

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Chrome VI (composé du), en Cr

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 15 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

température ambiante

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

La première étape concerne l'extraction du chrome VI soluble.

La deuxième étape concerne l'extraction du chrome VI insoluble.

La troisième étape concerne l'extraction directement du chrome VI total.

Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Filtrer tous les échantillons avant l'injection afin d'éviter le colmatage des frittes. Si les solutions n'ont pas été filtrées pendant la phase de préparation, il convient de les filtrer préalablement à l'analyse, en s'assurant que le dispositif de filtration utilisé n'induit pas de réduction du Cr^{VI}.

Il est préférable de réaliser l'analyse dans les plus brefs délais après l'extraction car dans certains cas (en fonction de la matrice) un précipité peut apparaître dans les solutions après l'extraction.

3 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ PREPARATION PARTICULIERE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 10 mL

Temps d'agitation _____ 60 min

Vitesse _____ 150 tours par minute

Autres conditions de préparation :

Solution d'extraction :

Préparer une solution pH8 (NH₄)₂SO₄ 0,05 mol/L + NH₄OH 0,05 mol/L (obtenue par dissolution de 6,6 g (NH₄)₂SO₄ + 3,25 mL NH₄OH dans de l'eau et jauge à 1 L).

Extraction du Chrome VI "Soluble" (logigramme 1)

- Avant toute manipulation ultérieure, vérifier le serrage des différents éléments de la cassette, nettoyer l'extérieur et l'essuyer.
- Après avoir vérifié la présence du bouchon inférieur, introduire par l'orifice supérieur, à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, exactement 5 mL de la solution pH8.
- Reboucher la cassette et agiter mécaniquement pendant une heure. L'usage des ultrasons est à proscrire, car leur action et la chaleur dégagée modifient notablement les quantités solubilisées.

Filtration :

- Au bout d'une heure, retourner la cassette, ôter le bouchon puis adapter l'orifice (S) à l'embout en plastique rigide du dispositif de filtration sous vide (figures 1 et 2) dans lequel ont été placés des tubes ou fioles gradués permettant la récupération des filtrats.
- Ôter alors le bouchon (E) et faire couler la solution dans le pilulier en appliquant un vide léger.
- Rincer le filtre et la cassette avec 2 fois 2,5 mL de la solution d'extraction et faire couler la solution dans le pilulier en appliquant un vide léger. Jauger à 10 mL avec la solution d'extraction.
- La solution diluée sera appelée S1 dans la suite du document.

Commentaires :

- Traiter les blancs de laboratoire et blancs de terrain de la même façon.
- Cette extraction peut être suivie d'une seconde extraction afin de déterminer les chromates insolubles.

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ PREPARATION PARTICULIERE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 10 mL

Ultrasons _____ 60 min à 40 °C

Autres conditions de préparation :

Solution d'extraction :

Préparer une solution contenant Na₂CO₃ 3 % + NaOH 2 % (obtenue par dissolution de 30 g Na₂CO₃ + 20 g NaOH dans de l'eau et jauge à 1 L).

Extraction du Chrome VI "insoluble" (logigramme 1)

- Après extraction des espèces solubles, remettre en place le bouchon inférieur. Introduire par l'orifice supérieur, à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, exactement 5 mL de la solution d'extraction Na₂CO₃ 3 % + NaOH 2 %.
- Reboucher la cassette et placer pendant une heure aux ultrasons à environ 40°C.
 - Au bout d'une heure, évacuer la surpression en ôtant le bouchon E, laisser refroidir puis reboucher.

Filtration :

- Retourner la cassette, ôter le bouchon puis adapter l'orifice (S) à l'embout en plastique rigide du dispositif de filtration sous vide (figures 1 et 2) dans lequel ont été placés des tubes ou fioles gradués permettant la récupération des filtrats.
- Ôter alors le bouchon (E) et faire couler la solution dans le pilulier en appliquant un vide léger.
- Rincer le filtre et la cassette avec 2 fois 2,5 mL d'eau et jauger à 10 mL.
- Si le filtre est abîmé après passage une heure aux ultrasons en solution basique, des particules peuvent être entraînées lors de cette 2^{ème} filtration et la solution récupérée sera alors trouble. Dans ce cas, filtrer la suspension obtenue sur membrane PVC.
- Cette solution sera appelée S2 dans la suite du document.

Commentaires :

- Traiter les blancs de laboratoire et blancs de terrain de la même façon.

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ PREPARATION PARTICULIERE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Ultrasons _____ 60 min à 60 °C

Autres conditions de préparation :

Solution d'extraction :

Préparer une solution contenant Na₂CO₃ 3 % + NaOH 2 % (obtenue par dissolution de 30 g Na₂CO₃ + 20 g NaOH dans de l'eau et jauge à 1 L).

Extraction du Chrome VI "total" (une seule extraction - logigramme 2)

- Avant toute manipulation ultérieure, vérifier le serrage des différents éléments de la cassette, nettoyer l'extérieur et l'essuyer.
- Après avoir vérifié la présence du bouchon inférieur, introduire par l'orifice supérieur, à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, exactement 5 mL de la solution d'extraction Na₂CO₃ 3 % + NaOH 2 %.
- Reboucher la cassette et placer pendant une heure aux ultrasons à environ 60°C.
- Au bout d'une heure, évacuer la surpression en ôtant le bouchon E, laisser refroidir puis reboucher.

Filtration :

- Retourner la cassette, ôter le bouchon puis adapter l'orifice (S) à l'embout en plastique rigide du dispositif de filtration sous vide (figures 1 et 2) dans lequel ont été placés des tubes ou fioles gradués permettant la récupération des filtrats.
- Ôter alors le bouchon (E) et faire couler la solution dans le pilulier en appliquant un vide léger.
- Rincer le filtre et la cassette avec 2 fois 2,5 mL d'eau et jauger à 10 mL.
- Si le filtre est abîmé après passage une heure aux ultrasons en solution basique, des particules peuvent être entraînées lors de cette 2^{ème} filtration et la solution récupérée sera alors trouble. Dans ce cas, filtrer la suspension obtenue sur membrane PVC.
- Cette solution sera appelée S dans la suite du document.

Commentaires :

- Traiter les blancs de laboratoire et blancs de terrain de la même façon.

Dérivation

Moment de la dérivation _____ lors d'un traitement post-colonne

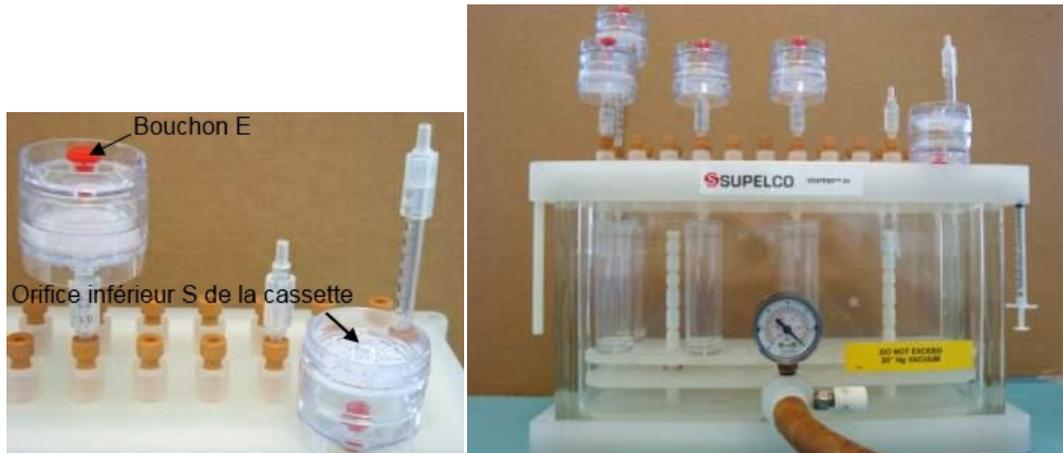
Réactif _____ ■ 1.5-DIPHENYLCARBAZIDE

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

La dérivation consiste à faire réagir le chrome hexavalent avec la 1,5-diphénylcarbazide pour obtenir du chrome trivalent et de la diphénylcarbazone. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe de chrome trivalent / diphénylcarbazone contenant le chromogène magenta ($\lambda = 540 \text{ nm}$).

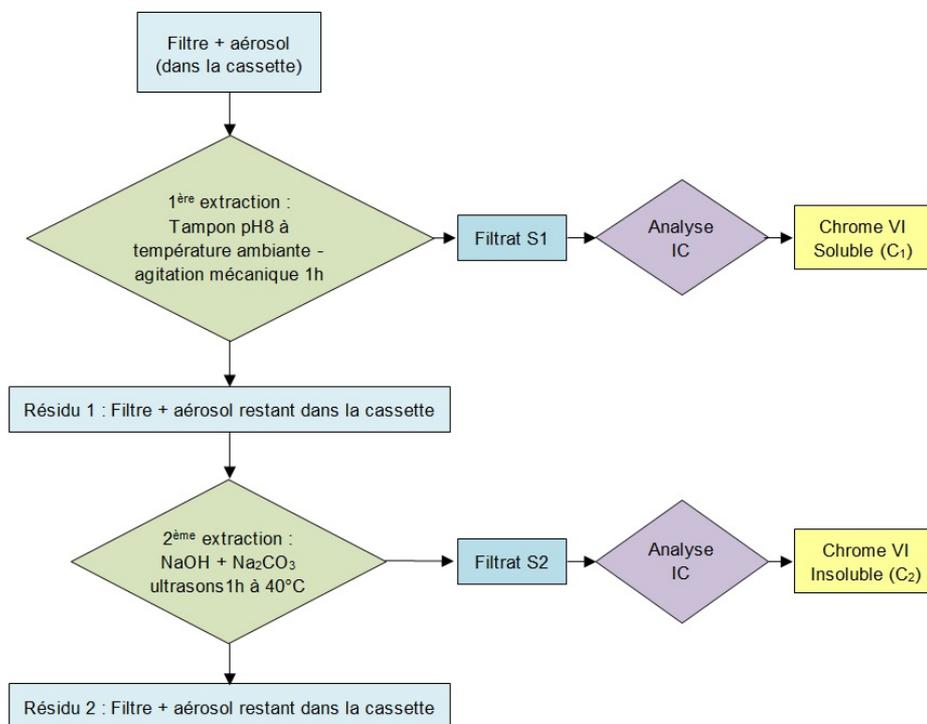
Description

Figures 1 et 2 : Exemple de dispositif de filtration sous vide



Logigramme 1

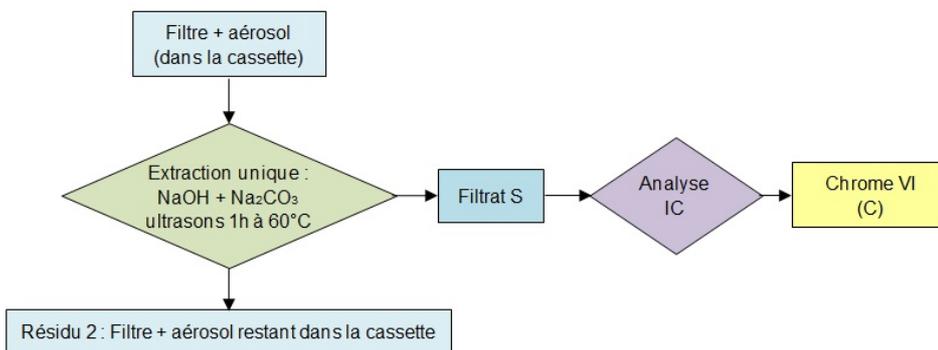
Extractions successives en vue de la mesure des composés solubles et insolubles de chrome hexavalent uniquement



Chrome hexavalent total = $C_1 + C_2$

Logigramme 2

Extraction en vue de la mesure des composés de chrome hexavalent



Chrome hexavalent total = C

Commentaires, conseils ou conditions particulières

ANALYSES COMPLEMENTAIRES : AUTRES FORMES DU CHROME

Pour la démarche analytique, se reporter au logigramme 3 ci-dessous : extraction en vue de la mesure des composés de chrome hexavalent et non-hexavalent (*spéciation du chrome*).

Il est recommandé dans ce cas d'utiliser le protocole à une seule extraction. En effet, dans le protocole à 2 extractions, la solution à pH 8 utilisée pour extraire le chrome VI soluble entraîne une partie du chrome III soluble, qui peut co-précipiter avec les hydroxydes de magnésium. Il n'est ainsi pas possible de distinguer les formes solubles des formes non solubles des composés de chrome non VI dans un protocole à deux extractions.

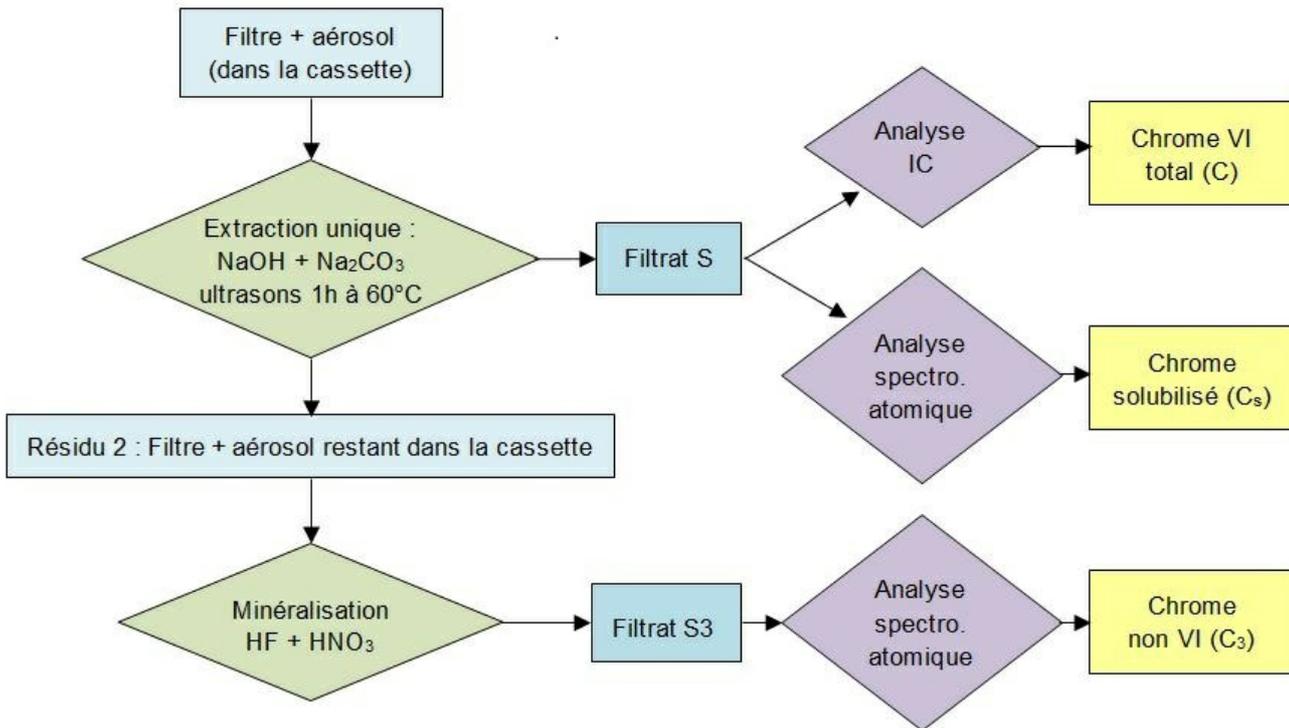
Note : Suivre ce schéma d'extraction (logigramme 3) dans le cas où l'on souhaite mesurer l'ensemble des composés du chrome (cas du contrôle du respect de la valeur limite réglementaire du chrome métal et des composés de chrome II et III par exemple).

Remarque

L'analyse du chrome total (Méthode Métaux et métalloïdes) peut suffire dans certains cas à conclure à l'absence de risque de dépassement de la valeur limite du chrome hexavalent. En effet, la concentration en chrome hexavalent dans une atmosphère ne peut jamais être supérieure à la concentration en chrome total. En conséquence, lorsque des résultats de mesures de chrome total sont disponibles, ils peuvent être utilisés pour évaluer un risque de dépassement de la valeur limite pour le chrome VI. Si l'on conclut à l'absence de risque de dépassement, on peut arrêter là l'évaluation. Dans le cas contraire, des prélèvements spécifiques à la détermination du chrome hexavalent selon cette méthode-ci doivent être effectués et l'analyse menée selon l'un des trois schémas présentés ci-dessus.

Logigramme 3

Extraction en vue de la mesure des composés de chrome hexavalent et non hexavalent (spéciation du chrome)



Chrome total = $C_3 + C_s$

Chrome non VI total = $C_3 + (C_s - C)$

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____	▪ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE
Injecteur _____	▪ PASSEUR AUTOMATIQUE
Colonne _____	▪ ECHANGEUSE D'IONS
Détecteur _____	▪ ULTRAVIOLET (UV)

Commentaires, conseils ou conditions particulières:

- Éluant : $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,25 M / NH_4OH 0,1 M obtenu par dissolution de 66 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ et 13 mL de NH_4OH dans de l'eau et jauge à 2 L.
- Réactif post-colonne : diphénylcarbazine 0,002 M / méthanol 10 % / H_2SO_4 0,5 M. Verser environ 500 mL d'eau dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter lentement et avec précaution 28 mL d' H_2SO_4 concentré, agiter et laisser refroidir. Dissoudre 0,5 g de 1,5-diphénylcarbazine dans 100 mL de méthanol, transférer dans la fiole jaugée de 1 L contenant H_2SO_4 dilué, jaugez avec de l'eau. Boucher et mélanger. Préparer une solution fraîche chaque jour.

Ensemble de chromatographie ionique contenant un module d'introduction du réactif post-colonne pour la dérivation avec té de mélange et serpent in de réaction de 750 μL . Débit : 0,33 mL/min (Débit total éluant + réactif post-colonne : 1,33 mL/min).

Tous les composants qui entrent en contact avec l'échantillon ou le flux d'éluant doivent, dans la mesure du possible, être composés de matériaux inertes, par exemple de polyéthéréthercétone (PEEK) de même que tous les tuyaux de raccordement.

Étalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage/metropol-analyse-etalonage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

Réaliser des étalons à partir d'une (de) substance(s) de référence, commerciale(s) ou synthétisée(s) en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

Calcul de la concentration atmosphérique ²

²<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

L'étalonnage doit être effectué séparément en vue de l'analyse du chrome hexavalent soluble et insoluble (ou total) pour répondre aux besoins de l'appariement de matrices entre les solutions d'étalonnage et les solutions d'échantillons.

Les solutions étalons sont préparées dans la solution d'extraction sans filtre et sans MgSO₄ (sa présence ne modifiant pas la réponse de la méthode - Voir données de validation).

Si le chrome soluble et le chrome insoluble sont extraits séparément, la concentration totale C (µg/m³) dans l'air du chrome hexavalent est obtenue par la somme des concentrations en chrome VI soluble et insoluble :

$$C_t = C_1 + C_2$$

avec : C₁ (µg/m³) : concentration dans l'air du chrome hexavalent soluble

C₂ (µg/m³) : concentration dans l'air du chrome hexavalent insoluble