

Méthode	Version	Date d'entrée en vigueur
S-II-4	4	20/01/2022
<b>Dosage du chrome (VI) dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique</b>		

Descriptif		
Paramètre	Chrome (VI) (CrVI)	
Référence normative	ISO 15192	2010

Domaine d'application	
Matrice	Sols

Critères de performance		
Limite de quantification (LQ)		mg/l
Incertitude (relative) de la mesure		%
Gamme de travail		mg/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

La présente procédure spécifie un mode opératoire de digestion alcaline pour l'extraction du chrome (VI) (CrVI) à partir de formes solubles, adsorbées et précipitées des composés du chrome dans les sols, suivi par une chromatographie ionique.

## 2. Procédure

L'ensemble des prescriptions de la norme de référence internationale ISO 15192:2010 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>
<b>Réactifs</b>	
(§7 de la norme de référence) 7.13 Solution réactive de diphénylcarbazine : Dissoudre 0,125 g de 1,5-diphénylcarbazine dans 25 ml d'acétone ou de méthanol dans une fiole jaugée de 250 ml.	Préparation du réactif post colonne : Dans un berlin de 250 ml, dissoudre 0,50 g de 1,5-diphénylcarbazine dans <b>100 ml de méthanol</b> .
(§7 de la norme de référence) 7.14 solution d'élution : utiliser une solution d'élution appropriée pour la séparation des chromates sur la colonne de chromatographie ionique	<b>Solution d'élution : Dans un ballon jaugé de 1l, dissoudre 33 g de sulfate d'ammonium dans 500 ml d'eau. Ajouter 6,5 ml d'hydroxyde d'ammonium. Porter à 1 l avec de l'eau.</b>
<b>Contrôle de la qualité</b>	
(§10.5 de la norme de référence)	<b>Vérification de l'analyse :</b> La technique de l'ajout dosé est utilisée sur un échantillon de la série pour confirmer les résultats. Un ajout de dopage par rapport au dosage d'origine doit avoir <b>un rendement de 75 à 125%</b>

<u>Prescriptions de la norme de référence</u>	<u>Prescriptions CWEA</u>
(§10.5 de la norme de référence)	<p>Vérification des limites de quantification : Contrôler la limite de quantification du Cr(VI) lorsque le résultat de l'analyser est inférieur à cette limite.</p> <p>Préparer une solution correspondant à la limite de quantification de l'élément à doser. Procéder à l'analyse de cette solution et reporter la valeur obtenue sur la carte de contrôle.</p>
(§10.5 de la norme de référence)	<p>Analyse d'un MRC :</p> <p>Réaliser, minimum une fois par mois, une digestion alcaline d'un MRC.</p> <p>Utiliser une prise d'essai de 0,5 g. La solution de digestion alcaline obtenue doit être diluée 5 fois avant passage dans l'appareil de mesure du chrome VI. Cette analyse se réalise en double exemplaire. Les valeurs de concentration mesurées ne doivent pas s'écarter des limites fixées sur les cartes de contrôle. Sinon, identifier le problème, y remédier et recommencer l'étalonnage.</p>
(§10.5 de la norme de référence)	<p>Echantillon dopé au chrome III :</p> <p>Lors de l'analyse du MRC, effectuer une digestion alcaline du MRC dopé en Cr(III). Ajouter à la prise d'essai 0,1 ml de Cr(III) (solution à 1 g/l). Cette analyse se réaliser en double exemplaire. Elle permet d'évaluer l'exactitude de la méthode par rapport aux éventuels processus d'oxydation. Les valeurs de concentration mesurées ne doivent pas s'écarter des limites fixées sur les cartes de contrôle. Sinon, identifier le problème, y remédier et recommencer la mesure.</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>
Norme de référence : NBN EN 15192 : 2006	Norme de référence : ISO 15192 : 2010