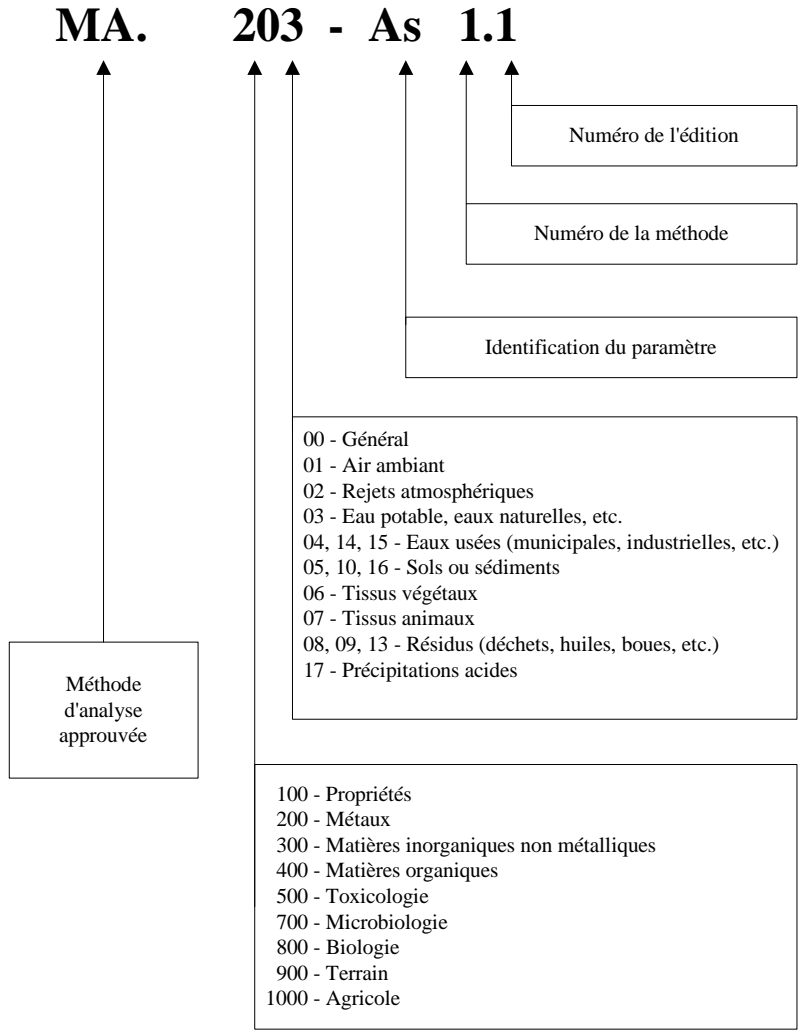


**MA. 300 – F 1.0**  
Édition : 1999-03-02  
Révision : 2004-07-23 (4)

**Méthode d'analyse**  
Détermination des fluorures :  
méthode colorimétrique après distillation

# Exemple de numérotation :



ÉDITION APPROUVÉE LE : 2 mars 1999

### Historique de la méthode

Cette méthode a été écrite pour la détermination des fluorures. Elle est basée sur la méthode intitulée « Fluoride in Water and Wastewater, Industrial Method, No. 129-71W » publiée par Technicon.

**Reproduction et traduction, même partielles, interdites sans l'autorisation du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, ministère de l'Environnement du Québec.**

Ce document doit être cité de la façon suivante :

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC,  
Détermination des fluorures : méthode colorimétrique après distillation. MA. 300 – F  
1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, 2004, 22 p.



## TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	7
1. DOMAINE D'APPLICATION	7
2. PRINCIPE ET THÉORIE	7
3. FIABILITÉ	8
3.1. Interférence	8
3.2. Limite de détection	8
3.3. Limites de quantification	8
3.4. Sensibilité	9
3.5. Fidélité	9
3.6. Justesse	9
3.7. Pourcentage de récupération	10
4. PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION	10
5. APPAREILLAGE	10
6. RÉACTIFS ET ÉTALONS	11
7. PROTOCOLE D'ANALYSE	14
7.1. Préparation de l'échantillon pour les fluorures totaux	15
7.2. Dosage des fluorures	18
7.3. Préparation spéciale de la verrerie	18
8. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS	18
9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ	20
10. BIBLIOGRAPHIE	20



## INTRODUCTION

Les principales sources de rejet des fluorures sont reliées à la production d'acide phosphorique et d'engrais phosphatés ainsi qu'à la métallurgie de l'aluminium. L'ingestion de fluorures par l'homme peut être à l'origine de cas d'empoisonnements aigus ou chroniques. Une exposition chronique aux fluorures affecte principalement les systèmes digestifs et osseux.

Selon le Règlement sur les matières dangereuses, la concentration maximale de fluorures dans une matière liquide ou dans le lixiviat d'une matière solide, ne doit pas excéder 150 mg/l F.

### 1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des fluorures dans les échantillons aqueux, les solides et les végétaux.

Le domaine d'étalonnage se situe entre 0,05 mg/l F et 1,00 mg/l F.

### 2. PRINCIPE ET THÉORIE

#### **Fluorures totaux dans les échantillons aqueux**

Les fluorures contenus dans l'échantillon sont séparés des autres constituants par distillation en milieu acide. Le distillat est mélangé avec une solution d'alizarin et de lanthane pour former un complexe bleu dont l'absorbance à 620 nm est proportionnelle à la concentration des fluorures.

#### **Fluorures totaux dans les échantillons de sols et boues**

Une portion d'échantillon de solides est mouillée avec une solution saturée d'oxyde de calcium avant d'être évaporée à sec. L'échantillon est calciné à 550 °C et fusionné avec de l'hydroxyde de sodium. Les cendres sont solubilisées dans l'eau. L'échantillon est par la suite distillé en milieu acide.

Les fluorures contenus dans l'échantillon sont séparés des autres constituants par distillation en milieu acide. Le distillat est mélangé avec une solution d'alizarin et de lanthane pour former un complexe bleu dont l'absorbance à 620 nm est proportionnelle à la concentration des fluorures.

#### **Fluorures totaux dans les échantillons de végétation**

L'échantillon est séché puis moulu pour passer au travers d'un tamis de 420 µm.

Dans une première étape, l'échantillon est oxydé par une combustion dans une bombe calorimétrique contenant de l'oxygène sous pression. Les fluorures libérés par la combustion sont absorbés dans une solution d'acide sulfurique.

Dans la seconde étape, les fluorures contenus dans l'échantillon sont séparés des autres constituants par distillation en milieu acide. Le distillat est mélangé avec une solution d'alizarin et de lanthane

pour former un complexe bleu dont l'absorbance à 620 nm est proportionnelle à la concentration des fluorures.

### **Fluorures disponibles dans les échantillons solides**

Dans une première étape, les fluorures sont extraits dans l'eau par agitation.

Par la suite, les fluorures contenus dans l'eau sont séparés des autres constituants par distillation en milieu acide. Le distillat est mélangé avec une solution d'alizarin et de lanthane pour former un complexe bleu dont l'absorbance à 620 nm est proportionnelle à la concentration des fluorures.

### **Fluorures lixiviés dans les échantillons solides**

Dans une première étape, le solide est mis en contact avec un tampon et agités pendant 18 heures.

Par la suite, les fluorures lixiviés sont séparés des autres constituants par distillation en milieu acide. Le distillat est mélangé avec une solution d'alizarin et de lanthane pour former un complexe bleu dont l'absorbance à 620 nm est proportionnelle à la concentration des fluorures.

## **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 ».

### **3.1. INTERFÉRENCE**

La distillation des échantillons lors du dosage élimine la plupart des interférences présentes.

### **3.2. LIMITE DE DÉTECTION**

Les limites de détection pour les fluorures totaux dans les échantillons liquides aqueux est de 0,01 mg/l F, de 30 mg/kg F dans les solides et de 2,0 mg/kg F dans la végétation.

La limite de détection pour les fluorures disponibles dans les échantillons solides est de 0,3 mg/kg F.

La limite de détection pour les fluorures lixiviés dans les échantillons solides est de 0,08 mg/l F.

### **3.3. LIMITES DE QUANTIFICATION**

Les limites de quantification pour les fluorures totaux dans les échantillons liquides aqueux est de 0,04 mg/l F, de 90 mg/kg F dans les solides et de 6,0 mg/kg F dans la végétation.

La limite de quantification pour les fluorures disponibles dans les échantillons solides est de 1,0 mg/kg F.

La limite de quantification pour les fluorures lixiviés dans les échantillons solides est de 0,27 mg/l F.

### 3.4. SENSIBILITÉ

La pente obtenue lors du dosage est d'environ 175 unités.

### 3.5. FIDÉLITÉ

#### 3.5.1. Réplicabilité

La réplicabilité d'une série de mesures pour les fluorures totaux dans les liquides a été de  $\pm 0,004$  à une concentration de 0,130 mg/l F et de  $\pm 0,7$  à une concentration de 8,5 mg/kg F pour la végétation.

La réplicabilité d'une série de mesures pour les fluorures disponibles dans les échantillons solides a été de  $\pm 3$  à une concentration de 207 mg/kg F.

La réplicabilité d'une série de mesures pour les fluorures lixiviés dans les solides a été de  $\pm 0,03$  à une concentration de 2,08 mg/l F.

#### 3.5.2. Répétabilité

La répétabilité d'une série de mesures pour les fluorures totaux dans les liquides a été de  $\pm 0,01$  à une concentration de 0,18 mg/l F et de  $\pm 5$  à une concentration de 59 mg/kg F pour la végétation.

La répétabilité d'une série de mesures pour les fluorures disponibles dans les échantillons solides a été de  $\pm 1$  à une concentration de 31 mg/kg F.

La répétabilité d'une série de mesures pour les fluorures lixiviés dans les échantillons solides a été de  $\pm 0,1$  à une concentration de 5,0 mg/l F.

### 3.6. JUSTESSE

L'erreur relative d'une série de mesures pour les liquides a été de 0 % pour les fluorures totaux et de 7,3 % pour la végétation.

L'erreur relative d'une série de mesures a été de 4,1 % pour les fluorures disponibles dans les échantillons solides.

L'erreur relative d'une série de mesures a été de 0,1 % pour les fluorures lixiviés pour les échantillons solides.

### 3.7. POURCENTAGE DE RÉCUPÉRATION

Lors d'essais, le taux de récupération des fluorures totaux dans les eaux et les tissus végétaux par cette procédure a été de 101 % et 97 % respectivement.

Lors d'essais, le taux de récupération des fluorures disponibles dans les solides a été de 101 %.

## 4. **PRÉLÈVEMENT ET CONSERVATION**

### Liquides

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique.

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

### Solides sauf végétation

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique.

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons à 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 6 mois.

### Végétation

Prélever un échantillon représentatif dans un sac de plastique ou un sac de papier. Le poids minimal nécessaire est d'environ 100 g d'échantillon frais. Dès la réception de l'échantillon, ouvrir le sac et sécher à l'étuve 4 heures ou plus à 60 °C.

S'il n'est pas possible de procéder au séchage la journée même, l'échantillon doit être congelé jusqu'au moment où le séchage peut s'effectuer. Lorsque l'échantillon est sec, il se conserve à la température ambiante pendant au moins un an.

## 5. **APPAREILLAGE**

### Préparation et digestion des solides

- 5.1. Étuve à une température de  $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- 5.2. Fournaise à moufle à une température de  $550\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$
- 5.3. Creusets de nickel

### Préparation et digestion de la végétation

- 5.4. Moulin de marque Wiley muni d'un tamis de 420  $\mu\text{m}$

- 5.5. Étuve à une température de  $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$
- 5.6. Balance analytique dont la sensibilité est de 0,1 mg
- 5.7. Bombe calorimétrique à oxygène de 300 ml de marque Parr avec support pour la bombe, boîte de mise à feu et bain d'eau pour refroidir et bonbonne d'oxygène.

#### Dosage des fluorures par colorimétrie

- 5.8. Système automatisé pour le dosage des fluorures, incluant :
  - échantillonneur;
  - pompe péristaltique;
  - système pour la réaction;
  - colorimètre muni de filtres de longueur d'onde de 660 nm et d'une cellule de 50 mm;
  - enregistreur.

## **6. RÉACTIFS ET ÉTALONS**

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont exempts de fluorures.

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

### RÉACTIFS POUR LA DIGESTION

#### Échantillon solide

- 6.1 Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2 Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)
- 6.3 Hydroxyde sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.4 Oxyde de calcium, CaO (pour fluorures totaux dans les échantillons solides seulement) (CAS n° 1305-78-8)
- 6.5 Huile minérale (CAS n° 7664-93-9)
- 6.6 Solution saturée d'oxyde de calcium (pour fluorures totaux dans les échantillons solides seulement)

Dissoudre 20 g de CaO (cf. 6.4) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Agiter et laisser reposer toute une nuit. N'utiliser que le surnageant.

- 6.7 Solution d'acide chlorhydrique 4 N (pour fluorures totaux dans les échantillons solides seulement)

Diluer 332 ml de HCl (cf. 6.1) dans environ 500 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.8 Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (pour fluorures totaux dans végétation et la préparation des solutions d'étalonnage)

Dissoudre 4,0 g de NaOH (cf. 6.3) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

- 6.9 Solution d'acide sulfurique 1 N (pour fluorures totaux dans végétation)

Diluer 5,6 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (cf. 6.2) dans environ 180 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 200 ml avec de l'eau.

- 6.10 Solution d'acide sulfurique 0,01 N (pour fluorures totaux dans végétation)

Diluer 20 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N (cf. 6.9) dans environ 1800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

## RÉACTIFS POUR LES SOLUTIONS ÉTALONS

### Dosage par colorimétrie

- 6.11 Fluorure de sodium, NaF (CAS n° 7681-49-4)

- 6.12 Solution étalon de fluorures de 1 000 mg/l F

Utiliser une solution commerciale ou dissoudre 2,210 g de NaF (cf. 6.11) dans environ 800 ml de la solution de NaOH 0,1 N (cf. 6.8) et compléter à 1 000 ml avec de la solution de NaOH 0,1 N.

Cette solution se conserve deux ans à 4 °C dans une bouteille opaque.

- 6.13 Solutions d'étalonnage de fluorures pour le dosage par colorimétrie

À partir de la solution de 1 000 mg/l (cf. 6.12), préparer des solutions étalons de 0,05, 0,20, 0,50, 0,80 et 1,00 mg/l F. Chacune des solutions étalons doit être complétée avec du NaOH 0,1 N (cf. 6.8). Dans le tableau suivant se retrouve un exemple des volumes des solutions intermédiaires à utiliser.

Concentration solution étalon (mg/l)	Concentration solution intermédiaire (mg/l)	Volume de la solution intermédiaire(ml)	Volume final* (ml)
100	1000	10,0	100
10,0	100	10,0	100
1,00	10	10,0	100
0,80	10	8,0	100
0,50	10	5,0	100
0,20	10	2,0	100
0,05	1	5,0	100

\* Compléter les solutions avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (cf. 6.8).

Ces solutions se conservent 6 mois dans des bouteilles de plastique.

## RÉACTIFS POUR L'INSTRUMENT

### Dosage par colorimétrie

- 6.14 Acide sulfurique, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (CAS n° 7664-93-9)
- 6.15 Acide acétique, CH<sub>3</sub>COOH (CAS n° 64-19-7)
- 6.16 Hydroxyde d'ammonium, NH<sub>4</sub>OH (CAS n° 1336-21-6)
- 6.17 Acétate de sodium, CH<sub>3</sub>COONa•3 H<sub>2</sub>O (CAS n° 6131-90-4)
- 6.18 Nitrate de Lanthane, La(NO<sub>3</sub>)•6 H<sub>2</sub>O (CAS n° 10277-43-7)
- 6.19 Acétone, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>CO (CAS n° 67-64-1)
- 6.20 Butanol tertiaire (CAS n° 75-65-0)
- 6.21 Alizarin complexone (ou alizarin fluor bleu) (CAS n° 3952-78-1)
- 6.22 Éthylène diamine tétracétate de sodium EDTA, C<sub>10</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub> 2H<sub>2</sub>O (CAS n° 6381-92-6)
- 6.23 Brij-35® (Marque déposée par Atlas Chemical Industries, Inc.)
- 6.24 Solution d'acide chlorhydrique 1,0 N
- Diluer 83 ml de HCl (cf. 6.1) dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.
- 6.25 Solution tampon
- Dissoudre 60 g de CH<sub>3</sub>COONa•3 H<sub>2</sub>O (cf. 6.17) dans environ 800 ml d'eau. Ajouter 100 ml de CH<sub>3</sub>COOH (cf. 6.15) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

#### 6.26 Solution d'alizarin

Ajouter 0,96 g d'alizarin complexone (cf. 6.21) dihydraté dans environ 100 ml d'eau et 2,00 ml de  $\text{NH}_4\text{OH}$  (cf. 6.16); mélanger jusqu'à dissolution complète du colorant. Ajouter 2,00 ml de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  (cf. 6.15) et compléter à 250 ml avec de l'eau.

Conserver dans une bouteille opaque à 4 °C.

#### 6.27 Solution d'EDTA 1 % (P/V)

Dissoudre 10 g de EDTA (cf. 6.22) dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

#### 6.28 Solution de nitrate de lanthane

Dissoudre 1,08 g de  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  (cf. 6.18) dans environ 100 ml d'eau et compléter à 250 ml avec de l'eau.

Conserver à 4 °C.

#### 6.29 Réactif colorimétrique

Mélanger dans l'ordre : 150 ml de la solution tampon (cf. 6.25), 75 ml d'acétone (cf. 6.19), 25 ml de butanol (cf. 6.20), 18 ml de la solution d'alizarin (cf. 6.26), 20 ml de la solution de  $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  (cf. 6.18) et 1,00 ml de Brij-35<sup>®</sup> (cf. 6.23). Compléter à 500 ml avec de l'eau. Agiter et dégazer le mélange sous vide pendant 15 minutes.

Cette solution ne se conserve que cinq jours.

**NOTE – Si la température de la pièce est inférieure à 20 °C, placer le cylindre sous l'eau chaude afin que le butanol reste liquide (point de fusion aux environs de 20 °C).**

#### 6.30 Réactif de distillation pour les échantillons

Ajouter lentement 50 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (cf. 6.14) à environ 800 ml d'eau. Ajouter 1,00 ml de la solution étalon de fluorures de 1 000 mg/l (cf. 6.12) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

## 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 POUR LES FLUORURES TOTAUX

### 7.1.1. Fluorures totaux dans les échantillons aqueux

Homogénéiser les échantillons en les agitant et filtrer si nécessaire avec une membrane de porosité de 0,8 µm.

**NOTE - Avant d'utiliser des pipettes jetables pour diluer les échantillons, faire un essai sur le lot de pipettes jetables car certaines peuvent contenir des fluorures.**

### 7.1.2. Fluorures totaux dans échantillons solides

#### Préparation des creusets

- Laisser tremper les creusets dans une solution d'acide chlorhydrique 4 N (cf. 6.7) pendant 45 minutes. Rincer les creusets à l'eau et les faire sécher à l'étuve.

#### Digestion des échantillons

**NOTE - Toutes les étapes de la digestion incluant la filtration finale doivent être faites au cours de la même journée.**

- Peser précisément environ 1,00 g d'échantillon homogénéisé préalablement séché. Préparer des duplicata pour chaque échantillon.
- Étendre uniformément l'échantillon dans un creuset de nickel.
- Ajouter 10 ml de la solution saturée d'oxyde de calcium (cf. 6.6) de façon à bien mouiller la couche de solide.
- Évaporer à sec dans une étuve à 105 °C (durant une nuit).
- Transférer le creuset dans la fournaise à moufle à la température ambiante. Augmenter la température du four à 550 °C puis calciner pendant 2 heures.
- À la fin de la calcination, sortir le creuset de nickel et ajouter avec précaution  $3,0 \pm 0,2$  g de NaOH (cf. 6.3) en pastille (**il est conseillé de porter un protecteur facial et des gants pendant cette étape**).
- Remettre au four à 550 °C pendant 15 minutes pour faire fondre le NaOH. S'assurer que le NaOH est fondu avant de poursuivre les opérations.
- Retirer le creuset et à l'aide d'une pince, agiter légèrement le creuset de façon à ce que le NaOH liquéfié entre en contact avec toute trace d'échantillon qui adhère aux parois du creuset.
- Laisser refroidir quelques minutes.

- Dissoudre le NaOH solidifié en ajoutant environ 25 ml d'eau et attendre environ 30 minutes.
- Filtrer l'échantillon et recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Laver le creuset deux fois avec environ 10 ml d'eau pour dissoudre ce qui a adhéré aux parois. Compléter au trait de jauge avec de l'eau et transférer le filtrat dans une bouteille de plastique.

### 7.1.3. Échantillons de végétation

#### Broyage

- Couper l'échantillon avec des ciseaux en longueur de 5 cm ou moins et le mélanger dans un sac de papier.
- Transférer l'échantillon dans un mélangeur électrique, si nécessaire, pour qu'il soit trituré en particules plus fines.
- Pulvériser l'échantillon au moulin Wiley (420  $\mu\text{m}$ ) et le transférer dans une bouteille en plastique.
- Après chaque échantillon, nettoyer le moulin et toutes les surfaces de travail avec l'aspirateur pour déloger toutes les poussières de végétation qui pourraient contaminer l'échantillon suivant.

#### Combustion

**NOTE – Pour chaque série d'échantillons, utiliser la même procédure pour le dosage d'un témoin constitué de 1 g d'huile minérale (cf. 6.5) uniquement.**

- Installer la tête de la bombe sur son support et placer un fil d'allumage d'environ 10 cm entre les deux électrodes de la bombe.
- Verser 40 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,01 N (cf. 6.10) à l'aide d'une pipette volumétrique dans la base de la bombe.
- Dans la capsule de la bombe, peser précisément environ 0,5 g d'échantillon homogène et 1 g d'huile minérale (cf. 6.5). Agiter légèrement la capsule.
- Déposer la capsule sur l'électrode à anneau et placer le fil d'allumage de façon à ce qu'une longueur d'au moins 2 mm trempe dans l'échantillon. Insérer immédiatement la tête de la bombe sur la base et fermer à l'aide de l'anneau en vissant à la main fermement mais sans forcer. Manipuler la bombe avec soin pour éviter que l'échantillon ne s'échappe de la capsule.
- Installer la bombe dans son étau et admettre 20 à 30 atm. d'oxygène.

- Verser de l'eau dans le seau du calorimètre jusqu'à la marque.
- À l'aide des pinces spéciales, introduire la bombe dans le seau du calorimètre. L'eau doit couvrir le dessus de la bombe en excès d'au moins 1 cm. Après 30 secondes, vérifier l'étanchéité de la bombe en s'assurant qu'aucune bulle d'air ne s'échappe de la bombe.
- Fixer les fils de la boîte de mise à feu sur la tête de la bombe.
- Appuyer sur le bouton de mise à feu. Ne pas placer sa tête ou ses bras au-dessus de la bombe, c'est le moment où une bombe affaiblie pourrait céder.
- Attendre 5 minutes.
- Retirer la bombe du seau du calorimètre et la porter sous la hotte. Dévisser la valve de sortie d'air de façon que les gaz s'évacuent en plus d'une minute. Refermer la valve de sortie d'air et agiter la bombe pendant environ 30 secondes. Dévisser le couvercle de la bombe et transférer le liquide dans une bouteille de plastique.
- Nettoyer la bombe avec du savon entre deux échantillons. Nettoyer les creusets après chaque utilisation.
- La bombe doit être inspectée visuellement chaque semaine afin de vérifier l'usure des pièces. Une fois par année, elle doit être démontée et les pièces usées remplacées.

#### 7.1.4. Fluorures disponibles dans échantillons solides

- Placer 10 g de d'échantillon préalablement séché à 105 °C dans une bouteille de polyéthylène.

**NOTE – Utiliser uniquement la portion de sol inférieure à 2 mm en broyant et tamisant si nécessaire.**

- Ajouter 100 ml d'eau. Agiter avec l'agitateur mécanique pendant 30 minutes à la vitesse « High ».
- Filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,8 µm.

#### 7.1.5. Fluorures lixiviés dans les échantillons solides

L'échantillon solide est broyé à une grosseur inférieure à 9,5 mm. Par la suite, l'échantillon est mis en contact avec la solution de lixiviation pour l'évaluation de la mobilité des espèces inorganiques (TCLP) dans un rapport solide:liquide de 1:20 et agité pendant 18 heures à la température ambiante.

## 7.2. DOSAGE DES FLUORURES

Le dosage est fait en utilisant un analyseur de fluorures contenant un système de distillation (voir figure 1). S'il y a présence de solides dans l'échantillon à doser, laisser décanter ou filtrer sur 0,8 µm. Utiliser uniquement la portion liquide pour le dosage.

**NOTE – Si l'échantillon provient d'une lixiviation ou d'une fusion, diluer la solution par un facteur de 10 avant de la doser.**

- Démarrer la pompe et faire circuler de l'eau dans le système pendant quelques minutes. Par la suite, faire aspirer les réactifs pendant environ 30 minutes afin d'équilibrer le système.
- La ligne de base est ajustée et l'amplitude maximale avec la solution étalon de 1 mg/l F.
- Lorsque le signal obtenu est stable, introduire les solutions étalons et les échantillons.
- Lorsque les analyses sont terminées, faire aspirer de l'eau dans les tubes pendant quelques minutes.
- Fermer le système et détendre les tubes.

## 7.3. PRÉPARATION SPÉCIALE DE LA VERRERIE

Aucun soin autre que le lavage et le séchage de la verrerie n'est nécessaire pour la détermination des fluorures.

## 8. **CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS**

### Colorimétrie

La courbe est linéaire pour des concentrations entre 0,05 et 1,00 mg/l F. Pour la lecture des résultats, une courbe est tracée en mesurant les hauteurs des pics obtenus.

### Fluorures totaux dans les échantillons liquides

Les résultats des échantillons sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = A \times F$$

où

- C : concentration des fluorures dans l'échantillon (mg/l);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution.

### Fluorures totaux dans les échantillons solides

Les résultats de l'échantillon sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{(A - D) \times V \times F}{B}$$

où

- C : concentration des fluorures dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- D : concentration des fluorures dans la solution témoin (mg/l);
- B : poids d'échantillon utilisé (g);
- V : volume final d'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution.

### Fluorures totaux dans les tissus végétaux

Les résultats de l'échantillon sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{(A - D) \times V \times F}{B}$$

où

- C : concentration des fluorures dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- D : concentration des fluorures dans la solution témoin (mg/l);
- B : poids d'échantillon utilisé (g);
- V : volume final d'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution.

### Fluorures disponibles dans les échantillons solides

Les résultats des échantillons sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = A \times 10 \times F$$

où

- C : concentration des fluorures dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- F : facteur de dilution.

## 9. CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ

Les termes utilisés dans cette section sont définis au document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

Pour les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les critères sont définis par le responsable désigné.

Les résultats des duplicata et des replica pour les liquides ne doivent pas varier de plus de 0,06 mg/l si la concentration de fluorures est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 10 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification. Pour les solides (lors des fusions), les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 200 mg/kg si la concentration de fluorures est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 20 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification. Pour la végétation, les résultats des duplicata et des replica ne doivent pas varier de plus de 12 mg/kg si la concentration de fluorure est inférieure à 10 fois la limite de quantification de la méthode et de 20 % si la concentration est supérieure à 10 fois la limite de quantification.

Les ajouts dosés doivent permettre entre 70 % et 130 %.

Les résultats des étalons de vérification de doivent pas varier de plus de 15 %.

Le blanc de méthode analytique des fluorures dans la végétation ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,1 mg/l. Le blanc de méthode analytique des fluorures totaux dans les échantillons solides ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,05 mg/l dans la solution diluée lors du dosage.

## 10. BIBLIOGRAPHIE

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION AND WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.

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.

ONTARIO MINISTRY OF ENVIRONMENT, Fluoride, Alkali Fusion-Automated Alizarin Blue Colorimetric Method C, Handbook of Analytical Methods for Environmental Samples, Vol. I, 1983, pp. FA 14-20.

ONTARIO MINISTRY OF ENVIRONMENT, Handbook of Analytical Methods for Environmental Samples, Vol. 1 and 2, 1983.

TECHNICON, Fluoride in Water and Wastewater, Industrial Method, No. 129-71W, 1972.

FIGURE 1 - Schéma du montage automatisé pour le dosage des fluorures

