

## S-II-4V3 : DOSAGE DU CHROME(VI)

### 1. Objet

Cette procédure a pour objet de décrire le dosage du Cr(VI) dans les sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets. La présente procédure traite, en particulier, des deux sujets suivants :

#### 1.1. L'extraction du Cr(VI) des matrices solides

#### 1.2. Dosage du Cr(VI), par les méthodes suivantes

1.2.1. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

1.2.2. Méthodes électrochimiques

1.2.3. Méthode par dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline

### 2. Domaine d'application

La présente méthode décrit le dosage du Cr(VI) dans les sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets par digestion alcaline et suivi de la détermination de la teneur du Cr(VI) dans le résultat de la digestion par différentes méthodes.

### 3. Principe

#### 3.1. Digestion du Cr(VI) des matrices solides

L'extraction est basée sur une digestion alcaline pour extraire le chrome hexavalent, présent sous forme soluble, absorbée et précipitée des composés de chrome dans les échantillons.

Pour quantifier le Cr(VI) dans une matrice solide, trois critères doivent être remplis :

- 1) La solution de digestion doit solubiliser toutes 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 la présente norme remplit les 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) natifs 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 Cr trivalent.

### 3.2. Dosage

#### 3.2.1. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

Il convient que la quantification du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline soit réalisée en utilisant une méthode adéquate offrant la précision appropriée. La chromatographie ionique est utilisée dans ce but pour séparer le Cr(VI) des interférents. A la suite de cette séparation par chromatographie ionique, le Cr(VI) est mesuré par spectrométrie à 365 nm (détection UV directe) ou bien 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 contenant le chromogène magenta caractéristique ( $\lambda_{\max} = 540$  nm).

Cette méthode peut être utilisée pour déterminer les fractions massiques de Cr(VI) dans les solides à 0.1 mg/kg.

#### 3.2.2. Méthode par dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline

Si aucune espèce du chrome autre que Cr(VI) n'est présente après digestion, il est possible d'effectuer un dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline par spectroscopie **d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES)**, **spectrométrie d'absorption atomique (AAS)** ou **spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)**.

Pour confirmer que le Cr(VI) est la seule forme soluble du chrome présent dans la solution de digestion alcaline, il est nécessaire de doper l'échantillon avec du Cr(III) puis de lui faire subir le même mode opératoire de digestion que celui appliqué à la prise d'essai.

## 4. Interférences

Pour les échantillons 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)<sub>3</sub> fraîchement précipité.

### 4.1. Interférences à l'extraction

- 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. Le problème est réduit au minimum dans le mode opératoire décrit du fait de l'utilisation de digestion alcaline.
- Le Cr(III) peut être oxydé en Cr(VI) dans les solutions alcalines chauffées. Ce problème est minimisé dans le mode opératoire décrit grâce à l'ajout de magnésium dans la solution de digestion alcaline.

## 4.2. Interférences au dosage

### 4.2.1. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

- 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.
- 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).

### 4.2.2. Méthode par dosage direct du Cr(VI) dans la solution de digestion alcaline

#### 4.2.2.1. Méthode par spectroscopie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES)

- les **interférences spectrales** qui se répartissent comme suit :
  - 1° recouvrement par la raie spectrale d'un autre élément; ces effets peuvent être compensés en utilisant une correction informatique des données brutes (K facteur);
  - 2° recouvrement non résolu d'un spectre de bande moléculaire; ces effets peuvent éventuellement être surmontés en sélectionnant une autre longueur d'onde.
- les **influences du bruit de fond** qui se répartissent comme suit :
  - 1° bruit de fond émis par des phénomènes continus;
  - 2° bruit de fond de la lumière parasite provenant de l'émission de raies d'éléments en concentration élevée.

L'effet des interférences dues au bruit de fond peut être en général compensé par une correction du bruit de fond adjacente à la raie de l'analyte.

- On considère en général que les **interférences physiques** sont associées aux procédés de transport et de nébulisation de l'échantillon. Des propriétés telles que des modifications dans la viscosité et dans la tension superficielle peuvent engendrer des inexactitudes significatives, surtout lorsqu'il s'agit d'échantillons pouvant contenir des concentrations élevées en matières dissoutes et/ou en acides. Ces types d'interférences seront réduits en diluant l'échantillon et/ou en utilisant la technique des ajouts dosés.
- Les **interférences chimiques** se caractérisent par la formation de composés moléculaires, d'effets d'ionisation et d'effets de vaporisation de matières dissoutes. Ces effets sont atténués en utilisant la méthode des ajouts dosés.

#### 4.2.2.2. Spectrométrie d'absorption atomique (AAS)

- Les solutions d'échantillons contenant de grandes quantités de substances sont susceptibles d'avoir une incidence sur les résultats. Par exemple des concentrations élevées en chlorure peuvent conduire à des résultats faibles, car la volatilité de nombreux éléments est accrue et peut entraîner une perte d'élément à doser au cours de la pyrolyse.

Les effets de la matrice peuvent être surmontés partiellement ou totalement en optimisant le programme de températures, l'utilisation de tubes et de plates-formes avec revêtement pyrolytique, l'emploi de modificateurs chimiques, la technique des ajouts dosés et l'utilisation d'une correction du bruit de fond.

#### 4.2.2.3. Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

- Les interférences élémentaires isotopiques : elles sont engendrées par des isotopes d'éléments différents. Ceux-ci peuvent former des ions mono chargés ou poly chargés de même rapport m/z que l'élément à doser.
- Les interférences moléculaires : elles sont engendrées par des ions résultant de la combinaison de plusieurs atomes dont le rapport m/z est identique à celui de l'élément à doser.
- Les interférences physiques : par exemple, la réponse pour un échantillon peut être biaisée suite à une viscosité différente de celui-ci par rapport à celle des standards d'étalonnage.

## 5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

Les échantillons doivent être recueillis au moyen de dispositifs appropriés et placés dans des récipients qui ne contiennent pas d'acier inoxydable.

Les échantillons doivent être conservés dans l'état d'humidité d'origine à  $(4 \pm 2)$  °C jusqu'à l'analyse. Les échantillons de sols doivent de préférence être séchés à l'air avant la digestion.

Une diminution de la granulométrie en-dessous de 250 µm est nécessaire dans le cas de déchets solides et de sol, en particulier si l'on suspecte la présence de Cr(VI) inclus dans la matrice, auquel cas il faut éviter tout chauffage et tout contact avec de l'acier inoxydable.

L'échantillon doit être analysé dès que possible après digestion.

## 6. Appareillages et matériels utilisés

Matériel courant de laboratoire.

### 6.1. Matériel de Digestion

- Plaque chauffante ou bloc chauffant avec agitateur magnétique, contrôlé par thermostat avec un récipient de digestion de 250 ml recouvert d'un verre de montre.
- Matériel de filtration de porosité de 0.45 µm, inerte chimiquement.

### 6.2. Matériel de dosage

#### 6.2.1. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

- Système de chromatographie ionique, dont l'ensemble des 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 polyéthylène téréphtalate (PET).
- Colonne chromatographique ionique, prévue pour la séparation des chromates et possédant une capacité d'échange ionique suffisante.
- Système de détection :
  - spectromètre UV-VIS à 365 nm

OU

· spectromètre pour rayonnement visible à 540 nm après dérivation post-colonne.

6.2.2. Méthode par spectroscopie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES), spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

- soit un spectromètre simultané d'émission par plasma à couplage inductif HF,
- soit un spectromètre d'absorption atomique avec atomisation électrothermique,
- soit un spectromètre de masse à ionisation par plasma à couplage inductif.

## 7. Réactifs utilisés

Eau; conductivité inférieure à  $1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ .

### 7.1. Réactifs de digestion

7.1.1. Carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), anhydre,  $w(\text{Na}_2\text{CO}_3) > 99.9 \%$

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

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

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

7.1.5. Dihydrogénophosphate de dipotassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),  $w(\text{KH}_2\text{PO}_4) > 99 \%$

7.1.6. Solution de digestion alcaline, 0,5mol/l d'hydroxyde de sodium (NaOH) / 0,28 mol/l de carbonates de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

Dissoudre 20.0 g d'hydroxyde de sodium (7.1.2) dans environ 500 ml d'eau. Ajouter 30.0 g de carbonate de sodium (7.1.1) 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.

7.1.7. Solution tampon de phosphate, à 0.5 mol/l d'hydrogénophosphate de dipotassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) / 0.5 mol/l de dihydrogénophosphate de dipotassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), pH 7 : dissoudre 87.09 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (7.1.4) et 68.04 g de  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  (7.1.5) dans environ 700 ml d'eau, puis agiter en tournant pour mélanger. Transférer la solution dans une fiole jaugée de 1l. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

7.1.8. Solution de chlorure de magnésium : dissoudre 85.4 g de  $\text{MgCl}_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (7.1.3) dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait, boucher et bien mélanger.

### 7.2. Réactifs de dosage

#### 7.2.1. Réactifs communs aux différentes méthodes

7.2.1.1. Dichromate de potassium ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ),  $w(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \geq 99.9 \%$  : déshydrater jusqu'à poids constant à  $110^\circ\text{C}$ , refroidir et conserver dans un dessiccateur.

#### 7.2.1.2. Solution d'étalonnage de Cr(VI)

7.2.1.2.1. Solution mère étalon de Cr(VI), à 1000 mg/l de Cr(VI)



Dissoudre 0.2829 g de dichromate de potassium (7.2.1.1) dans 75 ml d'eau dans une fiole jaugée de 100 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et bien mélanger. Conserver la solution pendant 1an maximum, dans une bouteille 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.

#### 7.2.1.2.2. Solution étalon de travail de Cr(VI), à 10 mg/l de Cr(VI)

Transférer précisément à l'aide d'une pipette 10.0 ml de la solution mère étalon de Cr(VI) (7.2.1.2.1) dans une fiole jaugée de 1 l. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Préparer cette solution tous les mois.

#### 7.2.1.2.3. Solution 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 (7.1.6) diluée suivant un rapport 1/1. Verser 25 ml de la solution de digestion alcaline (7.1.6) dans une fiole jaugée de 50ml, transférer précisément à l'aide d'une pipette le volume approprié de la solution étalon de travail de Cr(VI) (7.2.1.2.2) dans la fiole jaugée et compléter avec de l'eau jusqu'au trait. Boucher et bien mélanger. Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées chaque jour.

#### 7.2.1.2.4. Solution de dopage de Cr(VI)

La solution étalon de travail de Cr(VI) (7.2.1.2.2) peut être utilisée pour doper les échantillons.

### 7.2.2. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

7.2.2.1. Acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), concentré,  $\rho(H_2SO_4) \sim 1.84 \text{ g/ml}$ ,  $w(H_2SO_4) \sim 98 \%$

7.2.2.2. 1,5-diphénylcarbazine ( $(C_6H_5.NH.NH)_2CO$ ),  $w((C_6H_5.NH.NH)_2CO) > 98 \%$

7.2.2.3. Acétone ( $C_3H_6O$ ) ou méthanol ( $CH_4O$ )

7.2.2.4. Solution réactive de diphénylcarbazine :

Dissoudre 0.125 g de 1,5-diphénylcarbazine (7.2.2.2) dans 25 ml d'acétone ou de méthanol dans une fiole jaugée de 250 ml. Verser 125 ml d'eau dans un récipient séparé, ajouter lentement 7 ml d'acide sulfurique concentré (7.2.2.1), agiter en tournant pour mélanger et laisser refroidir. Dégazer cette solution de 1,5-diphénylcarbazine. Après combinaison des solutions, compléter avec de l'eau jusqu'au trait et dégazer de nouveau pendant 5min à 10 min. La solution réactive reste stable pendant 5 j.

7.2.2.5. Solution d'éluion :

Utiliser une solution d'éluion appropriée pour la séparation des chromates sur la colonne de chromatographie ionique.

### 7.2.3. Contrôle

7.2.3.1 Chromate de plomb ( $PbCrO_4$ ),  $w(PbCrO_4) > 99\%$

7.2.3.2 Chlorure de Chrome hexahydraté ( $CrCl_3 \cdot 6H_2O$ ),  $w(CrCl_3 \cdot 6H_2O) > 96\%$

7.2.3.3 Solution de dopage de Cr(III)

Utiliser une solution étalon du commerce ayant une concentration certifiée en Cr(III), raccordable à des étalons nationaux.

En variante, dissoudre une quantité appropriée connue de chlorure de chrome hexahydraté (7.2.3.2) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter avec de l'eau jusqu'au trait, boucher et bien mélanger. Conserver la solution pendant 1 an maximum, dans une bouteille en polypropylène. Déterminer la concentration en Cr de la solution de dopage avant de l'utiliser.

## 8. Mode opératoire

### 8.1. Mode opératoire de la digestion alcaline

- Ajuster le réglage de température en préparant et en surveillant un blanc de température (un récipient de 250 ml contenant 50 ml de la solution de digestion). Maintenir la solution de digestion à une température de  $(92.5 \pm 2.5)$  °C. La solution ne doit pas bouillir ou s'évaporer jusqu'à siccité.
- Transférer  $(2,5 \pm 0,1)$  g de la prise d'essai, pesés à 0,1mg près, dans un récipient de digestion propre de 250 ml.
- Ajouter  $(50 \pm 1)$  ml de solution de digestion alcaline (7.1.6) dans chaque échantillon, au moyen d'une éprouvette graduée, puis 1ml de solution de chlorure de magnésium (7.1.8) et 0,5 ml de tampon phosphate (7.1.7). Couvrir tout les récipients de digestion. Lorsqu'un bloc chauffant est utilisé, des réfrigérants à reflux peuvent être employés.
- Chauffer les échantillons à  $(92.5 \pm 2.5)$  °C sous agitation continue, puis maintenir les échantillons à  $(92.5 \pm 2.5)$  °C pendant au moins 60min, toujours sous agitation continue.
- Refroidir chaque solution jusqu'à température ambiante. Transférer quantitativement le contenu dans le dispositif de filtration, en rinçant le récipient de digestion trois fois avec de petites quantités d'eau. Filtrer sur une membrane de filtration à 0.45 µm. Rincer le dispositif de filtration avec de l'eau et transférer le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml, puis compléter avec de l'eau jusqu'au trait.

### 8.2. Mode opératoire du dosage

#### 8.2.1. Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique

##### 8.2.1.1. Paramétrage des instruments

- Configurer le chromatographe ionique conformément aux instructions du fabricant.
- Ajuster le débit de la solution d'élution (7.2.2.5) à une valeur compatible avec les colonnes utilisées (généralement de 0.3 ml/min à 1 ml/min).
- Dans le cas d'une détection directe, régler le détecteur UV-VIS pour qu'il mesure dans la plage allant de 355 nm à 375 nm, de préférence à 365 nm.

- Dans le cas d'une déviation post-colonne, optimiser le rapport des débits de la solution d'élution et du réactif ou ajuster la concentration en acide sulfurique de la solution réactive de diphénylcarbazine (7.2.2.4) de manière à optimiser le rapport signal sur bruit. Il est important de maintenir constant le rapport des débits de la solution d'élution et du réactif et de travailler avec un excès de réactif de diphénylcarbazine. Pour la mesure par la 1,5-diphénylcarbazine, régler le détecteur de rayonnement visible pour qu'il mesure dans la plage allant de 530 nm à 550 nm, de préférence à 540 nm.

#### 8.2.1.2. Étalonnage

Réaliser une courbe d'étalonnage en utilisant un tracé linéaire de la hauteur ou de l'aire de pic en fonction de la concentration de la solution d'étalonnage.

#### 8.2.1.3. Mesure des solutions d'essai

- Injecter un volume approprié des solutions d'échantillons filtrées (8.1) dans le système de chromatographie ionique.
- Déterminer, par comparaison avec la courbe d'étalonnage (8.2.1.2), les concentrations en Cr(VI) dans les solutions d'échantillon (8.1).
- Si des concentrations en Cr(VI) sont trouvées comme étant supérieures à celle de la solution d'étalonnage la plus concentrée, diluer l'extrait suivant un rapport 1/1 avec la solution de digestion alcaline diluée (7.1.6), afin que les solutions d'essai se trouvent dans la plage linéaire, et recommencer l'analyse. Tenir compte de la dilution lors du calcul de la concentration massique de Cr(VI) dans le matériau soumis à l'analyse.

#### 8.2.2. Méthode par spectroscopie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES), spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)

Se référer aux procédures d'utilisation du fabricant de l'appareil.

- Régler les paramètres instrumentaux du système conformément à la notice du fabricant.
- Réaliser une courbe d'étalonnage en travaillant dans une gamme de mesure où la relation entre les signaux mesurés et les concentrations en masse d'un élément est linéaire sur plusieurs ordres de grandeur.
- Réaliser une mesure de l'échantillon. Et déterminer la concentration en Cr de ceux-ci par comparaison avec la courbe d'étalonnage.

#### 8.2.3. Contrôle

- Solution d'essai à blanc

Traiter en parallèle au moins une solution à blanc en suivant le même mode opératoire de digestion que celui appliqué aux échantillons, mais en omettant la prise d'essai. Analyser ces solutions à blanc au moins une fois pour chaque série de mesure.



- Vérification de la méthode

Préparer une solution étalon de Cr(VI) à partir d'une solution mère étalon ayant une origine différente de celle utilisée pour préparer les solutions d'étalonnage. Parallèlement au traitement des échantillons d'essai, préparer une solution à blanc dopée à l'aide de cette solution étalon de Cr(VI) en suivant le même mode opératoire de digestion que celui appliqué aux échantillons d'essai, mais en omettant la prise d'essai. Traiter cet échantillon de contrôle avec chaque lot.

Préparer une solution étalon de Cr(III) à partir d'une solution de dopage Cr(III) (7.2.3.3). Parallèlement au traitement des échantillons d'essai, préparer une solution à blanc dopée à l'aide de cette solution étalon de Cr(III) en suivant le même mode opératoire de digestion que celui appliqué aux échantillons d'essai, mais en omettant la prise d'essai. Traiter cet échantillon de contrôle avec chaque lot.

- Doubles échantillons

Traiter des échantillons en double pour évaluer la précision de la méthode, à une fréquence d'au moins 1 par lot au minimum.

- Échantillons dopés au Cr(VI)

Traiter en routine des échantillons dopés solubles, afin d'évaluer la précision de la méthode par rapport à d'éventuels processus de réduction. Les échantillons dopés sont constitués d'un matériau solide auquel ont été ajoutées des quantités connues de Cr(VI). La matrice dopée subit un processus de digestion.

Il convient d'analyser un échantillon dopé par lot.

Le taux de recouvrement de l'échantillon dopé au Cr(VI) peut servir à évaluer les critères suivants :

- la solution de digestion doit solubiliser tous les composés contenant du Cr(VI).
- les conditions de la digestion ne doivent induire aucune réduction du Cr(VI) natif en Cr(III).

- Échantillons dopés au Cr(III)

Traiter en routine la solution de dopage au Cr(III) (7.2.3.3), afin d'évaluer la précision de la méthode par rapport aux éventuels processus d'oxydation. Les échantillons dopés sont constitués d'un matériau solide auquel ont été ajoutées des quantités connues de Cr(III). La matrice dopée subit un processus de digestion. Le taux de recouvrement de l'échantillon dopé au Cr(III) peut servir à évaluer le risque d'une oxydation en (Cr(VI) du Cr(III) natif présent dans l'échantillon, induite par la méthode.

## 9. Calcul

Calculer la fraction massique de Cr(VI) dans le déchet solide ou le sol en utilisant l'équation :

$$\omega(\text{Cr(VI)}) = \frac{\rho_d * F * 10}{m * \omega_{dm}}$$

où  $\omega(\text{Cr(VI)})$  est la fraction massique de Cr(VI) dans le matériau solide, exprimée en mg/kg de matière sèche;

$\rho_d$  est la concentration en Cr(VI) dans la solution d'essai résultant de la digestion alcaline, exprimée en  $\mu\text{g/l}$

$m$  est la masse de la prise d'essai, exprimée en mg (valeur nominale 2.5 g);

$\omega_{dm}$  est la teneur en matière sèche de la prise d'essai, exprimée en pourcentage;

$F$  est le facteur de dilution ( $F = 1$  si la solution de digestion alcaline de 100 ml n'a pas été diluée avant l'analyse).

Il convient d'arrondir les valeurs à 0.01 mg/kg et de n'utiliser que trois chiffres après la virgule.

## 10. Sécurité

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 cancérigènes pour l'homme.

## 11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne;
- l'identification complète de l'échantillon;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- les résultats du dosage conformément au point 9;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats;
- les informations pertinentes concernant le mode opératoire de la digestion alcaline;
- la méthode de dosage utilisée et les informations pertinentes concernant le dosage.

## 12. Références

NBN EN 15192 : 2006 – Caractérisation des déchets et des sols – Dosage du chrome VI dans les matériaux solides par digestion alcaline et chromatographie ionique avec détection spectrophotométrique.

CEN/TR 14589 : 2003 – Characterization of waste – State of the art document – Chromium VI specification in solid matrices.

NBN EN ISO 17294-2 : 2004 – Qualité de l'eau – Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

ORIGINAL 2014