

F-HZ-HJ-SZ-0021

水质—氟化物的测定—氟试剂分光光度法

1 范围

1.1 本方法适用于地面水、地下水和工业废水中氟化物(以 F⁻计)含量的测定。

1.2 测定范围

试份体积为 25mL, 使用光程为 30mm 比色皿, 本方法的最低检出浓度为含氟化物 0.05mg/L, 测定上限浓度为 1.80mg/L。

1.3 干扰

在含 5g 氟化物的 25mL 显色液中, 存在下述离子超过下列含量(单位: mg)时, 对测定有干扰, 应先进行预蒸馏(见附录 A.2): Cl⁻ 30; SO₄²⁻ 5.0; NO₃⁻ 3.0; B₄O₇²⁻ 2.0, Mg²⁺ 2.0; NH₄⁺ 1.0; Ca²⁺ 0.5。

2 原理

氟离子在 pH4.1 的乙酸盐缓冲介质中, 与氟试剂及硝酸镧反应生成蓝色三元络合物, 颜色的强度与氟离子浓度成正比。在 620nm 波长处定量测定氟化物(F⁻)。

3 试剂

3.1 丙酮(C₂H₆CO)。

3.2 硫酸(H₂SO₄), $\rho_{20} = 1.84\text{g/mL}$ 。

取 300mL 硫酸放入 500mL 烧杯中, 置电热板上煮沸 1h, 冷却后放入瓶中备用。

3.3 氟化物标准贮备液: 称取已于 105℃烘干 2h 的优级纯氟化钠(NaF)0.2210g, 溶于去离子水中, 移入 1000mL 量瓶中, 稀释至标线, 贮于聚乙烯瓶中备用, 此溶液每毫升含氟 100μg。

3.4 氟化物标准溶液: 吸取氟化钠标准贮备液(3.3)20mL, 移入 1000mL 容量瓶, 用去离子水稀释至标线, 贮于聚乙烯瓶中, 此溶液每毫升含氟 2.00μg。

3.5 0.001mol/L 氟试剂溶液

称取 0.193g 氟试剂[3-甲基胺-茜素-二乙酸, ALC, C₁₄H₇O₄ • CH₂N(CH₂COOH)₂]加 5mL 去离子水湿润, 滴加 1mol/L 氢氧化钠溶液使其溶解, 再加 0.125g 乙酸钠(CH₃COONa • 3H₂O), 用 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 5.0, 用去离子水稀释至 500mL, 贮于棕色瓶中。

3.6 0.001mol/L 硝酸镧溶液

称取 0.443g 硝酸镧[La(NO₃)₃ • 6H₂O]用少量 1mol/L 盐酸溶液溶解, 以 1mol/L 乙酸钠溶液调节 pH 为 4.1, 用去离子水稀释至 1000mL。

3.7 pH4.1 缓冲溶液

称取 35g 无水乙酸钠(CH₃COONa)溶于 800mL 去离子水中, 加 75mL 冰乙酸(CH₃COOH), 用去离子水稀释至 1000mL, 以酸度计调节 pH 为 4.1。

3.8 混合显色剂

取氟试剂溶液(3.5)、缓冲溶液(3.7)、丙酮(3.1)及硝酸镧溶液(3.6), 按体积比 3:1:3:3 混合即得。临用时配制。

3.9 盐酸溶液: 1mol/L。

取 8.4mL 盐酸溶于 100mL 去离子水中。

3.10 氢氧化钠溶液: 1mol/L。

称取 4g 分析纯氢氧化钠溶于 100mL 去离子水中。

4 仪器

一般实验室仪器和:

4.1 分光光度计: 光程 30mm 的比色皿。

- 4.2 pH 计。
4.3 25mL 容量瓶。

5 试样制备

测定氟化物的水样，应用聚乙烯瓶收集和贮存。

5.1 试份的制备

除非证明试份的预处理是不必要的，可直接制备试份进行比色，否则应按附录 A.2 进行预蒸馏处理。

6 操作步骤

6.1 校准曲线

于六个 25mL 容量瓶中，分别加入氟化物标准溶液(3.4)0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00mL 加入去离子水至 10mL，准确加入 10.0mL 混合显色剂(3.8)，用去离子水稀释至刻度，摇匀。放置 30min，用 30mm 比色皿于 620nm 波长处，以纯水为参比，测定吸光度。扣除试剂空白(零浓度)吸光度，以氟化物含量对吸光度作图，即得校准曲线。

6.2 测定

准确吸取 1~10mL 试份(视水中氟化物含量而定)置于 25mL 容量瓶中，准确加入 10mL 混合显色剂(3.8)，用去离子水稀释至刻度，摇匀。以下按 6.1 进行。由吸光度值在校准曲线上查得氟化物(F⁻)含量。

7 结果计算

试份中氟化物(以 F⁻计)含量 $c(\text{mg/L})$ 。按下式计算：

$$c = \frac{A}{V}$$

式中：A——校准曲线查得的试份含氟量， μg ；

V——分析时取试份体积，mL。

8 精密度和准确度

3 个实验室分析含氟化物 0.5mg/L 的统一分发标准溶液，实验室内相对标准偏差为 1.2%，实验室间相对标准偏差为 1.2%，相对误差为 -0.8%。

9 参考文献

GB7483-87。

附录 A 使用方法的补充说明 (补充件)

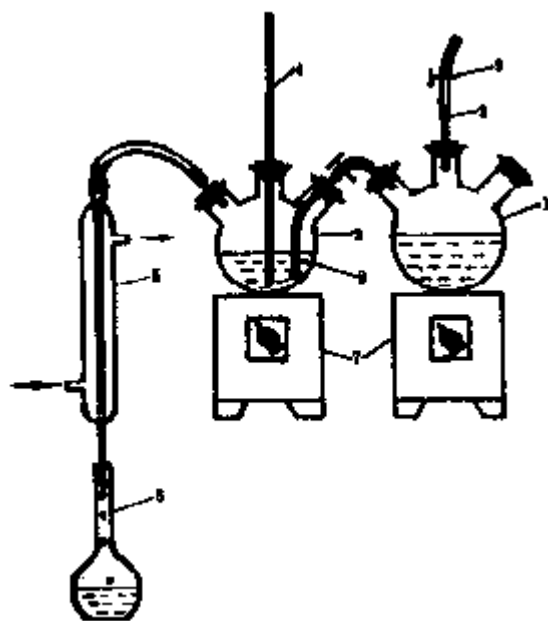
A.1 对于酸碱性较强的水样，在测定前应用 1mol/L 氢氧化钠溶液或 1mol/L 盐酸溶液调至中性后再进行测定。

A.2 预蒸馏

A.2.1 蒸馏装置见下图。

A.2.2 取 20mL 试份置于 250mL 三口烧瓶(A.2.1)中，在不断摇动下徐徐加入 20mL 硫酸(A.3.2)混匀。按图(A.3.1)连接好装置，升温，至温度达 145℃时导入水蒸汽。每分钟 6~7mL 馏出速度收集蒸馏液至 200mL，留待显色用。

注：蒸馏温度应严格控制在 145±5℃否则硫酸将被蒸出，影响测定结果。



1—1000mL 三口烧瓶；2—500mL 三口烧瓶；3—安全管；4—250℃温度计；5—冷凝管；6—接收瓶；7—万能电炉；8—水蒸汽导管；9—螺栓水止