



中华人民共和国国家标准

GB ××××-××××

代替 GB 7483-1987

水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法

Water quality—Determination of Fluoride—

Fluorine reagents spectrophotometry

(征求意见稿)

200×-××-××发布

200×-××-××实施

国家质量监督检验检疫总局 发布
环 境 保 护 部

目 次

前言.....	II
1 适用范围.....	1
2 方法原理.....	1
3 试剂和材料.....	1
4 仪器和设备.....	2
5 干扰及消除.....	2
6 样品.....	2
7 分析步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 准确度和精密度.....	3
附录 A 使用方法的补充说明（规范性附录）.....	4

前 言

为了贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中氟化物的监测方法，制定本标准。

本标准规定了地表水、地下水和工业废水中氟化物的测定方法。

自本标准实施之日起，GB 7483-87《水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法》废止。

本标准为指导性标准。

本标准由环境保护部科技标准司组织制定。

本标准主要起草单位：中国环境监测总站、辽宁省环境监测中心站。

本标准自 200□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法

1 适用范围

本标准规定了用氟试剂分光光度法测定地表水、地下水和工业废水中氟化物（以 F 计）的方法。

本标准适用于地表水、地下水和工业废水中氟化物的测定。当试份体积为 25mL，使用光程为 10mm 比色皿时，本方法最低检出浓度为 0.014mg/L，测定上限为 2.20 mg/L。

2 方法原理

氟离子在 pH 值为 4.1 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 620 nm 波长处定量测定氟化物（以 F 计）。

3 试剂和材料

3.1 丙酮 (C_2H_6CO)。

3.2 硫酸 (H_2SO_4 , $\rho_{20}=1.84$ g/mL)

取 300 mL 硫酸放入 500 mL 烧杯中，置电热板上微沸 1h，冷却后装入瓶中备用。

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 1000 mL 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 100 μ g。

3.4 氟化物标准溶液：吸取氟化钠标准贮备液 20 mL，移入 1000 mL 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 2.00 μ g。

3.5 0.001 mol/L 氟试剂溶液

称取 0.193g 氟试剂[3-甲基胺-茜素-二乙酸, ALC, $C_{14}H_7O_4 \cdot CH_2N(CH_2COOH)_2$]加 5 mL 去离子水湿润，滴加 1 mol/L 氢氧化钠溶液使其溶解，再加 0.125g 乙酸钠 ($CH_3COONa \cdot H_2O$)，用 1mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 5.0，用去离子水稀释至 500 mL，贮于棕色瓶中。

3.6 0.001mol/L 硝酸镧溶液

称取 0.443g 硝酸镧 [$La(NO_3)_3 \cdot H_2O$] 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 1000 mL。

3.7 pH 4.1 缓冲溶液

称取 35 g 无水乙酸钠 (CH_3COONa) 溶于 800 mL 去离子水中, 加 75 mL 冰乙酸 (CH_3COOH), 用去离子水稀释至 1000 mL, 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 8.4 mL 盐酸溶于 100 mL 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 100 mL 去离子水中。

4 仪器和设备

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 干扰和消除

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), 对测定有干扰, 应先进行预蒸馏: Cl^- 30; SO_4^{2-} 5.0; NO_3^- 3.0; $\text{B}_4\text{O}_7^{2-}$ 2.0; Mg^{2+} 2.0; NH_4^+ 1.0; Ca^{2+} 0.5。

6 样品

6.1 采集与保存

测定氟化物的水样, 应用聚乙烯瓶收集和贮存。

6.2 试样的制备

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

7 分析步骤

7.1 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10mm 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。

7.2 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 7.1 进行。由吸光度值在校准曲线上查得氟化物(F⁻)含量。

8 结果计算

试份中氟化物(以F⁻计)含量c(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。

计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度和准确度

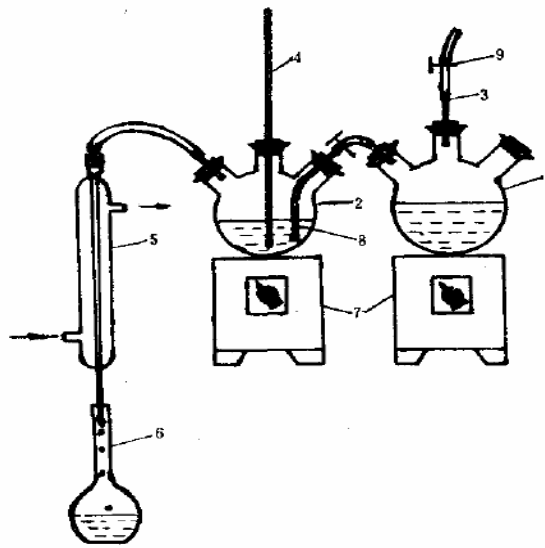
3 个实验室分析含氟化物 0.5mg/L 的统一分发标准溶液，实验室内相对标准偏差为 1.2%，实验室间相对标准偏差为 1.2%，相对误差为-0.8%。

附录 A
使用方法的补充说明
(规范性附录)

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:



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—水蒸气导管; 9—螺栓水止

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.2.1) 连接好装置,升温,至温度达 145℃时导入水蒸汽。以每分钟 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 $145 \pm 5^\circ\text{C}$, 否则硫酸将被蒸出,影响测定结果。