

| Méthode   | Version | Date d'entrée en vigueur |
|---|---------|--------------------------|
| E-II-3.2  | 1       | 20/01/2022               |
| <b>Dosage du chrome (Cr<sup>VI</sup>) dans les eaux par chromatographie ionique</b> |         |                          |

| Descriptif          |                            |      |
|---------------------|----------------------------|------|
| Paramètre           | chrome (Cr <sup>VI</sup> ) |      |
| Référence normative | NBN EN ISO 10304-3         | 1997 |

| Domaine d'application |                               |
|-----------------------|-------------------------------|
| Matrice               | Tous types d'eau<br>Lixiviats |

| Critères de performance                    |       |      |
|--|-------|------|
| <b>Limite de quantification (LQ)</b>       | 1     | µg/l |
| <b>Incertitude (relative) de la mesure</b> | 20    | %    |
| <b>Gamme de travail</b>                    | 1-150 | µg/l |

- (a) source norme de référence
- (b) source laboratoire ISSeP : incertitude élargie par combinaison de la reproductibilité intralaboratoire et du biais de la méthode selon la norme ISO 11352:2012
- (c) source laboratoire ISSeP : Validation de la méthode

## 1. Objet

Cette méthode décrit le dosage du chrome (VI) dans les eaux, y compris les lixiviats par chromatographie des ions en phase liquide.

## 2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale NBN EN ISO 10304-3:1997 sont d'application, à l'exception des prescriptions spécifiques à la Région wallonne. Ces prescriptions spécifiques s'écartent ou limitent le choix de celles de la norme de référence internationale. Elles sont reprises, en gras, dans le tableau ci-dessous au sein de la colonne « Prescriptions CWEA ». Les prescriptions y relatives qui sont reprises dans la norme de référence sont listées, pour information au sein de la colonne « Prescription norme de référence ».

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u>  |
|---|--|
| Principe de la mesure                         |  |
| (§3 de la norme de référence)                 | <p>Cette méthode consiste à séparer les ions chromates par chromatographie en phase liquide sur colonne et de les doser ensuite par détection colorimétrique (détecteur UV/visible) après réaction post colonne avec la diphénylcarbazide :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Utilisation d'un échange d'anion comme phase stationnaire et d'une solution de sulfate d'ammonium comme phase mobile.</li> <li>- <b>Après cette séparation, une réaction post-colonne entre le Cr(VI) et la diphénylcarbazide développe la couleur. Celle-ci est mesurée à 530 nm par un détecteur colorimétrique.</b></li> </ul> |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u> | <u>Prescriptions CWEA</u>  |
|---|--|
| <b>Réactifs utilisés</b>                      |  |
| (§6.1 de la norme de référence)               | <p><b>En plus des réactifs indiqués dans la norme, les réactifs suivants sont à utiliser :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Diphényl-1,5-carbazide</li> <li>- Acide sulfurique, 25 % p.a.</li> <li>- Carbonate de sodium</li> </ul> <p><b>Préparation du réactif post colonne :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Dans un berlin de 250 ml, dissoudre 0.50 g de diphenyl-1,5-carbazide dans 100 ml de méthanol.</li> <li>- Dans un ballon jaugé de 1 l, introduire 500 ml d'eau, 48 ml d'acide sulfurique, y ajouter la solution de diphényl-1,5-carbazide et porter à 1 l avec de l'eau. Ce réactif est stable 5 jours.</li> </ul> <p><b>Préparation de la Solution de digestion alcaline :</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- 0,5 mol/l d'hydroxyde de sodium (NaOH) / 0,28 mol/l de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)</li> <li>- Dissoudre 20,0 g d'hydroxyde de sodium dans environ 500 ml d'eau. Ajouter 30,0 g de carbonate de sodium 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 une bouteille en polyéthylène et en préparer une nouvelle chaque mois.</li> </ul> |

| <u>Prescriptions de la norme de référence</u>            | <u>Prescriptions CWEA</u>   |
|--|---|
| <b>Conditionnement et conservation de l'échantillon</b>  |   |
| (§6.4 de la norme de référence)                          | L'échantillon est conservé entre 3 +/-2°C, durée de conservation de 5 jours. Les échantillons sont stabilisés avec la solution de digestion alcaline en ajoutant 2 ml pour 250 ml d'échantillon. Le pH de l'échantillon doit être alcalin (pH=9).   |
| <b>Etalonnage et préparation des solutions standards</b> |   |
| (§6.5.1 de la norme de référence)                        | <p><b>Préparer une solution étalon 1 mg/l (CrVI) :</b><br/>     Cette solution doit contenir 2ml de solution alcaline pour 250ml de standard comme les échantillons</p> <p><b>Préparation des solutions standards pour les concentrations allant de 10 à 150 µg Cr(VI)/l :</b><br/>     Ces solutions doivent contenir 2ml de solution alcaline pour 250ml de standard comme les échantillons</p> <p><b>Les solutions contrôles sont préparées dans les mêmes conditions.</b></p> |

### 3. Informations de révision

Les principales modifications apportées à cette procédure par rapport à la version précédente sont : /

| <u>Version précédente</u>     | <u>Présente version</u>   |
|-------------------------------|---|
| Numéro de la méthode : E-II-3 | <p>La méthode E-II-3 a été séparée en 2 méthodes, cela afin d'en faciliter le suivi. Il s'agit à présent de :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- E-II-3 .1 méthode par détection spectrophotométrique</li> <li>- E-II-3 .2 méthode par chromatographie ionique</li> </ul> |