

FOTOMETRISCHE BEPALING VAN FLUORIDE MBV EEN DOORSTROOMANALYSESISTEEM (CFA)

1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure vervangt de procedure CMA/2/I/C.1.1 van juli 2005.

Deze methode beschrijft de bepaling van opgelost fluoride met doorstroomanalyse.

De beschreven methode is toepasbaar voor de analyse van grondwater en eluaten met een fluorideconcentratie ≥ 0.2 mg/l. Fluoride concentraties in destillaten bekomen na hydrolyse (CMA/2/II/B.1) en absorptieoplossingen na bomverbranding (CMA/2/II/B.2) kunnen met deze methode bepaald worden.

De fluoride meting met de doorstroomanalyse met on-line destillatie en spectrofotometrische detectie wordt in onderstaande procedure beschreven.

Opmerking: Doorstroomanalyse met potentiometrische detectie mag toegepast worden.

2 PRINCIPE

Fluoride aanwezig in het watermonster wordt gemeten met doorstroomanalyse. Deze bepaling is gebaseerd op de Alizarin fluorineblauw methode. Het watermonster wordt gemengd met een destillatiereagens (H_2SO_4 -oplossing). vervolgens wordt het monster gedestilleerd bij $150^\circ C$. Het (on-line) destillaat wordt samengevoegd met het kleurreagens waardoor een blauwe kleur ontstaat die spectrofotometrisch bepaald wordt in een doorstroomfotocel bij 620 nm. Bij een segment-doorstroomsysteem worden de benodigde reagentia continu aan de vloeistofstroom toegevoegd. Deze vloeistofstroom wordt op regelmatige tijdstippen onderbroken door een luchtbel zodat gescheiden segmenten ontstaan die alle even groot zijn.

3 OPMERKINGEN

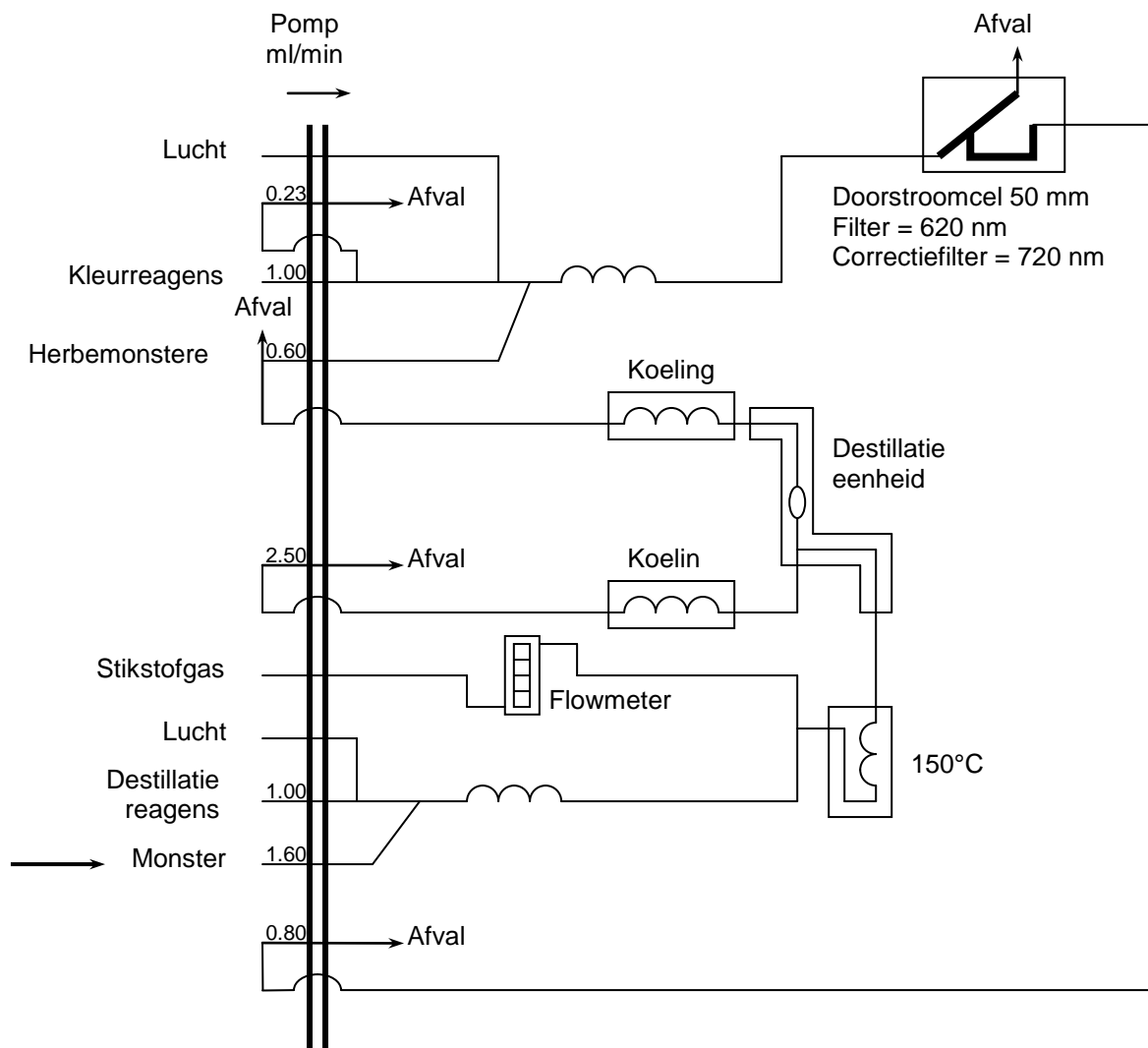
- Richtlijnen voor de conservering en behandeling van watermonsters worden gegeven in CMA/1/B.

4 APPARATUUR EN MATERIAAL

4.1 Apparatuur

4.1.1 Een doorstroomanalysesysteem met:

- Een module voor de bepaling van totale fluoride (zie figuur 1)
- Een autosampler
- Fotometer
- Computer met sturing- en verwerkingssoftware



Figuur 1: Schematisch overzicht van het doorstroom-analysesysteem voor de bepaling van fluoriden in water

4.2 Materiaal

- 4.2.1 Pipetten
- 4.2.2 Maatkolven

5 REAGENTIA EN OPLOSSINGEN

Andere standaardconcentraties en -oplossingen mogen gebruikt worden mits deze voldoen voor deze toepassing.

5.1 Reagentia

- 5.1.1 Ultra puur water, maximale weerstand van 18,5 Ω
- 5.1.2 Zwavelzuur (97% H_2SO_4)
- 5.1.3 Natriumacetaat ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)
- 5.1.4 Azijnzuur (100% CH_3COOH)

- 5.1.5 Alizarin-3-methylamine-N,N-di-azijnzuur ($C_{19}H_{15}NO_8 \cdot 2H_2O$)
- 5.1.6 Ammonium hydroxide (25% NH_4OH)
- 5.1.7 Lanthaannittraat ($La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)
- 5.1.8 Aceton (CH_3COCH_3)
- 5.1.9 Propaan-2-ol ($CH_3CH(OH)CH_3$)
- 5.1.10 Brij 35 (30%)
- 5.1.11 Natriumfluoride (NaF)
- 5.1.12 Natriumhydroxide (NaOH)
- 5.1.13 Fluoride standaard oplossing (1000 mg/l)

5.2 Oplossingen

Alle oplossingen worden bereid met ultra puur water.

- 5.2.1 Destillatiereagens: breng voorzichtig 200 ml zwavelzuur (97%) in ongeveer 700 ml water, laat afkoelen en leng aan tot 1 l.
Opmerking: Indien de kalibratie niet lineair is, kan 1 ml stockoplossing 1000 mg F/l worden toegevoegd.
- 5.2.2 Bufferoplossing: los 60 g natriumacetaat op in ongeveer 800 ml water, voeg 100 ml azijnzuur toe, meng en leng aan tot 1 l.
- 5.2.3 Stockoplossing alizarin: breng 2 ml ammoniumhydroxide in ongeveer 100 ml water. Voeg hieraan 960 mg alizarin-3-methylamine-N,N-di-azijnzuur toe en los op. Voeg daarna 2 ml azijnzuur toe. Leng aan tot 250 ml met water en meng het geheel. Bewaar deze oplossing in een donkere fles bij 4°C.
- 5.2.4 Stockoplossing lanthaannittraat: los 4.32g lanthaannittraat op in ongeveer 800 ml water, leng aan tot 1 l. en meng. Bewaar deze oplossing bij 4°C.
- 5.2.5 Kleurreagens: neem 300 ml bufferoplossing en voeg hier 150 ml aceton aan toe, voeg vervolgens 50 propan-2-ol, 36 ml stockoplossing alizarin en 40 ml stockoplossing lanthaannittraat in deze volgorde toe. Leng aan tot 1 l. met water en voeg dan 2 ml Brij 35 aan deze oplossing toe.
Opmerking: deze oplossing is 1 week houdbaar.
- 5.2.6 Stockoplossing 1000 mg/l fluoride: droog natriumfluoride in een droogstoof bij 105°C tot constant gewicht. Los 4 g natriumhydroxide op in ongeveer 800 ml water, voeg 2.21 g natriumfluoride toe en los op. Leng de oplossing aan tot 1 l. met water en meng. Bewaar deze oplossing in een polyethyleenfles bij 4 °C.
- 5.2.7 Stockoplossing 100 mg/l fluoride: Vanuit 1000 mg/l 5.0 ml pipetteren in een maatkolf van 50 ml en aanlengen met ultra puur water tot maatstreep. Deze oplossing is 1 maand houdbaar.
- 5.2.8 Werkstandaarden: Bereid de standaarden op volgende wijze.
 - 1.0 mg F/l: verdun 1.0 ml stockoplossing 100 mg F/l tot 100 ml met ultra puur water.
 - 0.8 mg F/l: verdun 0.8 ml stockoplossing 100 mg F/l tot 100 ml met ultra puur water.
 - 0.6 mg F/l: verdun 0.6 ml stockoplossing 100 mg F/l tot 100 ml met ultra puur water.
 - 0.4 mg F/l: verdun 0.4 ml stockoplossing 100 mg F/l tot 100 ml met ultra puur water.
 - 0.2 mg F/l: verdun 0.2 ml stockoplossing 100 mg F/l tot 100 ml met ultra puur water.
 - 0 mg F/l : ultra puur waterDe oplossingen dienen iedere meetdag opnieuw bereid te worden.
Afhankelijk van de aard van het staal kan de ijklijn en verdunning ook aangemaakt worden in 0.01 M NaOH oplossing
- 5.2.9 Fluoride controlestandaard: uitgaande van een onafhankelijke commerciële standaardoplossing wordt er door verdunnen een controlestandaard van 0.5 mg/l aangemaakt. Bereid deze oplossing dagelijks uitgaande van de onafhankelijke standaard.

6 PROCEDURE

6.1 Monstervoorbereiding

- Voor analyse of verdunning worden de monsters goed gehomogeniseerd.
- Verdun de monsters zodat ze in het werkgebied vallen.

6.2 Meten

6.2.1 Opstarten van het toestel

- Het opstarten gebeurt volgens de voorschriften van de fabrikant.

Opmerking: De blanco controle van de reagentia waarbij het verschil in absorptie tussen ultra puur water en de reagentia wordt gemeten, is optioneel.

6.2.2 Starten van de meting

- Als de basislijn stabiel is, kan de meting gestart worden. De basislijn kan als stabiel beschouwd worden als er geen stijgende of dalende trend en geen onregelmatigheden worden waargenomen.
- Ijk met de aangemaakte standaardoplossingen.
- Controleer regelmatig de kalibratie (na maximum 20 metingen) met een ijkoplossing met een relevante concentratie. Herkalibreer indien nodig.

Opmerking: De minimum absorptie dient gecontroleerd te worden, echter de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure mag door het laboratorium bepaald worden.

6.2.3 Uitschakelen van het toestel

- Na het beëindigen van de metingen wordt het systeem uitgeschakeld volgens voorschrift van de fabrikant.

6.2.4 Reinigingsprocedure

Teneinde contaminatie te vermijden, is het aan te raden het systeem gedurende een half uur te spoelen met 1 M NaOH-oplossing. Daarna moet het systeem grondig gespoeld worden met water. Deze procedure is ook aangewezen in geval van problemen met basislijnstabilisatie of indien het toestel gedurende langere tijd niet meer werd gebruikt.

7 BEREKENING

De berekeningen van de ijklijn en de stalen worden door het toestel zelf uitgevoerd. Indien de monsters verdund werden, worden de bekomen concentraties vermenigvuldigd met de verdunningsfactor.

$$c(F)_{vi} = c_v \times f$$

waarbij:

$c(F)_{vi}$: concentratie van het monster in mg/l

f: verdunningsfactor

c_v : concentratie in mg/l van het verdunde monster aan de hand van de kalibratielij

8 REFERENTIES

- Waterkwaliteit – monsterneming – Deel 3: Leidraad voor de bewaring en de behandeling van monsters: ISO 5667-3: 1994 NBN EN ISO 5667-3 (mei 1996)
- Standard methods, 20th edition 1998: 4500-F E. Complexone method
- Skalar Methods: Total fluoride in waste water; Skalar
- NEN 6589:2005 Water - Potentiometrische bepaling van het gehalte aan totaal anorganisch fluoride met doorstroomsystemen (FIA en CFA)