

INSTITUT DE RECHERCHES HYDROLOGIQUES



31583 RM



agence de bassin  
rhône - méditerranée - corse

31 rue Jules Guesde  
69310 Pierre-Bénite  
Tél. (7) 850.16.40

~~Document N°~~

5109

AGENCE FINANCIERE DE BASSIN  
RHIN - MEUSE

ETUDE DE DOSAGE DES FLUORURES  
DANS LES EAUX RESIDUAIRES

RH 81-160

OCTOBRE 1981

54000 NANCY  
10, RUE ERNEST-BICHAT  
TÉLÉPHONE : (8) 396.65.10

## S O M M A I R E

	Page
I. INTRODUCTION .....	1
II. GENERALITES .....	2
1. Les fluorures dans l'eau .....	2
2. Besoins et limites admissibles .....	3
3. Les composés organiques du fluor .....	3
4. La pollution des eaux par les fluorures .....	4
PREMIERE PARTIE	
III. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	6
1. Ouvrages de base .....	6
1.1 Recueil de normes françaises : Eaux - Méthodes d'essais .	7
1.2 J. RODIER : "L'analyse de l'eau" .....	8
1.3 Standard Methods for the Examination of Water .....	9
1.4 G. CHARLOT : Chimie analytique quantitative .....	10
2. Publications, articles .....	11
3. Conclusions .....	23
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	24
DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE	
IV. PROGRAMME DES ESSAIS REALISES .....	26
1. Choix de la méthode .....	26
2. Choix des effluents industriels .....	26
V. DESCRIPTION DE LA METHODE .....	27
1. Introduction .....	27
2. Appareillage .....	29
2.1 Millivoltmètre .....	29
2.2 Agitateur .....	30
2.3 Electrode spécifique .....	30
3. Réactifs .....	30
3.1 Solutions étalons de fluorures .....	30
3.2 Solutions tampons .....	31

<p>VII. DOSAGE DES FLUORURES DANS LES EFFLUENTS DE PASSIVATION DE L'ACIER</p>	
4. Etablissement de la courbe d'étalonnage .....	32
5. Distillation par l'entraînement à la vapeur .....	37
5.1 Principe .....	37
5.2 Appareillage .....	37
5.3 Déroulement de la distillation .....	39
5.3.1 Réactifs .....	39
5.3.2 Conditionnement de l'appareillage .....	39
5.3.3 Distillation de l'échantillon à analyser .....	41
<p>VI. DOSAGE DES FLUORURES DANS LES EFFLUENTS DU DECAPAGE DES ACIERS INOXYDABLES</p>	
1. Généralités .....	42
2. Composition des rejets étudiés .....	43
3. TISAB II .....	44
4. Tampon citrate de sodium 1 M .....	48
5. TISAB IV .....	51
6. Tampon d'acétate de sodium .....	54
7. Conclusions .....	57
<p>VII. DOSAGE DES FLUORURES DANS LES EFFLUENTS DE CRISTALLERIES</p>	
1. Généralités .....	58
2. Compositions .....	59
2.1 Bain concentré .....	59
2.2 Rejets acides .....	59
2.3 Rejet final .....	60
2.4 Gâteau de filtration .....	60
3. Dosage des fluorures .....	60
3.1 Bain concentré .....	60
3.2 Dépôt du bain concentré .....	64
3.3 Rejets acides .....	64
3.4 Dépôt des rejets acides .....	65
3.5 Gâteau de filtration .....	65
3.6 Rejet final .....	65
4. Etude de l'interférence des sulfates .....	66
5. Conclusions .....	67

VIII. DOSAGE DES FLUORURES DANS LES EFFLUENTS DE PASSIVATION DU ZINC	68
1. Généralités	68
2. Composition des rejets étudiés	68
3. Choix du tampon	69
3.1 TISAB II	69
3.2 Tampon acétate de sodium à 15 %	71
4. Etude de l'interférence des chromates	71
5. Conclusions	73
IX. DOSAGE DES FLUORURES DANS LES EFFLUENTS DU DECAPAGE DE L'ALUMINIUM	74
1. Généralités	74
2. Composition des rejets étudiés	74
3. Choix de la méthode de dosage	75
3.1 TISAB II	76
3.2 Citrate de sodium 1 M	76
3.3 TISAB IV	76
3.4 Décomposition ammoniacale	77
3.5 Distillation	77
3.5.1 Distillation des solutions synthétiques	78
3.5.2 Dosage des fluorures sur effluents réels	82
4. Conclusions	82
X. CONCLUSIONS	83

I - I N T R O D U C T I O N
-----------------------------

La détermination des fluorures dans les eaux résiduaires présente de nombreuses difficultés en fonction de la complexité du milieu. Les éléments comme l'aluminium, le fer, le chrome, le calcium et les composés siliceux perturbent la détermination aussi bien dans le cas du dosage par électrode spécifique que par colorimétrie ou volumétrie.

Conscients de ces difficultés, nous avons proposé une étude bibliographique et de mise au point à l'Agence de Bassin Rhin-Meuse.

Cette proposition a été acceptée et une convention nous a été notifiée le 25 juin 1980 sous le n° SG - 1830 CIL.

L'étude bibliographique a été entreprise au cours du deuxième semestre 1980 et a donné lieu à un rapport n° RH 80.168 paru en décembre 1980. Ce rapport, repris et complété, constitue la première partie de la présente, la deuxième partie étant l'étude expérimentale.