

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 _____ 15jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

température ambiante

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

La préparation est réalisée en une seule étape avec l'extraction directe du Cr^{VI} total.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ PREPARATION PARTICULIERE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 5mL

Ultrasons _____ 60min 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)

- Ouvrir le tube contenant le support de collecte, introduire à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, exactement 5 mL de la solution d'extraction Na₂CO₃ 3 % + NaOH 2 %.
- Reboucher le tube et le placer pendant une heure aux ultrasons à environ 60 °C.
- Au bout d'une heure, sortir les tubes et laisser refroidir.
- Ouvrir délicatement le tube pour ne pas perdre de solution, ajouter 5 mL d'eau ultra-pure et agiter délicatement pour récupérer toutes les gouttelettes déposées sur le pourtour du tube.

Filtration :

Il convient de filtrer tous les échantillons préalablement à l'analyse, en s'assurant que le dispositif de filtration utilisé n'induit pas de réduction du Cr^{VI}.

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-diphénylcarbazine pour obtenir du chrome trivalent et de la diphénylcarbazonne. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe de chrome trivalent / diphénylcarbazonne contenant le chromogène magenta (= 540 nm).

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, jauger 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 polyétheréthercétone (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 <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etallonnage.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.

Compléments :

Les solutions étalons sont préparées dans la solution d'extraction sans filtre et sans MgSO_4 (sa présence ne modifiant pas la réponse de la méthode - Voir données de validation).

Le résultat de l'essuyage sera exprimé en $\text{ng} / 100 \text{ cm}^2$, correspondant à la quantité de Cr^{VI} récupérée sur la surface essuyée.