



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3911—2014

---

## 建筑用砂石中水溶性氟离子含量的测定 离子色谱法

Determination of water soluble fluorine in building sands—  
Ion chromatography

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王振坤、靳宏、臧世阳、王素梅、胡德新、莫宇清。

## 建筑用砂石中水溶性氟离子含量的测定 离子色谱法

### 1 范围

本标准规定了建筑用砂石中水溶性氟离子含量的离子色谱测定方法。

本标准适用于建筑用砂石中水溶性氟离子含量的测定,方法适用范围为 2.00 mg/kg~200 mg/kg。

### 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 2007.2 散装矿产品取样、制样通则

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(ISO 5725-2:1994, IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法提要

试样直接用水浸泡,超声萃取,其中的水溶性氟离子溶于水中,用离子色谱法测定。以保留时间定性,以外标法进行定量。

### 4 试剂和材料

4.1 水:符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 氟离子标准储备溶液(1 000 mg/L):购买有证标准物质。

4.3 氟离子标准工作溶液(100 mg/L):分取氟离子标准储备溶液(4.2)10.00 mL于100 mL容量瓶(5.9)中,用水稀释至刻度,混匀。

### 5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:配电导检测器。

5.2 离心机:具备控温功能,转速不小于 9 000 r/min。

5.3 分析天平:感量 1 mg。

5.4 超声清洗仪:功率不小于 500 W。

5.5 IC-RP 柱和 IC-Na 柱。

5.6 尼龙滤膜:0.22  $\mu\text{m}$ 。

5.7 注射器:5 mL。

5.8 钢铁容量瓶:50 mL。

5.9 PP 容量瓶:100 mL。

5.10 PP 离心管:50 mL。

## 6 试样制备

按照 GB/T 2007.2 制备试样,并将试样置于密闭塑料容器保存,防止污染。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 5 g 试样,准确至 1 mg。

### 7.2 样品处理

将试料(7.1)放入 50 mL 钢铁容量瓶(5.8)中,加入少量水润湿,摇匀,加入 25 mL 水,放入超声清洗仪(5.4)中于 70 ℃ 萃取 10 min。将钢铁容量瓶(5.8)取出冷却至室温,加水定容后,摇匀,静置 10 min,将上清液转移至离心管(5.10),置于离心机(5.2)中,以 9 000 r/min 的转速离心 5 min,取上层清液依次过 IC-RP 柱和 IC-Na 柱(5.5)和尼龙滤膜(5.6),滤液待测。

### 7.3 色谱分析条件

参考色谱条件参见附录 A。

### 7.4 标准工作曲线的绘制

分别准确移取 100 mg/L 氟离子标准工作溶液(4.3)0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 于一组 100 mL PP 容量瓶(5.9)中,用水(4.1)稀释至刻度,混匀,进离子色谱仪测定。以氟离子质量浓度(mg/L)为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。典型离子色谱图参见附录 B。

### 7.5 结果计算

按式(1)计算试样中水溶性氟离子含量  $X$ 。

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$  ——试样中水溶性氟离子含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$\rho$  ——试液中氟离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$  ——空白溶液中氟离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$  ——试液体积,单位为毫升(mL);

$f$  ——试液稀释倍数;

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

对同一试样,至少独立测定两次,取其平均值。分析结果保留 3 位有效数字。

### 7.6 空白试验

除不加试样外,均按上述测定条件和步骤进行。

8 方法精密度

由 8 个实验室对 3 个水平的试样进行方法精密度试验,按照 GB/T 6379.2 进行统计,结果见表 1。

表 1 方法精密度 单位为毫克每千克

水平范围	重复性限 $r$	再现性限 $R$
2.00~200	$0.279+0.060X$	$0.270\times X^{0.882}$
注: $X$ 为两次测定结果的平均值。		

SN/T 3911—2014

附 录 A  
(资料性附录)  
参考色谱条件

- A.1 色谱柱:选用高容量的 IonPac® AS19-HC 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 IonPac® AG19-HC 型保护柱(4 mm×50 mm),或选用性能相当的高容量阴离子分离柱。
- A.2 柱温箱温度:35 ℃。
- A.3 淋洗液:30 mmol/L 的氢氧化钾溶液。
- A.4 抑制器:ASRS® 3 004 mm 阴离子抑制器,抑制电流 87 mA,或选用其他性能相当的抑制器。
- A.5 淋洗液流速:1.0 mL/min。
- A.6 进样体积:50 μL。

附 录 B  
(资料性附录)  
氟离子标准溶液离子色谱图

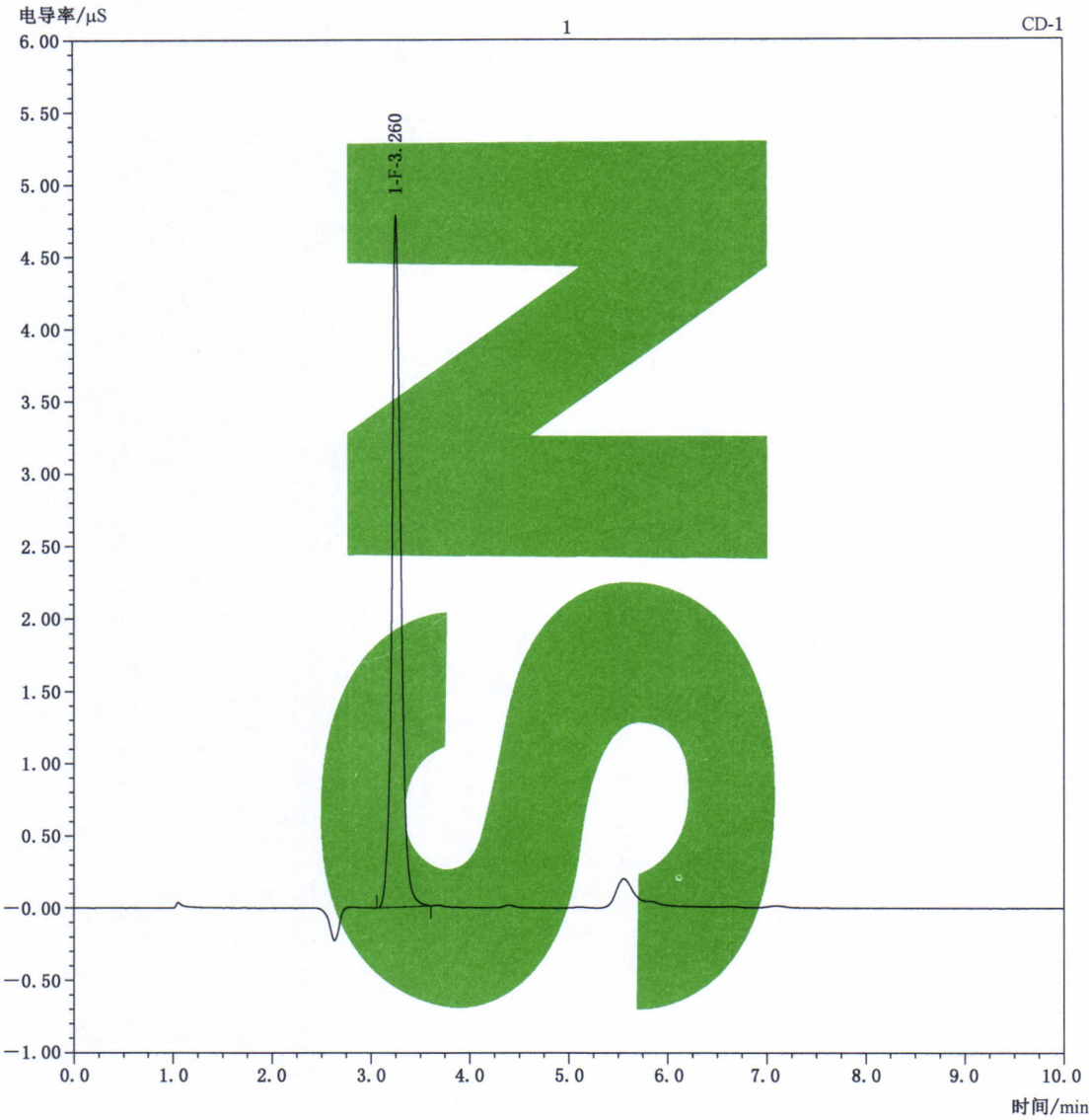


图 B.1 1.0 mg/L 氟离子标准溶液在 Dionex IonPac® AS19-HC 柱上的标准色谱图