

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 15192

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2020-04-17

Vote clos le:
2020-07-10

Caractérisation des déchets et des sols — Dosage du chrome(VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique

Characterization of soil and waste — Determination of Chromium(VI) in solid material by alkaline digestion and ion chromatography with spectrophotometric detection

ICS: 13.080.10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 15192](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/DIS 15192:2020(F)

© ISO 2020

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/DIS 15192

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Website: www.iso.org

Publié en Suisse

| Sommaire | Page |
|--|------|
| Avant-propos..... | v |
| Introduction..... | vi |
| 1 Domaine d'application | 7 |
| 2 Références normatives | 7 |
| 3 Termes et définitions | 7 |
| 4 Consignes de sécurité | 8 |
| 5 Principe | 8 |
| 5.1 Digestion | 8 |
| 5.2 Dosage | 9 |
| 5.3 Interférences et sources d'erreur | 9 |
| 6 Appareillage | 9 |
| 6.1 Équipement de digestion | 9 |
| 6.2 Équipement de filtration | 10 |
| 6.3 Membranes filtrantes | 10 |
| 6.4 Système de chromatographie ionique | 10 |
| 6.5 Colonne de chromatographie ionique | 10 |
| 6.6 Système de détection | 10 |
| 7 Réactifs | 10 |
| 8 Prétraitement des échantillons | 12 |
| 9 Mode opératoire de digestion alcaline | 13 |
| 10 Mode opératoire analytique | 13 |
| 10.1 Informations générales | 13 |
| 10.2 Paramétrage des instruments | 14 |
| 10.3 Étalonnage | 14 |
| 10.4 Mesurage des solutions d'essai | 14 |
| 10.5 Contrôle de la qualité | 15 |
| 10.5.1 Généralités | 15 |
| 10.5.2 Solution d'essai à blanc | 15 |
| 10.5.3 Vérification de la méthode | 15 |
| 10.5.4 Échantillons en double | 15 |
| 10.5.5 Échantillons dopés au Cr(VI) | 15 |
| 10.5.6 Échantillons dopés au Cr(III) | 16 |
| 10.5.7 Interprétation des données de contrôle de la qualité | 16 |
| 11 Calcul | 17 |
| 12 Expression des résultats | 17 |
| 13 Rapport d'essai | 17 |
| Annexe A (informative) Autres méthodes pour le dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline | 18 |
| Annexe B (informative) Système de chromatographie ionique | 20 |

| | |
|--|-----------|
| Annexe C (informative) Exigences pour la préparation de la prise d’essai..... | 21 |
| Annexe D (informative) Validation | 22 |
| Bibliographie..... | 26 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 15192](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Caractérisation chimique et physique*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 15192:2010), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes :

- révision éditoriale du texte, notamment mise à jour des références ;
- suppression de l'Annexe D.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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 cancérigènes 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 15192](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192>

Caractérisation des déchets et des sols — Dosage du chrome(VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique

1 Domaine d'application

Le présent document décrit le 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 teneur en Cr(VI) valable dans un rapport lorsque la matrice de déchets est réductrice ou oxydante.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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/DIS 15192

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

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

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*.

ISO/IEC 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*.

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

EN 15934, *Boues, bio-déchets traités, sols et déchets — Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau*.

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes :

- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/> ;
- ISO Online browsing platform : disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>.

3.1 digestion alcaline

procédé consistant à obtenir une solution contenant l'analyte recherché, à partir d'un échantillon placé dans des conditions alcalines. 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, par exemple le Cr(VI) dans un échantillon particulier ou une matrice particulière

4 Consignes 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 cancérogènes pour l'Homme.

5 Principe

5.1 Digestion

[ISO/DIS 15192
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192)

Le présent document 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 teneur en Cr(VI) dans une matrice solide, trois critères doivent être remplis :

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

La digestion alcaline décrite dans le présent document 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 [1], [5], [8].

NOTE Des informations théoriques relatives aux méthodes de dosage du Cr(VI) dans les échantillons solides sont données en [3], [4], [5].

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 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 diphénylcarbazine. Tous deux se combinent ensuite pour former un complexe chrome trivalent-diphénylcarbazine contenant le chromophore magenta caractéristique ($\lambda_{\max} = 540 \text{ nm}$).

NOTE 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-diphénylcarbazine.

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 [6].
- Pour les déchets ou les sols dans lesquels on attend un rapport Cr(III)/Cr(VI) élevé, les résultats relatifs à Cr(VI) peuvent être faussés en raison d'une oxydation induite par la méthode. Ceci est particulièrement le cas dans les sols ayant une teneur élevée en Mn et amendés avec des sels solubles de Cr(III) ou du Cr(OH)₃ fraîchement précipité [3].
- 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. Ce problème est réduit au minimum dans le mode opératoire décrit du fait de l'utilisation d'une solution de digestion alcaline [5].
- 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 [2], [3], [5], [8].
- 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) [9].

6 Appareillage

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 filtrantes de porosité 0,45 µm.

6.3 Membranes filtrantes

Porosité 0,45 µm, inertes chimiquement.

6.4 Système de chromatographie ionique

Toutes les 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 polyétheréthercétone (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 UV-VIS à 365 nm ; ou
- Spectrophotomètre pour rayonnement visible à 540 nm après dérivation post-colonne.

7 Réactifs

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

[ISO/DIS 15192](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-dis-15192>

7.1 Eau

Eau satisfaisant aux exigences de l'ISO 3696 pour l'eau de qualité 2 (conductivité électrique inférieure à 0,1 mS m⁻¹, équivalente à une résistivité supérieure à 0,01 MΩ m à 25 °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 MΩ m (soit 18 MΩ cm selon la désignation habituelle des fabricants de systèmes de purification d'eau).

7.2 Acide sulfurique concentré (H₂SO₄)

Concentré, ρ(H₂SO₄) ~ 1,84 g/ml, w(H₂SO₄) ~ 98 %

7.3 Carbonate de sodium (Na₂CO₃)

Anhydre, w(Na₂CO₃) > 99,9 %

7.4 1,5-Diphénylcarbazine ((C₆H₅.NH.NH)₂CO)

w((C₆H₅.NH.NH)₂CO) > 98 %

7.5 Propanone (acétone) (C₃H₆O)

7.6 Méthanol (CH₄O)

7.7 Dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$), $w(K_2Cr_2O_7) > 99,9 \%$

Déshydrater jusqu'à masse constante à 110 °C, refroidir et conserver dans un dessiccateur.

7.8 Hydroxyde de sodium (NaOH), $w(NaOH) > 99 \%$ **7.9 Chlorure de magnésium hexahydraté ($MgCl_2 \cdot 6H_2O$), $w(MgCl_2 \cdot 6H_2O) > 99 \%$** **7.10 Hydrogénophosphate de dipotassium (K_2HPO_4), $w(K_2HPO_4) > 99 \%$** **7.11 Dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4), $w(KH_2PO_4) > 99 \%$** **7.12 Chromate de plomb ($PbCrO_4$), $w(PbCrO_4) > 99 \%$** **7.13 Solution de réactif diphénylcarbazine**

Dans une fiole jaugée de 250 ml, dissoudre 0,125 g de 1,5-diphénylcarbazine (7.4) dans 25 ml de propanone (7.5) ou de méthanol (7.6). Verser 125 ml d'eau dans un récipient séparé, 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 de réactif reste stable pendant 5 jours.

7.14 Solution d'élution

Utiliser une solution d'élution 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 mol/l / carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 0,28 mol/l

Dissoudre 20,0 g d'hydroxyde de sodium (7.8) dans environ 500 ml d'eau (7.1). Ajouter 30,0 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. Le pH 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), 1 000 mg/l de Cr(VI)**

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 0,282 9 g de dichromate de potassium (7.7) dans 75 ml d'eau (7.1). 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), 10 mg/l de Cr(VI)

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