

S-I-4V1 – ESSAI DE LIXIVIATION DE SOLS ET DÉCHETS FRAGMENTÉS, DE SÉDIMENTS ET DE BOUES METHODE EN BATCH

1. Objet

La présente méthode permet de déterminer par un essai de lixiviation des substances solubles contenues dans un échantillon de sols, de déchets fragmentés, de sédiments ou de boues dans les conditions opératoires précises. Cette détermination, d'après la nature de l'échantillon, doit donner des indications sur les préjudices ou les risques potentiels liés à la mise en décharge ou susceptibles d'entrer en contact avec l'eau. Cette procédure peut, en effet, fournir des valeurs qui, dans les conditions réelles de dépôt, ne seront pas atteintes ou ne seront atteintes seulement qu'après des laps de temps très longs.

2. Domaine d'application

La présente procédure spécifie un essai de conformité fournissant des informations sur la lixiviation des déchets fragmentés, des sédiments et des boues dans les conditions expérimentales spécifiées ci-après, et en particulier un rapport liquide-solide de 10 l/kg de matière sèche. Cet essai s'applique aux déchets ayant une granularité inférieure à 4 mm sans ou avec réduction de la granularité.

Elle a principalement été conçue pour étudier les constituants inorganiques des déchets. Elle ne tient pas compte des caractéristiques particulières des constituants organiques non polaires ni des conséquences de l'évolution microbiologique des déchets organiques dégradables.

3. Interférence

Sans préjudice des dispositions légales, décrétales et réglementaires en vigueur, les déchets suivant ne sont pas soumis au test de lixiviation :

1° les matériaux réagissant avec le lixiviant, ce qui donnerait, par exemple, une émission gazeuse excessive, un effet de solidification ou un dégagement de chaleur trop élevé.

2° les matières ayant une teneur en eau ou une affinité avec l'eau tel qu'il est impossible de bien mélanger le solide avec la quantité prédéterminée de liquide.

3° les déchets pour lesquels la réglementation interdit l'élimination par mise en décharge.

4. Principe

L'échantillon qui, soit d'origine, soit après prétraitement, a une granularité inférieure à 4 mm est mis en contact avec de l'eau (7.1) dans des conditions définies. La présente procédure repose sur l'hypothèse que l'équilibre ou le quasi-équilibre est atteint entre les phases liquide et solide pendant la durée de l'essai. Le résidu solide est séparé par filtration et/ou centrifugation.



Les propriétés de l'éluat sont mesurées à l'aide de méthodes conçues pour l'analyse des eaux et adaptées aux critères d'analyse des éluats.

Après l'essai, les conditions de lixiviation sont enregistrées en termes de pH et de conductivité imposées par le déchet.

Ces paramètres régissent le comportement à la lixiviation des déchets et sont donc importants pour le contrôle de l'essai de lixiviation.

5. Conditionnement et conservation de l'échantillon

L'échantillon prélevé sur site sera conservé dans un récipient en verre ou en polyéthylène à 4°C et dans l'obscurité.

6. Appareillages et matériels utilisés

- 6.1. Agitateur à retournement (5 tr/min – 10 tr/min) ou un agitateur à rouleaux tournant à environ 10 tr/min.
- 6.2. Centrifugeuse opérant à 3000 g – 4000 g.
- 6.3. Balance ayant une précision d'au moins 0.1 g.
- 6.4. Appareil de mesure de la conductivité électrique.
- 6.5. pH-mètre.
- 6.6. Appareil de filtration, soit un système de filtration sous vide soit un appareil de filtration sous haute pression. Le rinçage est obligatoire.
- 6.7. Membranes de filtration de 0.45 µm pour la filtration, pré-rincées (par exemple avec HNO₃ à 0.1 mol/l et de l'eau (7.1)).
- 6.8. Système de mesure de température d'ambiance.
- 6.9. Eprouvettes graduées pour la détermination du volume avec une précision de 1 %.

N.B. : Avant toute manipulation, il est obligatoire de vérifier le bon état de l'appareillage utilisé.

7. Réactifs utilisés

- 7.1. Eau déminéralisée : $5 < \text{pH} < 7.5$ et conductivité $\leq 5 \mu\text{S/cm}$.
- 7.2. Acide nitrique (HNO₃), 0.1 mol/l (de qualité pour analyse)

8. Préparation de l'échantillon

Afin d'obtenir une granulométrie inférieure à 4 mm, on se référera à la méthode S-I-1 relative au prétraitement des échantillons pour analyse physico-chimiques.

On se référera également à la méthode S-I-3 relative à la détermination de la teneur en matière pondérale en matière sèche et en eau.



9. Mode opératoire

9.1. Etape de lixiviation.

L'essai de lixiviation doit être réalisé à température ambiante (20 ± 5) °C.

Une prise d'essai d'une masse totale M_H correspondant à (0.090 ± 0.005) kg de masse sèche M_S est placée dans un flacon rincé en verre ou en polyéthylène haute densité / polypropylène, d'un volume nominal de 1 l.

$$M_H = 100 * \frac{M_S}{TS}$$

où

TS est le taux de matière sèche (exprimé en %) ;
 M_S est la masse de la prise d'essai séchée (exprimée en kg) ;
 M_H est la masse de la prise d'essai non séchée (exprimée en kg).

Ajouter une quantité de lixiviant (L) permettant d'obtenir un rapport liquide-solide (L/S) = 10l/kg ± 2 % au cours de l'extraction. Veiller à ce que le solide et le liquide se mélangent bien :

$$L = \left(10 - \frac{TH}{100} \right) * M_S$$

où

L est le volume de lixiviant utilisé (exprimé en litres) ;
 M_S est la masse sèche de la prise d'essai (exprimée en kg) ;
 TH est le taux d'humidité (exprimée en %).

Le flacon est placé ensuite sur l'agitateur réglé sur une vitesse de 10 tours/minute.
La durée de lixiviation est fixée à ($24 \pm 1/2$) h.

Pendant l'extraction, veiller à éviter la décantation de solides dans le flacon et éviter toute abrasion importante pouvant entraîner une réduction significative de la taille des particules.

Remarques :

- Eviter l'utilisation de flacons en PEHD si l'analyse du mercure est demandée.
- Dans le cas où le volume requis pour analyse est supérieur à un litre, adapter la prise d'essai et le volume de lixiviant en conséquence.

9.2 Etape de la séparation liquide-solide.

Les solides en suspension sont laissés décanter pendant (15 ± 5) min. La quasi-totalité de l'éluat est filtré sur un filtre à membrane de 0.45 μ m en utilisant un dispositif de filtration sous vide.



On peut être amené à utiliser la centrifugation avant la filtration si celle-ci n'est pas possible en moins d'une heure.

Le volume d'éluat filtré VE est mesuré.

La conductivité (en $\mu\text{S}/\text{cm}$), la température et le pH de l'éluat sont mesurés immédiatement.

Note 1 Si des composés volatils doivent être analysés, il convient de ne pas utiliser la filtration sous vide.

Note 2 Un tel mode opératoire de séparation liquide/solide spécifique peut inclure la décantation, la pré-filtration sur un filtre plus grossier, la centrifugation, etc.

9.3 Préparation de l'éluat en vue de l'analyse

Diviser l'éluat en un nombre approprié de sous-échantillons pour les différentes analyses chimiques et les stocker selon leurs exigences y relatives.

Les concentrations des constituants recherchés sont déterminées en utilisant les méthodes d'analyses correspondantes.

9.4 Essai à blanc pour la vérification du mode opératoire de lixiviation

Celui-ci consiste à soumettre un volume de lixiviant de 0.95 l à l'ensemble du mode opératoire en incluant l'étape d'analyse de l'éluat.

La concentration de chaque élément recherché doit être inférieure à 20 % de la concentration déterminée dans l'éluat du déchet ou inférieure à 20 % de la concentration dans l'éluat d'une valeur limite à laquelle le résultat de la mesure doit être comparé. Les éléments devant être pris en compte sont tous les éléments devant être déterminés dans l'éluat du déchet soumis à l'essai.

Si tel n'est pas le cas, c'est qu'il y a eu une contamination et il est nécessaire de prendre les mesures pour réduire celle-ci.

10. Calcul

L'analyse de l'éluat produit par l'essai de lixiviation fournit la concentration des constituants dans l'éluat exprimé en mg/l. Les résultats finals sont exprimés en quantité de constituant lixivié rapportée à la masse totale de l'échantillon, en mg/kg de matière sèche.

La quantité d'un constituant lixivié à partir du matériau, sur base de la masse sèche du matériau d'origine, est déterminée à l'aide de la formule suivante :

$$A = C * \left(\frac{L}{M_s} + \frac{TH}{100} \right)$$

où

- A est le relargage d'un constituant pour $L/S = 10$ (exprimé en mg/kg M_s)
- C est la concentration d'un constituant particulier dans l'éluat (exprimé en mg/l)
- L est le volume de lixiviant utilisé (exprimé en litres)
- TH est le taux d'humidité (exprimé en % de la masse sèche)
- MS est la masse de la prise d'essai sèche (exprimée en kg)



11. Sécurité

Les échantillons contaminés en raison de la présence de contaminants chimiques, spores fongiques ou de pathogènes doivent être manipulés avec toutes les mesures de sécurité qui s'imposent.

12. 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;
- préparation de l'échantillon : masse et nature des parties non fragmentables
- production de l'éluat :
 - la masse brute MH (kg) de la prise d'essai
 - le taux d'humidité TH (%) du déchet
 - le volume de lixiviant ajouté pour l'extraction (L)
 - la description du mode de séparation liquide/solide
 - les résultats des mesurages immédiats (pH, conductivité)
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

Les données ci-dessous ne doivent pas obligatoirement se trouver dans le rapport d'essai mais doivent être traçables :

- préparation de l'échantillon : la date de la préparation de la prise d'essai pour l'essai de lixiviation, les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis;
- production de l'éluat : la date de l'essai de production de l'éluat, le respect de la consigne de température (20 ± 5) °C, le volume de l'éluat filtré VE
- informations sur l'essai à blanc : la date du dernier essai à blanc effectué, les résultats du dernier essai à blanc effectué.

13. Référence

NBN EN12457-2 : 2002 – Caractérisation des déchets-Lixiviation-Essai de conformité pour la lixiviation des déchets fragmentés et des boues-Partie 2 : Essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité).