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

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

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 15192:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-15192-2021>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 15192:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-15192-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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 Consignes de sécurité	1
5 Principe	2
5.1 Digestion.....	2
5.2 Dosage.....	2
5.3 Interférences et sources d'erreur.....	2
6 Appareillage	3
7 Réactifs	3
8 Prétraitement des échantillons	6
9 Mode opératoire de digestion alcaline	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
10.5.1 Généralités.....	8
10.5.2 Solution d'essai à blanc.....	8
10.5.3 Vérification de la méthode.....	8
10.5.4 Échantillons en double.....	8
10.5.5 Échantillons dopés au Cr(VI) soluble.....	9
10.5.6 Échantillons dopés au Cr(III).....	9
10.5.7 Interprétation des données de contrôle de la qualité.....	9
11 Calcul	9
12 Expression des résultats	10
13 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Système de chromatographie ionique	11
Annexe B (informative) Exigences pour la préparation de la prise d'essai	13
Annexe C (informative) Validation	14
Annexe D (informative) Informations théoriques relatives aux méthodes de dosage du Cr(VI) dans les échantillons solides	19
Bibliographie	23

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 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. 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 rédigées 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, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre 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.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Caractérisation chimique et physique*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 444, *Caractérisation environnementale des matrices solides* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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.

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/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 chrome 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 le présent document.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 15192:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-15192-2021>

Déchets et 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 spécifie 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 8466-1, *Qualité de l'eau — Étalonnage et évaluation des méthodes d'analyse et estimation des caractères de performance — Partie 1: Évaluation statistique de la fonction linéaire d'étalonnage*

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

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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

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

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 est entendu que les réglementations nationales concernant l'ensemble des risques associés à la présente méthode sont respectées.

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

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:

- 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 le présent document remplit ces critères pour un large éventail de déchets et de sols. 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 réduit au minimum 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 à l'[Annexe C](#).

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 diphénylcarbazone. Tous deux se combinent ensuite pour former un complexe chrome trivalent-diphénylcarbazone 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 (voir [Annexe C](#)).

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. Cela 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. Ce 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.

6.1.1 Plaque chauffante avec agitateur magnétique, contrôlée par thermostat, avec un récipient de digestion de 250 ml recouvert d'un verre de montre, ou

6.1.2 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, de 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, comme par exemple le polyétheréthercétone (PEEK) (voir [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.

6.6.1 Spectrophotomètre UV VIS, à 365 nm, ou

6.6.2 Spectrophotomètre pour rayonnement visible, à 540 nm après dérivation post-colonne.

7 Réactifs

7.1 Généralités.

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau comme spécifié en [7.2](#).

7.2 Eau.

Eau d'une 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).

7.3 Acide sulfurique (H₂SO₄), concentré, $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 1,84$ g/ml, $w(\text{H}_2\text{SO}_4) \sim 98$ %.

7.4 Carbonate de sodium (Na₂CO₃), anhydre, $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) > 99$ %.

7.5 1,5-Diphénylcarbazine (C₁₃H₁₄N₄O), $w(\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}) > 98$ %; CAS RN 140-22-7.

7.6 Propanone (acétone) (C₃H₆O).

7.7 Méthanol (CH₄O).

7.8 Dichromate de potassium (K₂Cr₂O₇), $w(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) > 99,9$ %.

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

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

7.10 Chlorure de magnésium hexahydraté (MgCl₂·6H₂O), $w(\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) > 99$ %.

7.11 Hydrogénophosphate de dipotassium (K₂HPO₄), $w(\text{K}_2\text{HPO}_4) > 99$ %.

7.12 Dihydrogénophosphate de potassium (KH₂PO₄), $w(\text{KH}_2\text{PO}_4) > 99$ %.

7.13 Chromate de plomb (PbCrO₄), $w(\text{PbCrO}_4) > 99$ %.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/d855b53f-4476-471e-bdca-b732c899efe6/iso-15192-2021>

7.14 Solution de réactif diphénylcarbazine.

Dans une fiole jaugée de 250 ml, dissoudre 0,125 g de 1,5-diphénylcarbazine (7.5) dans 25 ml de propanone (7.6) ou de méthanol (7.7). Verser 125 ml d'eau dans un récipient séparé, ajouter lentement 7 ml d'acide sulfurique concentré (7.3), 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.

7.15 Solution d'élution.

Utiliser une solution d'élution (voir [Annexe A](#)) appropriée pour la séparation des chromates sur la colonne de chromatographie ionique (6.5).

NOTE Les éluants peuvent être préparés manuellement par dilution directe ou par voie électrochimique *in situ*.

7.16 Solution de digestion alcaline.

Hydroxyde de sodium (NaOH) à 0,5 mol/l/carbonate de sodium (Na₂CO₃) à 0,28 mol/l.

Dissoudre 20,0 g d'hydroxyde de sodium (7.9) dans environ 500 ml d'eau (7.2). Ajouter 30,0 g de carbonate de sodium (7.4) 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 compris entre 11,5 et 12. Conserver la solution à température ambiante dans un flacon en polyéthylène. Ce réactif est stable pendant un mois.

7.17 Solutions d'étalonnage de Cr(VI).

7.17.1 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 (7.8) dans 75 ml d'eau (7.2). Compléter jusqu'au trait avec de l'eau (7.2), boucher et bien mélanger. Conserver la solution dans un flacon en polypropylène. Ce réactif est stable pendant un an.

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

Dans une fiole jaugée de 1 l, transférer, à l'aide d'une pipette, 10,0 ml de la solution mère étalon de Cr(VI) (7.17.1). Compléter avec de l'eau (7.2) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Ce réactif est stable pendant un mois.

7.17.3 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 (7.16) suivant un rapport de 1 + 1. Dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter 25 ml de la solution de digestion alcaline (7.16) et transférer, à l'aide d'une pipette, le volume approprié de solution étalon de travail de Cr(VI) (7.17.2). Compléter avec de l'eau (7.2) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Préparer de nouvelles solutions le jour de l'utilisation.

7.17.4 Solutions de dopage de Cr(VI).

La solution étalon de travail de Cr(VI) (7.17.2) peut être utilisée pour doper les échantillons.

7.18 Solution tampon de phosphate.

Hydrogénophosphate de dipotassium (K_2HPO_4) à 0,5 mol/l/dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) à 0,5 mol/l, pH 7.

Dissoudre 87,09 g de K_2HPO_4 (7.11) et 68,04 g de KH_2PO_4 (7.12) dans environ 700 ml d'eau, puis agiter en tournant pour mélanger. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

7.19 Solution de chlorure de magnésium.

Dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre 85,4 g de $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ (7.10). Compléter avec de l'eau (7.2) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger.

7.20 Chlorure de chrome hexahydraté ($CrCl_3 \cdot 6H_2O$), $w(CrCl_3 \cdot 6H_2O) > 96 \%$.

7.21 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 de Cr(III), raccordable à des étalons nationaux. Respecter la date d'expiration ou la durée de conservation recommandée communiquée par le fabricant.

En variante, dissoudre une quantité appropriée connue de chlorure de chrome hexahydraté (7.20) dans de l'eau (7.2) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter avec de l'eau (7.2) jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Conserver la solution dans un flacon en polypropylène. Ce réactif est stable pendant un an. Déterminer la concentration en Cr de la solution de dopage avant de l'utiliser.