

ГОСТ 4386—89

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИДОВ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

Методы определения массовой концентрации фторидов

Drinking water. Methods for determination
of fluorides mass concentrationГОСТ
4386—89

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 $0,04$ мг/дм³ при объеме пробы 25 см³, диапазон измеряемых концентраций $0,05$ — $1,0$ мг/дм³);

фотометрический метод с лантанализаринкомплексом в водно-ацетоновой среде — вариант Б (предел обнаружения с доверительной вероятностью $P = 0,95$ составляет $0,02$ мг/дм³ при объеме пробы 25 см³, диапазон измеряемых концентраций $0,04$ — $0,60$ мг/дм³);

потенциометрический метод определения суммарной концентрации фторидов с использованием фторидного ионселективного электрода (предел обнаружения с доверительной вероятностью $P = 0,95$ равен $0,02$ мг/дм³, диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы $0,10$ — 190 мг/дм³).

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 $\lambda = (600 \pm 10)$ нм.

Определению фторида сильно мешают алюминий и железо, связывая его в комплекс и занижая результаты. Допустимая массовая концентрация алюминия не выше $0,2$ мг/дм³, железа — не выше $0,7$ мг/дм³.

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 см³.1.1.3. Пробы отбирают в полиэтиленовую посуду и не консервируют. Хранят в холодильнике и анализируют не позднее чем через 3 сут.

1.2. Аппаратура, реактивы

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

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

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000 (здесь и далее).

** С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001.

Редактор *В.Н. Копысова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 16.10.2002. Подписано в печать 04.11.2002. Усл. печ. л. 1,40,
Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 140 экз. С 8192 Зак. 932

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов – тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

С. 2 ГОСТ 4386—89

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 гидроксид (гидроксид) 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. Подготовка к анализу

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 гидроксида 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 (окраска 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 pH = 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. pH раствора проверяют потенциометрически.

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

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 4,0 г гидроксида 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 фиксаля.

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

Раствор готовят из фиксаля, 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 анализ берут 10,0 см³ или меньший объем), приливают последовательно 6,5 см³ раствора ализаринкомплексона, 1,5 см³ ацетатного буферного раствора, 5,0 см³ раствора лантана и доводят объем до метки дистиллированной водой. Смесь тщательно перемешивают, выдерживают в течение 1 ч в темном месте и далее измеряют оптическую плотность, как указано в п. 1.3.9, относительно нулевого раствора. По градуировочному графику или по уравнению регрессии находят массовую концентрацию фторидов в воде в мг/дм³.

1.4.2. В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25,0 см³ анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 1,0 мг/дм³, то берут 10,0 см³ или меньший объем), вводят градуировочную пробу с заранее известной концентрацией фторидов (добавку). Значение концентрации добавки в полученном растворе должно находиться в том же диапазоне, что и концентрация фторидов, определенная по п. 1.4.1. Определение массовой концентрации фторидов в анализируемой пробе с введенной в нее добавкой проводят по п. 1.4.1.

1.5. *Обработка результатов*

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Концентрацию фторидов в добавке (c), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$c = c_2 - c_1,$$

где c_1 — концентрация фторидов в анализируемой пробе, мг/дм³;

c_2 — концентрация фторидов в анализируемой пробе с введенной добавкой, мг/дм³.

Погрешность определения (Δ) в процентах вычисляют по формуле

$$\Delta = \frac{\bar{c} - c_0}{c_0} \cdot 100,$$

где \bar{c} — среднеарифметическое результатов двух параллельных определений концентрации фторидов в добавке, мг/дм³;

c_0 — действительная концентрация фторидов в введенной добавке, мг/дм³.

Результат считают удовлетворительным, если найденное значение погрешности не превышает 25—30 % с $P = 0,95$ при массовой концентрации фторидов 0,05—0,15 мг/дм³ и 7 % — при концентрации 0,2 мг/дм³ и более.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИДОВ. ВАРИАНТ Б

Метод основан на том же принципе, что и вариант А, но для повышения оперативности измерения оптической плотности определение проводят в водно-ацетоновой среде, в которой полнота развития окраски тройного комплекса лантана, ализаринкомплексона и фторида достигается через 15 мин.

Определение фторид-иона с приводимой в п. 2.5 погрешностью возможно при тех же массовых концентрациях алюминия и железа, что и в варианте А.

2.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 24481 и по п. 1.1 настоящего стандарта.

2.2. Аппаратура, реактивы

Аппаратура и реактивы по п. 1.2, а также ацетон по ГОСТ 2603, х. ч. или ч. д. а.

2.3. Подготовка к анализу

2.3.1. Градуировочные растворы фтористого натрия и все остальные растворы реактивов готовят по пп. 1.3.1—1.3.8.

2.3.2. Приготовление смешанного водно-ацетонового раствора реагентов

Смешивают в соотношении 1 : 5 : 6,5 : 11 объемные части соответственно растворов ацетатного буфера, азотнокислого лантана, ализаринкомплексона и ацетона.

Пример. Для построения градуировочного графика смешивают 7 см³ ацетатного буферного раствора, 35 см³ раствора азотнокислого лантана, 45 см³ раствора ализаринкомплексона и 77 см³ ацетона. Эту смесь хранят в склянке из темного стекла в холодильнике. Срок хранения не более недели.

2.3.3. Построение градуировочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают 0; 0,2; 0,5; 0,8; 1,2 и 1,5 см³ рабочего градуировочного раствора фтористого натрия, что соответствует 0; 2; 5; 8; 12 и 15 мкг фторид-иона или в расчете на 25 см³ анализируемой пробы 0; 0,08; 0,20; 0,32; 0,48; 0,60 мг/дм³ фторида. Приливают приблизительно 20 см³ дистиллированной воды, затем вносят 25,0 см³ смешанного раствора реагентов и объем доводят до метки дистиллированной водой.

Растворы перемешивают и через 15 мин измеряют их оптические плотности относительно нулевого раствора при длине волны 590—610 нм в кювете с расстоянием между рабочими гранями 30 мм.

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

2.4. Проведение анализа

2.4.1. В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25,0 см³ анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 0,6 мг/дм³, берут меньший объем), приливают 25,0 см³ смешанного раствора реагентов, раствор перемешивают и измеряют его оптическую плотность, как указано в п. 2.3.3, относительно нулевого раствора.

Массовую концентрацию фторидов в воде в мг/дм³ находят по градуировочному графику или по уравнению регрессии.

2.4.2. В мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 25,0 см³ анализируемой воды, вводят градуировочную пробу с заранее известной концентрацией фторидов (добавку). Значение концентрации добавки в полученном растворе должно находиться в том же диапазоне, что и концентрация фторидов, определенная по п. 2.4.1. Определение массовой концентрации фторидов в анализируемой пробе с введенной в нее добавкой проводят по п. 2.4.1.

2.5. Обработка результатов

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Погрешность определяют, как указано в п. 1.5.

Результат считают удовлетворительным, если найденное значение погрешности не превышает 10% с $P = 0,95$ для всего диапазона концентраций фторид-ионов.

3. ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФТОРИДОВ

Метод позволяет определять суммарную концентрацию фторидов (всех его форм: иона фтора, его комплексных соединений). Для определения используют электродную систему, состоящую из фторидного ионселективного электрода и вспомогательного хлор-серебряного электрода. Измерение потенциала фторидного электрода проводят высокоомным рН-метром-милливольтметром, заменив стеклянный электрод на фторидный, или прибором иономером.

С указанными в п. 3.5 погрешностями (при использовании буферного раствора, содержащего этанол) определение возможно при массовой концентрации алюминия не более 40 мг/дм³ и железа — не более 40 мг/дм³.

3.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 24481 и по п. 1.1 настоящего стандарта. Объем пробы 50—60 см³.

3.2. Аппаратура, реактивы

Высокоомный рН-метр-милливольтметр типа рН-340 или рН-121 или другой модели, предназначенный для работы с ионселективными электродами, или иономер типа ЭВ-74.

Термометр.

Мешалка магнитная.

Электрод фторидный типа ЭГ-У1 по ТУ-6—08—487 или другого подобного типа.

Колбы 2—100—2, 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

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

Стаканы В-1—50-ТС по ГОСТ 25336.

Сосуды полиэтиленовые вместимостью 100 и 1000 см³.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Натрий лимоннокислый трехзамещенный по ГОСТ 22280.

Натрий уксуснокислый, 3-водный по ГОСТ 199.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Кислота уксусная по ГОСТ 61.

Соль динатриевая этилендиамин-*N, N, N', N'*-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962*.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы должны быть квалификации не ниже ч. д. а.

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

3.3. Подготовка к анализу

3.3.1. *Приготовление основного градуировочного раствора фтористого натрия концентрацией 0,1 моль/дм³*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 4,1990 г фтористого натрия, высушенного предварительно до постоянной массы при 105 °С, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Этот раствор имеет значение рF = 1 (массовую концентрацию фторида 1,9 г/дм³). Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения 6 мес.

3.3.2. *Приготовление рабочих градуировочных растворов фтористого натрия концентрацией 0,01; 0,001; 0,0001 и 0,00001 моль/дм³*

Для приготовления 0,01 моль/дм³ раствора фтористого натрия 10 см³ основного градуировочного раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см³ в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 2 (массовую концентрацию фторида 190 мг/дм³).

0,001 моль/дм³ раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 см³ 0,01 моль/дм³ раствора до 100 см³ дистиллированной водой в мерной колбе. Данный раствор имеет значение рF = 3 (массовую концентрацию фторида 19 мг/дм³).

Для приготовления 0,0001 моль/дм³ раствора фтористого натрия 10 см³ 0,001 моль/дм³ раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см³ в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 4 (массовую концентрацию фторида 1,9 мг/дм³).

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 54652—2000.

0,00001 моль/дм³ раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 см³ 0,0001 моль/дм³ раствора до 100 см³ дистиллированной водой в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 5 (массовую концентрацию фторида 0,19 мг/дм³).

Все рабочие градуировочные растворы готовят в день построения и проверки градуировочного графика и хранят их в полиэтиленовой посуде.

3.3.3. *Приготовление цитратно-этанольного буферного раствора лимоннокислого натрия концентрацией 0,2 моль/дм³ и массовой долей этанола 10% (рН = 5,6 ± 0,2)*

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 142,88 г натрия лимоннокислого трехзамещенного, приливают 500 см³ дистиллированной воды, растворяют соль, добавляют 13,0 см³ концентрированной соляной кислоты и 100 см³ этанола. Доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. рН раствора проверяют потенциометрически и, если необходимо, доводят до требуемого значения раствором соляной кислоты или едкого натра. Срок хранения раствора 6 мес. Хранят раствор в холодильнике.

3.3.4. *Приготовление ацетатно-цитратного буферного раствора (рН = 5 ± 0,2)*

В мерную колбу вместимостью 500 см³ помещают 52,00 г уксуснокислого натрия, 29,20 г хлористого натрия, 3,00 г лимоннокислого натрия, 0,30 г трилона Б и 8 см³ уксусной кислоты. Приливают 200 — 300 см³ дистиллированной воды, растворяют соли и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. рН раствора проверяют потенциометрически и, при необходимости, доводят до требуемого значения рН раствором едкого натра или уксусной кислотой. Раствор хранят в холодильнике. Срок хранения 3 мес.

3.3.5. *Подготовка к работе фторидного электрода*

Новый фторидный электрод следует предварительно выдержать погруженным в раствор фтористого натрия концентрацией 0,001 моль/дм³ в течение суток, а затем тщательно промыть дистиллированной водой. Когда работа с электродом проводится ежедневно, его хранят, погружив в раствор фтористого натрия концентрацией 0,0001 моль/дм³. При длительных перерывах в работе электрод хранят в сухом состоянии.

3.3.6. *Построение градуировочного графика*

В стакан вместимостью 50 см³ вливают 20,0 см³ 0,00001 моль/дм³ рабочего градуировочного раствора (рF = 5), помещают в раствор магнит от магнитной мешалки, приливают 10 см³ цитратно-этанольного или ацетатно-цитратного буферного раствора для устранения мешающего влияния алюминия и железа. Установившееся значение равновесного потенциала измеряют в милливольтках при перемешивании раствора магнитной мешалкой. После этого электроды тщательно несколько раз отмывают в дистиллированной воде. Во второй стакан вместимостью 50 см³ наливают 20 см³ 0,0001 моль/дм³ (рF = 4) рабочего градуировочного раствора, погружают в раствор магнит, приливают 10 см³ буферного раствора, включают магнитную мешалку и измеряют установившееся значение потенциала в милливольтках. Далее аналогичным способом измеряют потенциалы электрода в 0,001 моль/дм³ рабочем градуировочном растворе (рF = 3) и в 0,01 моль/дм³ растворе (рF = 2). При выполнении измерений необходимо следить за тем, чтобы на поверхности мембраны фторидного электрода не налипали пузырьки воздуха.

Время установления равновесного потенциала в диапазоне рF = 5 и выше составляет 10 мин, при более высоких концентрациях фторида, т.е. при рF менее 5, время установления равновесия 3 мин.

По результатам измерений строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс значения рF градуировочных растворов, а по оси ординат значение потенциала в милливольтках.

Градуировочный график следует проверять каждый раз перед работой по двум-трем рабочим градуировочным растворам. При построении градуировочного графика проверяют одновременно правильность работы фторидного электрода (крутизна характеристики электрода). При измерении потенциалов рабочих градуировочных растворов он должен изменяться от раствора к раствору на значение (56 ± 3) мВ. Если такая зависимость значения потенциала от рF не соблюдается, то фторидный электрод следует регенерировать вымачиванием в 0,001 моль/дм³ растворе фтористого натрия в течение суток, а затем тщательно отмыть дистиллированной водой.

3.4. П р о в е д е н и е а н а л и з а

3.4.1. В стакан вместимостью 50 см³ помещают 20 см³ анализируемой воды (температура воды не должна отличаться от температуры градуировочных растворов, по которым калибруют электрод, более чем на ±2 °С, в противном случае воду следует подогреть или охладить до требуемой температуры). Затем помещают в раствор магнит от магнитной мешалки, приливают 10 см³ цит-

ратно-этанольного или ацетатно-цитратного буферного раствора и погружают в раствор тщательно промытые дистиллированной и анализируемой водой фторидный и вспомогательный электроды, следя за тем, чтобы к поверхности мембраны фторидного электрода не прилипали пузырьки воздуха. Перемешивают раствор магнитной мешалкой и через 3—10 мин отсчитывают установившееся значение равновесного потенциала в милливольтках. По градуировочному графику находят значение рF анализируемой воды. Зная значение рF анализируемой воды, по таблице пересчета, приведенной в приложении, находят массовую концентрацию фторидов в мг/дм³.

3.4.2. В стакан вместимостью 50 см³ помещают 20 см³ анализируемой воды, вводят градуировочную пробу с заранее известной концентрацией фторидов (добавку). Значение концентрации добавки в полученном растворе должно находиться в том же диапазоне, что и концентрация фторидов, определенная по п. 3.4.1. Определение массовой концентрации фторидов в анализируемой воде с введенной в нее добавкой проводят по п. 3.4.1.

3.5. О б р а б о т к а р е з у л ь т а т о в

За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое результатов двух параллельных определений.

Погрешность определяют, как указано в п. 1.5.

Результат считают удовлетворительным, если найденное значение погрешности не превышает 25—30 % с $P = 0,95$ при массовой концентрации фторидов 0,1—0,15 мг/дм³; 15% — при концентрации 0,2—0,5 мг/дм³ и 7% — при концентрации фторидов более 0,5 мг/дм³.

ТАБЛИЦА
пересчета рF в мг/дм³ фторидов

рF	мг/дм	рF	мг/дм ³	рF	мг/дм ³	рF	мг/дм ³	рF	мг/дм ³	рF	мг/дм ³	рF	мг/дм ³
5,28	0,10	4,86	0,26	4,54	0,55	4,22	1,15	3,90	2,39	3,58	4,99	3,26	10,45
5,24	0,11	4,84	0,27	4,52	0,57	4,20	1,20	3,88	2,50	3,56	5,23	3,24	10,93
5,20	0,12	4,82	0,28	4,50	0,60	4,18	1,26	3,86	2,62	3,54	5,47	3,22	11,46
5,16	0,13	4,80	0,29	4,48	0,63	4,16	1,31	3,84	2,76	3,52	5,74	3,20	11,99
5,13	0,14	4,78	0,32	4,46	0,66	4,14	1,38	3,82	2,87	3,50	6,00	3,18	12,56
5,10	0,15	4,76	0,33	4,44	0,69	4,12	1,44	3,80	2,90	3,48	6,29	3,16	13,15
5,07	0,16	4,74	0,35	4,42	0,72	4,10	1,51	3,78	3,15	3,46	6,59	3,14	13,78
5,04	0,17	4,72	0,36	4,40	0,76	4,08	1,58	3,76	3,31	3,44	6,89	3,12	14,42
5,02	0,18	4,70	0,38	4,38	0,79	4,06	1,65	3,74	3,46	3,42	7,22	3,10	15,09
5,00	0,19	4,68	0,40	4,36	0,83	4,04	1,73	3,72	3,63	3,40	7,56	3,08	15,81
4,98	0,20	4,66	0,42	4,34	0,87	4,02	1,81	3,70	3,80	3,38	7,92	3,06	16,55
4,96	0,21	4,64	0,44	4,32	0,92	4,00	1,90	3,68	3,97	3,36	8,30	3,04	17,33
4,94	0,22	4,62	0,46	4,30	0,95	3,98	2,00	3,66	4,16	3,34	8,68	3,02	18,15
4,92	0,23	4,60	0,48	4,28	1,00	3,96	2,09	3,64	4,35	3,32	9,10	3,00	19,00
4,90	0,24	4,58	0,50	4,26	1,05	3,94	2,19	3,62	4,56	3,30	9,52		
4,88	0,25	4,56	0,52	4,24	1,09	3,92	2,28	3,60	4,77	3,28	9,975		

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством жилищно-коммунального хозяйства РСФСР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 27.11.89 № 3473
3. ВЗАМЕН ГОСТ 4386 — 81
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 61—75	1.2, 3.2	ГОСТ 10652—73	3.2
ГОСТ 199—78	1.2, 3.2	ГОСТ 22280—76	3.2
ГОСТ 1770—74	1.2, 3.2	ГОСТ 24104—88	1.2
ГОСТ 2603—79	2.2	ГОСТ 24481—80	1.1.1, 2.1, 3.1
ГОСТ 3118—77	3.2	ГОСТ 25336—82	1.2, 3.2
ГОСТ 4233—77	3.2	ГОСТ 29227—91	1.2, 3.2
ГОСТ 4328—77	1.2	ТУ 6—08—487	3.2
ГОСТ 4463—76	1.2, 3.2	ТУ 6—09—4547—77	1.2
ГОСТ 5962—67	3.2	ТУ 6—09—4676—83	1.2
ГОСТ 6709—72	1.2, 3.2		

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12—94)
6. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2002 г.