

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**

2009-09-27 发布

2009-11-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

中华人民共和国环境保护部 公告

2009年 第47号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，现批准《水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法》等十八项标准为国家环境保护标准，并予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、《水质 多环芳烃的测定 液液萃取和固相萃取高效液相色谱法》(HJ 478—2009)；
- 二、《环境空气 氮氧化物(一氧化氮和二氧化氮)的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法》(HJ 479—2009)；
- 三、《环境空气 氟化物的测定 滤膜采样氟离子选择电极法》(HJ 480—2009)；
- 四、《环境空气 氟化物的测定 石灰滤纸采样氟离子选择电极法》(HJ 481—2009)；
- 五、《环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(HJ 482—2009)；
- 六、《环境空气 二氧化硫的测定 四氯汞盐吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(HJ 483—2009)；
- 七、《水质 氟化物的测定 容量法和分光光度法》(HJ 484—2009)；
- 八、《水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法》(HJ 485—2009)；
- 九、《水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10 菲罗啉分光光度法》(HJ 486—2009)；
- 十、《水质 氟化物的测定 茜素磺酸锆目视比色法》(HJ 487—2009)；
- 十一、《水质 氟化物的测定 氟试剂分光光度法》(HJ 488—2009)；
- 十二、《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(HJ 489—2009)；
- 十三、《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》(HJ 490—2009)；
- 十四、《土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(HJ 491—2009)；
- 十五、《空气质量 词汇》(HJ 492—2009)；
- 十六、《水质 样品的保存和管理技术规定》(HJ 493—2009)；
- 十七、《水质 采样技术指导》(HJ 494—2009)；
- 十八、《水质 采样方案设计技术指导》(HJ 495—2009)。

以上标准自2009年11月1日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在环境保护部网站(bz.mep.gov.cn)查询。

自以上标准实施之日起，由原国家环境保护局批准、发布的下述二十项国家环境保护标准废止，标准名称、编号如下：

- 一、《水质 六种特定多环芳烃的测定 高效液相色谱法》(GB 13198—91)；
- 二、《空气质量 氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺比色法》(GB 8969—88)；
- 三、《环境空气 氮氧化物的测定 Saltzman 法》(GB/T 15436—1995)；
- 四、《环境空气 氟化物质量浓度的测定 滤膜·氟离子选择电极法》(GB/T 15434—1995)；
- 五、《环境空气 氟化物的测定 石灰滤纸·氟离子选择电极法》(GB/T 15433—1995)；
- 六、《环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》(GB/T 15262—94)；
- 七、《空气质量 二氧化硫的测定 四氯汞盐-盐酸副玫瑰苯胺比色法》(GB 8970—88)；
- 八、《水质 氟化物的测定 第一部分 总氟化物的测定》(GB 7486—87)；

HJ 488—2009

- 九、《水质 氰化物的测定 第二部分 氰化物的测定》(GB 7487—87);
 - 十、《水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法》(GB 7474—87);
 - 十一、《水质 铜的测定 2,9-二甲基-1,10-菲罗啉分光光度法》(GB 7473—87);
 - 十二、《水质 氰化物的测定 茜素磺酸锆目视比色法》(GB 7482—87);
 - 十三、《水质 氰化物的测定 氟试剂分光光度法》(GB 7483—87);
 - 十四、《水质 银的测定 3,5-Br₂-PADAP 分光光度法》(GB 11909—89);
 - 十五、《水质 银的测定 镉试剂 2B 分光光度法》(GB 11908—89);
 - 十六、《土壤质量 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法》(GB/T 17137—1997);
 - 十七、《空气质量 词汇》(GB 6919—86);
 - 十八、《水质采样 样品的保存和管理技术规定》(GB 12999—91);
 - 十九、《水质 采样技术指导》(GB 12998—91);
 - 二十、《水质 采样方案设计技术规定》(GB 12997—91)。
- 特此公告。

2009年9月27日

目 次

| | |
|--|----|
| 前 言..... | iv |
| 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..... | 2 |
| 9 精密度和准确度..... | 2 |
| 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..... | 3 |

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，原标准起草单位为包头市环境监测站，本次是第一次修订。

主要修订内容如下：

——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 (F⁻)。

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的分析纯试剂，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 1 h，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℃ 烘干 2 h 的优级纯氟化钠 (NaF) 0.221 0 g 溶于去离子水中，移入 1 000 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 1 000 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[La(NO₃)₃·6H₂O]，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 1 000 ml。

3.10 缓冲溶液：pH=4.1。

称取 35 g 无水乙酸钠 (CH₃COONa) 溶于 800 ml 去离子水中，加 75 ml 冰乙酸 (CH₃COOH) (3.5)，用去离子水稀释至 1 000 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，对测定有干扰，应先进行预蒸馏：Cl⁻ 30 mg；SO₄²⁻ 5.0 mg；NO₃⁻ 3.0 mg；B₄O₇²⁻ 2.0 mg；Mg²⁺ 2.0 mg；NH₄⁺ 1.0 mg；Ca²⁺ 0.5 mg。

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 6 个 25.0 ml 容量瓶中分别加入氟化物标准溶液（3.7）0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 ml，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 10.0 ml 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（F⁻）质量浓度按下式计算：

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

式中：ρ——试样中氟化物（F⁻）质量浓度，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。

计算结果精确到小数点后两位。

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%。

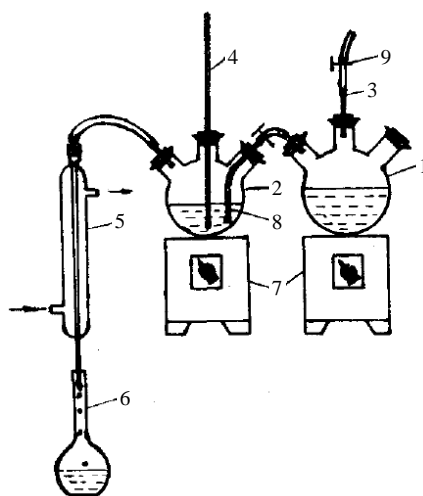
附录 A
(规范性附录)

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 蒸馏装置见图 A.1。



1—1 000 ml 三口烧瓶；2—500 ml 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

图 A.1 蒸馏装置图

A.2.2 取 20 ml 试份置于 500 ml 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.1 连接好装置，升温，至温度达 145℃ 时导入水蒸气。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。

中华人民共和国国家环境保护标准

水质 氟化物的测定

氟试剂分光光度法

HJ 488—2009

*

中国环境科学出版社出版发行

(100062 北京崇文区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.com.cn>

电话: 010-67112738

北京市联华印刷厂印刷

版权所有 违者必究

*

2009年11月第1版 开本 880×1230 1/16

2009年11月第1次印刷 印张 0.75

字数 40千字

统一书号: 135111·020

定价: 12.00元