

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
E-II-3.2	1	20/01/2022
Dosage du chrome (Cr^{VI}) dans les eaux par chromatographie ionique		

Descriptif		
Paramètre	chrome (Cr ^{VI})	
Référence normative	NBN EN ISO 10304-3	1997

Domaine d'application	
Matrice	Tous types d'eau Lixiviats

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)	1	µg/l
Incertitude (relative) de la mesure	20	%
Gamme de travail	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 diphénylcarbazine :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Utilisation d'un échange d'anion comme phase stationnaire et d'une solution de sulfate d'ammonium comme phase mobile. - Après cette séparation, une réaction post-colonne entre le Cr(VI) et la diphénylcarbazine développe la couleur. Celle-ci est mesurée à 530 nm par un détecteur colorimétrique.

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Réactifs utilisés	
<p>(§6.1 de la norme de référence)</p>	<p>En plus des réactifs indiqués dans la norme, les réactifs suivants sont à utiliser :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Diphényl-1,5-carbazide - Acide sulfurique, 25 % p.a. - Carbonate de sodium <p>Préparation du réactif post colonne :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Dans un berlin de 250 ml, dissoudre 0.50 g de diphényl-1,5-carbazide dans 100 ml de méthanol. - 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. <p>Préparation de la Solution de digestion alcaline :</p> <ul style="list-style-type: none"> - 0,5 mol/l d'hydroxyde de sodium (NaOH) / 0.28 mol/l de carbonate de sodium (Na₂CO₃) - 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.



<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
Conditionnement et conservation de l'échantillon	
(§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).
Etalonnage et préparation des solutions standards	
(§6.5.1 de la norme de référence)	<p>Préparer une solution étalon 1 mg/l (CrVI) :</p> <p>Cette solution doit contenir 2ml de solution alcaline pour 250ml de standard comme les échantillons</p> <p>Préparation des solutions standards pour les concentrations allant de 10 à 150 µg Cr(VI)/l :</p> <p>Ces solutions doivent contenir 2ml de solution alcaline pour 250ml de standard comme les échantillons</p> <p>Les solutions contrôles sont préparées dans les mêmes conditions.</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"> - E-II-3 .1 méthode par détection spectrophotométrique - E-II-3 .2 méthode par chromatographie ionique