

MINISTÈRE DE L'ENVIRONNEMENT,
DE LA LUTTE CONTRE
LES CHANGEMENTS CLIMATIQUES,
DE LA FAUNE ET DES PARCS

Méthode d'analyse

MA. 300 – F 1.2

2023-06-08 (révision 7)

Détermination des fluorures : méthode
colorimétrique après distillation

Coordination et rédaction

Cette publication a été réalisée par la Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (DGCSCEAEQ) du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs (MELCCFP). Elle a été produite par la Direction des communications du MELCCFP.

Renseignements

Téléphone : 418 521-3830
1 800 561-1616 (sans frais)

Télécopieur : 418 646-5974
Formulaire : www.environnement.gouv.qc.ca/formulaires/renseignements.asp
Internet : www.environnement.gouv.qc.ca

Pour obtenir un exemplaire du document

Direction générale de la coordination scientifique et du Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec du ministère de l'Environnement, de la Lutte contre les changements climatiques, de la Faune et des Parcs

675, boul. René-Lévesque Est, 4^e étage, boîte 23
Québec (Québec) G1R 5V7

Téléphone : 418 521-3848

Ou

Visitez notre site Web : www.environnement.gouv.qc.ca

Dépôt légal – 2023
Bibliothèque et Archives nationales du Québec
ISBN 978-2-550-93919-1 (PDF)

Tous droits réservés pour tous les pays.

© Gouvernement du Québec, 2023

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
1. Domaine d'application	2
2. Principe et théorie	2
3. Interférence	3
4. Prélèvement et conservation	3
5. Matériel et appareillage	4
6. Réactifs et étalons	5
7. Protocole d'analyse	7
7.1 Préparation de l'échantillon pour les fluorures	8
7.2 Dosage des fluorures	10
7.3 Préparation spéciale de la verrerie	11
8. Calcul et expression des résultats	11
9. Critères d'acceptabilité	14
10. Bibliographie	15
Liste des figures	16
Figure 1. Schéma du montage automatisé pour le dosage des fluorures	16

Introduction

Les principales sources de rejet des fluorures sont associées 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 digestif et osseux.

L'analyse des fluorures est exigée dans les règlements suivants : Règlement sur les attestations d'assainissement en milieu industriel, Règlement sur le captage des eaux souterraines, Règlement sur la protection et la réhabilitation des terrains, Règlement sur l'enfouissement des sols contaminés, Règlement sur la qualité de l'eau potable, Règlement sur le stockage et les centres de transfert de sols contaminés et Règlement sur les matières dangereuses.

La méthode d'analyse MA. 300 – F 1.2 est basée sur la méthode pour les liquides publiée par Seal Analytical intitulée *Fluoride in water, G-399-09* et est adaptée de la méthode pour l'acide fluorhydrique du National Institute for Occupational Safety and Health intitulée *Fluorides, aerosol and gas by ISE*.

1. Domaine d'application

La méthode d'analyse MA. 300 – F 1.2 sert à déterminer les fluorures disponibles dans les échantillons solides, les fluorures lixiviés dans les échantillons solides et les fluorures totaux dans les échantillons d'air, de liquides, de solides et de végétation. Cette méthode est également utilisée si le dosage des fluorures est nécessaire pour la détermination des halogènes totaux et des halogènes organiques totaux.

La limite de détection rapportée et le domaine d'application pour chaque type d'échantillon sont indiqués dans les tableaux suivants :

Fluorures disponibles

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Solide	2,0 mg/kg	2 à 10 mg/kg

Fluorures lixiviés

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Solide	2,0 mg/l	2 à 100 mg/l

Fluorures totaux

Nature de l'échantillon	Limite de détection rapportée	Domaine d'application
Air	3 mg	3 à 100 mg
Liquide	0,02 mg/l	0,02 à 1,00 mg/l
Solide (fusion)	30 mg/kg	30 à 1000 mg/kg
Végétation	5,0 mg/kg	5,0 à 80 mg/kg

Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées avant le dosage.

2. Principe et théorie

Fluorures totaux – Échantillons liquides

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

Fluorures totaux – Échantillons solides (fusion)

Une portion d'échantillon solide est mouillée avec une solution d'oxyde de calcium avant d'être évaporée à sec. L'échantillon est calciné à 600 °C et fusionné avec de l'hydroxyde de sodium. Les cendres sont solubilisées dans l'eau. Les fluorures sont par la suite dosés comme les échantillons liquides.

Fluorures totaux – Échantillons de résidus organiques

L'échantillon est traité selon la méthode des halogènes ou des halogènes organiques. Les fluorures sont par la suite dosés comme les échantillons liquides.

Fluorures totaux dans l'air – Échantillons prélevés dans le cadre du Règlement sur l'assainissement de l'atmosphère

Comme il est indiqué dans le Règlement sur l'assainissement de l'atmosphère, les fluorures totaux sont la somme des fluorures gazeux et des fluorures particulaires provenant des émissions mesurées aux événements de toit et des émissions des épurateurs de chacune des cuves utilisées. Les cassettes sont habituellement utilisées pour les émissions provenant des événements de toit, tandis qu'un train d'échantillonnage est utilisé pour les épurateurs.

Pour les cassettes, le filtre contenant les fluorures particulaires est mouillé avec une solution d'oxyde de calcium avant d'être évaporé à sec. L'échantillon est par la suite calciné et fusionné à 600 °C avec de l'hydroxyde de sodium. Les cendres sont solubilisées dans l'eau. Pour ce qui est du filtre contenant les fluorures gazeux, il est extrait dans de l'eau.

Pour le train d'échantillonnage, le filtre est mouillé avec une solution d'oxyde de calcium avant d'être évaporé à sec. L'échantillon est par la suite calciné et fusionné à 600 °C avec de l'hydroxyde de sodium. Les cendres sont solubilisées dans l'eau. Pour ce qui est du barboteur, aucun traitement n'est nécessaire.

Par la suite, les fluorures contenus dans les portions liquides sont dosés comme les échantillons liquides.

Fluorures totaux – Échantillons de végétaux

L'échantillon est séché, puis moulu pour passer au travers d'un tamis de 420 µm. Les fluorures sont extraits de l'échantillon par une série d'extractions successives en milieu acide et en milieu basique. Les fluorures sont par la suite dosés comme les échantillons liquides.

Fluorures disponibles – Échantillons solides

Les fluorures sont extraits dans l'eau par agitation, puis ils sont dosés comme les échantillons liquides.

Fluorures lixiviés – Échantillons solides

Le solide est mis en contact avec un tampon et agité pendant 18 ± 2 heures. Puis ils sont dosés comme les échantillons liquides.

3. Interférence

La distillation des échantillons lors du dosage élimine la plupart des interférences présentes. Cependant, la présence d'une grande quantité de chlorures peut donner un pic négatif.

4. Prélèvement et conservation

Liquides

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique exempt de contaminants.

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons en les réfrigérant entre 1 °C et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

Solides (sauf végétaux)

Prélever un échantillon représentatif dans un contenant de plastique exempt de contaminants.

Aucun agent de préservation n'est requis. Conserver les échantillons en les réfrigérant entre 1 °C et 6 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder six mois. L'analyse doit se faire dans le 28 jours suivants l'extraction.

Végétaux

Prélever un échantillon représentatif dans un sac de plastique ou 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 pendant quatre heures ou plus à environ 60 °C.

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

Le délai de conservation entre l'extraction des fluorures de la végétation et l'analyse ne doit pas excéder sept jours.

Cassettes pour les fluorures totaux dans les événements de toit

La préparation des cassettes doit être effectuée selon la méthode 14A de l'USEPA ou l'équivalent. Après l'échantillonnage, les cassettes sont conservées à la température ambiante. Aucun agent de préservation n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 90 jours.

Le délai de conservation entre l'extraction des filtres et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

Train d'échantillonnage pour les fluorures totaux dans les épurateurs de cuve

La préparation du train d'échantillonnage doit être effectuée selon la méthode 13A de l'USEPA ou l'équivalent. Après l'échantillonnage, le filtre est conservé au laboratoire dans un dessiccateur à la température ambiante, tandis que le barboteur est conservé en le réfrigérant entre 1 °C et 6 °C. Aucun agent de préservation n'est requis. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'extraction ne doit pas excéder 90 jours pour le filtre. L'analyse du barboteur doit se faire au maximum 28 jours suivant le prélèvement.

Le délai de conservation entre l'extraction du filtre et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours.

5. Matériel et appareillage

- 5.1. Étuve à une température de 104 °C ± 1 °C
- 5.2. Fournaise à moufle à une température de 600 °C ± 50 °C (pour les fusions)
- 5.3. Creusets de nickel (pour les fusions)
- 5.4. Moulin à moudre muni d'un tamis de 420 µm (pour la végétation)
- 5.5. Étuve à une température de 60 °C ± 2 °C (pour la végétation)
- 5.6. Balance dont la sensibilité est de 1 mg

- 5.7. Agitateur mécanique (entre 120 et 200 oscillations par minute)
- 5.8. Centrifugeuse (pour la végétation)
- 5.9. Agitateur rotatif à environ 30 tours par minute (pour la végétation)
- 5.10. Système automatisé pour le dosage des fluorures

6. Réactifs et étalons

Tous les réactifs commerciaux utilisés sont de qualité ACS. L'eau utilisée pour la préparation des réactifs et des solutions étalons est de l'eau distillée ou déminéralisée.

À moins d'indications contraires, les solutions préparées peuvent se conserver indéfiniment à la température ambiante. Cependant, elles doivent être refaites si un changement de couleur est noté ou s'il y a formation d'un précipité.

- 6.1. Acide chlorhydrique, HCl (CAS n° 7647-01-0)
- 6.2. Acide sulfurique, H₂SO₄ (CAS n° 7664-93-9)
- 6.3. Acide acétique, CH₃COOH (CAS n° 64-19-7)
- 6.4. Fluorure de sodium, NaF (CAS n° 7681-49-4)
- 6.5. Hydroxyde d'ammonium, NH₄OH (CAS n° 1336-21-6)
- 6.6. Hydroxyde de sodium, NaOH (CAS n° 1310-73-2)
- 6.7. Acétate de sodium, CH₃COONa•3 H₂O (CAS n° 6131-90-4)
- 6.8. Nitrate de lanthane, La(NO₃)•6 H₂O (CAS n° 10277-43-7)
- 6.9. Oxyde de calcium, CaO (pour fluorures totaux par fusion) (CAS n° 1305-78-8)
- 6.10. Acétone, (CH₃)₂CO (CAS n° 67-64-1)
- 6.11. Propanol-2 (CAS n° 67-63-0)
- 6.12. Alizarin complexone (CAS n° 3952-78-1)
- 6.13. Brij-35® (marque déposée par Atlas Chemical Industries, Inc.)
- 6.14. Solution d'acide chlorhydrique 4 N (pour fluorures totaux par fusion seulement)
Diluer 332 ml de HCl dans environ 500 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.
- 6.15. Solution d'acide sulfurique 50 %
Diluer 50 ml de H₂SO₄ dans environ 40 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 100 ml avec de l'eau.

6.16. Solution d'acide sulfurique 1 N

Diluer 28 ml de H_2SO_4 dans environ 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.17. Solution d'acide sulfurique 0,05 N (pour fluorures totaux dans les échantillons végétaux)

Diluer 100 ml de H_2SO_4 1 N dans environ 1 800 ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 2 000 ml avec de l'eau.

6.18. Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (pour fluorures totaux dans les échantillons végétaux)

Peser précisément environ 4,0 g de NaOH et dissoudre dans environ 800 ml d'eau. Compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.19. Solution tampon

Dissoudre 60,0 g de $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ dans environ 800 ml d'eau. Ajouter 100 ml de CH_3COOH et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

6.20. Solution d'alizarine

Ajouter 0,96 g d'alizarine complexone dans environ 100 ml d'eau et 2,00 ml de NH_4OH , puis mélanger jusqu'à la dissolution complète du colorant. Ajouter 2,00 ml de CH_3COOH et compléter à 250 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois mois dans une bouteille opaque à environ 4 °C.

6.21. Solution de nitrate de lanthane

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

Cette solution se conserve à environ 4 °C.

6.22. Réactif colorimétrique

Mélanger, dans l'ordre, 150 ml de la solution tampon, 75 ml d'acétone, 25 ml de propanol-2, 18 ml de la solution d'alizarine, 20 ml de la solution de $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ et 0,5 ml de Brij-35®. Compléter à 500 ml avec de l'eau, puis agiter et dégazer le mélange sous vide pendant 15 minutes.

Cette solution doit être préparée 12 heures avant de l'utiliser. Par la suite, elle se conserve une semaine dans une bouteille opaque.

6.23. Réactif de distillation

Ajouter lentement 10 ml de H_2SO_4 à environ 800 ml d'eau. Refroidir à température ambiante et ajouter 1,0 ml de la solution intermédiaire de fluorures de 100 mg/l et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve six mois à température ambiante.

6.24. Solution de Brij-35® 0,5 %

Dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 0,5 ml de Brij-35® dans environ 50 ml d'eau et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

6.25. Solution mère de fluorures de 1 000 mg/l F

Utiliser une solution commerciale ou dissoudre 2,210 g de NaF, préalablement séché au dessiccateur pendant une nuit, dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois ans à température ambiante dans une bouteille opaque.

6.26. Solution intermédiaire de fluorures de 100 mg/l F

Diluer 10 ml de la solution mère de fluorures de 1 000 mg/l dans environ 50 ml d'eau et compléter à 100 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve six mois à température ambiante dans une bouteille opaque.

6.27. Solution intermédiaire de fluorures de 10 mg/l F

Diluer 10 ml de la solution de fluorures de 100 mg/l dans environ 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution se conserve trois mois à température ambiante dans une bouteille opaque.

6.28. Solutions étalons de fluorures pour le dosage par colorimétrie

À partir de la solution intermédiaire de fluorures de 10 mg/l, préparer des solutions étalons de 0,10, 0,20, 0,50, 0,80 et 1,00 mg/l F. Chacune des solutions étalons doit être complétée avec de l'eau. Le tableau suivant présente les 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)
1,00	10	10,0	100
0,80	10	8,0	100
0,50	10	5,0	100
0,20	10	2,0	100
0,10	10	1,0	100

* Compléter les solutions avec de l'eau.

Ces solutions se conservent trois mois à la température ambiante dans des bouteilles de plastique.

7. Protocole d'analyse

Pour toute série d'échantillons, les recommandations des *Lignes directrices concernant les travaux analytiques en chimie* (document DR-12-SCA-01) sont suivies pour s'assurer d'une fréquence d'insertion adéquate en ce qui concerne les éléments d'assurance et de contrôle 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

Pour extraire les fluorures de l'échantillon, suivre les indications des sections mentionnées dans le tableau suivant.

Nature de l'échantillon	Sections utilisées pour l'extraction des fluorures
Cassettes pour échantillonnage de l'air dans les événements de toit	Section 7.1.2 pour les fluorures particulaires (filtre) Section 7.1.5 pour les fluorures gazeux (filtre)
Train d'échantillonnage d'air	Section 7.1.2 pour les fluorures particulaires (filtre) Section 7.1.1 pour les fluorures gazeux (barboteur)
Liquides	Section 7.1.1
Sols	Section 7.1.2 pour les fluorures totaux Section 7.1.4 pour les fluorures disponibles Section 7.1.6 pour les fluorures lixiviés
Végétation	Section 7.1.3

Par la suite, le dosage des fluorures est fait selon la section 7.2.

7.1.1 Fluorures totaux dans les échantillons liquides (eau, barboteur et extrait des bombes pour la détermination des halogènes)

Filtrer si nécessaire avec une membrane de porosité de 0,8 µm.

NOTE : Pour les barboteurs, mesurer le volume de liquide dans la bouteille et l'indiquer sur le certificat.

7.1.2 Fluorures totaux par fusion dans les échantillons solides, de filtres (particules) ou de lavage de sonde

Préparation des creusets de nickel

- Laisser tremper les creusets dans une solution d'acide chlorhydrique 4 N pendant 45 minutes. Rincer les creusets à l'eau et les faire sécher à l'étuve à 104 °C.

Digestion des échantillons

- Pour les solides, peser précisément 1,00 g d'échantillon homogénéisé préalablement séché à 104 °C. Préparer des duplicatas pour chaque échantillon. Étendre uniformément l'échantillon dans un creuset de nickel.
- Pour les filtres, plier le filtre et le transférer dans le creuset de nickel. Dans le cas des échantillons de cassettes utilisés pour l'échantillonnage des événements de toit, insérer également le tampon servant de support au filtre.
- Pour les échantillons de lavage de sonde, faire évaporer la totalité du liquide dans un creuset de nickel. Rincer la bouteille qui contenait l'échantillon avec un minimum d'eau déminéralisée et ajouter les eaux de lavage dans le creuset.
- Pour les frottis, déposer le morceau de tissu en entier dans le creuset de nickel.

- Ajouter 100 mg \pm 1 mg d'oxyde de calcium, puis ajouter 10 ml d'eau.
- Évaporer à sec dans une étuve à 104 °C (durant une nuit).

NOTE : Il est important de porter un protecteur facial, un tablier et des gants pour réaliser les étapes suivantes.

- Transférer le creuset de nickel dans la fournaise à moufle à la température ambiante. Augmenter la température du four à 600 °C, puis calciner pendant 60 minutes.
- À la fin de la calcination, sortir le creuset de nickel.
- Laisser refroidir le creuset de nickel et ajouter, avec précaution, $4,0 \pm 0,1$ g de NaOH en pastille.
- Remettre au four à 600 °C pendant 15 minutes pour faire fondre le NaOH. S'assurer que le NaOH est fondu avant de poursuivre les opérations.
- Retirer le creuset de nickel 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 15 ml d'eau et attendre environ 30 minutes.
- Transférer le liquide dans une fiole jaugée de 100 ml.
- Laver le creuset de nickel deux fois avec environ 10 ml d'acide sulfurique 50 % 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 Fluorures totaux dans les échantillons de végétaux

7.1.3.1. Broyage

- Si nécessaire, couper l'échantillon avec des ciseaux en longueurs de 5 cm ou moins et le mélanger dans un sac de papier.
- Pulvériser l'échantillon au moulin à moudre (420 μ m) et le transférer dans un contenant en plastique.
- Après chaque échantillon, nettoyer le moulin et toutes les surfaces de travail avec l'aspirateur pour déloger toutes les poussières de végétaux qui pourraient contaminer l'échantillon suivant.

7.1.3.2. Extraction

- Peser précisément 0,40 g d'échantillon dans un tube gradué de 50 ml en plastique.
- Introduire 10 ml de H₂SO₄ 0,05 N à l'aide d'une micropipette dans le tube.
- Agiter à l'agitateur rotatif (30 tours par minute) pendant 60 minutes.
- Introduire 10 ml de NaOH 0,1 N à l'aide d'une micropipette dans le tube.
- Agiter à l'agitateur rotatif (30 tours par minute) pendant 60 minutes.

- Introduire 10 ml de H_2SO_4 0,05 N à l'aide d'une micropipette dans le tube afin de neutraliser la solution.
- Laisser les extraits reposer une nuit à température ambiante.
- Centrifuger les tubes pendant 12 minutes à 1 200 tours par minute.
- Au besoin, filtrer une portion de l'échantillon sur une membrane de 0,8 μm .

7.1.4 Fluorures disponibles dans les échantillons solides

- Placer 10,0 g d'échantillon préalablement séché à 104 °C dans une bouteille de polyéthylène.

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

- Ajouter 100 ml d'eau de façon à obtenir un rapport solide/liquide de 1:10. Agiter avec l'agitateur mécanique (200 oscillations par minute) pendant 30 minutes à vitesse élevée.
- Filtrer l'échantillon sur une membrane de 0,8 μm .

7.1.5 Fluorures gazeux (cassette)

- Transférer le filtre et le tampon, si présent, dans une éprouvette.
- Rincer le vase de pétri contenant le filtre avec deux portions de 5 ml d'eau et transvider dans l'éprouvette contenant le filtre.
- Agiter à l'aide d'un agitateur (120 oscillations par minute) pendant 60 minutes.
- Laisser décanter les fibres de papier.

7.1.6 Fluorures lixiviés dans les échantillons solides

Préparer l'échantillon et effectuer la lixiviation selon la procédure appropriée (voir la méthode MA. 100 – Lix.com. 1.1 intitulée *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*).

7.2 Dosage des fluorures

L'étalonnage de l'instrument est fait quotidiennement. Le dosage des fluorures est effectué en utilisant un analyseur colorimétrique automatisé qui contient un système de distillation. La couleur produite lorsque l'échantillon est mélangé avec une solution d'alizarine et de lanthane est mesurée à 620 nm. La figure 1 illustre le schéma de l'analyseur.

Diluer l'échantillon par un facteur de 5 avant le dosage si la solution provient d'une fusion ou d'une bombe (halogènes totaux et halogènes organiques totaux).

Diluer l'échantillon par un facteur de 100 avant le dosage si la solution provient d'une lixiviation.

S'il y a présence d'un pic négatif (tissus végétaux), procéder à une dilution.

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 d'étalonnage (courbe linéaire) est tracée à partir des mesures de hauteur des pics et des concentrations des solutions étalons.

Fluorures totaux dans les échantillons liquides (section 7.1.1)

Les résultats des échantillons exprimés en milligramme par litre (mg/l) 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 (section 7.1.2)

Les résultats de l'échantillon exprimés en milligramme par kilogramme (mg/kg) sur base sèche sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V \times F}{B}$$

où

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

Fluorures totaux dans les tissus végétaux (section 7.1.3)

Les résultats de l'échantillon exprimé en milligramme par kilogramme (mg/kg) sur base sèche sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times V \times F}{B}$$

où

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

Fluorures disponibles dans les échantillons solides (section 7.1.4)

Les résultats des échantillons exprimés en milligramme par kilogramme (mg/kg) sur base sèche sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C = \frac{A \times 100 \times F}{10}$$

où

- C : concentration des fluorures dans l'échantillon (mg/kg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- 100 : volume d'eau ajouté pour l'extraction;
- 10 : poids de solide utilisé pour l'extraction;
- F : facteur de dilution.

Fluorures totaux dans l'air

Les résultats des échantillons exprimés en milligramme (mg) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C_T = C_P + C_G$$

où

- C_T : poids des fluorures totaux (mg);
- C_P : poids des fluorures particulières (mg);
- C_G : poids des fluorures gazeux (mg).

Les résultats des **fluorures particuliers** (section 7.1.2) exprimés en milligramme (mg) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C_P = \frac{A \times V \times F}{1000}$$

où

- C_P : poids des fluorures particuliers dans l'échantillon (mg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- V : volume final d'échantillon (ml);
- F : facteur de dilution;
- 1000 : facteur de conversion entre millilitre et litre.

Les résultats des **fluorures gazeux** (section 7.1.5) exprimés en milligramme (mg) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$C_G = \frac{A \times V}{1000} \times F$$

où

- C_G : poids des fluorures gazeux (mg);
- A : concentration des fluorures dans la solution dosée (mg/l);
- V : volume d'eau utilisé pour l'extraction du filtre;
- 1000 : facteur de conversion entre millilitre et litre;
- F : facteur de dilution.

Fluorures lixiviés (section 7.1.6)

Les résultats des échantillons exprimés en milligramme par litre (mg/l) 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.

9. Critères d'acceptabilité

Les critères d'acceptabilité sont définis dans le document DR-12-SCA-01 et sont appliqués comme suit :

- La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur à 0,995.
- Pour les liquides, le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,02 mg/l.
- Pour la végétation, le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,2 mg/l.
- Pour les échantillons solides, le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 0,2 mg/l dans la solution diluée lors du dosage.
- Pour les échantillons de lixiviation, le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 10 mg/l incluant la dilution par 100 lors du dosage.
- Pour les échantillons de fusion, le blanc de méthode analytique ne doit pas avoir une concentration supérieure à 2,0 mg/l incluant la dilution par 10 lors du dosage.
- En ce qui concerne les matériaux de référence et les matériaux de référence certifiés, les résultats doivent se situer dans l'intervalle défini par la personne responsable désignée.
- Pour les liquides, les résultats obtenus pour l'analyse des duplicatas et des répliquats ne doivent pas varier de plus de 10 % lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Pour les solides (disponibles et lixiviés), les résultats obtenus par l'analyse des duplicatas et des répliquats ne doivent pas varier de plus de 20 % lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Pour les échantillons préparés par fusion (solide et particulaires), les résultats des duplicatas et des répliquats ne doivent pas varier de plus de 30 % lorsqu'ils sont supérieurs à au moins dix fois la limite de quantification.
- Les ajouts dosés doivent permettre un recouvrement entre 70 % et 130 % pour les liquides et entre 50 % et 150 % pour les solides.
- Les résultats des étalons de vérification ne doivent pas varier de plus de 15 %.

10. Bibliographie

NOTE : Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique.

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

CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC. *Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques*, MA. 100 – Lix.com.1.1.

SEAL ANALYTICAL. *Fluoride in water*, G-399-09, 2014.

USEPA. *Determination of total fluoride emissions from stationary sources Method 13A*, United States Environmental Protection Agency.

USEPA. *Determination of total fluoride emissions from selected sources at primary aluminium production facilities Method 14A*, United States Environmental Protection Agency.

Liste des figures

Figure 1: Schéma du montage automatisé pour le dosage des fluorures

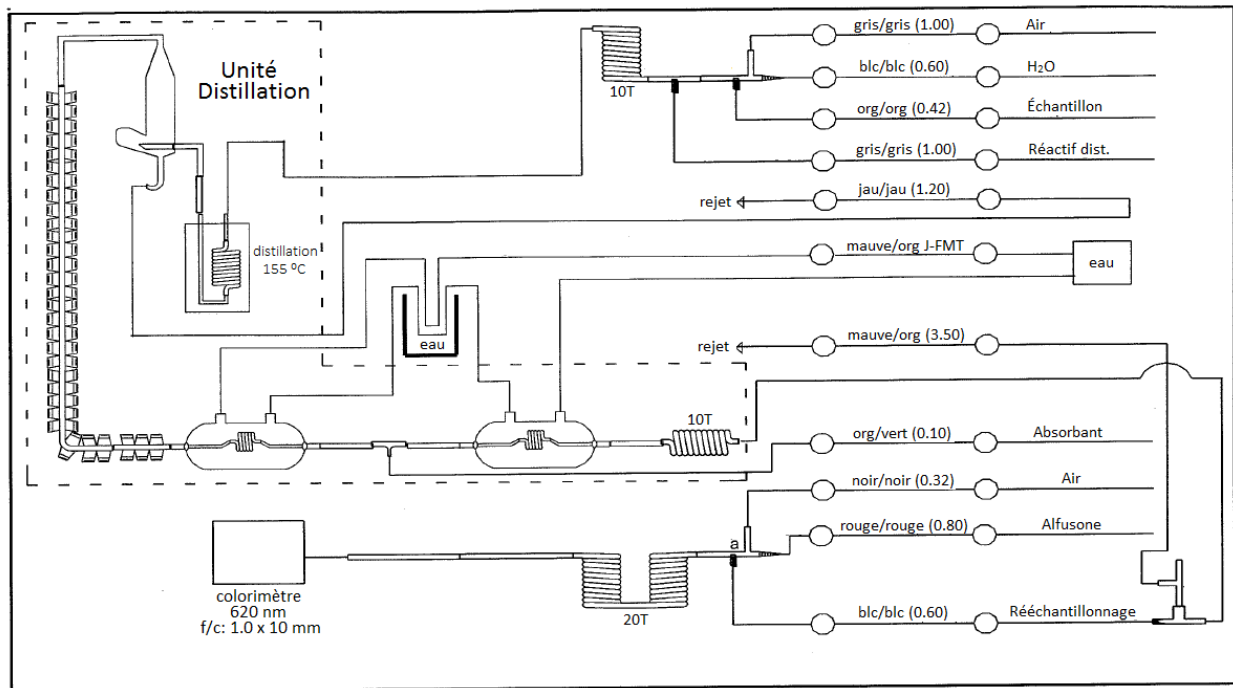


Figure 1. Schéma du montage automatisé pour le dosage des fluorures



**Environnement,
Lutte contre
les changements
climatiques,
Faune et Parcs**

Québec

