главное управление

Гидрометеорологической службы

при совете министров ссср

\_\_\_\_\_\_\_\_\_

гидрохимический институт

**РУКОВОДСТВО**

**ПО ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ**

**ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ**

Под редакцией

д-ра хим. наук проф. а. д. семенова

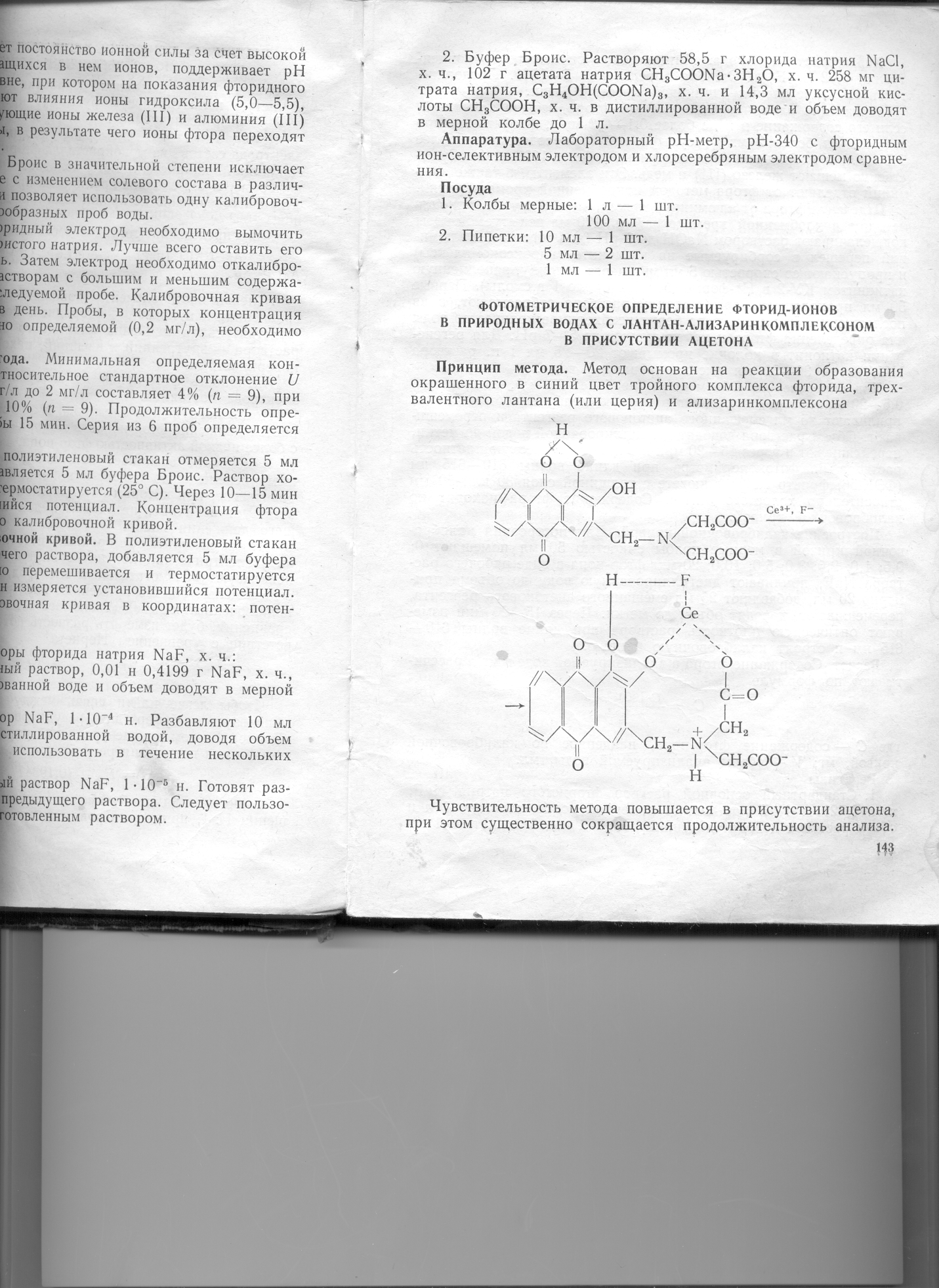
гидрометеоиздат - ленинград 1977

**ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИД-ИОНОВ**

**В ПРИРОДНЫХ ВОДАХ С ЛАНТАН-АЛИЗАРИНКОМПЛЕКСОНОМ**

**В ПРИСУТСТВИИ АЦЕТОНА**

**Принцип метода**. Метод основан на реакции образования окрашенного в синий цвет тройного комплекса фторида, трех­валентного лантана (или церия) и ализаринкомплексона



Чувствительность метода повышается в присутствии ацетона, при этом существенно сокращается продолжительность анализа.

**Характеристики метода.** Минимальная определяемая концен­трация 0,02 мг F'/л. Ошибка определения 5—10%. Продолжи­тельность определения единичной пробы 20 мин.

**Мешающие влияния.** Определению фтора мешает алюминий, если его содержание в воде более 0,1—0,2 мг/л, фосфат-ион (при содержании более 2 мг/л), сульфат-ион (при содержании более 500 мг/л) и хлорид-ион (при содержании более 1000 мг/л). Суще­ственно мешают железо (III) и медь. Эти элементы, а также алю­миний отделяют от фтора методом ионообменной хроматографии.

**Отделение фтора от алюминия, железа, меди и других катионов методом ионообменной хроматографии.** 100 мл испытуемой воды подщелачивают раствором NaOH до 9 рН (для того чтобы алюми­ний перешел в сорбируемые на катионите гидроксокомплексы) и пропускают со скоростью 5 мл/мин через колонку, заполненную катионитом КУ-2 в Н+ -форме (берется около 1 г смолы). Первые 50 мл проходящего через колонку раствора отбрасывают, а из последующих 50 мл раствора берут необходимое количество воды для определения фтора и нейтрализуют до 5—7 рН. Для регене­рации катионит в колонке промывают 20—25 мл 1 н. раствора НС1, затем 30—50 мл дистиллированной воды.

**Ход определения.** Объем воды (не более 25 мл), содержащей 0,5—20 мкг фтора, помещают в мерную колбу емкостью 50 мл, приливают 25 мл смешанного ацетонового реагента и перемеши­вают. Объем раствора доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и через 15—20 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоколориметре при длине волны 610—615 нм (ФЭК-56, фильтр № 8) в кювете с толщиной слоя 30 или 50 мм относительно холостого опыта. Содержание фтора находят по калибровочной кривой.

**Построение калибровочной кривой.** Для построения калибро­вочной кривой в мерные колбы емкостью 50 мл помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0; 20 мкг фтор-иона в виде рабочего рас­твора NaF, приливают дистиллированную воду до объема при­мерно 20 мл, добавляют 25 мл смешанного ацетонового реагента, перемешивают, доводят объем до метки. Через 15—20 мин изме­ряют оптическую плотность раствора при длине волны 610— 615 нм и строят калибровочную кривую.

**Расчет.** Содержание фтора в анализируемой воде в мг/л рассчи­тывают по формуле

*С х = С*.1000

*V*

где *С* — содержание фтор - иона, найденное по калибровочной кривой, мг; *V* — объем анализируемой воды, мл.

**Реактивы**

1. Стандартный основной раствор фтористого натрия NaF, х. ч. 0,2211 г NaF растворяют в мерной колбе емкостью 1 л и объем раствора доводят дистиллированной водой до метки (1 мл этого раствора содержит 100 мкг фтора). Раствор хранят в поли­этиленовой бутылке.

Рабочий раствор получают разбавлением 5 мл основного рас­твора до 100 мл дистиллированной водой. 1 мл этого раствора содержит 5 мкг фторид - иона.

1. Раствор ализаринкомплексона, 0,0005 М. 0,2405 г ализаринкомплексона растворяют в 100—150 мл дистиллированной воды. К получающейся суспензии добавляют 0,1 н. раствор NaOH до растворения осадка. Сливают раствор в мерную колбу емкостью 1 л, добавляют 0,25 г ацетата натрия и приливают 0,5 н. раствор НС1 до установления рН = 4,5 ~~:~~ 5,0 (рН определяют по индика­торной бумажке). После этого доводят объем раствора дистилли­рованной водой до метки.
2. Раствор нитрата церия (III), 0,0005 М. 0,1610 г Ce(N03)3 растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют 5—6 капель 0,01 н. раствора HN03, затем около 2 мг солянокислого гидроксиламина и доводят объем раствора до 1 л.

Раствор нитрата лантана, 0,0005 М. 0,2165 г La(N03)3 • 6Н„0 растворяют в дистиллированной воде, добавляют 5—6 капель 0,01 н. раствора HN03 и объем раствора доводят до 1 л.

1. Ацетатный буферный раствор, рН = 4,3. 105 г CH3COONa • ЗН20 и 100 мл ледяной СН3СООН растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе на 1 л.
2. Смешанный ацетоновый реагент. Смешивают 2 части ацетат­ного буферного раствора, 10 частей 0,0005 М раствора нитрата лантана или церия (III), 10 частей 0,0005 М раствора ализарин­комплексона и 25 частей ацетона (например, берут 20 мл буферного раствора, 100 мл раствора нитрата лантана, 100 мл раствора али­заринкомплексона и 250 мл ацетона). Этот раствор смешанного реагента хранят в холодильнике в сосуде из темного стекла не более недели.
3. Раствор едкого натра NaOH, ч. д. а., 0,1 н. 4 г. NaOH растворяют в дистиллированной воде в колбе емкостью 1 л и объем раствора доводят до метки.
4. Раствор соляной кислоты НС1, ч. д. а., 0,5 п. 42,5 мл кон­центрированной соляной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 1 л.
5. Раствор азотной кислоты HN03, ч. д. а., 0,01 н. 0,64 мл концентрированней азотной кислоты разбавляют дистиллирован­ной водой до 1 л.

**Аппаратура**

* 1. Фотоэлектроколориметр с красным светофильтром (А = 610 ~~:~~ 615 нм).
  2. Кюветы с толщиной слоя 30 или 50 мм.

**Посуда**

Колбы мерные емкостью 1л — 2 шт.

50 мл — 6 шт.

**СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ**

1. Алехин О. А. Основы гидрохимии. Л., Гидрометеоиздат, 1970, с. 112.

2. Алекин О. А., Семенов А. Д., С к о п и н ц е в Б. А. Руковод­ство по химическому анализу вод суши. Л., Гидрометеоиздат, 1973, с. 160—162.

3. Баркалова Н. Г. Некоторые данные о содержании фтора, брома и иода в атмосферных осадках г. Воронежа. — «Гидрохим. материалы», 1973, т. 57, с. 3—9.

4. Брусиловский С. А. О миграционных формах элементов в при­родных водах. — «Гидрохим. материалы», 1963, т. 35, с. 3—16.

5. В а р ш а л Г. М.,Щербинина Н. К- Прямое спектрофотометри- ческое определение фтора в природных водах по реакции с ализаринкомплексо- ном. — В кн.: Тез. докл. 25 Всесоюз. гидрохим. совещ. 16—18 мая 1972 г. Ново­черкасск, 1972, с. 37—38.

6. Виноградов А. П. Геохимия редких и рассеянных химических элементов в почвах. М., Изд. АН СССР, 1957. 237 с.

7. Г а б о в и ч Р. Д. Фтор и его гигиеническое значение. М., «Медгиз», 1957. 175 с.

8. Г а н о в и ч е в а Г. М. и др. Некоторые особенности гидрохимического режима и содержание органических веществ в азотных термах Прибайкалья.— «Гидрохим. материалы», 1973, т. 59, с. 102—110.

1. Г е л ь ф е р Е. А. Факторы, влияющие на содержание фтора в природ­ных водах. — «Гидрохим. материалы», 1968, т. 46, с. 74—78.
2. Вода питьевая. ГОСТ 2874-54. М., Государственный комитет стандар­тов СМ СССР, 1954. 191 с.

11. П.Емельянов Е. М. Содержание Fe, Мп, Си, и Hg в водах вулкани­ческих островов Северной Атлантики. — «Гидрохим. материалы», 1973, т. 59, с. 94—101.

12. Ионселективные электроды. Под ред. Р. Дарста. М., «Мир», 1972, с. 162—166, 168—169, 349.

13. Коновалов Г. С.,Огурцов О. С. Фтор в речных водах. — «Ги­дрохим. материалы», 1960, т. 29, с. 69—74.

14. К о н о в а л о в Г. С. и др. Фтор, бром, иод, марганец, медь и цинк в бассейне Камы. —«Гидрохим. материалы», 1965, т. 40, с. 114—123.

15. К о н о в а л о в Г. С. и др. Фтор, бром, иод, марганец, медь и цинк в бассейне р. Волги. — «Гидрохим. материалы», 1965, т. 39, с. 51—73.

16. Красинцева В. В., Т к а ч у к о в а Н. В. Фтор в речных водах бассейна верхней Волги и его генезис. — «Гидрохим. материалы», 1973, т. 59, с. 42—49.

17. Магнарадзе Г. Ф. Применение торий-арсеназового индикатора для количественного определения фтора в природных водах. В кн.: Тез. докл. 25 Всесоюз. гидрохим. совещ. 16—18 мая 1972 г. Новочеркасск, 1972, с. 186—187.

18. М о и с е е в С. В. Фтор в питьевой воде и его санитарное значение. М., изд-во науч.-исслед. лаб. коммун, гигиены, 1937.

19. Памятная записка о симпозиуме «Методы, пригодные для автоматических анализаторов, применение селективных мембранных электродов для контроля качества вод». (Совещ. руководителей водохозяйственных органов стран — чле­нов СЭВ.) Варшава, 1974

20. П е р ельман А. И. Геохимия ландшафта. М., «Высшая школа», 1975, с. 89.

21. Р е з н и к о в А. А., М у л и к о в с к а я Е. П., С о к о л о в И. Ю. Методы анализа природных вод. М., «Недра», 1970, с. 363—372.

22. Унифицированные методы исследования качества вод. Ч. 1. Методы химического анализа вод. Изд. 2-е. М. СЭВ 1974, с. 390—400.

23. ХристиановаЛ. А.,Удальцова Н. И., С о л д а т о в а С. С. Определение фтора в питьевой воде с церий (III) — (или лантан) — ализарин- комплексоном. — «Гигиена и санитария», 1974, № 11, с. 88—89.

24. Ч е р к и н с к и й С. Н. и др. Содержание фтора в источниках водоснаб­жения РСФСР. — «Гидрохим. материалы», 1953, т. 21, с. 19—23.