

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 488—2009

代替 GB 7483—87

水质 氟化物的测定

氟试剂分光光度法

Water quality—Determination of Fluoride—

Fluorine reagents spectrophotometry

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2009-09-27 发布

2009-11-01 实施

环 境 保 护 部 发布

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.....	3
8 结果计算.....	3
9 精密度和准确度.....	3
附录 A（规范性附录）水质 氟化物的测定 含干扰离子样品的预处理.....	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。

本标准对《水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法》(GB 7483-87)进行修订，原标准起草单位：包头市环境监测站，本次是第一次修订。修订的主要内容：

——通过调整比色皿，拓宽了方法的线性范围。

——对部分文字和句式结构进行调整修订。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局 1987 年 3 月 14 日批准、发布的国家环境保护标准《水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法》(GB 7483-87)废止。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

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。

本标准环境保护部 2009 年 9 月 27 日批准。

本标准自 2009 年 11 月 1 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

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

本标准适用于地表水、地下水和工业废水中氟化物的测定。

本方法的检出限为 0.02 mg/L，测定下限为 0.08 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，络合物在 620 nm 波长处的吸光度与氟离子浓度成正比，定量测定氟化物（以 F 计）。

3 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或无氟蒸馏水。

3.1 盐酸溶液：c=1 mol/L

取 8.4 ml 盐酸溶于 100 ml 去离子水中。

3.2 氢氧化钠溶液：c=1 mol/L

称取 4 g 氢氧化钠溶于 100 ml 去离子水中。

3.3 丙酮 (CH₃COCH₃)。

3.4 硫酸 (H₂SO₄, ρ₂₀=1.84 g/ml)

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

3.5 冰乙酸 (CH₃COOH)

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

3.7 氟化物标准使用液：吸取氟化钠标准贮备液 (3.6) 20.00 ml，移入 1000 ml 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 2.00 μg。

3.8 氟试剂溶液：c=0.001 mol/L

称取 0.193 g 氟试剂[3-甲基胺-茜素-二乙酸,简称: ALC,C₁₄H₇O₄·CH₂N(CH₂COOH)₂]，加 5 ml 去离子水湿润，滴加氢氧化钠溶液(3.2)使其溶解，再加 0.125 g 乙酸钠(CH₃COONa·3H₂O)，

用盐酸溶液（3.1）调节 pH 至 5.0，用去离子水稀释至 500 ml，贮于棕色瓶中。

3.9 硝酸镧溶液：c=0.001 mol/L

称取 0.443 g 硝酸镧 $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ ，用少量盐酸溶液（3.1）溶解，以 1 mol/L 乙酸钠溶液调节 pH 为 4.1，用去离子水稀释至 1000 ml。

3.10 缓冲溶液：pH= 4.1

称取 35 g 无水乙酸钠 $(\text{CH}_3\text{COONa})$ 溶于 800 ml 去离子水中，加 75 ml 冰乙酸 (CH_3COOH) （3.5），用去离子水稀释至 1000 ml，用乙酸或氢氧化钠溶液在 pH 计上调节 pH 为 4.1。

3.11 混合显色剂

取氟试剂溶液(3.8)、缓冲溶液(3.10)、丙酮(3.3)及硝酸镧溶液(3.9)，按体积比 3:1:3:3 混合即得。临用时配制。

4 仪器和设备

4.1 分光光度计：光程 30 mm 或 10 mm 的比色皿

4.2 pH 计

5 干扰及消除

在含 5 μg 氟化物的 25 ml 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 进行预蒸馏处理。

7 分析步骤

7.1 校准曲线

于六个 25.0 ml 容量瓶中分别加入氟化物标准溶液(3.7)0、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00ml，

加去离子水至10 ml，准确加入10.0 ml 混合显色剂(3.11)，用去离子水稀释至刻度，摇匀，放置30 min 用30 mm或10 mm 比色皿于620 nm 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 1.00~10.00 ml 试样(视水中氟化物含量而定)置于 25.0 ml 容量瓶中，加去离子水至 10 ml，准确加入 10.0ml 混合显色剂(3.11)，用去离子水稀释至刻度，摇匀。以下按 7.1 进行。经空白校正后，由吸光度值在校准曲线上查得氟化物(F⁻)含量。

7.3 空白试验

用水代替试样，按测定样品步骤进行测定。

8 结果计算

试样中氟化物(以F⁻计)含量按下式计算：

$$\rho = \frac{m}{V}$$

式中：ρ——试样中氟化物(以 F⁻计)含量，mg/L

m——校准曲线查得的试样含氟量，μg；

V——分析时取试样体积，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 0.5 mg/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

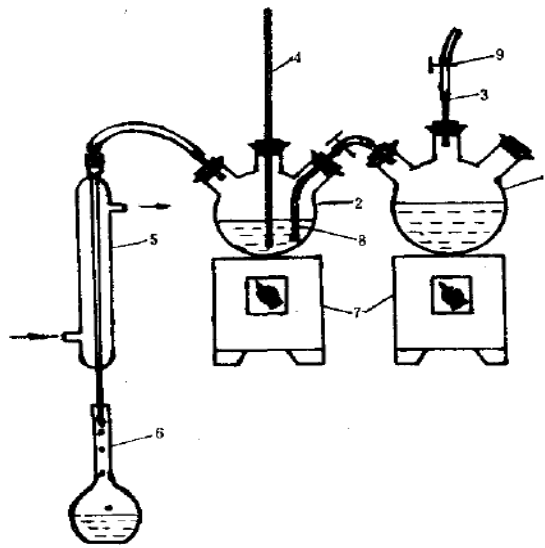
(规范性附录)

水质 氟化物的测定 含干扰离子样品的预处理

A.1 对于酸碱性较强的水样，在测定前应用 1 mol/L 氢氧化钠溶液或 1 mol/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 20 ml 试份置于 500ml 三口烧瓶 (A.2.1) 中，在不断摇动下徐徐加入 20 ml 硫酸 (3.4) 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 6~7 ml 馏出速度收集蒸馏液至 200 ml，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。