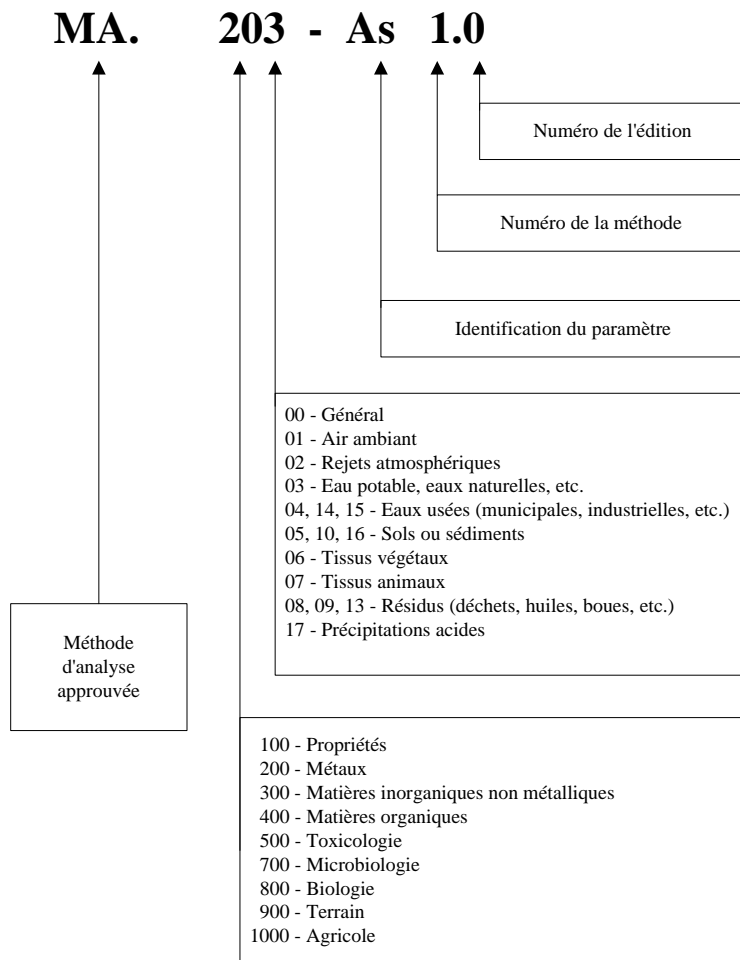


MA. 100 – Lix.com. 1.0
Édition : 2003-04-02
Révision : 2006-09-18 (4)

Méthode d'analyse
Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques

Exemple de numérotation :



La première édition d'une méthode est identifiée par l'indice « 0 ». De façon usuelle, après quatre révisions successives, l'indice est augmenté de 1. L'indice peut également être augmenté si une révision entraîne des modifications en profondeur. La date de révision d'une méthode est suivie d'un chiffre indiquant la révision en cours.

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,
Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques. MA. 100 – Lix.com.1.0, Rév. 4,
Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2006,
18 p.

TABLE DES MATIÈRES

| | |
|---|----|
| INTRODUCTION | 5 |
| 1. DOMAINE D'APPLICATION | 6 |
| 2. PRINCIPE ET THÉORIE | 6 |
| 3. FIABILITÉ | 6 |
| 3.1. Interférence | 7 |
| 3.2. Limite de détection | 7 |
| 3.3. Limite de quantification | 7 |
| 3.4. Sensibilité | 7 |
| 3.5. Fidélité | 7 |
| 3.6. Justesse | 7 |
| 3.7. Pourcentage de récupération | 7 |
| 4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION | 7 |
| 5. APPAREILLAGE | 8 |
| 6. RÉACTIFS ET ÉTALONS | 8 |
| 7. PROTOCOLE D'ANALYSE | 10 |
| 7.1. Préparation de l'échantillon | 10 |
| 7.2. Préparation des échantillons pour la lixiviation | 13 |
| 7.3. Procédure du dosage du lixiviat | 15 |
| 7.4. Préparation spéciale de la verrerie | 16 |
| 8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS | 16 |
| 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ | 17 |
| 10. BIBLIOGRAPHIE | 17 |

INTRODUCTION

Il existe différents protocoles de lixiviation pour évaluer les caractéristiques d'un échantillon solide. Les essais de lixiviation proviennent d'organismes reconnus comme l'EPA ou Environnement Canada. Dans cette méthode, quatre protocoles de lixiviation différents sont inclus. Le choix du bon protocole dépend de l'objectif visé.

- Lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311) afin d'évaluer si un résidu industriel est considéré comme une matière lixiviable selon l'article 3 du Règlement sur les matières dangereuses ou le Règlement sur les déchets solides. Ce protocole de lixiviation peut également être utilisé pour déterminer la solubilité d'espèces inorganiques dans d'autres guides publiés par le ministère de l'Environnement du Québec. Cette méthode est tirée de la méthode EPA 1311: Toxicity Characteristic Leaching Procedure (TCLP).
- Lixiviation (en milieu acide acétique lorsque la capacité de neutralisation est supérieure à 3 eq/kg à un pH de 9) pour la valorisation de résidus industriels non dangereux et l'évaluation des résidus stabilisés et solidifiés (TCLP modifié).
- Pour déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviées en milieu acide acétique afin d'évaluer les possibilités de valorisation des résidus industriels non dangereux et de gestion des matières résiduelles traitées par stabilisation-solidification. Ce protocole de lixiviation est utilisé lorsque la matière à l'étude a une capacité de neutralisation supérieure à 3 eq/kg à un pH de 9. Cette méthode est tirée de la méthode 10 : Amount available for leaching test (AALT) provenant de Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program (Environnement Canada).
- Lixiviation pour simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312) pour déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviées par les pluies acides afin d'évaluer les possibilités de valorisation des résidus industriels non dangereux et de gestion des matières résiduelles traitées par stabilisation-solidification. Cette méthode est tirée de la méthode EPA 1312 : Synthetic Precipitation Leaching Procedure (SPLP).
- Lixiviation à l'eau (CTEU-9) pour déterminer la concentration des espèces inorganiques susceptibles d'être lixiviées en contact avec l'eau afin d'évaluer les possibilités de valorisation des résidus industriels non dangereux et de gestion des matières résiduelles traitées par stabilisation-solidification. Cette méthode est tirée de la méthode B9 (CTEU-9) Equilibrium Extraction provenant de Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program (Environnement Canada).

1. DOMAINE D'APPLICATION

Ces essais sont utilisés pour déterminer la mobilité d'analytes inorganiques présents dans des résidus solides.

2. PRINCIPE ET THÉORIE

Pour les échantillons contenant moins de 0,5 % de solides en suspension, l'échantillon est filtré et le liquide est considéré comme le lixiviat.

Pour les échantillons contenant plus de 0,5 % de solides en suspension, le liquide est séparé du solide dans une première étape. Par la suite, le solide est mis en contact avec une solution de lixiviation. La solution de lixiviation utilisée dépend du type de lixiviation demandé. Finalement, la solution est filtrée et le dosage est effectué sur le liquide obtenu. Voici un résumé des quatre types de lixiviation effectués.

2.1. Lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Le solide est broyé à une grosseur inférieure à 9,5 mm. Par la suite, il est mis en contact avec la solution de lixiviation (rapport solide-liquide de 1 : 20) et agité pendant 18 heures à la température ambiante.

2.2. Lixiviation (en milieu acide acétique lorsque la capacité de neutralisation est supérieure à 3 eq/kg à un pH de 9) pour la valorisation de résidus industriels non dangereux et l'évaluation des résidus stabilisés et solidifiés (TCLP modifié)

Le solide est broyé à une grosseur inférieure à 100 Mesh. Par la suite, il est mis en contact avec une solution d'acide acétique (rapport solide-liquide de 1 : 20) et agité pendant 48 heures à la température ambiante.

2.3. Lixiviation pour simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312)

Le solide est broyé à une grosseur inférieure à 9,5 mm. Par la suite, il est mis en contact avec une solution d'acide nitrique et sulfurique (rapport solide-liquide de 1 : 20) et agité pendant 18 heures à la température ambiante.

2.4. Lixiviation à l'eau (CTEU-9)

Le solide est broyé à une grosseur inférieure à 100 Mesh. Par la suite, il est mis en contact avec de l'eau (rapport solide-liquide de 1 : 4) et agité pendant 7 jours à la température ambiante.

3. FIABILITÉ

Les termes suivants sont définis dans le document DR-12 VMC, intitulé « Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie ».

Cette méthode ne décrit que le traitement de l'échantillon (lixiviation) avant le dosage des métaux ou des anions. Les interférences et les données de validation se trouvent dans les méthodes suivantes : MA. 200 – Mét. 1.1 (métaux lixiviés), MA. 300 – Ions 1.2 (anions lixiviés) et MA. 300 – F 1.0 (fluorures lixiviés).

3.1. INTERFÉRENCE

Les interférences des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.2. LIMITE DE DÉTECTION

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.3. LIMITE DE QUANTIFICATION

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.4. SENSIBILITÉ

Les données de validation des paramètres analysés se retrouvent dans leurs méthodes respectives.

3.5. FIDÉLITÉ

3.5.1. Réplicabilité

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.5.2. Répétabilité

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.6. JUSTESSE

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Les données de validation des paramètres analysés se trouvent dans leurs méthodes respectives.

4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

Pour les solides, prélever un échantillon représentatif d'un poids minimum de 500 g dans un contenant de verre ou de plastique. Pour les échantillons liquides, prélever un volume minimum de 1 litre dans un contenant de verre ou de plastique.

Aucun agent de conservation n'est ajouté. Conserver à environ 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder six mois.

5. APPAREILLAGE

Les marques de commerce apparaissant ci-dessous ne sont mentionnées qu'à titre de renseignement.

- 5.1. Broyeur capable de réduire un solide à une taille inférieure à 9,5 mm et à 100 Mesh.
- 5.2. Appareil pour lixiviation
- 5.3. Étuve à $60\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$
- 5.4. pH-mètre
- 5.5. Système de filtration sous vide
- 5.6. Tamis de 9,5 mm et de 150 μm (100 Mesh)

6. RÉACTIFS ET ÉTALONS

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité A.C.S., à moins d'indication contraire.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

À moins d'indication contraire, les solutions préparées peuvent être conservées indéfiniment à la température ambiante. Elles doivent cependant être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation de précipité.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide nitrique, HNO₃ (CAS n° 7697-37-2)
- 6.3. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4. Acide acétique glacial, HCH₃CO₂ (CAS n° 64-19-7)
- 6.5. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)
- 6.6. Acétate de sodium, NaCH₃CO₂ (CAS n° 127-09-3), ou acétate de sodium trihydraté (CAS n° 6131-90-4)
- 6.7. Solution d'acide chlorhydrique 1 N

Dans un ballon de 1 000 ml, ajouter 83 ml d'acide chlorhydrique (*cf.* 6.1) dans environ 800 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.8. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N

Dissoudre 2,0 g de NaOH (*cf.* 6.3) dans environ 300 ml d'eau et compléter à 500 ml avec de l'eau.

6.9. Solution de lixiviation numéro 1 pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Dans un ballon de 1 litre contenant environ 500 ml d'eau, verser 5,7 ml d'acide acétique (*cf.* 6.4) et 2,572 g d'hydroxyde de sodium (*cf.* 6.3) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Le pH de cette solution devrait être $4,93 \pm 0,05$.

Un volume plus grand de la solution de lixiviation peut être préparé en dissolvant 25,72 g d'hydroxyde de sodium (*cf.* 6.3) dans environ 1 litre d'eau, puis en ajoutant 57 ml d'acide acétique (*cf.* 6.4) et en complétant à 10 litres.

6.10. Solution de lixiviation numéro 2 pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Dans un ballon de 1 litre contenant environ 500 ml d'eau, verser 5,7 ml d'acide acétique (*cf.* 6.4) et compléter au trait de jauge avec de l'eau. Le pH de cette solution devrait être $2,88 \pm 0,05$.

Un volume plus grand de la solution de lixiviation peut être préparé en versant 57 ml d'acide acétique (*cf.* 6.4) et en complétant à 10 litres avec de l'eau.

6.11. Solution mère du tampon pour la lixiviation pour simuler les pluies acides

Dans un becher, mélanger 14 ml d'acide nitrique (*cf.* 6.2) et verser lentement 16 ml d'acide sulfurique (*cf.* 6.5).

6.12. Tampon à pH 4,20 pour simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312)

Dans un becher de 2 litres, verser 950 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte la solution mère du tampon pour la lixiviation pour simuler les pluies acides (*cf.* 6.11) jusqu'à ce que le pH soit de $4,20 \pm 0,05$. Compléter à 1 litre avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 mois.

6.13. Tampon acétate pour la valorisation de résidus industriels non dangereux et l'évaluation des résidus stabilisés et solidifiés (TCLP modifié)

Dissoudre 82,03 g d'acétate de sodium ou 136,06 g d'acétate de sodium trihydraté (*cf.* 6.6) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Ajuster le pH à $5,0 \pm 0,1$ avec de l'acide acétique glacial (*cf.* 6.4).

6.14. Tampon d'eau à pH 7,0 pour la lixiviation à l'eau (CTEU-9)

Dans un becher de 2 litres, verser 1 990 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (cf. 6.8) jusqu'à ce que le pH soit de $7,00 \pm 0,10$. Compléter à 2 litres avec de l'eau.

Cette solution se conserve 1 mois.

7. PROTOCOLE D'ANALYSE

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des « Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie », DR-12-SCA-01, sont suivies afin de s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments de contrôle et d'assurance de la qualité (blanc, matériaux de référence, duplicata, etc.). Tous ces éléments d'assurance et de contrôle de la qualité suivent les mêmes étapes du protocole analytique que les échantillons.

7.1. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

7.1.1. Détermination du pourcentage de solides en suspension dans l'échantillon (pour tous les types de lixiviation)

7.1.1.1 Échantillon contenant seulement une phase

Si, visuellement, l'échantillon ne contient pas de phase liquide, il est considéré comme 100 % solide. Les échantillons solides doivent être lixiviés. Poursuivre à l'étape 7.1.3.

Si l'échantillon ne contient pas de solides en suspension, il est considéré comme 100 % liquide. La portion liquide est filtrée sur une membrane de $0,45 \mu\text{m}$. Cette portion liquide est conservée pour le dosage. Mesurer le pH et préserver l'échantillon selon les paramètres demandés si l'analyse n'est pas faite immédiatement (acide nitrique pour les métaux, hydroxyde de sodium pour les cyanures, acide sulfurique pour les huiles et graisses et aucun préservatif pour les nitrites, les nitrates et les fluorures). Poursuivre à l'étape 7.3.

7.1.1.2 Échantillon contenant une phase liquide et une phase solide (plus de 0,5 % de solides en suspension)

Le pourcentage de solides en suspension est déterminé en filtrant une portion de l'échantillon sur un filtre Whatman 934AH ou un filtre équivalent en porosité ($1,5 \mu\text{m}$).

- Peser le filtre (immédiatement avant de l'utiliser).
- Placer le filtre en prenant soin de déposer le côté rugueux du filtre sur le dessus, puis faire le vide.

- Homogénéiser l'échantillon.
- Verser un minimum de 100 ml dans un becher et noter le poids total.
- Filtrer l'échantillon à travers le filtre.
- Repeser le becher afin de déterminer le poids d'échantillon qui a été filtré.

Note – Ne pas rincer le becher ou le filtre avec de l'eau.

- Lorsque tout le liquide a été filtré, placer le filtre dans une capsule de porcelaine et chauffer dans une étuve à 105 °C pendant une nuit.
- Laisser refroidir au dessiccateur pendant un minimum de 4 heures. Peser le filtre. Si le temps de séchage (une nuit) et le temps minimum au dessiccateur (4 heures) n'est pas respecté, peser le filtre jusqu'à l'obtention d'un poids constant, c'est-à-dire jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit inférieure à 10 mg en respectant le cycle séchage-refroidissement-pesage.

Le pourcentage de solides en suspension est déterminé par l'équation suivante :

$$S = \frac{(A - B) \times 100}{(C - D)}$$

où

- S : pourcentage de solides en suspension (% P/P);
- A : poids du filtre après séchage (g);
- B : poids du filtre vierge (g);
- C : poids du becher + échantillon avant la filtration (g);
- D : poids du becher + particules collées aux parois (g).

7.1.2. Séparation de la phase liquide et solide de l'échantillon (pour tous les types de lixiviation)

La séparation d'une portion de l'échantillon est effectuée à l'aide d'un filtre Whatman 934AH ou un filtre équivalent en porosité (1,5 µm).

- Placer le filtre en prenant soin de déposer le côté rugueux du filtre sur le dessus, puis faire le vide.
- Homogénéiser l'échantillon.
- Verser une quantité suffisante d'échantillon, pour effectuer le prétest et la lixiviation, dans un becher et noter le poids total.
- Filtrer l'échantillon à travers le filtre.
- Repeser le becher afin de déterminer le poids réel d'échantillon qui a été filtré.

Note – Ne pas rincer le becher ou le filtre avec de l'eau.

- Peser la quantité de liquide obtenu lors de la filtration et conserver le liquide.
- Conserver la portion solide de l'échantillon pour le prétest et pour la lixiviation.

Le pourcentage de la phase liquide dans l'échantillon est déterminé comme suit :

$$S_l = \frac{A \times 100}{(C - D)}$$

où

- S_l : pourcentage de la phase liquide (% P/P);
- A : poids du liquide après la filtration (g);
- C : poids du becher + échantillon avant la filtration (g);
- D : poids du becher + particules collées aux parois (g).

Le pourcentage de la phase solide dans l'échantillon est déterminé comme suit :

$$S_s = 100 - S_l$$

où

- S_s : pourcentage de solides en suspension (% P/P);
- S_l : pourcentage de la phase liquide (% P/P).

La portion liquide est ensuite filtrée sur une membrane de 0,45 µm. Cette portion liquide est conservée pour le dosage. Mesurer le pH et préserver l'échantillon selon les paramètres demandés si l'analyse n'est pas faite immédiatement (acide nitrique pour les métaux, hydroxyde de sodium pour les cyanures, acide sulfurique pour les huiles et graisses et aucun conservatif pour les nitrites, les nitrates et les fluorures). L'échantillon solide est traité tel qu'indiqué dans la section 7.1.3.

7.1.3. Séchage et broyage de l'échantillon solide (pour tous les types de lixiviation)

L'échantillon solide doit être broyé, si nécessaire, avant d'effectuer la lixiviation. La grosseur des particules du solide dépend du type de lixiviation à effectuer. Le tableau suivant indique la grosseur maximale permise pour chacune des lixiviations ainsi que si l'échantillon doit être séché à 60 °C avant la lixiviation.

| Type de lixiviation | Grosseur maximale | Séchage de l'échantillon |
|--|-------------------|--------------------------|
| Lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311) | 9,5 mm | Non |

| Type de lixiviation | Grosseur maximale | Séchage de l'échantillon |
|---|-------------------|--------------------------|
| Lixiviation pour la valorisation de résidus industriels non dangereux et l'évaluation des résidus stabilisés et solidifiés (TCLP modifié) | 150 µm (100 Mesh) | Oui |
| Lixiviation pour simuler les pluies acides (SPLP, EPA 1312) | 9,5 mm | Non |
| Lixiviation à l'eau (CTEU-9) | 150 µm (100 Mesh) | Oui |

Si l'échantillon possède des particules plus grosses ou s'il est de forme monolithique, broyer ou couper de façon à ce que tout le solide passe à travers un tamis de 9,5 mm ou 150 µm selon le type de lixiviation à effectuer. Poursuivre à l'étape 7.1.4 pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311) seulement et à l'étape 7.2 pour les autres types de lixiviation.

7.1.4. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide (prétest pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques seulement)

- Peser 5 g d'échantillon non séché (voir section 7.1.2) dans un becher (broyer si nécessaire l'échantillon solide afin d'obtenir une granulométrie inférieure à 5 mm).
- Ajouter 96,5 ml d'eau dans le becher. Couvrir avec un verre de montre et agiter vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 5 minutes. Ajouter 3,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique 1 N (cf. 6.7) et mélanger légèrement. Placer un verre de montre et chauffer à 50 °C ± 5 °C pendant 10 minutes.
- Laisser refroidir la solution à la température ambiante. Homogénéiser l'échantillon et mesurer le pH tout en agitant légèrement. **Si le pH est inférieur à 5,0, utiliser la solution de lixiviation numéro 1 (cf. 6.9). Si le pH est supérieur ou égal à 5,0, utiliser la solution de lixiviation numéro 2 (cf. 6.10).**

7.2. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR LA LIXIVIATION

7.2.1. Lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP, EPA 1311)

Les échantillons solides sont lixiviés avec la solution de lixiviation appropriée (voir section 7.1.4) dans un rapport solide-tampon de 1 : 20.

Note – L'échantillon ne doit pas être séché. Si l'échantillon ne contient qu'une seule phase solide, il est considéré comme 100% solide.

- Dans une bouteille de 1 litre en verre ou en plastique, peser 20 g d'échantillon solide préalablement broyé, si nécessaire, à 9,5 mm et ajouter 400 ml de la solution de lixiviation appropriée (cf. 6.9 ou 6.10).

Note – Si l'échantillon ne semble pas homogène, utiliser un poids d'échantillon et de tampon plus grand, par exemple 40 g de solide et 800 ml de tampon.

- Boucher la bouteille et placer sur l'appareil de lixiviation pendant 18 heures \pm 2 heures avec une vitesse de rotation de 30 ± 2 tours/minute

Note – Certains échantillons contenant des carbonates peuvent dégager du gaz durant la lixiviation. Il est souhaitable de s'assurer de l'absence de gaz dans la bouteille après une heure en ouvrant le bouchon sous une hotte.

- Après la lixiviation, laisser décanter le solide afin de faciliter la filtration.
- Filtrer sur un filtre ayant une porosité de 0,45 μ m.
- Mesurer le pH après la lixiviation.
- Si les analyses ne sont pas faites durant la journée, préserver l'échantillon selon les paramètres demandés (acide nitrique pour les métaux, acide sulfurique pour les huiles et graisses et aucun conservatif pour les nitrites, les nitrates et les fluorures).

7.2.2. Lixiviation pour la valorisation de résidus (TCLP modifié)

- Dans une bouteille de plastique ou de verre, peser un minimum de 20 g d'échantillon préalablement séché à 60°C et broyé à 100 Mesh.
- Ajouter le tampon acétate (cf. 6.13) de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 20 (ex. : 20 g de solide et 400 ml de tampon).
- Boucher la bouteille et placer sur un appareil pour la lixiviation.
- Agiter pendant $48 \pm 0,5$ heures à une vitesse de rotation d'environ 30 ± 2 tours/min.
- Filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,45 μ m. Si les analyses ne sont pas faites immédiatement, ajouter les conservatifs nécessaires pour chacun des paramètres analysés.

7.2.3. Lixiviation par les pluies acides (SPLP, EPA 1312)

- Dans une bouteille de plastique ou de verre, peser un minimum de 20 g d'échantillon préalablement broyé, si nécessaire, à 9,5 mm.
- Note – L'échantillon ne doit pas être séché. Si l'échantillon ne contient qu'une seule phase solide, il est considéré comme 100 % solide.

- Ajouter le tampon acide (cf. 6.12) de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 20 (ex. : 20 g de solide et 400 ml de tampon).
- Boucher la bouteille et placer sur un appareil pour la lixiviation.
- Agiter pendant 18 heures à une vitesse de rotation d'environ 30 ± 2 tr/min.
- Filtrer l'échantillon sur une membrane de $0,45 \mu\text{m}$. Si les analyses ne sont pas faites immédiatement, ajouter les préservatifs nécessaires pour chacun des paramètres analysés.

7.2.4. Lixiviation à l'eau (CTEU-9)

- Dans une bouteille de plastique ou de verre, peser 40 g d'échantillon préalablement séché à 60°C et broyé à 100 Mesh.
- Ajouter le tampon d'eau à pH de 7,0 (cf. 6.14) de façon à obtenir un rapport solide : liquide de 1 : 4 (ex. : 40 g de solide et 160 ml d'eau).
- Boucher la bouteille et placer sur un appareil pour la lixiviation.
- Agiter pendant 7 jours à une vitesse de rotation d'environ 30 ± 2 tours/min.
- Filtrer l'échantillon sur une membrane de $0,45 \mu\text{m}$. Si les analyses ne sont pas faites immédiatement, ajouter les préservatifs nécessaires pour chacun des paramètres analysés.

7.3. PROCÉDURE DU DOSAGE DU LIXIVIAT

Procéder au dosage du ou des paramètres demandés selon la méthode appropriée. Le tableau suivant montre les méthodes qui sont utilisées.

| Paramètre | Méthode | Titre |
|--------------------------------------|--------------------------------------|---|
| Métaux lixiviés | MA. 200 – Mét. 1.1 | Détermination des métaux : méthode par spectrométrie de masse à source ionisante au plasma d'argon. |
| nitrate, nitrite, nitrate+nitrite | MA. 300 – Ions 1.2 | Détermination des anions : méthode par chromatographie ionique. |
| Fluorures lixiviés | Ma. 300 - F 1.0 | Détermination des fluorures : méthode colorimétrique après distillation. |
| Phénols (indice phénol) lixiviés | MA. 404 – I.Phe. 2.1 | Détermination des composés phénoliques (indice phénol) : méthode colorimétrique automatisée avec l' amino-4-antipyrine. |

Si l'échantillon de départ contenait une phase liquide et une phase solide, la phase liquide obtenue en 7.1.2 et le lixiviat de la phase solide obtenu en 7.2 doivent être combinés avant le dosage.

- Faire un test en mélangeant une portion du lixiviat avec la phase liquide provenant de l'échantillon afin de s'assurer que les deux phases sont miscibles ou qu'il n'y a pas formation d'un précipité.
- Si la phase liquide provenant de l'échantillon et le lixiviat sont miscibles, mélanger les deux solutions en tenant compte des proportions de la phase liquide et de la phase solide dans l'échantillon original. Par exemple, si un volume total d'échantillon de 200 ml est nécessaire pour le dosage, utiliser les équations suivantes :

$$\text{Volume du lixiviat : } S_s \times 2 \text{ ml}$$

$$\text{Volume de la phase liquide filtrée sur } 0,45 \text{ } \mu\text{m : } S_l \times 2 \text{ ml}$$

où

S_l : pourcentage de la phase liquide (% P/P)

S_s : pourcentage de la phase solide (% P/P)

Note – Un volume de lixiviat plus grand ou plus petit que 200 ml peut être utilisé selon les paramètres analysés et les techniques analytiques choisies. Le calcul du volume de la phase liquide est alors calculé en conséquence.

- Mesurer le pH de la solution combinée.

Note – Si les deux phases liquides ne sont pas miscibles ou qu'un précipité se forme, faire les analyses sur les deux phases et calculer la concentration finale en tenant compte des proportions des deux phases. Le pH après lixiviation est mesuré sur le lixiviat seulement.

- Une fois les deux portions liquides combinées ou si les solutions ne sont pas combinées en raison de la formation d'un précipité ou si les deux solutions ne sont pas miscibles, préserver l'échantillon selon les paramètres demandés (acide nitrique pour les métaux, acide sulfurique pour les huiles et graisses et aucun préservatif pour les nitrites, les nitrates et les fluorures) si les analyses ne sont pas faites durant la journée.

7.4. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour cette lixiviation.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Pour les échantillons contenant une seule phase solide ou une seule phase liquide ou ayant deux phases dont le lixiviat et le liquide de l'échantillon sont miscibles, la concentration de l'analyte dans l'échantillon est exprimée en mg/l selon la relation suivante :

$$A = C_l \times f$$

où

- A : concentration de l'analyte (mg/l);
- C_l : concentration de l'analyte lors du dosage (mg/l);
- f : facteur de dilution si nécessaire.

Pour les échantillons contenant deux phases dont le lixiviat et le liquide de l'échantillon ne sont pas miscibles, la concentration de l'analyte dans l'échantillon est exprimée en mg/l selon la relation suivante :

$$A = \frac{(C_l \times S_l \times f) + (C_s \times S_s \times f)}{100}$$

où

- A : concentration de l'analyte (mg/l);
- C_l : concentration de l'analyte dans la phase liquide lors du dosage (mg/l);
- C_s : concentration de l'analyte dans le lixiviat lors du dosage (mg/l);
- S_l : pourcentage de la phase liquide (section 7.1.2) (% P/P)
- S_s : pourcentage de la phase solide (section 7.1.2) (% P/P)
- f : facteur de dilution si nécessaire.

Note – Sur les certificats d'analyse, la mesure du pH après lixiviation doit être indiquée.

9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Cette méthode ne décrit que le traitement de l'échantillon (lixiviation) avant le dosage des métaux ou des anions. Les critères d'acceptabilité se trouvent dans les méthodes de dosage des paramètres analysés ([MA. 200 – Mét. 1.1](#) (métaux lixiviés), [MA. 300 – Ions 1.2](#) (anions lixiviés) et [Ma. 300 - F 1.0](#) (fluorures lixiviés)).

10. BIBLIOGRAPHIE

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Lignes directrices concernant l'application des contrôles de la qualité en chimie, DR-12-SCA-01, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Protocole pour la validation d'une méthode d'analyse en chimie, DR-12-VMC, Ministère de l'Environnement du Québec, Édition courante.

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA, Amount available for leaching test (CTEU-10) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix B: Test Methods for Solidified Waste Evaluation, TS-15, 1991.

ENVIRONMENT CANADA – GOVERNMENT OF CANADA, Equilibrium Extraction (CTEU-9) - Investigation of Test Methods for Solidified Waste Evaluation – A Cooperative Program, Appendix b: Test Methods for Solidified Waste Evaluation, TS-15, 1991.

EPA METHOD 1311, Toxicity Characteristic Leaching Procedure, SW-846: Test Methods for Evaluating Solid Waste - Physical/Chemical Methods, Washington, D.C., 1994.

EPA METHOD 1312, Synthetic Precipitation Leaching Procedure, SW-846: Test Methods for Evaluating Solid Wastes – Physical/Chemical Methods, Washington, D.C., 1994.