
**Qualité du sol — Dosage du chrome(VI)
dans les matériaux solides par digestion
alcaline et chromatographie ionique avec
détection spectrophotométrique**

*Soil quality — Determination of chromium(VI) in solid material by
alkaline digestion and ion chromatography with spectrophotometric
detection*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15192:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15192:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2010

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Sécurité	2
5 Principe	2
5.1 Digestion	2
5.2 Dosage	2
5.3 Interférences et sources d'erreur	3
6 Appareillage	3
7 Réactifs	4
8 Prétraitement des échantillons	6
9 Mode opératoire de digestion alcaline	6
9.1 Généralités	6
9.2 Préparation de solutions d'essai à l'aide d'une plaque chauffante ou d'un bloc chauffant	6
10 Mode opératoire analytique	7
10.1 Informations générales	7
10.2 Paramétrage des instruments	7
10.3 Étalonnage	7
10.4 Mesurage des solutions d'essai	7
10.5 Contrôle de la qualité	8
11 Calcul	9
12 Expression des résultats	9
13 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Autres méthodes pour le dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline	11
Annexe B (informative) Système de chromatographie ionique	12
Annexe C (informative) Exigences pour la préparation de la prise d'essai	13
Annexe D (informative) Informations théoriques sur les méthodes de dosage du Cr(VI) dans les échantillons solides	14
Annexe E (informative) Comparaison interlaboratoires de validation	17
Bibliographie	21

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 15192 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 15192:2010
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>

Introduction

Dans les conditions environnementales, le chrome présent dans des composés existe à l'état trivalent, Cr(III), ou hexavalent, Cr(VI). Le Cr(III) est un élément trace indispensable aux mammifères, y compris à l'Homme, tandis que les composés du Cr(VI) sont présumés génotoxiques et potentiellement cancérogènes pour l'être humain. La conversion des espèces de chrome trivalent et hexavalent peut se produire pendant la préparation des échantillons et l'analyse des échantillons, mais ces processus sont réduits au minimum, dans la mesure du possible, par les méthodes de préparation des échantillons spécifiées dans la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15192:2010](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15192:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>

Qualité du sol — Dosage du chrome(VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de dosage du Cr(VI) dans les déchets solides et les sols par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique. Cette méthode peut être utilisée pour déterminer les fractions massiques de Cr(VI) dans les solides supérieures à 0,1 mg/kg.

NOTE Il n'est pas possible de consigner une fraction massique de Cr(VI) valable dans un rapport lorsque la matrice de déchets est réductrice ou oxydante.

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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique* — Spécification et méthodes d'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e->

ISO 9174:1998, *Qualité de l'eau — Dosage du chrome* — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique

ISO 11464, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

ISO 11885:2007, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

ISO 15586:2003, *Qualité de l'eau — Dosage des éléments traces par spectrométrie d'absorption atomique en four graphite*

ISO 17294-2:2003, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) — Partie 2: Dosage de 62 éléments*

EN 15002, *Caractérisation des déchets — Préparation de prises d'essai à partir de l'échantillon pour laboratoire*

3 Termes et définitions

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

3.1

digestion alcaline

procédé consistant à obtenir une solution contenant l'analyte recherché, à partir d'un échantillon placé dans des conditions alcalines

NOTE La digestion alcaline peut, ou non, impliquer la dissolution totale de l'échantillon.

3.2 analyse de spéciation
activités consistant à mesurer la quantité d'une ou de plusieurs espèces chimiques individuelles dans un échantillon

EXEMPLE Le Cr(VI) dans un échantillon ou une matrice particulière.

4 Sécurité

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — Toute personne intervenant dans le cadre de l'analyse des sols et des déchets doit connaître les risques types liés à ce matériau, quels que soient les paramètres déterminés. Les échantillons de sols et de déchets peuvent contenir des substances dangereuses (par exemple toxiques, réactives, inflammables, infectieuses), qui peuvent donner lieu à une réaction biologique et/ou chimique. Il est, par conséquent, recommandé de manipuler ces échantillons avec un soin particulier. Les gaz qui peuvent être produits par une activité microbiologique ou chimique sont potentiellement inflammables et peuvent mettre sous pression les flacons fermés. L'éclatement des flacons peut produire des éclats, de la poussière et/ou des aérosols dangereux. Il convient de respecter la réglementation nationale en ce qui concerne l'ensemble des risques associés à la présente méthode.

Éviter tout contact avec la peau et toute ingestion ou inhalation de composés du Cr(VI). Les composés du Cr(VI) sont génotoxiques et potentiellement cancérigènes pour l'Homme.

5 Principe

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1 Digestion

La présente Norme internationale décrit un mode opératoire de digestion alcaline pour l'extraction du Cr(VI) à partir des formes solubles, adsorbées et précipitées des composés du chrome présents dans les déchets solides et les sols. Pour quantifier la fraction massique de Cr(VI) dans une matrice solide, trois critères doivent être remplis:

- a) la solution de digestion doit solubiliser tous les composés contenant du Cr(VI);
- b) les conditions de la digestion ne doivent induire aucune réduction du Cr(VI) natif en Cr(III);
- c) la méthode ne doit pas provoquer l'oxydation en Cr(VI) du Cr(III) natif contenu dans l'échantillon.

La digestion alcaline décrite dans la présente Norme internationale remplit ces critères pour un large éventail de matrices solides. Dans les conditions alcalines de la digestion, la réduction du Cr(VI) ou l'oxydation du Cr(III) natif sont attendues dans des proportions négligeables. L'ajout, à la solution alcaline, de Mg^{2+} en solution tampon de phosphate empêche l'oxydation à l'air du chrome trivalent (Références [7], [12], [38]).

NOTE Des informations théoriques relatives aux méthodes de dosage du Cr(VI) dans les échantillons solides sont données en Annexe D et en Références [10], [11], [12].

5.2 Dosage

Il convient de réaliser la quantification du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline en utilisant une méthode adéquate, d'une exactitude appropriée. La chromatographie ionique est utilisée dans ce but pour séparer le Cr(VI) des interférences. À la suite de cette séparation par chromatographie ionique, le Cr(VI) est mesuré par spectrophotométrie à 365 nm [détection ultraviolette (UV) directe] ou bien à 540 nm après dérivation post-colonne par la 1,5-diphénylcarbazine en solution acide. La dérivation post-colonne entraîne une réaction de la 1,5-diphénylcarbazine avec le Cr(VI), qui produit du chrome trivalent et de la diphénylcarbazonne. Tous deux se combinent ensuite pour former un complexe chrome trivalent-diphénylcarbazonne contenant le chromagène magenta caractéristique ($\lambda_{max} = 540 \text{ nm}$).

NOTE 1 Le choix de la méthode de détection s'effectue en fonction de la sensibilité requise. La détection UV directe est moins sensible que la détection après dérivation post-colonne par la 1,5-diphénylcarbazide.

NOTE 2 Des méthodes combinées associant une séparation par chromatographie ionique avec des techniques de détection telles que la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP/MS) ou la spectroscopie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP/AES) peuvent être utilisées une fois que la méthode analytique choisie a été validée.

5.3 Interférences et sources d'erreur

L'utilisation de la chromatographie ionique est nécessaire pour séparer le Cr(VI) d'interférences possibles dans la solution de digestion alcaline du matériau solide (Référence [13]) (voir également D.3).

Pour les déchets ou les sols dans lesquels on attend un rapport Cr(III)/Cr(VI) élevé, les résultats relatifs au Cr(VI) peuvent être faussés en raison d'une oxydation induite par la méthode. Cela est particulièrement le cas dans les sols ayant une teneur élevée en manganèse (Mn) et amendés avec des sels solubles de Cr(III) ou du Cr(OH)₃ fraîchement précipité (Référence [10]) (voir également D.2).

Le Cr(VI) peut être réduit en Cr(III) pendant la digestion de l'échantillon, en raison d'une réaction avec des agents réducteurs, le fer divalent par exemple. Le problème est réduit au minimum dans le mode opératoire décrit du fait de l'utilisation d'une solution de digestion alcaline (Référence [12]) (voir également D.2).

Le Cr(III) peut être oxydé en Cr(VI) dans les solutions alcalines chaudes. Le problème est réduit au minimum dans le mode opératoire décrit du fait de l'ajout de magnésium à la solution de digestion alcaline (Références [9], [10], [12], [38]) (voir également D.2).

Une surcharge de la capacité de la colonne analytique avec des concentrations élevées d'espèces anioniques (chlorure, par exemple) peut causer une sous-estimation du Cr(VI) (Référence [49]).

6 Appareillage

ISO 15192:2010

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a5927c55-ae99-4c3b-bc1e-1c9e8db4f012/iso-15192-2010>

Matériel de laboratoire courant et ce qui suit.

6.1 Équipement de digestion, plaque chauffante avec agitateur magnétique, contrôlée par thermostat, avec un récipient de digestion de 250 ml recouvert d'un verre de montre; ou bloc chauffant avec agitateur magnétique, contrôlé par thermostat, avec un récipient de digestion de 250 ml recouvert d'un verre de montre.

NOTE D'autres équipements de digestion contrôlés par thermostat et à agitateur magnétique peuvent être utilisés après validation.

6.2 Équipement de filtration, compatible avec les membranes de filtration à 0,45 µm.

6.3 Membranes filtrantes, de porosité 0,45 µm, inertes chimiquement.

6.4 Système de chromatographie ionique, dont l'ensemble des tubulures de raccordement et tous les éléments amenés à être en contact avec l'échantillon ou le flux d'élution doivent être composés de matériaux inertes, par exemple le polyéthéréthercétone (PEEK) (voir l'Annexe B).

6.5 Colonne de chromatographie ionique, prévue pour la séparation des chromates et possédant une capacité d'échange ionique suffisante.

6.6 Système de détection, spectrophotomètre à lumière ultraviolette/visible (UV/VIS) à 365 nm; ou spectrophotomètre pour rayonnement visible à 540 nm après dérivation post-colonne.

7 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau comme spécifié en 7.1.

7.1 Eau, satisfaisant aux exigences de l'ISO 3696, pour l'eau de qualité 2 (conductivité électrique inférieure à $0,1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$, équivalente à une résistivité supérieure à $0,01 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$). Il est recommandé que l'eau utilisée provienne d'un système de purification qui délivre de l'eau ultra-pure ayant une résistivité supérieure à $0,18 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ (soit $18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ selon la désignation habituelle des fabricants de systèmes de purification d'eau).

7.2 Acide sulfurique (H_2SO_4), concentré, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 1,84 \text{ g/ml}$, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 98 \%$.

7.3 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre, $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) > 99,9 \%$.

7.4 1,5-Diphénylcarbazine [$(\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH})_2\text{CO}$], $w[(\text{C}_6\text{H}_5\text{NHNH})_2\text{CO}] > 98 \%$.

7.5 Acétone ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$).

7.6 Méthanol (CH_4O).

7.7 Dichromate de potassium ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), $w(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) > 99,9 \%$.

Déshydrater jusqu'à masse constante à $110 \text{ }^\circ\text{C}$, refroidir et conserver dans un dessiccateur.

7.8 Hydroxyde de sodium (NaOH), $w(\text{NaOH}) > 99 \%$.

7.9 Chlorure de magnésium hexahydraté ($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), $w(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) > 99 \%$.

7.10 Hydrogénophosphate de dipotassium (K_2HPO_4), $w(\text{K}_2\text{HPO}_4) > 99 \%$.

7.11 Dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), $w(\text{KH}_2\text{PO}_4) > 99 \%$.

7.12 Chromate de plomb (PbCrO_4), $w(\text{PbCrO}_4) > 99 \%$.

7.13 Solution réactive de diphénylcarbazine.

Dissoudre $0,125 \text{ g}$ de 1,5-diphénylcarbazine (7.4) dans 25 ml d'acétone (7.5) ou de méthanol (7.6) dans une fiole jaugée de 250 ml . Verser 125 ml d'eau (7.1) dans un récipient séparé, puis ajouter lentement 7 ml d'acide sulfurique concentré (7.2), agiter en tournant pour mélanger et laisser refroidir. Dégazer cette solution, par exemple avec de l'hélium ou de l'argon pendant 5 min à 10 min avant de l'ajouter à la solution de 1,5-diphénylcarbazine. Après combinaison des solutions, compléter avec de l'eau jusqu'au trait et dégazer de nouveau pendant 5 min à 10 min . La solution réactive reste stable pendant 5 jours si elle est conservée à l'abri de la lumière entre $2 \text{ }^\circ\text{C}$ et $8 \text{ }^\circ\text{C}$.

7.14 Solution d'éluion.

Utiliser une solution d'éluion appropriée pour la séparation des chromates sur la colonne de chromatographie ionique (6.5).

7.15 Solution de digestion alcaline, hydroxyde de sodium (NaOH) à $0,5 \text{ mol/l}$ et carbonate de sodium (Na_2CO_3) à $0,28 \text{ mol/l}$.

Dissoudre $20,0 \text{ g}$ d'hydroxyde de sodium (7.8) dans environ 500 ml d'eau (7.1). Ajouter $30,0 \text{ g}$ de carbonate de sodium (7.3) et agiter en tournant pour mélanger. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 l . Compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Le pH de la solution de digestion doit être vérifié avant utilisation. Il doit être supérieur ou égal à $11,5$. Conserver la solution à température ambiante dans un flacon en polyéthylène et préparer une nouvelle solution chaque mois.

7.16 Solutions d'étalonnage de Cr(VI).**7.16.1 Solution mère étalon de Cr(VI), à 1 000 mg/l de Cr(VI).**

Dissoudre 0,282 9 g de dichromate de potassium (7.7) dans 75 ml d'eau (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (7.1), boucher et bien mélanger. Conserver la solution pendant 1 an maximum, dans un flacon en polypropylène.

Il est également possible d'utiliser une solution étalon du commerce dont la concentration en Cr(VI) est certifiée et raccordable à des étalons nationaux. Respecter la date d'expiration ou la durée de conservation recommandée communiquées par le fabricant.

7.16.2 Solution étalon de travail de Cr(VI), à 10 mg/l de Cr(VI).

Transférer avec exactitude, à l'aide d'une pipette, 10,0 ml de la solution mère étalon de Cr(VI) (7.16.1) dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter avec de l'eau (7.1) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Renouveler cette solution tous les mois.

7.16.3 Solutions d'étalonnage de Cr(VI).

Préparer un jeu d'au moins 5 solutions d'étalonnage en diluant la solution étalon de travail de Cr(VI) avec une solution de digestion alcaline (7.15) diluée suivant un rapport de 1 + 1. Ajouter 25 ml de la solution de digestion alcaline dans une fiole jaugée de 50 ml, transférer avec exactitude à l'aide d'une pipette le volume approprié de solution étalon de travail de Cr(VI) (7.16.2) dans la fiole jaugée. Compléter avec de l'eau (7.1) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Renouveler ces solutions d'étalonnage tous les jours.

7.16.4 Solutions de dopage de Cr(VI).

La solution étalon de travail de Cr(VI) (7.16.2) peut être utilisée pour doper les échantillons.

7.17 Solution tampon de phosphate, hydrogénophosphate de dipotassium (K_2HPO_4) à 0,5 mol/l et dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) à 0,5 mol/l, pH 7.

Dissoudre 87,09 g de K_2HPO_4 (7.10) et 68,04 g de KH_2PO_4 (7.11) dans environ 700 ml d'eau (7.1), puis agiter en tournant pour mélanger. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

7.18 Solution de chlorure de magnésium.

Dissoudre 85,4 g de $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (7.9) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter avec de l'eau (7.1) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger.

7.19 Chlorure de chrome hexahydraté ($CrCl_3 \cdot 6H_2O$), $w(CrCl_3 \cdot 6H_2O) > 96 \%$.**7.20 Solution de dopage de Cr(III).**

Utiliser une solution étalon du commerce ayant une concentration certifiée en Cr(III), par exemple 1 000 mg/l, raccordable à des étalons nationaux. Respecter la date d'expiration ou la durée de conservation recommandée communiquées par le fabricant.

En variante, dissoudre une quantité appropriée connue de chlorure de chrome hexahydraté (7.19) dans de l'eau (7.1) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Conserver la solution pendant 1 an maximum, dans un flacon en polypropylène. Déterminer la concentration en Cr de la solution de dopage avant de l'utiliser.

8 Prétraitement des échantillons

Les échantillons de sol doivent être recueillis au moyen de dispositifs appropriés et placés dans des récipients ne contenant pas d'acier inoxydable (verre ou plastique, par exemple).

Les échantillons doivent être conservés dans l'état d'humidité d'origine à (4 ± 2) °C jusqu'à l'analyse. Les échantillons de déchets doivent être homogénéisés conformément à l'EN 15002 et les échantillons de sols conformément à l'ISO 11464. Les échantillons de sols doivent de préférence être séchés à l'air avant la digestion.

Une diminution de la granulométrie en dessous de 250 µm est nécessaire dans le cas de déchets solides et de sol, en particulier si l'on suspecte la présence de Cr(VI) inclus dans la matrice, auquel cas il faut éviter tout chauffage et tout contact avec de l'acier inoxydable.

L'échantillon doit être analysé dès que possible après digestion.

NOTE Il a été démontré que le Cr(VI) est quantitativement stable dans des échantillons de sol dans leur état d'humidité d'origine pendant 30 jours après le prélèvement. Il a, en outre, été démontré que le Cr(VI) est stable dans le produit alcalin de la digestion pendant une période allant jusqu'à 7 jours après la digestion d'un échantillon de sol (Référence [8]).

9 Mode opératoire de digestion alcaline

9.1 Généralités

Utiliser la méthode sur plaque chauffante ou bloc chauffant spécifiée en 9.2 pour préparer des solutions d'essai pour le dosage du Cr(VI) dans les déchets solides et les sols.

9.2 Préparation de solutions d'essai à l'aide d'une plaque chauffante ou d'un bloc chauffant

9.2.1 Ajuster le réglage de température en préparant et en surveillant un blanc de température (un récipient de 250 ml contenant 50 ml de la solution de digestion). Maintenir la solution de digestion à une température de $(92,5 \pm 2,5)$ °C. La solution ne doit pas bouillir, ni s'évaporer jusqu'à sécheresse.

9.2.2 Transférer $(2,5 \pm 0,1)$ g de la prise d'essai, pesée à 0,1 mg près, dans un récipient de digestion propre de 250 ml.

NOTE Il est possible d'utiliser une prise d'essai représentative plus petite lorsque la teneur attendue en Cr(VI) est très élevée.

9.2.3 Ajouter (50 ± 1) ml de solution de digestion alcaline (7.15) dans chaque échantillon, au moyen d'une éprouvette graduée, puis 1 ml de solution de chlorure de magnésium (7.18) contenant environ 400 mg de $MgCl_2$ et 0,5 ml de solution de tampon phosphate (7.17). Couvrir tous les récipients de digestion. Lorsqu'un bloc chauffant est utilisé, des réfrigérants à reflux peuvent être employés.

9.2.4 Chauffer les échantillons à $(92,5 \pm 2,5)$ °C sous agitation continue, puis maintenir les échantillons à $(92,5 \pm 2,5)$ °C pendant au moins 60 min, toujours sous agitation continue.

9.2.5 Refroidir chaque solution jusqu'à température ambiante. Transférer quantitativement le contenu dans l'équipement de filtration (6.2), en rinçant le récipient de digestion trois fois avec de petites quantités d'eau (7.1). Filtrer sur une membrane filtrante de porosité 0,45 µm (6.3). Rincer l'équipement de filtration (6.2) avec de l'eau (7.1) et transférer le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml, puis compléter avec de l'eau (7.1) jusqu'au trait.

NOTE Il est également possible de centrifuger l'échantillon ou de le laisser reposer.