

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ
ФТОРИДОВ

ГОСТ 4386—89

Издание официальное

5 коп. БЗ 11—89/892

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО УПРАВЛЕНИЮ
КАЧЕСТВОМ ПРОДУКЦИИ И СТАНДАРТАМ

Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ВОДА ПИТЬЕВАЯ**

Методы определения массовой концентрации фторидов

**ГОСТ
4386—89**

Drinking water. Methods for determination of fluorides mass concentration

ОКСТУ 9190

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает методы определения фторидов:

фотометрический метод с лантанализаринкомплексом в водной среде — вариант А (предел обнаружения с доверительной вероятностью $P = 0,95$ равен $0,04 \text{ мг/дм}^3$ при объеме пробы 25 см^3 , диапазон измеряемых концентраций $0,05—1,0 \text{ мг/дм}^3$);

фотометрический метод с лантанализаринкомплексом в водно-ацетоновой среде — вариант Б (предел обнаружения с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет $0,02 \text{ мг/дм}^3$ при объеме пробы 25 см^3 , диапазон измеряемых концентраций $0,04—0,60 \text{ мг/дм}^3$);

потенциометрический метод определения суммарной концентрации фторидов с использованием фторидного ионселективного электрода (предел обнаружения с доверительной вероятностью $P = 0,95$ равен $0,02 \text{ мг/дм}^3$, диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы $0,10—190 \text{ мг/дм}^3$).

1. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИДОВ. ВАРИАНТ А

Метод основан на способности фторид-иона образовывать растворимый в воде тройной комплекс сиренево-синего цвета, в состав которого входят лантан, ализаринкомплексон и фторид. Интенсивность окраски раствора фотометрируют при длине волны $\lambda = (600 \pm 10) \text{ нм}$.

Определению фторида сильно мешают алюминий и железо, связывая его в комплекс и занижая результаты. Допустимая массовая концентрация алюминия не выше $0,2 \text{ мг/дм}^3$, железа — не выше $0,7 \text{ мг/дм}^3$.

1.1. Метод отбора проб**1.1.1. Отбор проб — по ГОСТ 24481*.****1.1.2. Объем пробы воды для двух параллельных определений должен быть не менее 100 см^3 .****1.1.3. Пробы отбирают в полиэтиленовую посуду и не консервируют. Хранят в холодильнике и анализируют не позднее чем через 3 сут.**

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.



1.2. А п п а р а т у р а, р е а к т и в ы

Колориметр фотометрический лабораторный или спектрофотометр, обеспечивающие измерение оптической плотности при длине волны $\lambda = 590\text{—}610$ нм.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и допускаемой погрешностью $\pm 0,00075$ г по ГОСТ 24104.

pH-метр любой модели.

Колбы 2—50—2, 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Колбы Кн-2—500-ТС по ГОСТ 25336.

Пипетки 4—1—1, 5—1—1, 4—1—2, 5—1—2, 6—1—5, 7—1—5, 6—1—10, 7—1—10, 6—1—25, 7—1—25 по ГОСТ 29227.

Сосуды полиэтиленовые вместимостью 100 и 1000 см³.

Цилиндры 1—50, 3—50 по ГОСТ 1770.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Лантан азотнокислый 6-водный по ТУ 6—09—4676.

Ализаринкомплексон по ТУ 6—09—4547.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Фиксаналы соляной и азотной кислоты.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации химически чистые (х. ч.) или чистые для анализа (ч. д. а).

Допускается использование импортных посуды и приборов с метрологическими характеристиками и реактивов с квалификацией не ниже указанных в стандарте.

1.3. П о д г о т о в к а к а н а л и з у

1.3.1. *Приготовление основного градуировочного раствора фтористого натрия с концентрацией фторид-иона 0,1 мг/см³*

0,2211 г фтористого натрия, высушенного предварительно при 105 °С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Раствор хранят в холодильнике в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения — 3 мес.

1.3.2. *Приготовление рабочего градуировочного раствора*

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией фторид-иона 0,01 мг/см³ готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. 10,0 см³ основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят в день проведения анализа и переливают в полиэтиленовый сосуд.

1.3.3. *Приготовление раствора ализаринкомплексона с концентрацией 0,0005 моль/дм³*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,1927 г ализаринкомплексона, смачивают его для лучшего растворения небольшим количеством (0,2—0,3 см³) раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм³, приливают приблизительно 500 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,25 г уксуснокислого натрия и перемешивают до полного растворения реагента. Затем приливают небольшими порциями раствор соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³ до pH ~ 5, контролируя это значение потенциометрически (окрас-

ка раствора при этом изменяется от вишнево-красной до оранжево-желтой). Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Мутный раствор отфильтровывают. Раствор хранят в склянке из темного стекла в холодильнике. Срок хранения 1 мес.

1.3.4. *Приготовление раствора азотнокислого лантана концентрацией 0,0005 моль/дм³*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 0,2166 г шестиводного азотнокислого лантана, приливают 200—300 см³ дистиллированной воды, добавляют 1 см³ раствора азотной кислоты концентрацией 1 моль/дм³, перемешивают до полного растворения соли и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 1 год.

1.3.5. *Приготовление ацетатного буферного раствора с рН = 4,3±0,1*

В коническую колбу или стакан вместимостью 500 см³ помещают 105,0 г трехводного уксуснокислого натрия, приливают 300—400 см³ дистиллированной воды, перемешивают, слегка нагревая, до полного растворения соли и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см³. Добавляют 100 см³ ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. рН раствора проверяют потенциометрически.

1.3.6. *Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм³*

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 4,0 г гидроокиси натрия, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки.

1.3.7. *Приготовление раствора соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³*

Раствор готовят из фиксанала.

1.3.8. *Приготовление раствора азотной кислоты концентрацией 1 моль/дм³*

Раствор готовят из фиксанала, разбавляя содержимое ампулы дистиллированной водой до 100 см³.

1.3.9. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см³ рабочего градуировочного раствора фтористого натрия, что соответствует 0; 2; 5; 10; 15; 20 и 25 мкг фторид-иона или в расчете на 25 см³ анализируемой пробы 0; 0,08; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0 мг/дм³ фторида. Добавляют в каждую колбу приблизительно 20 см³ дистиллированной воды, перемешивают и затем приливают последовательно по 6,5 см³ раствора ализаринкомплексона, 1,5 см³ ацетатного буферного раствора и 5,0 см³ раствора азотнокислого лантана. Растворы перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки, вновь перемешивают и оставляют стоять в течение 1 ч в темном месте. После этого измеряют оптические плотности растворов, содержащих фторид, относительно нулевого раствора (раствор с концентрацией фторида, равной нулю) в кювете с расстоянием между рабочими гранями 50 мм при длине волны $\lambda = (600 \pm 10)$ нм.

Определение повторяют еще два-три раза и вычисляют средние значения оптической плотности для каждого раствора. По полученным данным строят градуировочный график зависимости оптической плотности растворов от концентрации фторида в мг/дм³ или рассчитывают уравнение регрессии.

Построение графика повторяют для каждой новой партии реактивов и не реже одного раза в месяц.

1.4. *Проведение анализа*

1.4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25,0 см³ анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 1,0 мг/дм³, то на