

ГОСТ 4386—89

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## **ВОДА ПИТЬЕВАЯ**

### **МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИДОВ**

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
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  $0,04$  мг/дм<sup>3</sup> при объеме пробы  $25$  см<sup>3</sup>, диапазон измеряемых концентраций  $0,05—1,0$  мг/дм<sup>3</sup>);

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

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

**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/дм<sup>3</sup>, железа — не выше  $0,7$  мг/дм<sup>3</sup>.

**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<sup>3</sup>.**

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

**Издание официальное****Перепечатка воспрещена**© Издательство стандартов, 1990  
© ИПК Издательство стандартов, 2002

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, обеспечивающий 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 см<sup>3</sup>.

Цилиндры 1—50, 3—50 по ГОСТ 1770.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199.

Натрия гидроокись (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/см<sup>3</sup>*

0,2211 г фтористого натрия, высушенного предварительно при 105 °С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, 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 концентрации фторид-иона 0,01 мг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением основного раствора в 10 раз. 10,0 см<sup>3</sup> основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 концентрацией 0,0005 моль/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,1927 г ализаринкомплексона, смачивают его для лучшего растворения небольшим количеством (0,2—0,3 см<sup>3</sup>) раствора гидроокиси натрия концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>, приливают приблизительно 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 0,25 г уксус-

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

нокислого натрия и перемешивают до полного растворения реагента. Затем приливают небольшими порциями раствор соляной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> до рН ~ 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/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 0,2166 г шестиводного азотнокислого лантана, приливают 200—300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>, 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 см<sup>3</sup> помещают 105,0 г трехводного уксуснокислого натрия, приливают 300—400 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают, слегка нагревая, до полного растворения соли и переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>. Добавляют 100 см<sup>3</sup> ледяной уксусной кислоты, перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. рН раствора проверяют потенциометрически.

1.3.6. *Приготовление раствора гидроксида натрия концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>*

Раствор готовят из фиксаля.

1.3.8. *Приготовление раствора азотной кислоты концентрацией 1 моль/дм<sup>3</sup>*

Раствор готовят из фиксаля, разбавляя содержимое ампулы дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup>.

1.3.9. *Построение градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 и 2,5 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора фтористого натрия, что соответствует 0; 2; 5; 10; 15; 20 и 25 мкг фторид-иона или в расчете на 25 см<sup>3</sup> анализируемой пробы 0; 0,08; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,0 мг/дм<sup>3</sup> фторида. Добавляют в каждую колбу приблизительно 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, перемешивают и затем приливают последовательно по 6,5 см<sup>3</sup> раствора ализаринкомплексона, 1,5 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора и 5,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 25,0 см<sup>3</sup> анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 1,0 мг/дм<sup>3</sup>, то на анализ берут 10,0 см<sup>3</sup> или меньший объем), приливают последовательно 6,5 см<sup>3</sup> раствора ализаринкомплексона, 1,5 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 5,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>.

1.4.2. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 25,0 см<sup>3</sup> анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 1,0 мг/дм<sup>3</sup>, то берут 10,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$c = c_2 - c_1,$$

где  $c_1$  — концентрация фторидов в анализируемой пробе, мг/дм<sup>3</sup>;

$c_2$  — концентрация фторидов в анализируемой пробе с введенной добавкой, мг/дм<sup>3</sup>.

Погрешность определения ( $\Delta$ ) 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/дм<sup>3</sup>;

$c_0$  — действительная концентрация фторидов в введенной добавке, мг/дм<sup>3</sup>.

Результат считают удовлетворительным, если найденное значение погрешности не превышает 25—30 % с  $P = 0,95$  при массовой концентрации фторидов 0,05—0,15 мг/дм<sup>3</sup> и 7 % при концентрации 0,2 мг/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора, 35 см<sup>3</sup> раствора азотнокислого лантана, 45 см<sup>3</sup> раствора ализаринкомплексона и 77 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 0; 0,2; 0,5; 0,8; 1,2 и 1,5 см<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора фтористого натрия, что соответствует 0; 2; 5; 8; 12 и 15 мкг фторид-иона или в расчете на 25 см<sup>3</sup> анализируемой пробы 0; 0,08; 0,20; 0,32; 0,48; 0,60 мг/дм<sup>3</sup> фторида. Приливают приблизительно 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, затем вносят 25,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 25,0 см<sup>3</sup> анализируемой воды (если массовая концентрация фторидов больше 0,6 мг/дм<sup>3</sup>, берут меньшей объем), приливают 25,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> находят по градуировочному графику или по уравнению регрессии.

2.4.2. В мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 25,0 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> и железа — не более 40 мг/дм<sup>3</sup>.

#### 3.1. Метод отбора проб

Отбор проб — по ГОСТ 24481 и по п. 1.1 настоящего стандарта. Объем пробы 50—60 см<sup>3</sup>.

#### 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 см<sup>3</sup>.

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 концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>*

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 4,1990 г фтористого натрия, предварительно высушенного до постоянной массы при 105 °С, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки. Этот раствор имеет значение  $rF = 1$  (массовую концентрацию фторида 1,9 г/дм<sup>3</sup>). Раствор хранят в полиэтиленовом сосуде с плотно закрытой пробкой. Срок хранения 6 мес.

\* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

*3.3.2. Приготовление рабочих градуировочных растворов фтористого натрия концентрацией 0,01; 0,001; 0,0001 и 0,00001 моль/дм<sup>3</sup>*

Для приготовления 0,01 моль/дм<sup>3</sup> раствора фтористого натрия 10 см<sup>3</sup> основного градуировочного раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup> в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 2 (массовую концентрацию фторида 190 мг/дм<sup>3</sup>).

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

Для приготовления 0,0001 моль/дм<sup>3</sup> раствора фтористого натрия 10 см<sup>3</sup> 0,001 моль/дм<sup>3</sup> раствора разбавляют дистиллированной водой до 100 см<sup>3</sup> в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 4 (массовую концентрацию фторида 1,9 мг/дм<sup>3</sup>).

0,00001 моль/дм<sup>3</sup> раствор фтористого натрия готовят разбавлением 10 см<sup>3</sup> 0,0001 моль/дм<sup>3</sup> раствора до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой в мерной колбе. Этот раствор имеет значение рF = 5 (массовую концентрацию фторида 0,19 мг/дм<sup>3</sup>).

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/дм<sup>3</sup> и с массовой долей этанола 10 % (рН = 5,6 ± 0,2)*

В мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> помещают 142,88 г натрия лимоннокислого трехзамещенного, приливают 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, растворяют соль, добавляют 13,0 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> помещают 52,00 г уксуснокислого натрия, 29,20 г хлористого натрия, 3,00 г лимоннокислого натрия, 0,30 г трилона Б и 8 см<sup>3</sup> уксусной кислоты. Приливают 200 — 300 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup> в течение суток, а затем тщательно промыть дистиллированной водой. Когда работу с электродом проводят ежедневно, его хранят, погрузив в раствор фтористого натрия концентрацией 0,0001 моль/дм<sup>3</sup>. При длительных перерывах в работе электрод хранят в сухом состоянии.

*3.3.6. Построение градуировочного графика*

В стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> вливают 20,0 см<sup>3</sup> 0,00001 моль/дм<sup>3</sup> рабочего градуировочного раствора (рF = 5), помещают в раствор магнит от магнитной



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

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

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

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 pF не соблюдается, то фторидный электрод следует регенерировать вымачиванием в 0,001 моль/дм<sup>3</sup> растворе фтористого натрия в течение суток, а затем тщательно отмыть дистиллированной водой.

#### 3.4. Проведение анализа

3.4.1. В стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> цитратно-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 милливольтгах. По градуировочному графику находят значение pF анализируемой воды. Зная значение pF анализируемой воды, по таблице пересчета, приведенной в приложении, находят массовую концентрацию фторидов в мг/дм<sup>3</sup>.

3.4.2. В стакан вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают 20 см<sup>3</sup> 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. Обработка результатов

За окончательный результат анализа принимают среднearифметическое 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/дм<sup>3</sup>; 15 % при концентрации 0,2—0,5 мг/дм<sup>3</sup> и 7 % при концентрации фторидов более 0,5 мг/дм<sup>3</sup>.

*ПРИЛОЖЕНИЕ*  
*Обязательное*

**ТАБЛИЦА**  
**пересчета рF в мг/дм<sup>3</sup> фторидов**

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

## 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.