



中华人民共和国国家标准

GB/T 16030—1995

车间空气中氟化氢及氟化物的 离子选择电极测定方法

Workplace air—Determination of hydrogen fluoride and fluorides
—Ion selective electrode method

1996-01-23 发布

1996-07-01 实施

国家技术监督局
中华人民共和国卫生部

发布

度。此溶液 1 mL=100 μgF ；贮存于聚乙烯瓶中，临用前用水稀释成 1 mL=10 μgF 的标准溶液。

5 采样

5.1 浸制滤纸：将超细玻璃纤维滤纸剪成直径为 40 mm 的小圆片，用镊子夹住，顺序在 3 杯浸渍液（4.1）中浸渍，每次 2~3 s，取出稍稍沥干，然后放在大滤纸上，于 60~80℃ 下烘干备用（注意切勿烤焦，否则将影响滤纸含氟空白值）。

5.2 采样：将两张浸渍过的滤纸于采样夹中夹紧，以 15 L/min 的速度抽取空气 75 L。

6 分析步骤

6.1 对照试验：将装有滤纸采样夹带往现场，但不采样（数量为样品总数的 1/10，样品总数少于 10 时用 1 片），再带回实验室按样品同样分析。

6.2 样品处理：将采样后的前后两张滤纸分别置于两个塑料烧杯中，各加入 16 mL 盐酸（4.2）及 2 mL 水，用玻棒将滤纸捣碎，放入一根铁芯塑料套搅拌子，于磁力搅拌器上搅拌 3~5 min；此时滤纸已被打成纸浆。

6.3 标准曲线的绘制：取 8 个烧杯，各加入 1 片浸制过的滤纸，按下表配制标准系列，然后与样品同样地搅拌，向各杯中加入 1.3 mL 氢氧化铵（4.3）及 2~3 滴指示剂（4.4），在搅拌下继续用盐酸（4.2）及氢氧化铵（4.3）调节溶液 pH 值至指示剂变为蓝绿色。

氟标准管的配制

管 号	0	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$), mL	0	0.10	0.20	0.50	1.0			
标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$), mL						0.20	0.50	1.0
水, mL	2.0	1.90	1.80	1.50	1.0	1.80	1.50	1.0
氟含量, μg	0	1	2	5	10	20	50	100

加入 5 mL 总离子强度缓冲液（4.5），插入氟电极及饱和甘汞电极，继续搅拌 4~5 min，停止后测量溶液的电位（mV）值。再搅拌 1~2 min，停止，再读电位值，至读数不变为止。

用半对数坐标纸以等距离坐标表示电位（mV）值，对数坐标表示氟离子含量，绘制标准曲线（或用对数曲线回归法求得回归方程）。

6.4 将处理后的样品纸浆混悬液与标准系列同样地加入氢氧化铵中和并调节 pH 值；然后加入总离子强度缓冲液，插入电极测定其电位（mV）值。根据样品溶液的电位值，从曲线（或回归方程）上求得溶液中的氟离子含量。

7 计算

7.1 按式（1）计算出标准状况下的样品体积：

$$V_0 = V \times \frac{273}{273 + t} \times \frac{p}{101.3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： V_0 ——标准状况下的样品体积，L；

V ——采样体积，L；

t ——采样现场的空气温度，℃；

p ——采样现场的大气压力，kPa。

7.2 按式（2）计算空气中总氟化物的浓度：

$$X = \frac{C_1 + C_2}{V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——空气中总氟化物(换算成F)的浓度， mg/m^3 ；

C_1, C_2 ——分别为前、后两张滤纸上的氟含量， μg ；

V_0 ——标准状况下的样品体积，L。

8 说明

8.1 本法测定溶液中氟离子的检测限为 $1 \mu\text{g}/25 \text{ mL}$ 。用以测定空气中的氟，当采样体积为 150 L 时，制成 25 mL 溶液，则对空气的最低检测浓度为 $0.0067 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。溶液中的检测上限较下限高出 3~4 个数量级。当溶液中氟离子浓度为 $5.0 \text{ mg}/\text{L}$ 时，本法的变异系数为 4.56%。

8.2 串叠两张滤纸采样，其总采样效率为 96%。

8.3 样品采集后一周内分析结果无明显差异。空气中的氟以尘粒状为主时，则采样后应将滤纸的采样面朝里折成扇形，再置纸袋内携回实验室。

8.4 浸制滤纸时，一般用 250 mL 烧杯内盛 200 mL 浸渍液，共三杯；每浸一张后，在杯边碰触并保持数秒钟以稍沥干，再于第二、三杯同样操作。每浸渍 200 张滤纸后，第一杯浸渍液尽管尚未用完，亦应弃去（因其中已含有一定量的氟离子），而将第二、三杯顺序改为第一、二杯，并另取 200 mL 洁净的浸渍液作为第三杯，继续浸制。按上法处置才能保证每张滤纸的空白值不超过一定的限度。浸制好的滤纸要用塑料或牛皮纸袋妥为封存，临用时取出，否则亦易吸收空气中的氟而被污染。每批滤纸浸制后，应随机抽取 6~8 张测定其空白值，其限值应处于 $0.2 \pm 0.05 \mu\text{gF}$ 以内；否则空白值波动过大将影响测定结果的准确性。

8.5 氟电极在高浓度下响应迅速，效果良好；但在低浓度时响应时间延长。一般于氟离子浓度为 $0.1 \sim 0.2 \text{ mg}/\text{L}$ 时，响应时间为 3~5 min； $0.5 \text{ mg}/\text{L}$ 以上时为 1~3 min。根据这一情况掌握搅拌时间；于测得一次读数后，再搅拌 1~2 min 并再读一次结果即可。

8.6 被测溶液的 pH 值如超出 5~8 范围，可能导致很大的误差；在大批样品的测试中，注意调节 pH 值是很重要的。

8.7 温度对电极电位值亦有影响；在实际工作中，样品溶液与绘制标准曲线时的溶液温度若有较大差异，应重做标准曲线。

8.8 绝大多数阴离子对测定没有干扰；只有铁、铝等阳离子干扰氟的测定。柠檬酸是铁、铝的良好的掩蔽剂。对于空气监测来说，没有必要选用其他更好的特种掩蔽剂。

附加说明：

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由湖南省劳动卫生职业病防治研究所负责起草。

本标准主要起草人张肇平。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责解释。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
车间空气中氟化氢及氟化物的
离子选择电极测定方法

GB/T 16030—1995

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1996年9月第一版 1996年9月第一次印刷
印数 1—2 500

*

书号: 155066·1-12942 定价 8.00 元

*

标 目 294—39



GB/T 16030—1995