

Fluoridy

Standardizované metody stanovení

U.S. EPA Method 340.1 Fluoride, total (colorimetric, SPANDS with Bellack Distillation)

Matrice: pitné vody, povrchové vody, salinní vody a komunální a průmyslové odpady.

Rozsah metody: 0,1 – 1,4 mg/l, rozsah může být rozšířen až na 1 000 mg/l použitím ISE (metoda 340.2). Odstranění interferujících látek je provedeno destilací. Využívá se barevné změny (odbarvení) při reakci fluoridu se zirkonyl-SPADNS, které je závislé na koncentraci fluoridových iontů v roztoku.

Bellack E. (1958): Simplified fluoride distillation method. Journal of American Water Works Association. V.550, p.530.

U.S. EPA Method 340.2 Fluoride (potentiometric, ion selective electrode)

Matrice: pitné vody, povrchové vody, salinní vody a komunální a průmyslové odpady. Rozsah metody: 0,1 – 1 000 mg/l. Pro celkové i rozpuštěné fluoridy je vyžadována Bellackova destilace. Univerzální destilační systém Easy.dist pro stanovení fluoridů na principu Bellackovy destilace dodává firma WESTCO Scientific Instruments. Fluoridy jsou stanovovány pomocí ISE. Stanovení ruší extrémní pH a přítomnost polyvalentních kationtů: Si^{4+} , Fe^{3+} a Al^{3+} , které interferují v důsledku tvorby komplexů s fluoridy.

U.S. EPA Method 340.3 Fluoride (colorometric, automated complexone)

Matrice: pitné vody, povrchové vody, salinní vody a komunální a průmyslové odpady.

Rozsah metody: 0,05 – 1,5 mg F/l. Fluoridový ion reaguje s alizarin komplexonem za vzniku červeného chelátu. Stanovení ruší hliník, který vytváří extrémně stabilní fluorokomplexy $(\text{AlF}_6)^{3-}$. Tento vliv je odstraněn úpravou s 8-hydroxychinolinem, který vytváří komplex s hliníkem a následně je vyextrahován chloroformem. Stanovení neruší obsah Al pod 0,2 mg/l.

ASTM D Standard Test Methods for fluoride ion in Water

Publikováno: 2004. *V metodě není explicitně uvedeno, že ji lze použít i pro půdy nebo sediment. Neobsahuje informaci o přípravě vzorku půdy nebo sedimentu pro analýzu.*

Metoda stanovení A – po destilaci se fluoridy stanoví ISE, rozsah 0,1 – 2,6 mg F/l.

Metoda stanovení B – bez destilace, ISE není ovlivňována ionty, které interferují při kolorimetrických metodách. Metoda se SPADNS se nedoporučuje.

Methods for determination of inorganic substances in water and fluvial sediments.

Editors: Fishman J. Marvin, Friedman Linda C. (1989) third edition. Book 5, Laboratory analysis. Techniques of Water - resources Investigation of the United States Geological Survey. USGS. (usgs.gov).

USGS stejně jako metoda U.S. EPA popisuje možnost stanovení celkových fluoridů ve vodách a sedimentech. Fluoridy ze sedimentu extrahuje vodou, protřepe (30 minut) a destiluje. Navážka se optimalizuje podle koncentračního rozsahu použité metody. USGS používá následující metody:

- Fluoride, coulometric, zirconium – erichrome cyanine R,
- Fluoride, electrometric, ion-selective electrode,
- Fluoride, electrometric, ionselective electrode – automated segment flow,
- Fluoride, ion exchange chromatographic, automated.

Nestandardizované metody stanovení

Plüger and G.H. Friedrich (1972): Determination of total and cold-extractable fluoride in soils and stream sediments with an ion-selective fluoride electrode. pp. 421-427. Proceedings of the Fourth International Geochemical Exploration Symposium, London.

Fluoridy jsou extrahovány ve 2 stupňové extrakci. Nejprve je vzorek na vzduchu vysušené půdy (500 mg) vytřepáván s 20 ml 0,05M H₂SO₄ po dobu 15 minut. Následně se přidá 20 ml 0,01M NaOH a třepe se dalších 15 minut. Možné rušivé vlivy Al, Si a Fe se redukuje přidáním 5 ml 3M NaOAc (octanu sodného) a 10 ml 0,05M citrátu sodného. Fluoridy jsou měřeny iontově selektivní elektrodou za konstantních podmínek (míchání a teplota).

Saha J., Kundus S. (2003): Determination of fluoride in soil water extract through ion chromatography. Communications in soil science and plant analysis, V.34, 181-188.

Vodorozpustné fluoridy se v půdách stanovují titračně, kolorimetricky a ISE, poměrně zřídka se používá iontová chromatografie. Použití iontové chromatografie pro stanovení fluoridů je omezeno, neboť ve výluhu z půd se velmi často objevují acetáty, které během separace elují podobně jako fluoridy a dále se v koloně zachytává řada polyvalentních kationtů, které zvyšují pozadí. Autoři se pokusili o standardizaci podmínek pro iontovou chromatografii. Analytická kolona IonPac AS4A-SC, kolona IonPas AG4A-SC. Obsah fluoridů je závislý na pH, klesá se zvyšující se aciditou.