thereby speeding collection rate.

The size of the cold spot area should be relative to the size of the lamp. In a typical 120 cm fluorescent lamp, the cold spot is made approximately 10 cm long. For smaller lamps, the cold spot area will necessarily be reduced. The glass segment eventually removed shall be greater than the cold spot size.

B.1.5 Liquid nitrogen treatment of a cold spot

Although it is only necessary to keep the cold spot cool once the condensation process is completed, the collection may be preserved by means of liquid nitrogen.

This is done by tightening cotton wool around the cold spot surface and then soaking the cotton wool with liquid nitrogen for 10 min. After this treatment, the lamp is prepared to cut open.

B.1.6 Extracting the cold spot segment

It is best to condense the mercury to a cold spot away from the electrode regions. This allows extraction of the cold spot segment with comfortable margins between the electrode regions and the cold spot centre. After a small crack is made in the glass discharge tube and it fills with air, the remainder of the discharge tube may be readily segmented.

B.2 Detailed procedure for condensation of free mercury to the cold spot

B.2.1 Double-capped lamp

The sample preparation shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Measure the length of the fluorescent lamp and mark the middle of the lamp.
- b) Place the glass cell (see Figure B.1) on the mark in the middle of the lamp. The glass cell fits completely and tight around the fluorescent lamp.



IEC 1850/11

Figure B.1 – Example of glass cell arrangement

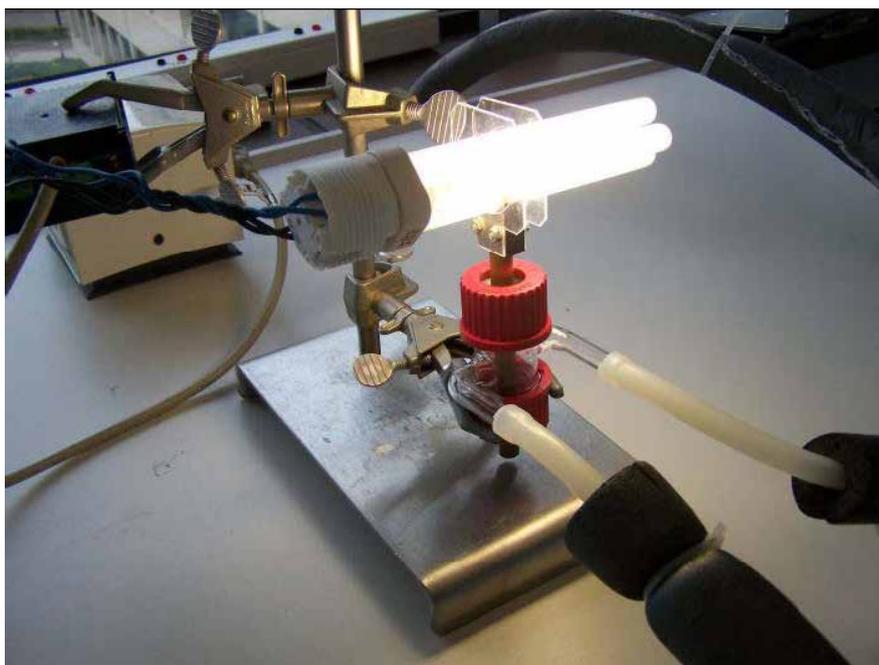
- c) Connect the glass cell to the cooling instrument using plastic hosing. The cooling instrument supplies a continuous flow of a water - ethanol mixture at approximately 0 °C through the hosing to the glass cell.
- d) Next, transfer the lamp, with the glass cell attached, to a burning rack.
- e) Attach the cooling instrument and secure such that there is a continuous flow of water - ethanol in the glass cell.
- f) Let the lamp burn with properly selected control gear, and condensation of the free mercury to the cold spot will start.
- g) When the lamp burns “dark”, the cooling instrument is switched off and the glass cell is removed.
- h) The complete lamp is dried on the outside using a cotton towel and at once the cold spot area is wrapped with cotton wool and soaked with liquid nitrogen for 10 min (see B.1.5).
- i) Next the lamp is transferred into a fume-hood.
- j) The cold spot segment is removed by cutting the lamp open on both sides of the cold spot. To ensure the maximum mercury retention, open the lamp as far away as possible from the cold

spot. This cutting takes place by means of an appropriate cutting tool. First, at both sides a scratch is made and the glass envelope is cracked, then once the pressure in the lamp is equal to the outside pressure, the lamp can be opened. The cold spot glass segment is transferred to a container for further analysis.

B.2.2 Single-capped lamp

The sample digestion shall be executed according to the process steps listed below.

- a) Mark the middle of one leg of the lamp.
- b) Place the cooling device (rod + glass cell, see Figure B.2) on the mark of the lamp.



IEC 1851/11

Figure B.2 – Example of cooling device arrangement

- c) Put the lamp with the cooling device on a stand.
- d) Connect the glass cell of the cooling device to the cooling instrument using plastic hosing. The cooling instrument supplies a continuous flow of a water - ethanol mixture at approximately 0 °C through the hosing to the glass cell.
- e) Attach the cooling instrument and take care such that there is a continuous flow of water - ethanol in the glass cell.
- f) Let the lamp burn with properly selected control gear and condensation of the free mercury to the cold spot will start.
- g) When the lamp burns “dark”, the cooling instrument is switched off and the glass cell is removed from the cooling device.
- h) The cooling device, still in contact with the lamp, is put into liquid nitrogen for 5 min.
- i) Next the lamp is transferred into a fume-hood.
- j) The cold spot segment is removed by cutting the lamp open on both sides of the cold spot. To ensure the maximum mercury retention, open the lamp is as far away as possible from the cold spot. This cutting takes place by means of an appropriate cutting tool. First, at both side a scratch is made and the glass envelope is cracked, then once the pressure in the lamp is equal to the outside pressure, the lamp can be opened. The cold spot glass segment has to be transferred to a container for further analysis.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS.....	23
INTRODUCTION.....	25
1 Domaine d'application	26
2 Références normatives.....	26
3 Termes et définitions	26
4 Généralités.....	27
5 Procédure pour recueillir le mercure d'une lampe fluorescente	27
5.1 Généralités.....	27
5.2 Réactifs.....	28
5.3 Matériel chimique de laboratoire.....	28
5.4 Préparation des échantillons	28
5.4.1 Méthodes de réalisation par le point froid	28
5.4.2 Préparation des échantillons de lampes fluorescentes par des méthodes (de sectionnement) sans point froid	31
5.4.3 Préparation des échantillons de lampes fluorescentes par des méthodes (d'écrasement) sans point froid.....	32
5.4.4 Méthode de rinçage à l'acide nitrique concernant les lampes fluorescentes linéaires.....	33
5.4.5 Mesure directe du mercure	34
5.4.6 Préparation des échantillons d'autres lampes fluorescentes	34
5.5 Digestion des échantillons.....	34
5.5.1 Conditions ambiantes	34
5.5.2 Échantillons de verre (dans un récipient de 250 ml, 500 ml, 1 000 ml ou 2 000 ml)	34
5.5.3 Échantillons de métal (dans un récipient de 125 ml)	35
5.6 Filtrage.....	35
6 Mesure	35
6.1 Essai à blanc.....	35
6.2 Consignation des données	35
6.3 Analyse	35
Annexe A (informative) Méthode de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique (EVAAS, <i>electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry</i>).....	36
Annexe B (informative) Informations relatives à la méthode de la réalisation du point froid.....	39
Figure A.1 – Configuration de l'appareillage d'essai de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique	36
Figure A.2 – Exemple de dispositif d'appareillage d'essai au spectromètre d'absorption atomique à vaporisation électrothermique	37
Figure B.1 – Exemple de montage de cellule de verre.....	40
Figure B.2 – Exemple de montage du dispositif de refroidissement.....	41

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS EN VUE DE LA MESURE DU NIVEAU DE MERCURE DANS LES LAMPES FLUORESCENTES

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 62554 a été établie par le sous-comité 34A: Lampes, du comité d'études 34 de la CEI: Lampes et équipements associés.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
34A/1484/FDIS	34A/1502/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

IMPORTANT – Le logo "colour inside" qui se trouve sur la page de couverture de cette publication indique qu'elle contient des couleurs qui sont considérées comme utiles à une bonne compréhension de son contenu. Les utilisateurs devraient, par conséquent, imprimer cette publication en utilisant une imprimante couleur.

INTRODUCTION

La Commission Électrotechnique Internationale (CEI) attire l'attention sur le fait qu'il est déclaré que la conformité avec les dispositions du présent document peut impliquer l'utilisation d'un brevet intéressant la détermination du point froid traité en 5.4.1.

La CEI ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à la portée de ces droits de propriété.

Le détenteur de ces droits de propriété a donné l'assurance à la CEI qu'il consent à négocier des licences avec des demandeurs du monde entier, sans frais. À ce propos, la déclaration du détenteur des droits de propriété est enregistrée à la CEI. Des informations peuvent être demandées à:

General Electric Company

Appliance Park AP35-1002, Louisville, KY, 40225-0001, US

L'attention est d'autre part attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété autres que ceux qui ont été mentionnés ci-dessus. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de l'identification de ces droits de propriété en tout ou partie.

L'ISO (www.iso.org/patents) et la CEI (<http://patents.iec.ch>) maintiennent des bases de données, consultables en ligne, des droits de propriété pertinents à leurs normes. Les utilisateurs sont encouragés à consulter ces bases de données pour obtenir l'information la plus récente concernant les droits de propriété.

Conformément à la décision 136/7 du SMB de la CEI, le comité d'études a décidé de retirer la désignation d'une méthode de référence.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS EN VUE DE LA MESURE DU NIVEAU DE MERCURE DANS LES LAMPES FLUORESCENTES

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes de préparation des échantillons en vue de la détermination des niveaux de mercure dans des lampes tubulaires à fluorescence (y compris celles à un culot, à deux culots, à ballast incorporé et les CCFL pour le rétro-éclairage) dont la teneur en mercure est de 0,1 mg ou supérieure. La résolution prévue des méthodes décrites dans la présente norme est de l'ordre de 5 %.

La mesure du niveau de mercure des lampes usagées est exclue car au cours du fonctionnement de la lampe, le mercure se diffuse progressivement dans la paroi de verre et réagit aux matériaux de verre. La méthode d'essai de la présente norme ne récupère pas le mercure qui s'est diffusé dans la paroi de verre des tubes à décharge ou ayant réagi avec cette paroi de verre ou encore qui s'est incorporé dans celle-ci de manière irréversible.

La présente norme ne contient aucune information relative aux mesures. Les mesures sont spécifiées dans la CEI 62321.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/CEI 17025:2005, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

CEI 62321:2008, *Produits électrotechniques – Détermination des niveaux de six substances réglementées (plomb, mercure, cadmium, chrome hexavalent, diphényles polybromés, diphényléthers polybromés)*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

lampe neuve

lampe qui n'a pas été mise sous tension depuis sa fabrication

3.2

lampe fluorescente à cathode froide (CCFL, cold cathode fluorescent lamp) pour rétro-éclairage

lampe fluorescente de petit diamètre comportant une cathode froide dans la lampe, dans laquelle la plus grande partie de la lumière est émise par l'excitation des phosphores recouvrant l'intérieur du tube à décharge et utilisées pour le rétro-éclairage dans les écrans à cristaux liquides

3.3

lampe fluorescente à électrodes externes (EEFL, external electrode fluorescent lamps) pour le rétro-éclairage

lampe fluorescente de petit diamètre comportant une cathode froide fixée à l'extérieur de la lampe, dans laquelle la plus grande partie de la lumière est émise par l'excitation des phosphores recouvrant l'intérieur du tube à décharge et utilisée pour le rétro-éclairage dans les écrans à cristaux liquides

L'EEFL représente un sous-type du groupe de lampes CCFL.

4 Généralités

Le mercure des lampes fluorescentes existe sous les formes suivantes:

- a) vapeur dans une lampe;
- b) métal liquide;
- c) mélange;
- d) alliage.

Il existe une variété étendue de solutions de dosage du mercure, y compris les notions d'aspect et de placement des dispositifs de délivrance de mercure, ainsi que la composition et la structure de ces dispositifs. Bien que certaines de ces lampes soient dosées avec un amalgame ou un alliage de mercure solide, il existe également de nombreuses lampes fluorescentes dosées au mercure liquide.

Les lampes dosées à l'amalgame comportent souvent un ou plusieurs dispositifs servant d'amalgame auxiliaire. La forme et l'emplacement de ces dispositifs varient de même largement.

L'introduction d'un point froid (voir l'Annexe B) réduit la perte de mercure à l'état de vapeur lorsque le tube à décharge est ouvert. Lorsque la lampe fonctionne, le point froid condense tout le mercure dans la décharge, ce qui permet un contrôle supérieur de récupération du mercure.

La procédure de l'Article 5 ci-dessous comprend une méthode en vue de recueillir le mercure liquide, les composés et alliages de mercure, ainsi que les amalgames.

La quantité totale de mercure est déterminée en mesurant la quantité de mercure liquide, les composés et alliages de mercure, ainsi que les amalgames.

La quantité de mercure est calculée à partir de la concentration, du volume de la solution filtrée et du facteur de dilution.

5 Procédure pour recueillir le mercure d'une lampe fluorescente

5.1 Généralités

Concernant le dispositif d'essai et les conditions ambiantes, les parties pertinentes de l'ISO/CEI 17025:2005 doivent être suivies.

AVERTISSEMENT - Il convient que les personnes utilisant la présente Norme Internationale connaissent bien les règles de l'art appliquées dans les laboratoires. La présente norme ne prétend pas aborder, le cas échéant, tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir les pratiques de sécurité et sanitaires appropriées, d'éviter la pollution de l'environnement et d'assurer la conformité avec toutes les conditions réglementaires nationales.

5.2 Réactifs

Les réactifs suivants doivent être utilisés:

- eau: Classe 1, spécifiée dans l'ISO 3696;
- la fraction de masse du mercure dans les réactifs suivants doit être inférieure à 1×10^{-9} ;
- solution aqueuse de permanganate de potassium 5 % (m/v);
- acide nitrique, concentré à 65 %;
- acide chlorhydrique, concentré à 37 %;
- acide fluorhydrique, concentré à 40 %.

5.3 Matériel chimique de laboratoire

Le matériel chimique de laboratoire doit être vérifié comme n'absorbant pas le mercure.

Le matériel doit être le suivant:

- filtres à vide jetables avec papier filtre de rétention moyen;
- flacons en plastique à col large, à vis: 125 ml, 250 ml, 500 ml, 1 000 ml, 2 000 ml;
- sac en plastique robuste jetable à ouverture large, contenance nominale 500 ml, 1 000 ml;
- bécher de 50 ml, 100 ml, 125 ml, 250 ml, 500 ml;
- fioles jaugées: 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml;
- micropipettes;
- distributeurs;
- revêtement pour plan de travail: feuille de papier doublé de plastique, à poser sur le plan de travail de laboratoire.

NOTE Le sac en plastique peut être en polyéthylène clair ou en matériau chimique analogue et résistant à l'acide, d'épaisseur nominale de 0,01 mm ou supérieure. Le sac de 1 000 ml serait d'une valeur approximative de 200 mm × 300 mm. Parfois connus sous le nom de "sac adapté au mélangeur ou sac à stomacher", ils sont disponibles auprès des fournisseurs de laboratoires biologiques. La taille du sac peut être adaptée pour convenir à la disponibilité et à la taille de lampe en essai.

5.4 Préparation des échantillons

Le processus de préparation des échantillons doit constituer une opération continue excluant des temps d'arrêt excessifs.

5.4.1 Méthodes de réalisation par le point froid

5.4.1.1 Généralités

La réalisation par point froid est une méthode destinée à condenser le mercure libre, dans un emplacement localisé (voir l'Annexe B).

La localisation du mercure a lieu tandis que la lampe à décharge basse pression est en "MARCHE" dans des conditions de fonctionnement normales tandis qu'une petite zone (point froid) du tube à décharge est maintenue à température basse. Au cours du processus de réalisation par point froid, il convient de n'observer aucun noircissement important d'extrémité de la lampe.

Lorsque le mercure libre est complètement condensé, le flux lumineux de la lampe baisse de manière significative et la couleur de décharge devient typiquement rose. Le processus de localisation du mercure libre (réalisation par point froid) est alors accompli.

NOTE La collecte du mercure à l'aide du point froid en dessous de 0 °C et un fonctionnement avec un appareillage normal de lampe peut nécessiter plusieurs jours.

5.4.1.2 Préparation des échantillons de lampes compactes à fluorescence à plusieurs branches à ballast intégré et à culot unique avec un point froid

Les opérations de coupe des tubes à décharge doivent être effectuées au-dessus du flacon en plastique à col large et à vis pour réduire le risque de perte de matière.

Les récipients d'échantillons doivent être les suivants.

- Utiliser comme premier récipient le flacon en plastique à col large et vis de 250 ml pour la partie contenant le point froid.
- Utiliser comme deuxième récipient le flacon en plastique à col large et vis de 125 ml pour les portions d'extrémité du tube à décharge.
- Utiliser comme troisième récipient les flacons en plastique à col large et vis de 500 ml ou de 1 000 ml pour les parties en verre du tube en décharge, en choisissant celui qui s'adapte le mieux aux dimensions du tube à décharge en essai.

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Séparer le tube à décharge de son ampoule externe, le cas échéant.
- b) Nettoyer le tube à décharge à l'aide d'un produit chimique.
- c) Marquer le tube à décharge selon un moyen non destructif, en vue du premier sectionnement. Faire une marque à 3 cm de chaque côté du point froid.
- d) Recueillir le mercure libre à l'aide de la réalisation du point froid – voir 5.4.1.1 – jusqu'à ce que le vide de mercure soit vérifié.
- e) Retirer la lampe du refroidisseur. Conserver la lampe dans la même position où elle était au cours de la réalisation par point froid avant le sectionnement.
- f) Placer la lampe sur la table de coupe recouverte par le revêtement pour plan de travail – le côté plastique en haut, en direction de la lampe.
- g) Rayer et briser le tube à décharge au niveau de la première marque en laissant le tube à arc se remplir lentement d'air, de manière à ce que la poudre fluorescente tapissant le tube ne s'envole pas.
- h) Briser la lampe complètement au niveau de la première marque. Rayer et briser la lampe au niveau de l'autre marque autour du point froid. Placer la partie contenant le point froid (6 cm) immédiatement dans le premier récipient. Fermer le récipient. Secouer le premier récipient, ce qui permet d'écraser le morceau de tube à décharge. Conserver le premier récipient dans de la glace broyée jusqu'à digestion. Attendre 5 min que la poussière en suspension se dépose, avant de continuer. Passer immédiatement à 5.5.2, l'étape de digestion des échantillons avec le premier récipient.
- i) Puis, dégager le tube à décharge de son enveloppe en plastique et des éléments électroniques associés, le cas échéant. Couper les entrées de courant associées aussi près que possible du scellement en verre. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du niveau de mercure.
- j) Rayer et briser tous les queusots et vérifier la présence de parties métalliques. Écraser les queusots à l'aide de pinces dans le deuxième récipient.
- k) Rayer les deux extrémités du tube à décharge contenant le fil de plomb à environ 7 mm de l'extrémité du tube. Rayer préalablement le tube à décharge en vue du sectionnement, étape n) ci-dessous. Utiliser le nombre minimal possible de morceaux permettant de s'adapter au troisième récipient.
- l) Couper les extrémités contenant le fil de plomb du tube à décharge au niveau de la rayure en utilisant une baguette chaude ou un fil chaud.
- m) Vérifier si les portions d'extrémités présentent des objets en verre creux et les écraser doucement à l'aide de pinces dans le deuxième récipient. Veiller soigneusement à éviter de toucher le contenu des objets en verre creux avec les pinces. Placer les portions d'extrémités retirées – y compris les parties métalliques qui s'y trouvent – du tube à décharge du deuxième récipient et fermer le récipient.

- n) Sectionner le tube à décharge au moyen d'une baguette chaude ou d'un fil chaud au niveau des rayures marquées à l'étape k) ci-dessus.
- o) Placer le ou les morceaux du tube à décharge dans le troisième récipient.
- p) Vérifier si le revêtement du plan de travail comporte des éclats de matériaux. Tout matériau se trouvant sur le revêtement du plan de travail doit être placé dans le troisième récipient. Puis, fermer le troisième récipient.
- q) Secouer le troisième récipient, ce qui permet d'écraser le ou les morceaux de tube à décharge. Attendre 5 min que la poussière en suspension se dépose, avant de continuer.

Les échantillons sont prêts pour la digestion. Passer immédiatement à 5.5, l'étape de digestion des échantillons.

5.4.1.3 Préparation des échantillons de lampes fluorescentes linéaires à l'aide de la réalisation du point froid

Les récipients d'échantillons doivent être les suivants.

- Utiliser comme premier récipient le flacon en plastique à col large et vis de 250 ml ou de 500 ml pour la partie contenant le point froid.
- Utiliser comme deuxième récipient le flacon en plastique à col large et vis de 125 ml pour les portions d'extrémité du tube à décharge.
- Utiliser comme troisième récipient les flacons en plastique à col large et vis de 250 ml, 500 ml, 1 000 ml ou de 2 000 ml pour les parties en verre du tube en décharge, en choisissant celui qui s'adapte le mieux aux dimensions du tube à décharge en essai.

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Séparer le tube à décharge de son enveloppe de rétention de fragments, le cas échéant.
- b) Marquer le tube à décharge selon un moyen non destructif, en vue du premier sectionnement. Marquer 12 cm depuis l'extrémité étiquetée en vue de la coupe initiale, marquer 6 cm des deux côtés du point froid.
- c) Recueillir le mercure libre à l'aide de la réalisation du point froid – voir 5.4.1.1 – jusqu'à ce que le vide de mercure soit vérifié.
- d) Retirer la lampe du refroidisseur. Conserver la lampe à l'horizontale jusqu'au sectionnement.
- e) Placer la lampe sur la table de coupe recouverte par le revêtement pour plan de travail – le côté plastique en haut, en direction de la lampe.
- f) Rayer et briser le tube à décharge au niveau de la première marque en laissant le tube à arc se remplir lentement d'air, de manière à ce que la poudre fluorescente tapissant le tube ne s'envole pas.
- g) Rayer et casser la lampe au niveau des deux marques restantes. Placer la partie contenant le point froid (12 cm) immédiatement dans le premier récipient. Fermer le premier récipient. Secouer le premier récipient, ce qui permet d'écraser la partie de tube à décharge. Conserver le premier récipient dans de la glace broyée jusqu'à digestion. Attendre 5 min que la poussière en suspension se dépose, avant de continuer. Passer immédiatement à l'étape de 5.5.2 de digestion des échantillons.
- h) Puis, dégager le tube à décharge de ses enveloppes plastique et métallique. Couper les entrées de courant associées aussi près que possible du scellement en verre. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du niveau de mercure.
- i) Rayer les deux extrémités du tube à décharge contenant le fil de plomb à environ 7 mm de l'extrémité du tube. Rayer préalablement le tube à décharge en vue du sectionnement. Utiliser le nombre minimal possible de morceaux permettant de s'adapter au troisième récipient.
- j) Sectionner les extrémités du tube à décharge à l'aide d'une baguette chaude ou d'un fil chaud au niveau des marquages par rayure. Rayer et casser les queusots et vérifier la

présence de parties métalliques. Écraser les queusots à l'aide de pinces dans le deuxième récipient. Vérifier si les portions d'extrémités présentent des objets en verre creux et les écraser doucement à l'aide de pinces dans le deuxième récipient. Veiller soigneusement à éviter de toucher le contenu des objets en verre creux avec les pinces. Placer les portions d'extrémités retirées – y compris les parties métalliques qui s'y trouvent – du tube à décharge du deuxième récipient et fermer le deuxième récipient.

- k) Sectionner le tube à décharge restant au moyen d'une baguette chaude ou d'un fil chaud au niveau des rayures marquées à l'étape i).
- l) Placer les parties du tube à décharge dans le troisième récipient.
- m) Vérifier si le revêtement du plan de travail comporte des éclats de matériaux. Tout matériau se trouvant sur le revêtement du plan de travail doit être placé dans le troisième récipient. Puis fermer le troisième récipient.
- n) Secouer le troisième récipient ce qui permet d'écraser le tube à décharge. Attendre 5 min que la poussière en suspension se dépose, avant de l'ouvrir.

Les échantillons sont prêts pour la digestion. Passer immédiatement à 5.5, l'étape de digestion des échantillons.

5.4.2 Préparation des échantillons de lampes fluorescentes par des méthodes (de sectionnement) sans point froid

Les récipients d'échantillons doivent être les suivants.

- Utiliser comme premier récipient les flacons en plastique à col large et vis de 500 ml ou de 1 000 ml pour les parties en verre du tube à décharge, en choisissant celui qui s'adapte le mieux aux dimensions du tube à décharge en essai.
- Utiliser comme deuxième récipient le flacon en plastique à col large et vis de 125 ml pour les portions d'extrémité du tube à décharge.

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Séparer le tube à décharge de son ampoule externe, le cas échéant.
- b) Dégager le tube à décharge de ses enveloppes plastique et métallique. Couper les entrées de courant associées aussi près que possible du scellement en verre. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du niveau de mercure.
- c) Nettoyer le tube à décharge à l'aide d'un produit chimique.
- d) Placer la lampe sur la table de coupe recouverte par le revêtement pour plan de travail – le côté plastique en haut, en direction de la lampe.
- e) Rayer les deux extrémités du tube à décharge contenant le fil de plomb à environ 7 mm de l'extrémité du tube. Rayer préalablement le tube à décharge en vue du sectionnement. Utiliser le nombre minimal possible de morceaux permettant de s'adapter au premier récipient.
- f) Sélectionner un queusot qui ne contient pas de partie métallique. Le rayer et le briser en laissant le tube à décharge se remplir lentement d'air, de manière à ce que la poudre fluorescente tapissant le tube ne s'envole pas. Écraser le queusot à l'aide de pinces dans le deuxième récipient.
- g) Rayer et briser tous les queusots et vérifier la présence de parties métalliques. Briser les queusots à l'aide de pinces dans le deuxième récipient.
- h) Couper les extrémités contenant le fil de plomb du tube à décharge au niveau de la rayure en utilisant une baguette chaude ou un fil chaud.
- i) Vérifier si les portions d'extrémités présentent des objets en verre creux et les écraser doucement à l'aide de pinces dans le deuxième récipient. Veiller soigneusement à éviter de toucher le contenu des objets en verre creux avec les pinces. Placer les portions d'extrémités retirées – y compris les parties métalliques qui s'y trouvent – du tube à décharge du deuxième récipient.

- j) Sectionner le tube à décharge au moyen d'une baguette chaude ou d'un fil chaud au niveau des rayures marquées à l'étape e).
- k) Placer les morceaux du tube à décharge dans le premier récipient.
- l) Vérifier si le revêtement du plan de travail comporte des éclats de matériaux. Tout matériau se trouvant sur le revêtement du plan de travail doit être placé dans le premier récipient. Puis fermer le premier récipient.
- m) Secouer le premier récipient, ce qui permet d'écraser le tube à décharge. Attendre 5 min que la poussière en suspension se dépose, avant de continuer.

Les échantillons sont prêts pour la digestion. Passer immédiatement à 5.5, l'étape de digestion des échantillons.

5.4.3 Préparation des échantillons de lampes fluorescentes par des méthodes (d'écrasement) sans point froid

La préparation des échantillons doit être exécutée selon la procédure suivante.

- a) Dégager le tube à décharge de toutes enveloppes plastiques ou extrémités métalliques. Couper les entrées de courant aussi près que possible du scellement en verre. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du mercure.
- b) Nettoyer le tube à décharge à l'aide d'un produit chimique pour ôter toutes particules de poussières.
- c) À l'aide de pinces, briser le queusot à une extrémité de la lampe fluorescente, en laissant le tube à décharge se remplir d'air. Placer ces fragments dans le sac en plastique.
- d) Faire gicler une petite quantité (approximativement 3 ml) d'eau déminéralisée dans la lampe fluorescente pour humidifier la poudre de phosphore à l'intérieur de lampe. Cela empêchera la perte de mercure contenu dans le revêtement de phosphore sec lorsque l'ampoule a été brisée en pièces.
- e) Si la lampe fluorescente est de type compact de petite taille (lampe à plusieurs branches fluorescentes à culot unique), placer la lampe entière dans un sac en plastique épais à col large. Rabattre l'extrémité ouverte pour créer un scellement temporaire, et à l'aide d'un maillet briser soigneusement en petits morceaux en frappant à l'extérieur du sac.
- f) Si la lampe fluorescente est de type linéaire, placer la première portion dans un sac en plastique épais à col large. À l'aide d'un maillet, briser avec soin la lampe en frappant à l'extérieur du sac tout en introduisant l'extrémité intacte dans le sac jusqu'à ce que toute la lampe linéaire se trouve dans le sac. Rabattre l'extrémité ouverte pour créer un scellement temporaire, et à l'aide d'un maillet briser soigneusement la lampe en petits morceaux en frappant à l'extérieur du sac.
- g) Vider le contenu du sac en plastique dans un premier récipient de taille appropriée selon 5.4.2.
- h) Rincer le contenu du sac en plastique à l'aide d'une petite quantité d'eau déminéralisée. À cet effet, on peut couper l'extrémité scellée du sac plastique et rincer l'intérieur directement dans le récipient avec la lampe brisée.

Les échantillons sont prêts pour la digestion. Passer immédiatement à la digestion des échantillons conformément à 5.5.2. Si toutes matières métalliques demeurent après la digestion selon 5.5.2, elles doivent être dissoutes selon l'étape 5.5.3.

5.4.4 Méthode de rinçage à l'acide nitrique concernant les lampes fluorescentes linéaires

Les récipients d'échantillons doivent être les suivants.

- Utiliser comme premier récipient un bécher de 50 ml ou 100 ml en plastique pour échantillons en vue d'y placer les portions d'extrémités du tube à décharge.
- Utiliser un bécher d'échantillons de 250 ml en plastique, comme deuxième récipient.

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Séparer le tube à décharge de son enveloppe de rétention de fragments, le cas échéant.
- b) Dégager le tube à décharge de ses enveloppes plastique et métallique (y compris les embouts). Couper les entrées de courant associées aussi près que possible du scellement en verre. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du niveau de mercure.
- c) Briser soigneusement le queusot, l'écraser et le recueillir dans le premier récipient. Injecter un volume d'acide nitrique concentré à 1/30ème du volume intérieur de lampes, au moyen d'une pipette ou d'une seringue d'injection dépourvue d'aiguille. En variante, utiliser la méthode suivante pour l'injection d'acide nitrique. Placer un tuyau en plastique sur le queusot. Placer l'autre extrémité du tuyau dans un récipient contenant le volume approprié d'acide nitrique. Briser soigneusement le queusot à l'intérieur du tuyau avec une paire de pinces à bec effilé. Une pression inférieure à celle de l'atmosphère attirera l'acide dans la lampe.

NOTE 1 À titre de bon exemple de tuyau plastique, on peut citer un morceau de 30 cm de tuyau Tygon ou PVC de diamètre intérieur de 4,8 mm et de diamètre extérieur 7,9 mm.

- d) En maintenant la lampe dans une orientation proche de l'horizontale, faire subir une rotation à la lampe, de sorte que l'acide soit en contact avec toutes les surfaces intérieures. Placer la lampe dans une orientation verticale pendant 15 min. Renouveler cette procédure au minimum trois fois.
- e) Retirer l'extrémité du queusot ouvert de la lampe (environ 2 cm) à l'aide d'un diamant ou d'un fil chaud et placer le morceau de 2 cm, y compris la monture de bobine, dans le premier récipient. Décanter l'acide nitrique concentré de la lampe dans le second récipient.
- f) Laver l'intérieur de la lampe à l'eau et décanter dans le deuxième récipient. Laver l'intérieur de la lampe au minimum cinq fois.
- g) Retirer l'autre extrémité de la lampe (environ 2 cm), à l'aide d'un diamant ou d'un fil chaud. Écraser le queusot à l'aide de pinces dans le premier récipient et placer le morceau de 2 cm, y compris la monture de bobine, également dans le premier récipient. Ajouter un volume approprié d'acide nitrique concentré et laisser et laisser reposer au moins 15 min.
- h) Décanter l'acide nitrique concentré du premier récipient dans le second récipient et laver le premier récipient à l'eau au minimum trois fois et décanter dans le second récipient.
- i) Transférer toutes les parties en verre du premier récipient dans le second récipient, en laissant les composants métalliques.

NOTE 2 Il est important que la plus grande partie du verre soit retirée du premier récipient car cela peut influencer sur les résultats de la digestion du métal au moyen d'HF (voir 5.5.3).

- j) Traiter le premier récipient conformément à 5.5.3, digestion des échantillons de métal.
- k) Traiter le second récipient conformément à 5.5.2 b), digestion des échantillons de verre.

5.4.5 Mesure directe du mercure

Cette méthode est applicable aux lampes fluorescentes de petits diamètres (comme EEFL, CCFL).

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Couper les entrées de courant associées aussi près que possible du scellement en verre. Retirer les électrodes externes de l'EEFL. Seul le tube à décharge sera utilisé pour la mesure du niveau de mercure (voir Note 1).
- b) Nettoyer le tube à décharge à l'aide d'un produit chimique.
- c) Effectuer des éraflures et sectionner le tube à décharge à proximité des deux extrémités. Puis sectionner le reste du tube à décharge en segments de 100 mm. Placer les segments du tube à décharge sur une nacelle en quartz (voir Note 2).

L'échantillon est prêt pour l'analyse à l'aide de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique.

NOTE 1 Toute soudure adhérant au fil peut entraîner une contamination de la section de mesure, du fait qu'elle comporte un point d'ébullition bas et contient de la pâte. Éliminer complètement toute huile de la surface car elle peut provoquer une contamination de la section de mesure.

NOTE 2 Briser avec soin l'échantillon juste au-dessus de la nacelle, de sorte que le mercure ne se disperse pas.

5.4.6 Préparation des échantillons d'autres lampes fluorescentes

Pour d'autres lampes fluorescentes de formes différentes, suivre 5.4.1.2 si la lampe est à ballast intégré ou 5.4.1.3 dans le cas contraire.

5.5 Digestion des échantillons

5.5.1 Conditions ambiantes

La digestion des échantillons doit être exécutée à température ambiante des locaux.

5.5.2 Échantillons de verre (dans un récipient de 250 ml, 500 ml, 1 000 ml ou 2 000 ml)

Échantillons préparés conformément aux Paragraphes 5.4.1.2 h), 5.4.1.2 q) , 5.4.1.3 g), 5.4.1.3 n), 5.4.2. k), 5.4.3 h) et 5.4.4 k).

La formule suivante s'applique aux échantillons placés dans un flacon de 250 ml. Pour les échantillons placés dans un récipient de 500 ml, 1 000 ml ou 2 000 ml, utiliser la quantité avec le multiple approprié (2x, 4x, 8x), de chaque ingrédient énuméré. S'assurer que le mélange d'acide recouvre le matériau écrasé.

La digestion des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Ajouter 25 ml d'acide nitrique concentré. Ajouter 10 ml d'eau et remuer pour mélanger.
- b) Ajouter 0,25 ml de permanganate de potassium 5 % et laisser reposer 16 h (pendant la nuit) dans une hotte bien ventilée.

NOTE Pour accélérer les réactions, il est également autorisé de chauffer la solution jusqu'à 80 degrés centigrades sur une plaque chaude.

Si une matière métallique quelconque demeure après la digestion, elle doit être dissoute à l'aide de l'étape 5.5.3.

5.5.3 Échantillons de métal (dans un récipient de 125 ml)

Échantillons préparés conformément aux Paragraphes 5.4.1.2 m), 5.4.1.3 j), 5.4.2.i) et 5.4.4.j).

La digestion des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Ajouter 3 ml d'acide chlorhydrique concentré et 1 ml d'acide nitrique concentré.
- b) Si la dissolution est incomplète à l'exception des bobines de tungstène, ajouter 2 ml d'hafnium (HF).

Lorsque tous les métaux (pas nécessairement les matériaux en verre) sont dissous, ajouter 20 ml d'acide nitrique. Ajouter 10 ml d'eau et remuer pour mélanger.

- c) Ajouter 0,25 ml de permanganate de potassium 5 % et laisser reposer 16 h (pendant la nuit) dans une hotte bien ventilée.

NOTE Pour accélérer les réactions, il est également autorisé de chauffer la solution jusqu'à 80 degrés centigrades sur une plaque chaude.

5.6 Filtrage

Filtrer tous les échantillons digérés à travers un papier filtre de rétention moyen dans la même fiole jaugée filtrante de 250 ml (500 ml, 1 000 ml or 2 000 ml) et diluer avec de l'eau déminéralisée jusqu'à la marque de la fiole. Les filtres ne sont jamais réutilisés.

6 Mesure

6.1 Essai à blanc

Avant de traiter l'échantillon, il convient de réaliser un essai à blanc afin de confirmer le fait que la valeur à blanc n'influe pas sur la valeur de mesure de l'échantillon.

6.2 Consignation des données

Il convient de répéter trois fois les mesures sur chaque solution extraite. Il convient que les valeurs consignées soient la moyenne et l'intervalle de confiance de la moyenne à 95 %.

Il convient d'exprimer avec 2 chiffres significatifs la quantité de mercure mesurée conformément à la présente norme.

6.3 Analyse

La procédure d'essai analytique doit être conforme aux exigences de l'Article 7 de la CEI 62321.

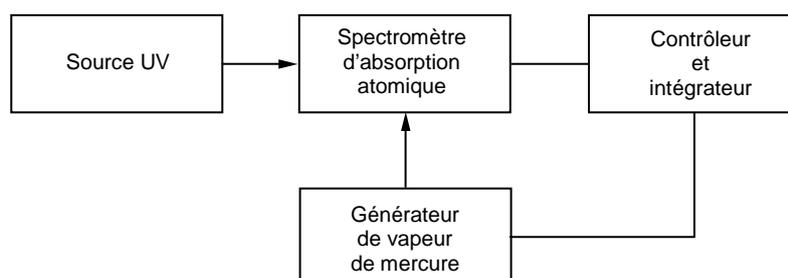
Pour la méthode de préparation des échantillons de 5.4.5, la méthode de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique est applicable (voir l'Annexe A).

Annexe A (informative)

Méthode de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique (EVAAS, *electrothermal vaporization atomic absorption spectrometry*)

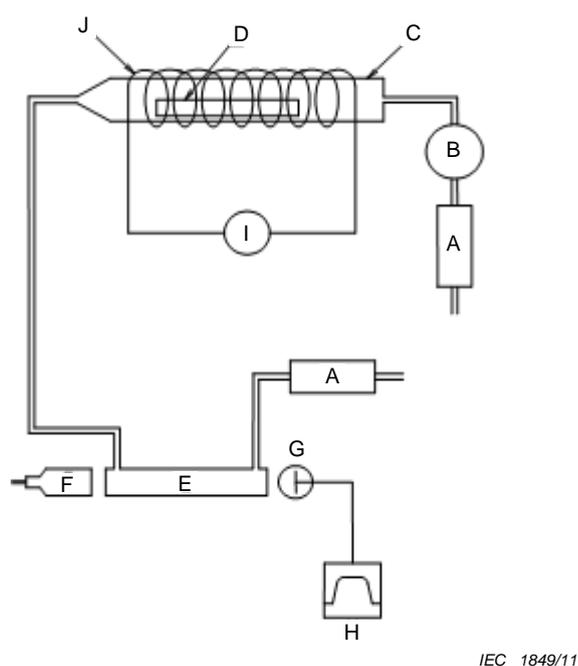
A.1 Spectromètre d'absorption atomique à vaporisation électrothermique

Le générateur de vapeur de mercure vaporise du mercure de l'échantillon en chauffant les morceaux brisés d'une lampe. Cette vapeur de mercure est ensuite introduite dans le spectromètre d'absorption atomique, en vue de mesurer la quantité totale de mercure. Il convient que le spectromètre d'absorption atomique soit stable et linéaire sur toute la plage de mesures. Le dispositif de contrôle surveille l'absorbance ultraviolet du mercure introduit dans le spectromètre et contrôle la température du générateur, de sorte que l'absorbance ne dépasse pas la plage linéaire du spectromètre. L'intégrateur totalise le signal d'absorbance ultraviolet au cours de toute la période de chauffage. La Figure A.1 représente un schéma-bloc de l'essai de l'EVAAS. La Figure A.2 illustre un exemple de dispositif d'appareillage d'essai de l'EVAAS.



IEC 1848/11

Figure A.1 – Configuration de l'appareillage d'essai de la spectrométrie d'absorption atomique à vaporisation électrothermique



Légende

A	Dispositif de suppression du mercure	F	Lampe de mercure
B	Pompe à air	G	Détecteur d'absorption atomique
C	Tube de chauffage de quartz	H	Intégrateur
D	Nacelle en quartz	I	Bloc d'alimentation électrique avec dispositif de contrôle
E	Cellule d'absorption en quartz	J	Dispositif de chauffage

Figure A.2 – Exemple de dispositif d'appareillage d'essai au spectromètre d'absorption atomique à vaporisation électrothermique

A.2 Réactifs

Les réactifs suivants doivent être utilisés.

- a) Eau: Il convient que l'eau à échange d'ions ou l'eau distillée soit utilisée tout au long de cette procédure.
- b) Solutions-étalons d'acétate de mercure: L'acétate de mercure de pureté d'une valeur supérieure à 99 % est dissous dans l'eau pour réaliser des solutions-étalons. Il convient que la solution-étalon d'acétate de mercure soit une matière de référence certifiée ou qu'elle s'y réfère.
- c) Il convient d'utiliser l'alumine activé granulaire ou en poudre dont les particules sont dans une plage de tailles comprises entre 40 μm et 2 000 μm .

A.3 Mesure

A.3.1 Mesure de l'échantillon

Insérer la nacelle (voir 5.4.5) dans le tube de chauffage de quartz du spectromètre d'absorption atomique à vaporisation électrothermique, et faire démarrer le générateur (dispositif de chauffage), le contrôleur et l'intégrateur en vue d'entreprendre la mesure. Il convient de commencer l'intégration du signal d'absorbance ultraviolet du spectromètre d'absorption atomique dès que le chauffage démarre. Contrôler le dispositif de chauffage tout en surveillant la concentration de mercure produite (voir Note en A.3.2). Maintenir la

température à 240 °C ou supérieure, et poursuivre le chauffage et l'intégration jusqu'à ce que la production de mercure soit terminée.

A.3.2 Courbe d'étalonnage

Il convient que la courbe d'étalonnage de l'appareillage soit linéaire sur la plage de mesure comprise entre 0,01 mg et 20 mg. Utiliser une solution-étalon d'acétate de mercure pour réaliser les courbes d'étalonnage. Placer une couche d'alumine activée sur la nacelle et faire tomber la quantité appropriée de solution-étalon sur l'alumine activée à l'aide d'une micropipette. Débuter les mesures dès que la nacelle est insérée dans le tube de chauffage de quartz dans le spectromètre d'absorption atomique à vaporisation électrothermique, et conserver la température à 360 °C minimum. Effectuer une courbe d'étalonnage de la relation entre les quantités de mercure vaporisé à partir de la solution-étalon et l'intégration mesurée du signal d'absorbance ultraviolet. La quantité de mercure dans l'échantillon de lampe est estimée à partir de la courbe d'étalonnage.

NOTE Occasionnellement, des échantillons peuvent soudainement produire une quantité de mercure qui dépasse la plage de mesures de concentration du spectromètre d'absorption atomique. Si c'est le cas, les résultats de mesure peuvent être biaisés dans le sens d'une sous-estimation de la quantité totale de mercure.

Annexe B (informative)

Informations relatives à la méthode de la réalisation du point froid

B.1 Description générale de collecte du mercure par la méthode de la réalisation du point froid sur les lampes à culot unique et à deux culots

B.1.1 Généralités

Un point froid est une zone donnée sur une lampe fluorescente qui est refroidie à environ 0 °C.

Le mercure se condense au niveau de l'emplacement le plus froid de la chambre de décharge.

Une fois que le processus est accompli, il ne reste pratiquement pas de mercure libre dans la lampe et, en conséquence, aucun rayonnement UV n'est émis. Le flux lumineux de la lampe devient très faible et sa couleur en devient typiquement rose. Cet état de la lampe porte la désignation de 'scintillement'. Lorsque cet état de 'scintillement' est observé, la presque totalité du mercure libre est condensée au niveau du point froid.

B.1.2 Lampe à fluorescence à deux culots

Pour les lampes à deux culots, le point froid est créé par un système de refroidissement. Ce système de refroidissement diffuse un mélange d'eau et d'éthanol à environ 0 °C par l'intermédiaire d'une cellule de verre. Cette cellule a une forme circulaire qui s'ajuste étroitement autour du tube à décharge.

B.1.3 Lampe à fluorescence à culot unique

Pour une lampe à culot unique, le point froid est créé par l'emploi d'une barre de cuivre, qui est appliquée tout contre la surface de la lampe. La barre de cuivre elle-même est connectée au même système ou système de cellule et de refroidissement identique à celui utilisé avec les lampes à deux culots (voir B.1.2).

B.1.4 Généralités

Habituellement, on choisit le milieu du tube à deux culots pour l'emplacement où se condense le mercure.

Pour une lampe à culot unique, on choisit le milieu d'une des branches.

La lampe doit être mise en fonctionnement sur un appareillage approprié tout en condensant le mercure libre au niveau du point froid.

Le fonctionnement de la lampe au cours de la collecte de mercure provoque une grande différence de température entre le point froid et le reste de la lampe, accélérant de ce fait la vitesse de prélèvement.

Il convient de définir la taille de la zone du point froid par rapport à la taille de la lampe. Dans une lampe fluorescente de 120 cm typique, on réalise le point froid selon une taille approximative de 10 cm de long. S'agissant de lampes plus petites, la taille du point froid sera nécessairement réduite. Le segment de verre finalement retiré doit être supérieur à la taille du point froid.

B.1.5 Traitement à l'azote liquide d'un point froid

Bien qu'il soit simplement nécessaire de garder ledit point dans un état froid une fois que le processus de condensation est accompli, la collecte peut être conservée au moyen d'azote liquide.

À cet effet, on enserre de coton la surface du point froid, puis on imprègne d'azote liquide le coton pendant 10 min. À l'issue de ce traitement, la lampe est préparée pour être ouverte par découpe.

B.1.6 Extraction du segment du point froid

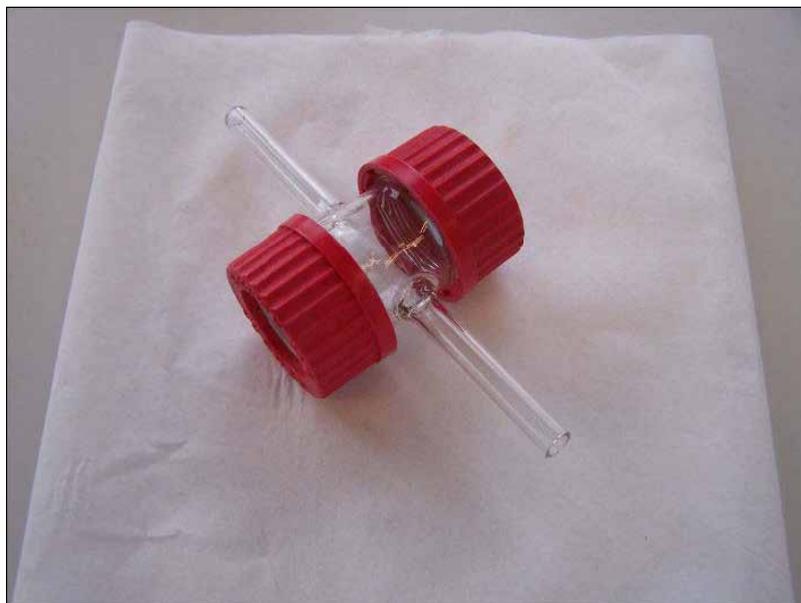
Il est plus commode de condenser le mercure vers un point froid à distance des régions d'électrodes. Cela permet l'extraction du segment du point froid avec des marges confortables entre les régions des électrodes et le centre du point froid. Après qu'une petite fissure a été effectuée dans le tube de décharge de verre et qu'elle se remplit d'air, le reste du tube à décharge peut être facilement segmenté.

B.2 Procédure détaillée en vue de la condensation du mercure libre sur le point froid

B.2.1 Lampe à deux culots

La préparation des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- Mesurer la longueur de la lampe fluorescente et effectuer une marque au milieu de la lampe.
- Placer la cellule de verre (voir Figure B.1) sur la marque située au milieu de la lampe. La cellule de verre s'ajuste complètement et enserre la lampe fluorescente.



IEC 1850/11

Figure B.1 – Exemple de montage de cellule de verre

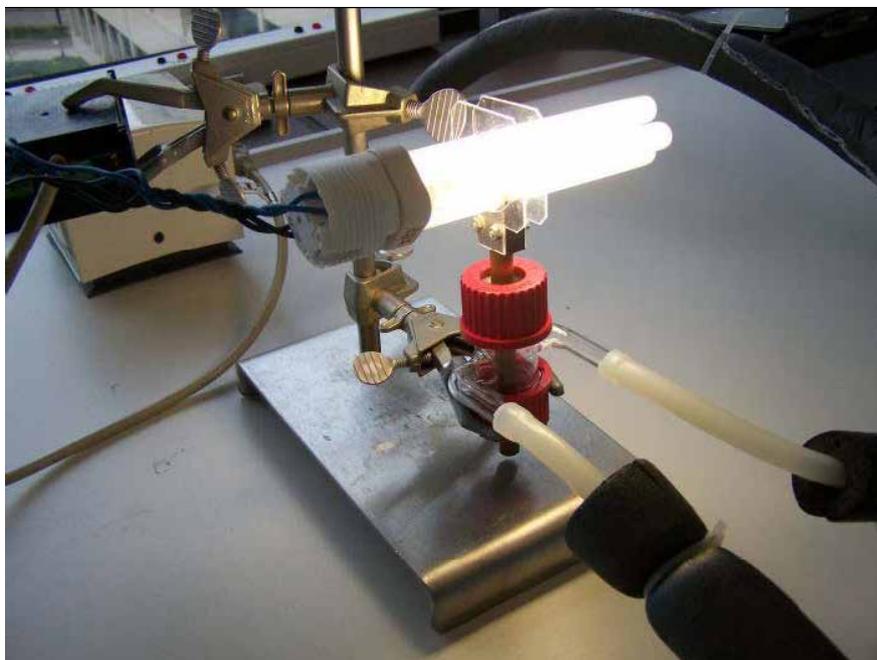
- Connecter la cellule de verre à l'instrument de refroidissement au moyen d'un tuyau en plastique. L'instrument de refroidissement fournit un flux continu d'un mélange eau - éthanol à environ 0 °C à travers le tuyau jusqu'à la cellule de verre.

- d) Ensuite, la cellule de verre étant fixée, transférer la lampe vers un support de combustion.
- e) Fixer l'instrument de refroidissement et s'assurer qu'a lieu un flux continu d'eau - éthanol dans la cellule de verre.
- f) Laisser la lampe brûler avec l'appareillage choisi à bon escient; la condensation du mercure libre sur le point froid débute alors.
- g) Lorsque la lampe brûle en devenant "noire", l'instrument de refroidissement est mis hors tension et la cellule de verre est retirée.
- h) La lampe complète est séchée sur la partie extérieure à l'aide d'une serviette de coton et aussitôt la zone du point froid est enveloppée de coton hydrophile et imprégnée d'azote liquide pendant 10 min (voir B.1.5).
- i) La lampe est ensuite transférée dans une hotte d'aspiration.
- j) Le segment du point froid est retiré en coupant la lampe pour l'ouvrir, des deux côtés du point froid. Pour assurer la rétention maximale du mercure, ouvrir la lampe aussi loin que possible du point froid. Cette découpe a lieu au moyen d'un outil de coupe approprié. En premier lieu, on réalise une rayure des deux côtés et l'enveloppe de verre est fissurée, alors une fois que la pression de la lampe est égale à la pression extérieure, la lampe peut être ouverte. Le segment de verre du point froid est transféré vers un récipient en vue d'analyses complémentaires.

B.2.2 Lampe à culot unique

La digestion des échantillons doit être exécutée selon les étapes du processus énumérées ci-dessous.

- a) Effectuer une marque au milieu d'une branche de la lampe.
- b) Placer le dispositif de refroidissement (baguette + cellule de verre, voir Figure B.2) sur la marque effectuée sur la lampe.



IEC 1851/11

Figure B.2 – Exemple de montage du dispositif de refroidissement

- c) Mettre la lampe ainsi que le dispositif de refroidissement sur un support.
- d) Connecter la cellule de verre du dispositif de refroidissement à l'instrument de refroidissement au moyen d'un tuyau en plastique. L'instrument de refroidissement fournit un flux continu d'un mélange eau - éthanol à environ 0 °C à travers le tuyau jusqu'à la cellule de verre.

- e) Fixer l'instrument de refroidissement et veiller à ce qu'ait lieu un flux continu d'eau - éthanol dans la cellule de verre.
 - f) Laisser la lampe brûler avec l'appareillage choisi à bon escient; la condensation du mercure libre sur le point froid débute alors.
 - g) Lorsque la lampe brûle et devient "noire", l'instrument de refroidissement est mis hors tension et la cellule de verre est retirée du dispositif de refroidissement.
 - h) Le dispositif de refroidissement, toujours en contact avec la lampe, est placé dans de l'azote liquide pendant 5 min.
 - i) La lampe est ensuite transférée dans une hotte d'aspiration.
 - j) Le segment du point froid est retiré en coupant la lampe pour l'ouvrir, des deux côtés du point froid. Pour assurer la rétention maximale du mercure, ouvrir la lampe aussi loin que possible du point froid. Cette découpe a lieu au moyen d'un outil de coupe approprié. En premier lieu, on réalise une rayure des deux côtés et l'enveloppe de verre est fissurée, puis une fois que la pression de la lampe est égale à la pression extérieure, la lampe peut être ouverte. Le segment de verre du point froid doit être transféré vers un récipient en vue d'analyses complémentaires.
-

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch