

## Bepaling van opgelost en totaal anorganisch gebonden fluoride met ion selectieve electrode

## 1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode beschrijft de bepaling van opgelost en totaal anorganisch gebonden fluoride met ion-selectieve electrode (ISE). De bepaling van het opgelost fluoride omvat een meting met ISE na filtratie over 0,45 µm membraanfilter. De bepaling van het totaal anorganisch gebonden fluoride in afvalwater omvat een meting met ISE na destillatie.

Het al dan niet toepassen van de off-line destillatie wordt afgetoetst op basis van de terugvinding van een fluoride spike aan het te analyseren monster. Indien de terugvinding van deze fluoride spike > 85%, is het niet noodzakelijk om de off-line destillatie toe te passen.

~~Afhankelijk van de concentratie aan Al, Ca, Mg en Fe is een voorafgaandelijke destillatie al dan niet noodzakelijk. Hierbij wordt in aanwezigheid van deze interferenten een minimale fluoride recovery van 85 % vooropgesteld. Voor een oplossing met een concentratie aan interferenten zoals vermeld in Tabel 1 wordt een recovery van minimaal 85% bekomen bij een fluoride concentratie van 2 mg/l.~~

~~Tabel 1 Richtlijn max. concentratie aan interferent – geen destillatie vereist~~

interferent	ISE	
	DIN-buffer	ISO-buffer
-		
Al	32 mg/l	2 mg/l
Ca	800 mg/l	400 mg/l
Mg	800 mg/l	140 mg/l
Fe	800 mg/l	140 mg/l

~~In Tabel 2 wordt voor elke interferent afzonderlijk de maximale concentratieverhouding interferent/F weergegeven bij een fluoride concentratie van 2 mg/l.~~

~~Tabel 2 Richtlijn max. conc. verhouding individuele interferent/F – geen destillatie vereist~~

interferent	ISE	
	DIN-buffer	ISO-buffer
-		
Al	80/1	10/1
Ca	>2000/1	>2000/1
Mg	>2000/1	700/1
Fe	>2000/1	700/1

~~Binnen een laboratorium kunnen eigen criteria van toegelaten concentraties aan interferenten bepaald worden, mits kan aangetoond worden dat een minimale fluoride recovery van 85% wordt behaald.~~

De beschreven methode is toepasbaar voor de analyse van drink-, grond-, oppervlakte- en afvalwater met een fluorideconcentratie van 0.2 mg/l tot 2 g/l.

De destillatiestap voor de bepaling van het totaal anorganisch gebonden fluoride is beschreven in:

- Standard methods, 20th edition 1998: 4500-F<sup>-</sup>B Preliminary distillation step

- Opmerking: Het destillaat mag opgevangen worden in een NaOH oplossing.
- ISO 10359-2:1994 Water quality – Determination of fluoride – Part 2: Determination of inorganically bound total fluoride after digestion and distillation, waarbij de digestiestap niet moet toegepast worden

De bepaling van fluoride in drinkwater kan rechtstreeks op het monster worden uitgevoerd.

De meting met ISE is beschreven in ISO10359-1 /DIN 38405-D4 en is van toepassing mits onderstaande aanvullingen.

## 2 AANVULLINGEN BIJ ISO 10359-1:

- §4 Reagentia en oplossingen:
  - Alle gebruikte reagentia hebben een 'pro analyse' zuiverheidsgraad, het gebruikte water is ultrapuur water.
  - Andere standaardconcentraties en -oplossingen mogen gebruikt worden mits deze liggen binnen het lineair bereik.
  - De samenstelling van de TISAB zoals beschreven in ISO 10359-1 is anders dan deze beschreven in DIN 38405-D4. De laatste buffer wordt aanbevolen voor sterk verontreinigde watermonsters. Zie Tabel 1 en Tabel 2.
- §6 Monsternamen en conservering:
  - Voor de conservering en behandeling van watermonsters wordt verwezen naar WAC/I/A/010.
- §7.2 Meting:
  - De bepaling van het opgelost fluoride omvat een meting na filtratie over 0,45 µm membraanfilter. Voor drinkwater dient geen voorafgaandelijke filtratie te worden uitgevoerd.
  - De ISE meting (zowel bij de kalibratie als van onbekende oplossingen) wordt uitgevoerd bij een constante temperatuur ± 2°C (range: 20°C-25°C).
  - Het gebruik van de TISAB buffer zoals beschreven in ISO 10359-1 leidt tot een snellere stabilisatie van de potentiaal in vergelijking met deze beschreven in DIN 38405-D4.
- §7.3 Meting na verhoging van concentratie: niet van toepassing
- §7.4 Kalibratie:
  - Een kalibratielijns wordt (dagelijks) met minstens 5 standaarden in enkelvoud en wordt geverifieerd met een onafhankelijke controle.
  - De theoretische helling van de kalibratielijns bedraagt 59.16 mV bij 25°C. De waarde van de helling moet gelegen zijn tussen 95% en 102% van de theoretische helling.
- §8 Berekeningen: niet van toepassing
- §10 Test rapport: niet van toepassing

## 3 OPMERKINGEN

- ~~Om te evalueren of bij de bepaling van het totaal anorganisch gebonden fluoride een voorafgaandelijke destillatie noodzakelijk is, dienen de gehalten aan Al, Ca, Mg en Fe indicatief te worden gemeten. Indien een destillatie steeds wordt uitgevoerd, dienen deze elementen niet bepaald te worden.~~

#### 4 REFERENTIES

- ISO 5667-3: 1994 Waterkwaliteit – monsterneming – Deel 3: Leidraad voor de bewaring en de behandeling van monsters.
- ISO 10359-1: 1992: Water quality – Determination of fluoride – part 1: Electrochemical probe method for potable and lightly polluted water
- ISO 10359-2: 1993: Water quality – Determination of fluoride – part 2: Determination of inorganically bound total fluoride after digestion and distillation
- Standard methods, 20<sup>th</sup> edition 1998: 4500-F<sup>-</sup>B Preliminary distillation step
- DIN 38405-D4: 1985: Bestimmung von Fluorid
- Bepaling van het gehalte opgeloste fluoride en totaal anorganisch gebonden fluoride in afvalwater, L. Goetelen, C. Vanhoof, K. Tirez en Groep AN, Vito rapport 2010/MANT/028.