

ICS 点击此处添加 ICS 号

CCS 点击此处添加 CCS 号

宁夏回族自治区团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

盐酸中氟离子含量测定 离子色谱法

Determination of fluoride ion content in hydrochloric acid-Ion chromatography

(送审稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由宁夏计量质量检验检测研究院提出。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院（国家煤化工产业计量测试中心）、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：

盐酸中氟离子含量测定 离子色谱法

警告：本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此使用者在使用本标准前，应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定采用离子色谱法测定盐酸中氟离子含量的试验方法。
本标准中氟离子的测定范围为0.01~2.00 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

3 方法原理

样品溶液进入以离子交换树脂为固定相的离子交换色谱柱时，用适宜的淋洗液进行洗脱，离子交换树脂上的活性交换基团会与试液中的离子及流动相中的淋洗液离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动，试液中的阴离子与树脂交换基团持续发生交换、洗脱、再交换、再洗脱的循环过程，被测阴离子依据其在色谱柱上保留特性的差异实现分离，最终被淋洗液携带至检测器，对组分离子进行定性及定量分析。

4 试剂和材料

本方法所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的一级水。

- 4.1 氟气：纯度达到 99.99%（体积分数）以上。
- 4.2 水中氟标准溶液：1000 mg·L⁻¹，有证标准物质。
- 4.3 氟离子标准使用液：100 mg/L。移取 1000 mg·L⁻¹水中氟标准溶液 10 mL（4.2），转移至 100 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀，备用。
- 4.4 标准工作溶液：移取适量的 100 mg/L 氟离子标准使用液（4.3），用水配制成 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L 的标准工作溶液。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平：精确至 0.0001 g。
- 5.2 离子色谱仪（型号：DIONEX AQUION RFIC）。
- 5.3 超声波清洗器（型号：AS3120）。
- 5.4 一次性针筒微膜过滤器：孔径 0.45 μm。
- 5.5 容量瓶：聚丙烯材质，各种规格。
- 5.6 一次性注射器：1 mL-10 mL。
- 5.7 移液枪。

6 实验步骤

6.1 样品处理

用移液管移取5 mL盐酸样品，置于内装20 mL水并已称量（精确至0.0001 g）的100 mL容量瓶中，混匀并称量（精确至0.0001 g），用水稀释至刻度，摇匀。不加样品采用相同条件做空白试验。

若试样中氟离子含量较高，可将试样用水做适当稀释后进行测定。

6.2 测定

6.2.1 仪器工作条件

6.2.1.1 淋洗液：去离子水，电导率(25 ℃) > 18 MΩ · cm，超声波脱气处理。

6.2.1.2 流速：1.0 mL/min。

6.2.1.3 柱温：30 ℃。

6.2.1.4 抑制器：电解连续再生微膜抑制器。

6.2.1.5 进样体积：25 μL。

6.2.2 工作曲线绘制

取6只100 mL容量瓶，按表1分别加入氟离子标准使用液，用水定容至刻度，摇匀。将仪器调节仪器至最佳工作状态，按顺序从低到高测定标准系列工作溶液中氟离子的峰高或峰面积。以氟离子质量浓度（mg/L）为横坐标，对应氟离子标准溶液峰高或峰面积为纵坐标绘制标准曲线，计算出线性相关系数 r （ $r \geq 0.999$ ）。此参考条件下的氟离子标准溶液色谱图见附录A。

表1 氟离子标准溶液质量浓度

| 阴离子 | 氟离子标准使用液浓度 (mg/L) | 氟离子标准使用液的体积 (mL) | 对应氟离子的浓度 (mg/L) |
|----------------|-------------------|------------------|-----------------|
| F ⁻ | 100 | 0.00 | 0.00 |
| | | 0.01 | 0.01 |
| | | 0.05 | 0.05 |
| | | 1.00 | 1.00 |
| | | 1.50 | 1.50 |
| | | 2.00 | 2.00 |

6.2.3 试样溶液的测定

将6.1的待测空白溶液和待测样品溶液用一次性针筒微膜过滤器0.45 μm过滤样品。在与分析工作曲线溶液相同的测试条件下，对试样进行分析测定，根据峰高或峰面积，由工作曲线确定氟离子的质量浓度（mg/L）。

7 计算结果

样品中的氟离子含量以质量分数 x 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$x = \frac{(C - C_0) V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1.)$$

式中：

c —从工作曲线上查得试样溶液中氟离子的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 —从工作曲线上查得空白溶液中氟离子的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

v —被测溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m —试料的质量的数值，单位为克（g）；

取2次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

8 允许差

平行测定结果的相对偏差应不大于1%。
