

中华人民共和国国家标准

大气降水中氟化物的测定 新氟试剂光度法

GB 13580.10—92

Determination of fluoride in the wet precipitation—
Fluor reagent spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定大气降水中氟化物的氟试剂光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中氟化物的测定。
- 1.3 本标准最低检出浓度为0.05 mg/L,测定范围为0.06~1.5 mg/L。

2 引用标准

GB 13580.2 大气降水样品的收集与保存

3 原理

在pH4.1的乙酸盐缓冲介质中,氟离子与氟试剂及硝酸镧反应生成蓝色的三元络合物,络合物颜色的深度与氟离子浓度成正比,于波长620 nm处测定吸光度。

4 试剂

- 4.1 氟化物标准贮备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取0.221 0 g 氟化钠(NaF ,在105℃烘2 h),溶于水,定容至1 000 mL,贮存于白色塑料瓶中。
- 4.2 氟化物标准使用液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取10.0 mL 氟化物标准贮备液(4.1)于100 mL 容量瓶中,稀释刻度。
- 4.3 氢氧化钠溶液:1 mol/L。称取4 g 氢氧化钠(NaOH)溶于水,稀释至100 mL。
- 4.4 盐酸溶液:1 mol/L。取8.4 mL 浓盐酸用水稀释到100 mL。
- 4.5 氟试剂溶液:0.001 mol/L。称取0.193 g 氟试剂(茜素-3-甲胺-N-二乙酸),用少量水润湿,滴加氢氧化钠溶液(4.3),使之溶解,再加0.13 g 乙酸钠($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),用盐酸溶液(4.4)调pH5.0,用水稀释至500 mL。
- 4.6 硝酸镧 $[\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶液:0.001 mol/L。用少量盐酸溶液(4.4)溶解,用乙酸钠($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)调pH为4.1,用水稀释到1 000 mL。
- 4.7 缓冲溶液:称35 g 无水乙酸钠($\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$),溶于800 mL 水中,加冰乙酸75 mL,用水稀释1 000 mL,用酸度计校正pH值。
- 4.8 混合显色剂:氟试剂溶液(4.5),pH4.1的缓冲溶液(4.7),丙酮,硝酸镧溶液(4.6)按体积为3:1:3:3混合即得(使用时现配)。

国家环境保护局1992-06-20批准

1993-03-01实施

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
5.2 酸度计。
5.3 25 mL 具塞比色管。

6 样品采集与保存

按 GB 13580.2 执行。

7 步骤

7.1 校准曲线的绘制：取 25 mL 比色管 6 支，分别加入氟化物标准使用液 (4.2) 0, 0.20, 0.30, 0.50, 1.00, 2.00 mL，各加水至 10.00 mL，摇匀。再向各管加 10 mL 混合显色剂 (4.8)，用水稀释至刻度，摇匀。放置 0.5 h，于波长 620 nm 处，用 30 mm 吸收池，以氟化物 0 浓度的空白试验溶液作参比，测量吸光度。以吸光度对氟化物含量作图，绘制校准曲线。

7.2 样品测定：根据降水中氟化物的含量，吸取 5.00~10.0 mL 样品于 25 mL 比色管中，加水至 10 mL，摇匀。以下按绘制校准曲线的步骤 (7.1) 进行操作，由测得的吸光度从校准曲线上查得氟化物的含量。

8 分析结果的表述

降水中氟化物 (按 F^- 计) 的浓度以 mg/L 表示，按下式计算：

$$C = \frac{M}{V}$$

式中：C —— 样品中氟化物的浓度，mg/L；

M —— 从校准曲线上查得氟化物的含量， μg ；

V —— 取样体积，mL。

9 精密度和准确度

5 个实验室对含 F^- 0.20 mg/L, Cl^- 1.00 mg/L, SO_4^{2-} 6.00 mg/L, NO_3^- 1.20 mg/L, K^+ 2.98 mg/L, Na^+ 0.44 mg/L 的合成水样进行测定，测定结果 F^- 的相对标准偏差为 1.3%，相对误差为 -0.5%。

附加说明：

本标准由国家环境保护局提出。

本标准由中国环境监测总站负责归口和解释。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人吴国平、魏复盛。