

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 743—2010

---

### 电解铝净化系统中气氟的测定 碱滤纸·氟离子选择性电极法

**Determination of gaseous fluoride in purification system for  
electrolyzed aluminium by alkali-paper sampling and  
fluorine ion-selective electrode analysis**

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：中国铝业股份有限公司河南分公司。

本标准参加起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、南山铝业股份有限公司。

本标准主要起草人：李春潮、张育新、牛利民、胡颖、陈泓钧、薛宁、罗梅、海胜利。

# 电解铝净化系统中气氟的测定

## 碱滤纸·氟离子选择性电极法

**警告**——使用本标准的人员应有正规现场采样和实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了电解铝净化系统中气态氟化物浓度的测定方法。

本标准适用于电解铝净化系统中气态氟化物浓度的测定,测定范围:0.1 mg/m<sup>3</sup>~500 mg/m<sup>3</sup>。

本标准也适用于其他污染源中气态氟化物浓度的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

GB 25465 铝工业污染物排放标准

### 3 定义

下列定义适用于本文件。

#### 3.1

**气氟** gaseous fluoride

电解铝净化系统排放出的,经过除尘后的废气中的氟化物。

#### 3.2

**碱滤纸** alkali-paper

用氢氧化钠溶液浸泡过的滤纸。

### 4 方法提要

按照气态污染物采样方法,使用碱滤纸为吸附介质采集气氟。用水浸溶碱滤纸制备成试液,在总离子强度缓冲溶液体系中,以氟离子选择电极测定其电极电位,求得气氟浓度。

### 5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氟化钠(NaF),优级纯。

5.2 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

5.3 盐酸(1.0 mol/L)。

5.4 氢氧化钠溶液(1.0 mol/L)。

5.5 总离子强度缓冲液:称取 59.0 g 柠檬酸钠和 20.0 g 硝酸钾,置于 1 000 mL 烧杯中,加 300 mL 水溶解,加溴甲酚绿指示剂 1 mL(5.9),用盐酸(5.2)(约 11 mL)调节至溶液刚变为蓝绿色为止,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此时溶液 pH 为 5.5(也可在酸度计上,用盐酸、氢氧化钠溶液调节至 pH 为 5.5)。

5.6 氟标准贮存溶液:称取 0.221 0 g 氟化钠(5.1)(经 110 °C±5 °C 烘干 2 h 后,放在干燥器中冷却至室温),溶解于水,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,移入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 中含氟 1 000 μg。

5.7 氟标准溶液 A:移取 10.00 mL 氟标准贮存溶液(5.6)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 中含氟 100 μg。用时现配。

5.8 氟标准溶液 B:移取 10.00 mL 氟标准溶液 A(5.7)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 中含氟 10 μg。用时现配。

5.9 溴甲酚绿指示剂:称取 0.1 g 溴甲酚绿,用 25 mL 无水乙醇溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.10 碱滤纸(φ70 mm):用镊子夹住快速定量滤纸,在氢氧化钠溶液(5.4)中浸渍 2 s,稍稍沥干,放在大张滤纸上,于 50 °C~60 °C 下烘干约 2 h。

5.11 滤纸夹:尼龙塑料材质,滤料直径为 70 mm,装配图及剖面图如图 1 所示。

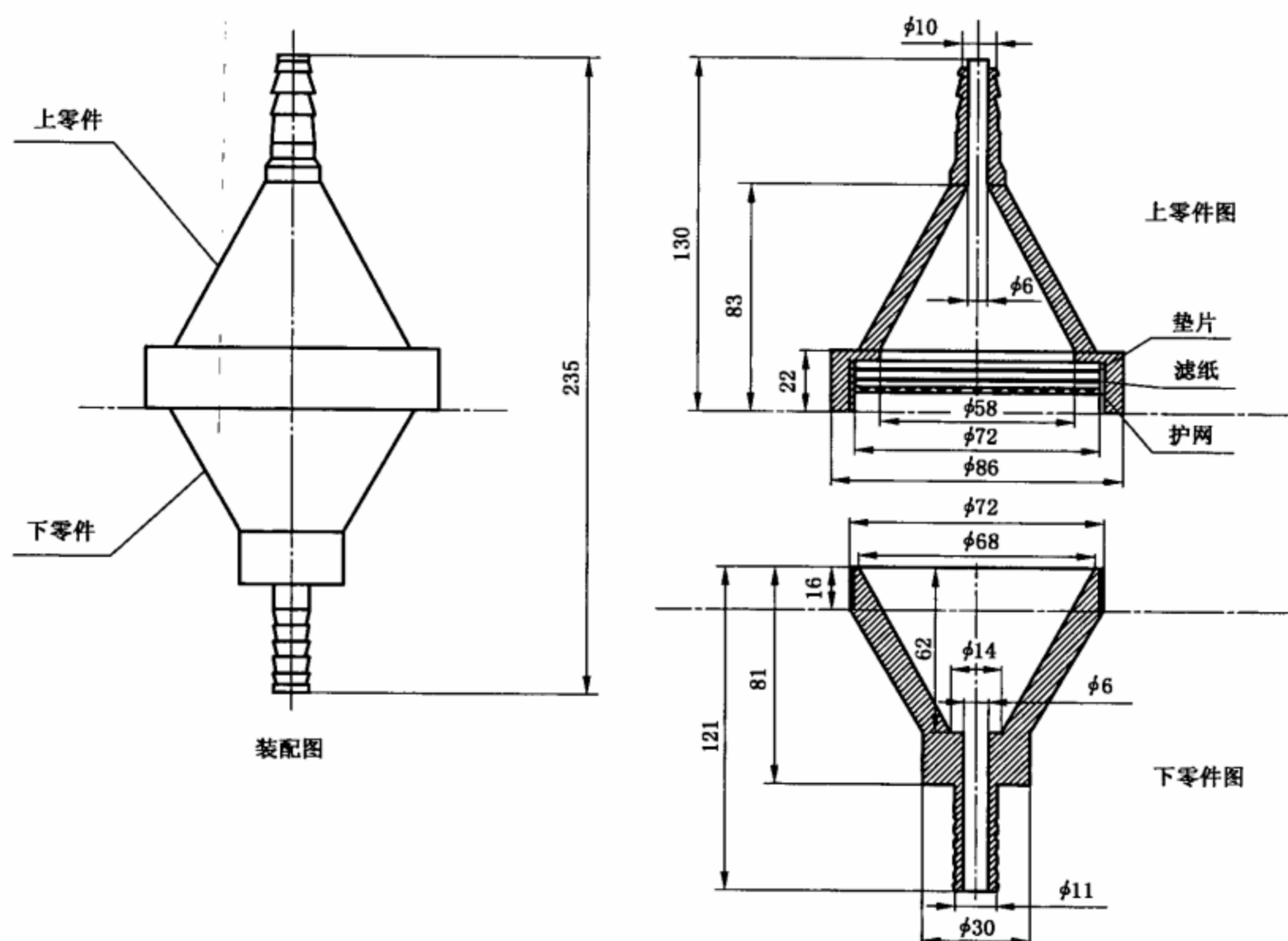


图 1 滤纸夹的装配图(左)及剖面图(右)

## 6 仪器

烟尘采样器。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

#### 7.1.1 试料的采集

电解铝净化系统中粉尘和氟共存,采用烟尘采样方法进行等速采样,在采样管上装上采尘滤筒,在采样管的出口串联两个装有双层碱滤纸的滤纸夹,分别捕集粉尘和氟。采样流量选择 10 L/min~30 L/min,采样体积可根据氟浓度按表 1 确定。采样管与滤纸夹之间用聚四氟乙烯管(也可使用聚乙烯管和橡胶管)连接,并尽量短。其余涉及到的采样点数目、采样点位设置及采样步骤按 GB/T 16157 有关规定进行。采样频次和时间按 GB 25465 有关规定进行。

表 1

氟浓度/(mg/m <sup>3</sup> )	0.1~1	>1~10	>10~100	>100~500
采气量/L	500~1 000	200~500	100~200	50~100
试液体积/mL	250			
移取试液体积(mL)	40	40	10	5

#### 7.1.2 试料的保存

采样结束后,用干净镊子将四张碱滤纸取出,对折放入同一个塑料袋(盒)中作为一个样品,密封好,同时做好采样记录和样品编号记录。把样品带回实验室,贮存在空干燥器中。

### 7.2 空白试验

用四张碱滤纸,除不进行采样外,随同试料的采样、保存、测定的全过程做空白试验。

### 7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)的四张碱滤纸一起剪碎放入 100 mL 塑料烧杯中,加入约 70 mL 水,放入 1 个塑料包裹的搅拌子,于磁力搅拌器上搅拌 10 min~20 min,将滤纸打成浆状,转移并过滤入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.3.2 按表 1 要求移取试液(7.3.1)于 50 mL 容量瓶中,加水约至体积 40 mL,加入 2~3 滴溴甲酚绿指示剂(5.9),用盐酸(5.3)和氢氧化钠溶液(5.4)调节溶液呈蓝绿色,加入 5 mL 总离子强度缓冲液(5.5),用水稀释至刻度,摇匀。

7.3.3 将部分试液(7.3.2)转入 50 mL 塑料烧杯中,置于磁力搅拌器上,插入氟电极和甘汞电极,搅拌 5 min,静置 2 min,读取毫伏数。从工作曲线上查出相应的氟量。

#### 7.3.4 空白测定

按 7.3.1 步骤制备空白溶液。移取与试液等体积的空白溶液于 50 mL 容量瓶中,加入 0.50 mL 氟标准溶液 B(5.8),加水约至体积 40 mL,以下按 7.3.2 和 7.3.3 进行。从工作曲线上查出相应的氟量减去 5 μg 即为空白值。

### 7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 于一组 50 mL 容量瓶中,依次分别加入 0.50、1.00、2.00、5.00 mL 氟标准溶液 B(5.8)和 1.00、

2.00、10.00 mL 氟标准溶液 A(5.7),加水约至体积 40 mL,以下按 7.3.2 进行。

7.4.2 将部分系列标准溶液(7.4.1)转入 50 mL 塑料烧杯中,置于磁力搅拌器上,插入氟电极和甘汞电极,搅拌 5 min,静置 2 min,读取毫伏数。在半对数坐标纸,以等距离坐标表示毫伏数,对数坐标表示氟含量( $\mu\text{g}$ ),绘制工作曲线。或将氟含量取对数后,用最小二乘法取得回归方程式。

注:电极的实际斜率:温度在 20  $^{\circ}\text{C}$ ~25  $^{\circ}\text{C}$ ,氟离子浓度每改变 10 倍,电极电位变化 58 mV $\pm$ 2 mV。

## 8 分析结果的计算

氟的质量浓度  $\rho_F$ ,数值以  $\text{mg}/\text{m}^3$  表示,按公式(1)计算:

$$\rho_F(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{m_1 - m_0}{V_{\text{nd}} \times V_1/V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $m_1$  ——试液测量值从工作曲线上查得的氟量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $m_0$  ——空白溶液测量值从工作曲线上查得的氟量减去 5  $\mu\text{g}$ ,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $V$  ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$  ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- $V_{\text{nd}}$  ——标准状态下的采样体积,单位为升(L)。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按以下数据采用线性内插法求得:

表 2 重复性限

$\rho_F/(\text{mg}/\text{m}^3)$	0.06	0.20	2.50	5.00	50.0	200	800
$r/(\text{mg}/\text{m}^3)$	0.02	0.03	0.26	0.31	2.5	13	29

### 9.2 允许差

实验室内分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 允许差

$\rho_F/(\text{mg}/\text{m}^3)$	允许差/ $(\text{mg}/\text{m}^3)$
0.10~1.00	0.04
>1.00~10.0	0.40
>10.0~100	3.5
>100~500	20

## 10 质量保证和控制

检验时,应用加标回收试验进行校核。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

---

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
电解铝净化系统中气氛的测定  
碱滤纸·氟离子选择性电极法  
YS/T 743—2010

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字  
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-21469 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



YS/T 743-2010

打印日期: 2011年2月12日 F009