Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

CGSB

ONGC

164-GP-1MP
February/Février 1987

ICS 13.030.40

WITHDRAWAL

March 2004

CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD

LEACHATE EXTRACTION PROCEDURE

This CGSB document is hereby withdrawn due to its longevity as a provisional standard. There no longer exists the interest and support to revise the CGSB provisional document as a National Standard of Canada in light of the U.S. EPA Method 1311 — Toxicity Characteristic Leachate Procedure (TCLP). Contact the U.S. EPA for the most current version of the EPA Method 1311.

RETRAIT

Mars 2004

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

MÉTHODE DE LIXIVIATION

Ce document de l'ONGC est retiré par le présent avis à cause de sa longévité en tant que norme provisoire. Il n'y a plus l'intérêt ni l'appui nécessaire pour réviser ce document provisoire de l'ONGC au niveau de Norme nationale du Canada compte tenu de la méthode américaine EPA Method 1311, Toxicity Characteristic Leachate Procedure (TCLP). Communiquer avec l'agence américaine (EPA) pour obtenir la dernière version de l'EPA Method 1311.

Canada

Canadian General Standards Board
Office des normes générales du Canada
CGSB
ONGC

Withdrawn/Retirée

Méthode de lixiviation

La présente norme provisoire prescrit la méthode de lixiviation des déchets solides.

(F)164-GP-1MP
Février 1987

For the English edition order 164-GP-1MP

Canada

The CANADIAN GENERAL STANDARDS BOARD (CGSB), under whose auspices this standard has been developed is a government agency within the Federal Department of Supply and Services. The CGSB is engaged in the production of voluntary standards in a wide range of subject areas through the media of standards committees and the consensus process. The standards committees are composed of representatives of relevant interests including producers, consumers and other users, retailers, governments, educational institutions, technical, professional and trade societies, and research and testing organizations. Any given standard is developed on the consensus of views expressed by such representatives. The Minister's Advisory Council on CGSB reviews the results of the consensus process.

The CGSB has been accredited by the Standards Council of Canada as a national standards-writing organization. The standards that it develops and offers as National Standards of Canada conform to the criteria and procedures established for this purpose by the Standards Council of Canada. In addition to standards it publishes as national standards, the CGSB produces standards to meet particular needs, in response to requests from a variety of sources in both the public and private sectors. Both CGSB standards and national standards developed by the CGSB are developed in conformance with the policies described in the Policy Manual for the Development and Maintenance of Standards by CGSB.

CGSB standards are subject to review and revision at any time, so as to ensure that they keep abreast of technological progress. Suggestions for their improvement, which are always welcome, should be brought to the notice of the standards committees concerned. Changes to standards are issued either as separate amendment sheets or in new editions of standards.

An up-to-date listing of CGSB standards, including details on latest issues and amendments, and ordering instructions, will be found in the Catalogue of Standards and Qualified Products Lists which is published annually and is available without charge upon request.

Although the intended primary application of this standard is stated in its Scope, it is important to note that it remains the responsibility of the users of the standard to judge its suitability for their particular purpose.

Many tests required by CGSB standards are inherently hazardous. The CGSB neither assumes nor accepts any responsibility for any injury or damage that may occur during or as the result of tests, wherever performed.

The CGSB takes no position respecting the validity of any patent rights asserted with any item connected with this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights are entirely their own responsibility.

Further information on the CGSB and its services and standards may be obtained from:

The Secretary
Canadian General Standards Board
Ottawa, Canada
K1A 1G6

La présente norme a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA (ONGC), qui est un organisme fédéral relevant du ministère des Approvisionnements et Services. L'ONGC participe à la production de normes facultatives dans une gamme étendue de domaines, par l'entremise de ses comités des normes qui se prononcent par consensus. Les comités des normes sont composés de représentants des groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les fabricants, les consommateurs et autres utilisateurs, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales ainsi que les organismes de recherche et d'essai. Chaque norme est élaborée avec l'accord de tous les représentants. Le Conseil consultatif du Ministre pour l'ONGC passe en revue les décisions prises par consensus.

Le Conseil canadien des normes a conféré à l'ONGC le titre d'organisme rédacteur de normes nationales. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre de Normes nationales du Canada se conforment aux critères et procédures établis à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers, à la demande de plusieurs organismes tant du secteur privé que du secteur public. Les normes de l'ONGC et les normes nationales établies par cet organisme sont conformes aux politiques énoncées dans le Manuel des politiques d'élaboration et de mise à jour des normes de l'ONGC.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes font l'objet de modificatifs distincts ou sont incorporés dans les nouvelles éditions des normes.

Une liste à jour des normes de l'ONGC comprenant des renseignements sur les normes récentes et les derniers modificatifs parus, et sur la façon de se les procurer figure au Catalogue des normes et des listes des produits homologués publié chaque année. Cette publication peut également être obtenue sur demande, sans frais.

Même si l'objet de la présente norme précise l'application première que l'on peut en faire, il faut cependant remarquer qu'il incombe à l'utilisateur, au tout premier chef, de décider si la norme peut servir aux fins qu'il envisage.

Plusieurs des tests requis aux termes des normes de l'ONGC sont dangereux. L'ONGC n'assume ni n'accepte aucune responsabilité pour les blessures ou les dommages qui pourraient survenir pendant les essais, peu importe l'endroit où ceux-ci sont effectués.

L'ONGC ne se prononce pas quant à la validité de la propriété industrielle de chaque article assujetti à la présente norme. Les utilisateurs de la norme sont informés de façon personnelle qu'il leur revient entièrement de déterminer la validité de la propriété industrielle.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et les normes en général, prière de communiquer avec:

Le Secrétaire
Office des normes générales du Canada
Ottawa, Canada
K1A 1G6

Withdrawn/Retirée

Canadian General Standards Board

Office des normes générales du Canada

CGSB

ONGC

MÉTHODE DE LIXIVIATION

La présente norme provisoire est publiée pour satisfaire une demande urgente du ministère des Transports. Elle n'a pas été approuvée par un comité technique ni ratifiée par le Conseil consultatif de la Ministre pour l'ONGC.

Il est prévu que la présente norme sera formellement approuvée dans un avenir rapproché et qu'elle sera publiée, en version bilingue, en tant que Norme nationale du Canada.

Withdrawn/Retirée

(F)164-GP-1MP
Février 1987

PUBLISHED BY CANADIAN GENERAL
STANDARDS BOARD, OTTAWA, CANADA K1A 1G6

©Minister of Supply and Services Canada — 1987

No part of this publication may be reproduced in any form without the prior permission of the publisher.

PUBLIÉE PAR L'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES
DU CANADA, OTTAWA, CANADA K1A 1G6

©Ministre des Approvisionnements et Services Canada — 1987

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite d'aucune manière sans la permission préalable de l'éditeur.

B

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

MÉTHODE DE LIXIVIATION

1. PORTÉE

1.1 La présente norme prescrit la méthode de lixiviation des déchets solides.

2. PUBLICATIONS APPLICABLES

La présente norme renvoie aux publications suivantes:

2.1 United States Environmental Protection Agency

"EPA SW-846 Test Methods For Evaluating Solid Waste", septembre 1986

2.2 American Society for Testing and Materials (ASTM)

"D1193 Standard Specification for Reagent Water"

2.3 Sauf indication contraire, les publications auxquelles renvoie la présente norme sont celles en vigueur à la date de mise en vigueur de la norme. La note portée au point 8 donne les endroits où l'on peut se procurer ces publications.

3. ÉQUIPEMENT

3.1 Tamis à mailles de 9,5 mm, en acier inoxydable ou en plastique.

3.2 Appareil de filtration en acier inoxydable de 142 mm de diamètre, d'une capacité minimale d'un (1) litre, pouvant supporter une pression de 500 kPa appliquée à la solution à filtrer.

3.3 Filtre à membrane de 142 mm de diamètre, dont les pores mesurent 0,45 um de diamètre, fait de matière organique synthétique telle que le téflon, l'acétate de cellulose, le nitrate de cellulose, le nylon ou le polycarbonate et qui soit compatible avec le lixiviat à filtrer. On recommande le téflon pour les composés organiques.

3.4 Préfiltre en fibre de verre de 124 mm de diamètre, dont les pores ont un diamètre de 3 um à 12 um.

3.5 Appareil de filtration sous vide de 90 mm de diamètre.

Withdrawn/Retirée

3.6 Filtre à membrane de 90 mm de diamètre dont les pores mesurent 0,45 um de diamètre, fait de matière organique synthétique telle que le téflon, l'acétate de cellulose, le nitrate de cellulose, le nylon ou le polycarbonate et qui soit compatible avec le lixiviat à filtrer. On recommande le téflon pour les composés organiques.

3.7 Filtre en fibre de verre de 70 mm de diamètre, dont les pores ont un diamètre de 3 um à 12 um.

3.8 Extracteur rotatif pour déchets solides: cet appareil fait tourner les bouteilles de 360° autour d'un axe central, à la vitesse de 10 tr/min. Les dimensions de la boîte dépendent des besoins de chaque laboratoire (figure 1).

3.9 Appareil de mesure de l'intégrité structurale comportant un marteau de 31,8 mm de diamètre, pesant 0,33 kg et dont la chute libre est de 152,4 mm (figure 2).

3.10 pH-mètre qui permet un relevé à 0,01 unité de pH et dont la précision est de $\pm$ 0,1 unité de pH.

3.11 Bouteilles cylindriques à grande ouverture, de 1250 mL de capacité, en polyéthylène ou en verre avec un bouchon garni pour les produits inorganiques; des bouteilles en verre avec bouchon garni de téflon ou complètement en téflon pour les produits organiques.

4. RÉACTIFS ET MATIÈRES

4.1 Acide acétique 0,5N. Diluer 29,4 mL d'acide acétique concentré [réactif grade ACS (American Chemical Society)] à 1000 mL avec de l'eau technique.

4.2 Eau technique de type IV (spécification D 1193, "Reagent Water," de l'ASTM). Pour la recherche des matières organiques, l'eau technique devrait être exempte de toute substance organique à analyser (type 1 de la spécification D 1193 de l'ASTM).

4.3 Acide nitrique à 10% (v/v). Ajouter 100 mL d'acide nitrique concentré (réactif grade ACS) à 900 mL d'eau technique.

4.4 Azote gazeux, prépurifié, passé au tamis moléculaire.

5. ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Prélever un échantillon suffisant pour fournir 100 g environ de matière solide, en utilisant les techniques prescrites par le document "EPA SW-846 Test Methods For Evaluating Solid Waste".

Withdrawn/Retirée

6. PRÉPARATION DE L'ÉQUIPEMENT

6.1 Tous les articles en verre et toutes les pièces de matériel qui entrent en contact avec l'échantillon devraient être nettoyés de la façon suivante avant chaque usage:

6.2 Laver à l'aide d'une solution de détergent non phosphaté.

6.3 Rincer deux fois à l'eau du robinet.

6.4 Rincer deux fois à l'eau technique.

6.5 Laver avec de l'acide nitrique à 10%.

6.6 Rincer plusieurs fois à l'eau technique.

6.7 Entreposer les bouteilles remplies d'acide nitrique à 10% jusqu'à l'utilisation.

6.8 Rincer plusieurs fois à l'eau technique avant l'utilisation.

6.9 Pour les matières organiques, rincer les bouteilles, propres et séchées à l'étuve, avec du chlorure de méthylène, puis du méthanol.

7. PROCÉDÉS

7.1 **Procédé de séparation**

7.1.1 Si l'échantillon contient des phases distinctes, solide et liquide, elles doivent être séparées d'après la méthode suivante:

7.1.2 Déterminer le poids sec de la matière solide contenue dans l'échantillon, à 60°C, en utilisant un échantillon bien homogénéisé. Ce poids sert à déterminer la quantité de matière à filtrer.

7.1.3 Assembler l'appareil de filtration dont la couche filtrante consiste en une membrane dont les pores ont un diamètre de 0,45 um et qui est précédée, en amont, d'un filtre grossier en fibre de verre. (Suivre les indications du fabricant.)

7.1.4 Choisir un ou plusieurs filtres témoins dans chaque jeu de filtres. Passer une aliquote de 50 mL d'eau technique dans chacun de ces filtres et analyser le filtrat en fonction des paramètres recherchés. Noter le volume nécessaire pour réduire les échantillons témoins à un niveau de concentration acceptable.

7.1.5 Laver chacun des filtres utilisés au cours de la lixiviation avec au moins le volume d'eau déterminé à l'étape 4.3. Filtrer sous pression jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d'eau à la sortie du filtre.

Withdrawn/Retirée

7.1.6 Retirer de l'appareil de filtration la couche filtrante encore humide et déterminer son poids à 0,01 g près.

7.1.7 Assembler de nouveau l'appareil de filtration et replacer la couche filtrante comme précédemment.

7.1.8 Broyer l'échantillon au pilon et au mortier pour obtenir des particules pouvant passer par l'ouverture de l'appareil de filtration (moins de 9,5 mm).

7.1.9 Agiter l'échantillon manuellement, puis verser une aliquote suffisante de phases solide et liquide dans l'ouverture de l'appareil de filtration. Filtrer une quantité suffisante de l'échantillon pour obtenir au moins 60 g de matière solide sèche.

7.1.10 Avec de l'azote gazeux, appliquer très doucement une pression au moyen du manomètre du cylindre d'azote, jusqu'à ce que le liquide commence à passer librement.

7.1.11 Lorsque le débit diminue, augmenter progressivement la pression par incréments de 50 kPa jusqu'à un maximum de 500 kPa. Poursuivre la filtration jusqu'à ce que le liquide ne coule plus ou que le gaz sous pression commence à s'échapper par la sortie de l'appareil de filtration.

7.1.12 Réduire doucement la pression sur l'appareil à filtration grâce à son détendeur. Retirer et peser la matière solide en même temps que la couche filtrante, à $\pm$ 0,01 g. Noter le poids de la matière solide.

7.1.13 Mesurer et noter le volume et le pH de la phase liquide. Entreposer le liquide sous azote, à 4°C, jusqu'à l'étape 7.2.13.

7.1.14 Rejeter la partie solide si son poids est inférieur à 0,5% (p/v) de l'aliquote de départ. Sinon, passer à l'étape 7.2.

Remarque: Pour les mélanges qui contiennent des solides à gros grains et dont la séparation peut être réalisée sans appliquer une pression différentielle de 500 kPa, on peut utiliser un appareil de filtration sous vide tel que décrit à l'étape 7.1.3. Ne pas recourir à la filtration sous vide quand on doit ananlyser des composés organiques volatils.

7.2 **Procédé d'extraction**

7.2.1 En vue de l'extraction, préparer un échantillon solide en le broyant, en le coupant ou en l'écrasant de façon qu'il passe au travers d'un tamis à mailles de 9,5 mm. Si l'échantillon original contient à la fois les phases solide et liquide, utiliser la matière solide obtenue à l'étape 7.1.14. La mesure de l'intégrité structurale (étape 7.3) devrait être faite sur les déchets monolithiques dont l'intégrité structurale devrait se maintenir lors d'un remblayage (par exemple, certaines scories et certains déchets solidifiés traités).

Withdrawn/Retirée

Remarque: Ne pas laisser les déchets solides s'assécher avant l'extraction.

7.2.2 Déterminer le taux d'humidité de l'échantillon déshydraté en asséchant une aliquote appropriée à l'étuve, à 60°C, jusqu'à l'obtention d'un poids constant. Rejeter la matière solide ainsi séchée.

7.2.3 Dans la bouteille à large ouverture de 1250 mL, déposer l'équivalent de 50 g de matière déshydratée non passée à l'étuve. Utiliser des bouteilles supplémentaires si l'analyse requiert un volume plus important de lixiviat.

7.2.4 Ajouter 800 mL d'eau technique (moins l'humidité contenue dans l'échantillon et exprimée en mL).

7.2.5 Fermer la bouteille et la faire tourner dans l'extracteur rotatif pendant 15 minutes, avant de mesurer le pH.

7.2.6 À l'aide d'un pH-mètre étalonné avec des tampons au pH 7 et au pH 4, mesurer et noter le pH de la solution qui se trouve dans la bouteille. La solution doit être agitée durant ces mesures.

7.2.7 Si le pH est inférieur à 5,2, passer à l'étape 7.2.10.1.

7.2.8 Si le pH est supérieur à 5,2, ajouter un volume suffisant d'acide acétique 0,5N pour ramener le pH à 5 $\pm$ 0,2.

Remarque: Volume maximum d'acide: Pendant toute la durée de l'opération, on ne doit pas ajouter plus de 4 mL d'acide acétique 0,5N par gramme de matière sèche. Si le pH n'est pas ramené à 5 $\pm$ 0,2 avec ce volume, continuer l'extraction.

7.2.9 Fermer la bouteille et la déposer dans l'extracteur rotatif. Faire tourner la bouteille et son contenu pendant 24 heures à 10 tr/min et à température ambiante (de 20°C à 25°C).

7.2.10 En cours d'extraction, surveiller le pH et l'ajuster manuellement s'il est supérieur à 5 $\pm$ 0,2. Appliquer soigneusement la méthode suivante:

7.2.10.1 À partir du temps de départ, mesurer le pH de la solution après une (1) heure, après trois (3) heures et après six (6) heures. Si le pH est supérieur à 5,2, le ramener à 5 $\pm$ 0,2 en ajoutant de l'acide acétique 0,5N. Si le pH est inférieur à 5 $\pm$ 0,2, ne pas faire d'ajustement.

7.2.10.2 Si le pH est inférieur à 4,8 après six (6) heures, ajuster le volume de la solution à 1000 mL avec de l'eau technique.

7.2.10.3 Après 22 heures, mesurer le pH et le réduire à 5 $\pm$ 0,2, si besoin est, et poursuivre l'extraction pendant deux (2) heures supplémentaires.

Withdrawn/Retirée

7.2.11 À la fin de la période d'extraction, ajouter suffisamment d'eau technique pour atteindre un volume liquide total de 1000 mL. Noter le volume d'acide ajouté ainsi que le pH final de la solution.

7.2.12 Séparer la matière en ses composantes solide et liquide de la façon décrite à l'étape 7.1 (procédé de séparation). Rejeter la partie solide.

Remarque: Il peut être nécessaire de centrifuger la suspension à grande vitesse avant la filtration, dans le cas de lixiviats contenant des particules très fines.

7.2.13 Calculer le volume de liquide libre obtenu à l'étape 7.1.13 et qui correspond à 50 g de matière solide sèche. Ajouter ce volume au lixiviat obtenu à l'étape 7.2.12.

Remarque: Si on ne procède pas immédiatement à l'analyse, entreposer des aliquotes séparées de lixiviat à 4°C, après avoir ajouté les agents de conservation appropriés aux paramètres recherchés. (Voir le document "EPA SW-846 Test Methods For Evaluating Solid Waste".

7.2.14 À l'aide des méthodes décrites dans le document "EPA SW-846 Test Methods For Evaluating Solid Waste", analyser la solution combinée obtenue à l'étape 7.2.13 en vue d'y déceler la présence des contaminants inscrits à l'annexe A qui risquent de se trouver aux limites de détection précisées pour chaque contaminant.

7.2.15 Indiquer en mg/L la concentration de contaminants que contient la solution combinée de lixiviat et de liquide libre.

7.2.16 Soumettre un échantillon témoin à toute l'opération en utilisant de l'acide acétique dilué dont le pH est de 5 $\pm$ 0,2.

7.3 **Mesure de l'intégrité structurale**

7.3.1 Il peut s'avérer nécessaire d'effectuer cette mesure avant l'extraction dans le cas d'échantillons tels que ceux qui sont décrits à l'étape 7.2.1. On peut l'omettre pour les déchets qui possèdent une excellente intégrité structurale.

7.3.2 Remplir le porte-échantillon de la matière à examiner. Si l'échantillon de déchet est un gros bloc monolithique, découper dans le bloc une portion de 33 mm de diamètre sur 71 mm de longueur. Pour les déchets traités (comme les déchets solidifiés), des échantillons peuvent être coulés dans un moule aux dimensions identiques. Dans ce dernier cas, les déchets devraient être laissés au repos pendant 30 jours avant tout examen.

7.3.3 Placer le porte-échantillon dans l'appareil de mesure de l'intégrité structurale. Lever le marteau à sa hauteur maximale et le laisser tomber. Répéter l'opération 14 fois.

Withdrawn/Retirée

7.3.4 Retirer l'échantillon du porte-échantillon et passer à l'étape 7.2. Si l'échantillon n'a pas été désintégré, il peut être fractionné; on peut aussi, après l'avoir pesé, utiliser l'échantillon entier et une bouteille assez grande comme contenant pour l'extraction. Au début, le volume d'eau technique doit être de 16 mL par gramme de matière sèche. Le volume maximum d'acide acétique 0,5N que l'on peut ajouter est de 4 mL par gramme de matière sèche. Le volume final de lixiviat devrait être de 20 mL par gramme de matière sèche.

8. NOTES

8.1 Les publications de l'ASTM peuvent être obtenues à l'adresse suivante: American Society For Testing and Materials, 1916 Race Street, Philadelphia, PA 19103.

8.2 Les publications du gouvernement des États-Unis peuvent être obtenues à l'adresse suivante: Superintendant of Documents, US Government Printing Office, Washington DC 20402.

Withdrawn/Retirée

Annexe A de la norme 164-GP-1MP de l'ONGC

Contaminant	Concentration (en milligrammes par litre)
2,4,5-T/Silvex/Acide (trichlorophénoxy-2,4,5) propionique-2	0,1
2,4-D	1,0
Acide nitrilotriacétique	0,5
Aldrine + dieldrine	0,007
Argent	0,5
Arsenic	0,5
Barium	10,0
Biphényles polychlorés	0,03
Bore	50,0
Cadmium	0,05
Carbaryle / Carbamate de naphtyl-1 N-méthyle / Sévin	0,7
Chlordane	0,07
Chrome	0,5
Cyanure	2,0
DDT	0,3
Diazinon / ester 0,0-diéthyl O-(isopropyl-2 méthyl-6 pyrimidinylique-4) de l'acide phosphorodithioïque	0,002
Endrine	0,002
Fluorure	15,0
Heptachlor + époxyde d'heptachlor	0,03
Lindane	0,04

Withdrawn/Retirée

Contaminant	Concentration (en milligrammes par litre)
Mercure	0,01
Méthoxychlore / Trichloro-1,1,1 bis(p-méthoxyphényl éthane)-2,2	1,0
Méthylparathion	0,07
Nitrate + nitrite	100,0
Nitrite	10,0
Parathion	0,35
Plomb	0,5
Sélénium	0,1
Toxaphène	0,05
Trihalométhanes	3,5
Uranium	0,2

Withdrawn/Retirée

Figure 1 – Solid Waste Rotary Extractor
(not reproduced)

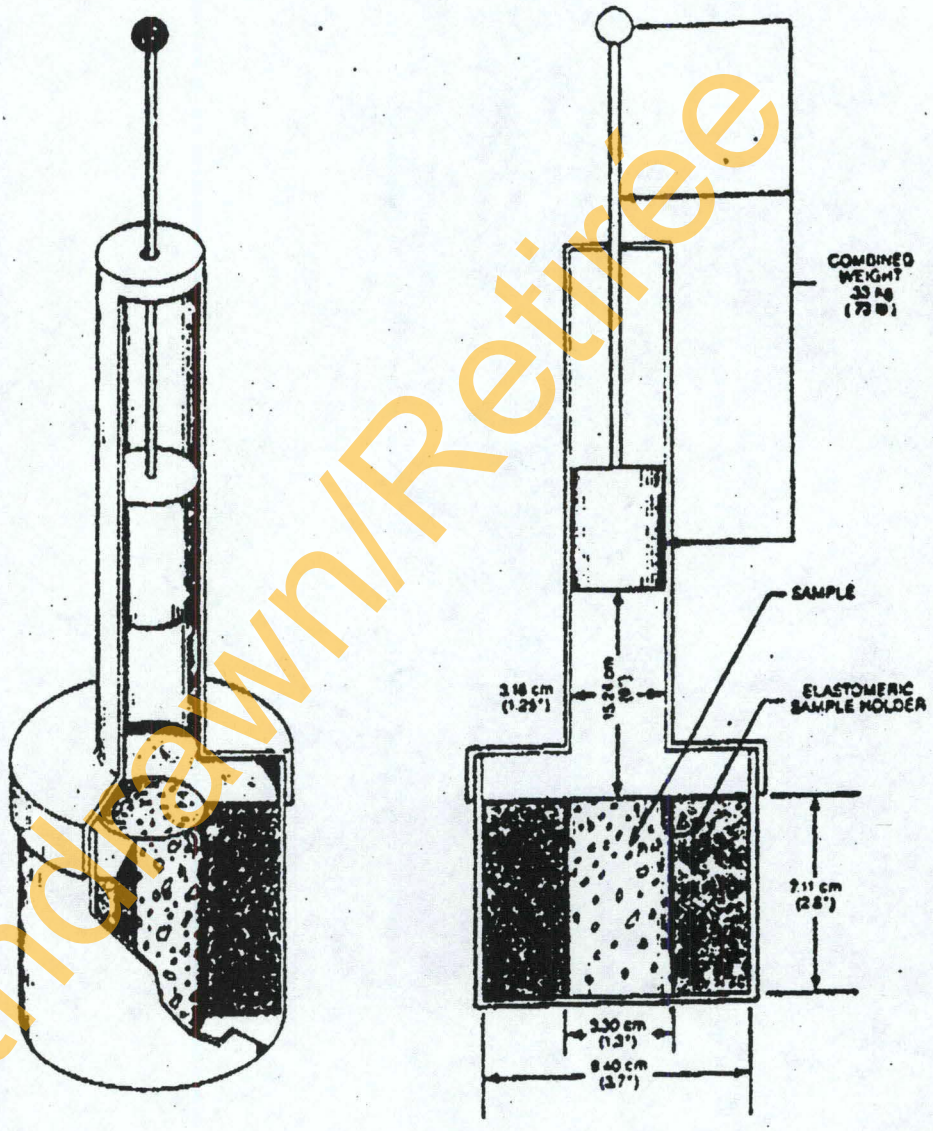


Figure 2 – Structural Integrity Tester

Withdrawn/Retiree