



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33920—2017

---

## 柔性石墨板试验方法

Test method for flexible graphite sheets

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 目 次

|                  |    |
|------------------|----|
| 前言 .....         | Ⅲ  |
| 1 范围 .....       | 1  |
| 2 试样及其制备 .....   | 1  |
| 3 灰分的测定 .....    | 1  |
| 4 固定碳含量的测定 ..... | 2  |
| 5 热失重的测定 .....   | 3  |
| 6 硫含量的测定 .....   | 4  |
| 7 氯含量的测定 .....   | 7  |
| 8 氟含量的测定 .....   | 9  |
| 9 试验报告 .....     | 12 |



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国填料与静密封标准化技术委员会(SAC/TC 350)归口。

本标准主要起草单位：合肥通用机械研究院、合肥通用机电产品检测院有限公司、宁波天生密封件有限公司。

本标准主要起草人：吴素云、熊微、励行根、王培洲。

# 柔性石墨板试验方法

警告——使用本标准第6章、第7章和第8章的人员应有正规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律、法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了测定柔性石墨板灰分、固定碳含量、热失重、硫含量、氯含量和氟含量的仪器和设备、试剂和材料、试样、试验步骤及试验结果和计算等。

本标准适用于柔性石墨板灰分、固定碳含量、热失重、硫含量、氯含量和氟含量的测定,硫含量测定范围为 $50\ \mu\text{g/g}\sim 10\ 000\ \mu\text{g/g}$ ,氯含量测定范围为 $1\ \mu\text{g/g}\sim 100\ \mu\text{g/g}$ ,氟含量测定范围为 $1\ \mu\text{g/g}\sim 1\ 000\ \mu\text{g/g}$ 。

## 2 试样及其制备

2.1 待检样品表面应清洁,无油污。

2.2 取检验项目检验足够用量的样品,沿样品对角线方向等距取三块大小相同的方形试样,用四分法均分成两份,一份作为试样,另一份作为保留样。

2.3 将试样用不锈钢剪刀剪成碎片(不大于 $3\ \text{mm}$ )。用于热失重测定的试样,剪碎后过32目筛,去掉筛下物。试样在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱干燥 $1\ \text{h}$ 后,取出,放入干燥器中冷却备用。

## 3 灰分的测定

### 3.1 原理

将干燥试样在规定温度下灼烧至恒重,其残余质量与试样质量的比率即为灰分。

### 3.2 仪器和设备

3.2.1 箱式电阻炉。

3.2.2 分析天平:感量 $0.1\ \text{mg}$ 。

3.2.3 干燥器。

3.2.4 瓷舟。

### 3.3 试验步骤

3.3.1 称取 $1\ \text{g}\sim 1.2\ \text{g}$ 试样,精确至 $0.2\ \text{mg}$ ,平铺于预先在 $800\ ^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的瓷舟中,将瓷舟置入 $800\ ^\circ\text{C}\sim 850\ ^\circ\text{C}$ 的箱式电阻炉内,关闭炉门(不宜关严),灼烧至无黑色斑点为止。

3.3.2 从炉内取出,冷却 $5\ \text{min}\sim 10\ \text{min}$ ,移入干燥器中冷却至室温,称重,精确至 $0.2\ \text{mg}$ 。

3.3.3 将瓷舟再次置入箱式电阻炉中,继续灼烧 $30\ \text{min}$ ,重复3.3.2步骤。如此重复进行,直至连续两次称量值的差小于 $0.5\ \text{mg}$ 为止。用最后一次称量值进行计算。

### 3.4 试验结果和计算

#### 3.4.1 灰分按式(1)计算:

$$w_a = \frac{m_1 - m}{m_0 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w_a$  ——灰分, %;

$m_1$  ——灼烧后试样与瓷舟总质量, 单位为克(g);

$m$  ——瓷舟质量, 单位为克(g);

$m_0$  ——灼烧前试样与瓷舟总质量, 单位为克(g)。

#### 3.4.2 试验结果取两个平行测定值的算术平均值, 保留三位有效数字。

### 3.5 允许误差

平行试验的允许误差不得超过表 1 规定, 否则应重新试验。

表 1

| 灰分/%   | 允许误差/% |
|--------|--------|
| ≤0.5   | 0.05   |
| >0.5~1 | 0.10   |
| ≥1     | 0.20   |

## 4 固定碳含量的测定

### 4.1 原理

分别测定试样的灰分和规定温度、规定时间内的挥发分, 用差减法计算出固定碳的百分含量。

### 4.2 灰分的测定

灰分的测定按第 3 章。

### 4.3 挥发分的测定

#### 4.3.1 仪器和设备

4.3.1.1 箱式电阻炉。

4.3.1.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

4.3.1.3 双盖瓷坩埚。

4.3.1.4 坩埚架。

4.3.1.5 干燥器。

#### 4.3.2 试验步骤

称取 1 g~1.2 g 试样, 精确至 0.2 mg, 平铺于预先在 800 °C 灼烧至恒重的双盖瓷坩埚中, 盖上坩埚。将坩埚置于坩埚架上, 迅速送入(400±10)°C 箱式电阻炉中。当坩埚架接触炉膛时, 开始计时, 同时关严炉门。灼烧 10 min, 取出, 冷却 1 min~2 min, 移入干燥器中冷却至室温, 称重, 精确至 0.2 mg。试样放

入炉中后,在 3 min 内炉温应升到规定温度,否则试验无效。

### 4.3.3 挥发分的计算

#### 4.3.3.1 挥发分按式(2)计算:

$$w_v = \frac{m_0 - m_1}{m_0 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$w_v$  ——挥发分, %;

$m_0$  ——灼烧前坩埚与试样总质量,单位为克(g);

$m_1$  ——灼烧后坩埚与试样总质量,单位为克(g);

$m$  ——坩埚质量,单位为克(g)。

#### 4.3.3.2 试验结果取两个平行测定值的算术平均值,保留三位有效数字。

#### 4.3.3.3 允许误差:

平行试验的允许误差不得超过表 2 规定,否则应重新试验。

表 2

| 挥发分/% | 允许误差/% |
|-------|--------|
| ≤0.5  | 0.05   |
| >0.5  | 0.10   |

### 4.4 固定碳含量的计算

#### 4.4.1 固定碳含量按式(3)计算:

$$w_c = 100 - (w_v + w_a) \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$w_c$  ——固定碳含量, %;

$w_v$  ——挥发分, %;

$w_a$  ——灰分, %。

#### 4.4.2 固定碳含量计算值取三位有效数字。

## 5 热失重的测定

### 5.1 原理



将干燥试样在规定温度下灼烧规定时间,失去的质量与试样质量的比率即为热失重。

### 5.2 仪器和设备

#### 5.2.1 箱式电阻炉。

#### 5.2.2 分析天平:感量 0.1 mg。

#### 5.2.3 干燥器。

#### 5.2.4 瓷舟。

5.3 试验步骤

5.3.1 450 °C 热失重的测定

称取 1 g~1.2 g 试样,精确至 0.2 mg,平铺于预先在 800 °C 灼烧至恒重的瓷舟中,将瓷舟置入(450 ±10) °C 的箱式电阻炉中,关闭炉门灼烧 1 h,取出,冷却 1 min~2 min,移入干燥器中冷却至室温,称重,精确至 0.2 mg。

5.3.2 600 °C 热失重的测定

除试验温度为(600±10)°C外,试验步骤和 5.3.1 相同。

5.4 试验结果和计算

5.4.1 热失重按式(4)计算:

$$W_1 = \frac{m_0 - m_1}{m_0 - m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- W<sub>1</sub>——热失重,%;
- m<sub>0</sub>——灼烧前试样与瓷舟总质量,单位为克(g);
- m<sub>1</sub>——灼烧后试样与瓷舟总质量,单位为克(g);
- m ——瓷舟质量,单位为克(g)。

5.4.2 450 °C 热失重需进行一组三个平行测定,600 °C 热失重需进行两组三个平行测定,试验结果分别取其算术平均值,保留三位有效数字。

5.5 允许误差

平行试验的误差不得超过表 3 规定,否则应重新测定。

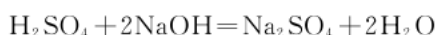
表 3

| 试验温度/°C |     | 中间值与另两个测定值之间的允许误差/% | 二组平均值的允许误差/% |
|---------|-----|---------------------|--------------|
| 450 °C  |     | 0.05                | —            |
| 600 °C  | 同组  | 2                   | —            |
|         | 不同组 | —                   | 5            |

6 硫含量的测定

6.1 原理

试样在 1 200 °C~1 250 °C 氧化气氛中燃烧,使各种形态的硫被氧化成硫的氧化物,捕集于过氧化氢吸收液中,生成硫酸,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。根据滴定溶液的消耗量,计算试样中的全硫含量。其主要反应式为:



## 6.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水。

6.2.1 硫标样:采用含硫 1% 以下的焦炭标样(尽量与待测样品硫含量接近)。

6.2.2 硫酸溶液(0.05+100):将 0.05 体积硫酸加入到 100 体积水中混匀。

6.2.3 过氧化氢吸收液:

于 100 mL 水中加入过氧化氢(30%)1 mL,加甲基红-次甲基蓝混合指示剂(6.2.5)5 滴~10 滴,用硫酸溶液(6.2.2)调至溶液呈红紫色。

6.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液  $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ :

称取 0.40 g 氢氧化钠溶解于 1 000 mL 水中,加入 1 mL 新配制氢氧化钡饱和溶液,搅拌、静置,滤去沉淀后装入密闭聚乙烯瓶中。

6.2.5 甲基红-次甲基蓝混合指示剂(2+1):

将 2 体积 0.1% 甲基红乙醇溶液和 1 体积 0.1% 次甲基蓝乙醇溶液混合。

6.2.6 硫酸( $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ )。

6.2.7 氢氧化钾溶液(40%)。

6.2.8 氧气:纯度大于 99.5%。

## 6.3 仪器和设备

6.3.1 管式电阻炉。

6.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

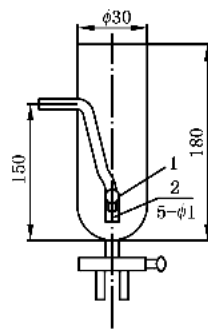
6.3.3 石英管(或瓷管)。

6.3.4 石英舟(或瓷舟)。

6.3.5 碱式滴定管。

6.3.6 定硫吸收瓶(见图 1)。

单位为毫米



说明:

1——浮子(经磨砂不漏水);

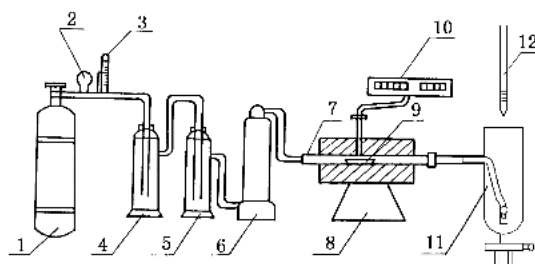
2——喷孔(向下)。

图 1 定硫吸收瓶

## 6.4 试验步骤

6.4.1 按图 2 安装试验装置。





说明:

- |                 |              |
|-----------------|--------------|
| 1——氧气瓶;         | 7——石英管(或瓷管); |
| 2——氧气压力表;       | 8——管式电阻炉;    |
| 3——流量计;         | 9——石英舟(或瓷舟); |
| 4——40%氢氧化钾洗气瓶;  | 10——温度控制装置;  |
| 5——硫酸洗气瓶;       | 11——定硫吸收瓶;   |
| 6——干燥塔(内装变色硅胶); | 12——碱式滴定管。   |

图 2 硫含量测定试验装置

6.4.2 接通电源,调节温度控制器,使炉温升至 1 200 °C~1 250 °C,打开氧气瓶阀,检查装置气密性。

6.4.3 于定硫吸收瓶中加入 80 mL~100 mL 过氧化氢吸收液(6.2.3),以 700 mL/min~900 mL/min 的流量通氧气(6.2.8)5 min。

6.4.4 往定硫吸收瓶中滴加氢氧化钠标准滴定溶液(6.2.4),使吸收液呈亮绿色。

6.4.5 称取 0.5 g~1.0 g 试样(视硫含量高低而定),精确至 0.2 mg,放入预先在 1 200 °C~1 250 °C 灼烧过的石英舟(或瓷舟)中,用镍铬丝钩将舟推入瓷管中心高温部位,迅速塞紧橡胶塞(特别注意密封)。以 700 mL/min~900 mL/min 的流量通氧燃烧 12 min~15 min 后,用氢氧化钠标准滴定溶液(6.2.4)滴定吸收液由红紫色变为亮绿色为止。停止通氧,记录氢氧化钠标准滴定溶液消耗量。

6.4.6 称取 0.2 g~1.0 g 硫标样(6.2.1)(视标样的含硫量确定),精确至 0.2 mg,按 6.4.3~6.4.5 的步骤操作。

6.4.7 用一个预先在 1 200 °C~1 250 °C 灼烧过的空舟,按 6.4.3~6.4.5 的步骤进行空白试验。

## 6.5 试验结果和计算

6.5.1 氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度按式(5)计算:

$$T = \frac{m_1 S_0}{(V_1 - V_0) \times 100} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- $T$  ——氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);
  - $m_1$  ——硫标样质量,单位为克(g);
  - $S_0$  ——硫标样的硫含量,%;
  - $V_1$  ——滴定硫标样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
  - $V_0$  ——滴定空白试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL)。
- 取两个平行测定值的算术平均值为本次试验中氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度。

6.5.2 硫含量按式(6)计算:

$$w_s = \frac{(V_2 - V_0) T}{m_2} \times 10^6 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- $w_s$  ——试样中全硫含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $V_2$  ——滴定试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_0$  —— 滴定空白试样所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

$T$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液对硫的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$m_2$  —— 试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至整数位。

6.5.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

## 6.6 精密度(用绝对项表示)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 4 规定,否则应重新测定。

表 4

单位为微克每克

| 硫含量                    | 精密度 |
|------------------------|-----|
| $\leq 200$             | 50  |
| $> 200 \sim 1\ 000$    | 90  |
| $> 1\ 000 \sim 5\ 000$ | 200 |
| $> 5\ 000$             | 500 |

## 7 氯含量的测定

### 7.1 原理

将试样灰化除炭,氯化物经高温分解生成氯化氢气体,捕集于过氧化氢吸收液中,氯离子与硫氰酸汞反应生成氯化汞并游离出等当量的硫氰酸根,后者与铁离子生成红色络合物,以分光光度法测定试样中的氯含量。

### 7.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和重蒸馏水。

7.2.1 过氧化氢(10%)。

7.2.2 氢氧化钠(优级纯)溶液(4%)。

7.2.3 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(30%):

称取 150 g 硝酸铁于 500 mL 烧杯中,加入少量水和 280 mL 浓硝酸,溶解后稀释至 500 mL,贮存于棕色玻璃试剂瓶中。

7.2.4 硫氰酸汞溶液(0.5%):

称取 0.5 g 硫氰酸汞于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 甲醇,溶解后过滤于棕色玻璃试剂瓶中,有效期为 1 个月。

7.2.5 氯标准溶液

7.2.5.1 称取 0.210 3 g 氯化钾(光谱纯)置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液氯含量为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

7.2.5.2 移取 10 mL 氯标准溶液(7.2.5.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液氯含量为 10  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

7.2.6 硫酸( $\rho=1.84\ \text{g}/\text{mL}$ )。

7.2.7 氢氧化钾溶液(40%)。

7.2.8 氧气:纯度大于 99.5%。

7.3 仪器和设备

7.3.1 管式电阻炉。

7.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

7.3.3 分光光度计。

7.3.4 石英管(或瓷管)。

7.3.5 石英舟(或瓷舟)。

7.3.6 吸收瓶(见图 3)。

7.3.7 石英蒸发皿(或瓷蒸发皿)。

7.3.8 比色管:25 mL。

单位为毫米

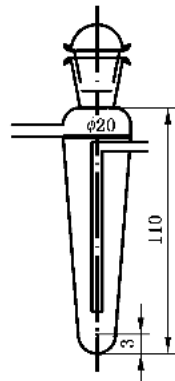
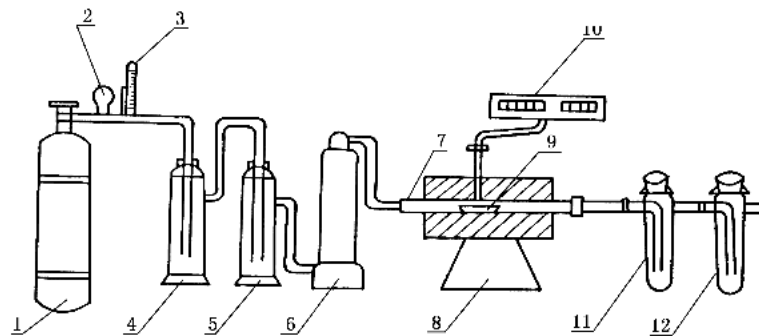


图 3 吸收瓶

7.4 试验步骤

7.4.1 按图 4 安装试验装置。



说明:

- |                 |                |
|-----------------|----------------|
| 1——氧气瓶;         | 7 —— 石英管(或瓷管); |
| 2——氧气压力表;       | 8 —— 管式电阻炉;    |
| 3——流量计;         | 9 —— 石英舟(或瓷舟); |
| 4——40%氢氧化钾洗气瓶;  | 10 —— 温度控制器;   |
| 5——硫酸洗气瓶;       | 11,12——吸收瓶。    |
| 6——干燥塔(内装变色硅胶); |                |

图 4 氯含量测定试验装置

7.4.2 接通电源,调节温度控制器,使炉温升至(900±20)℃,打开氧气瓶阀,检查装置气密性。

7.4.3 于吸收瓶中分别加入 2 mL 过氧化氢(7.2.1)。

7.4.4 称取 0.5 g~1.0 g 试样(视氯含量高低而定),精确至 0.2 mg,放入预先在 900 °C 灼烧过的石英舟(或瓷舟)中,用镍铬丝钩将舟推入瓷管中心高温部位,迅速塞紧橡胶塞(特别注意密封)。以 150 mL/min~200 mL/min 的流量通氧(7.2.8)灼烧 12 min~15 min 后,停止通氧。

7.4.5 将吸收瓶中的溶液移入蒸发皿,用少量水冲洗吸收瓶,并入蒸发皿中,加 0.5 mL 氢氧化钠溶液(7.2.2),蒸发至 2 mL 左右,冷却,转移到比色管中,以少量水冲洗蒸发皿,并入比色管中。

7.4.6 将预先在 900 °C 灼烧过的空舟推入炉中心高温部位,按 7.4.3~7.4.5 的步骤进行空白试验。

7.4.7 在比色管中分别加入 1 mL 硝酸铁溶液(7.2.3)和 2 mL 硫氰酸汞溶液(7.2.4),用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min 后,将溶液倒入比色皿中,以水作参比溶液于分光光度计波长为 460 nm 处测其透光度。

## 7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 吸取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、9.0 mL 氯标准溶液(7.2.5.2),分别置于比色管中,按 7.4.7 测其透光度。

7.5.2 加上空白值,以透光度为纵坐标,氯含量为横坐标,绘制工作曲线。

## 7.6 试验结果和计算

7.6.1 将测得的试样的透光度值加上空白透光度值,在工作曲线上查得相应的氯含量。

7.6.2 试样中氯含量按式(7)计算:

$$w_{\text{Cl}} = \frac{A}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

$w_{\text{Cl}}$ ——试样中的氯含量,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ );

$A$  ——查工作曲线得到的氯含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

7.6.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

## 7.7 精密度(用绝对项表示)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 5 规定,否则应重新测定。

表 5

单位为微克每克

| 氯含量    | 精密度 |
|--------|-----|
| 1~10   | 1   |
| >10~50 | 3   |
| >50    | 5   |

## 8 氟含量的测定

### 8.1 方法 A——全氟含量的测定

#### 8.1.1 原理

将试样经碱熔融分解过滤,用离子选择电极法测定试样的氟含量。

### 8.1.2 试剂和材料

除非另有说明,在试验中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水。

8.1.2.1 氢氧化钠(优级纯)。

8.1.2.2 氢氧化钠溶液  $c(\text{NaOH})=6 \text{ mol/L}$ 。

8.1.2.3 盐酸溶液(1+2):将一份体积的盐酸加入到两份体积的水中。

8.1.2.4 总离子强度调节缓冲溶液:

量取约 500 mL 水于 1 L 烧杯内,加入 57 mL 冰乙酸、58 g 氯化钠、4.0 g 环己二胺四乙酸(CDTA),搅拌溶解。置烧杯于冷水浴中,在搅拌下缓慢加入氢氧化钠溶液(8.1.2.2)使 pH 至 5.0~5.5,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

8.1.2.5 氟标准储备溶液 [ $\rho(\text{F}^-)=1\ 000 \mu\text{g/mL}$ ]:

称取经 105 °C 干燥 2 h 冷却的氟化钠(优级纯)0.221 0 g 溶于水,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。储存于聚乙烯瓶中。

8.1.2.6 氟标准溶液 [ $\rho(\text{F}^-)=10 \mu\text{g/mL}$ ]:

吸取氟标准储备溶液(8.1.2.5)5.0 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 8.1.3 仪器和设备

8.1.3.1 箱式电阻炉。

8.1.3.2 分析天平:感量 0.1 mg。

8.1.3.3 氟离子选择电极。

8.1.3.4 饱和甘汞电极。

8.1.3.5 离子活度计或电位计或精密 pH 计。

8.1.3.6 磁力搅拌器。

8.1.3.7 带盖镍坩埚。

### 8.1.4 分析步骤

8.1.4.1 称取约 0.5 g 试样,精确至 0.2 mg,放入镍坩埚中,加 4 g 氢氧化钠(8.1.2.1),用骨勺稍加搅拌,盖上坩埚盖,将坩埚置于箱式电阻炉中。升温至 500 °C,保持 20 min,取出,冷却。

8.1.4.2 用热水浸泡并用水洗出溶块于 100 mL 烧杯中,用盐酸(8.1.2.3)调节 pH 至 6~7。

8.1.4.3 将试液滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤烧杯及滤纸数次,加水至刻度,摇匀。

8.1.4.4 吸取 10 mL~20 mL 试液(视氟含量高低而定)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液(8.1.2.4),加水至刻度,摇匀,将其注入 100 mL 聚乙烯杯中。

8.1.4.5 按 8.1.4.1~8.1.4.4 的步骤进行空白试验。

8.1.4.6 将氟离子选择电极和饱和甘汞电极插入空白液中,用磁力搅拌器连续搅拌溶液,待电位稳定后,在搅拌下读取平衡电位值。同法测得待测试液(8.1.4.4)的平衡电位值。在每一次测量之前,都要用水冲洗电极,并用滤纸吸干。

### 8.1.5 工作曲线的绘制

8.1.5.1 吸取氟标准溶液(8.1.2.6)1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10.0 mL,分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液(8.1.2.4),加水至刻度,摇匀,分别注入 100 mL 聚乙烯杯中。

8.1.5.2 以浓度由低到高的顺序,按 8.1.4.6 分别测定平衡电位值。

注:氟标准工作液系列与试液的测定应保持温度一致。

8.1.5.3 以电位值(mV)为纵坐标,相应的含氟量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

### 8.1.6 试验结果

8.1.6.1 根据测得的电位值,在工作曲线上查得相应的含氟量。

8.1.6.2 试样的氟含量按式(8)计算:

$$w_F = \frac{(C_1 - C_2)V_0}{mV_1} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$w_F$  ——试样的氟含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );

$C_1$  ——查工作曲线得到的分取试液的含氟量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$C_2$  ——查工作曲线得到的空白液的含氟量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$  ——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);

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

8.1.6.3 试验结果取两个平行测定值的算术平均值。

## 8.2 方法 B——可溶于水的氟化物含量的测定

### 8.2.1 原理

试样经蒸馏一定时间后冷却过滤,用离子选择电极法测定试样中可溶于水的氟化物含量。

### 8.2.2 试验步骤

8.2.2.1 称取约 15 g 试样,精确到 0.2 mg,放入 250 mL 的锥形烧瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,连接水冷回流冷凝管,置于加热板上,回流开始后沸腾至少 2 h。也可用 400 mL 玻璃烧杯,盖上表面皿,沸腾试样。

8.2.2.2 冷却至室温,将试液滤于 100 mL 容量瓶中,用水洗涤烧瓶(烧杯)及滤纸数次,加水至刻度,摇匀。

8.2.2.3 吸取 10 mL~20 mL 试液(视氟含量高低而定)于 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液(8.1.2.4),加水至刻度,摇匀,将其注入 100 mL 聚乙烯杯中。

8.2.2.4 用蒸馏水作空白液,按 8.2.2.3 的步骤进行空白试验。

8.2.2.5 按 8.1.4.6 测得空白液和待测试液的平衡电位值。

8.2.2.6 按 8.1.5 绘制工作曲线。

### 8.2.3 试验结果

试样中可溶于水的氟化物含量试验结果按 8.1.6 计算。

## 8.3 精密度(用绝对项表示)

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测定获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于表 6 规定,否则应重新测定。

表 6

单位为微克每克

| 氟含量    | 精密度 |
|--------|-----|
| <50    | 5   |
| 50~100 | 8   |
| >100   | 10  |

## 9 试验报告

试验报告包括：

- a) 注明按照本标准；
- b) 样品名称、规格、牌号；
- c) 样品编号；
- d) 生产厂和/或委托单位；
- e) 试验结果；
- f) 试验中的异常现象；
- g) 试验日期、试验人员。

