

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 氟化物的测定 离子选择电极法

CJ/T 62—1999

Municipal sewage—Determination of fluoride  
—Ion selective electrode method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用离子选择电极法测定城市污水中氟化物。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中氟化物的测定。

本方法的最低检测限(以  $F^-$  计)为 0.05 mg/L。

### 2 方法原理

以氟化镉电极为指示电极,饱和甘汞电极(或氯化银电极)为参比电极,当样品中总离子强度为定值时,电池的电动势  $E$  随被测样品中氟离子浓度变化而改变:

$$E = E^{\circ} - \frac{2.303RT}{F} \lg c_{F^-} \dots\dots\dots (1)$$

$\frac{2.303RT}{F}$  为该直线的斜率,亦为电极的斜率。

注:待测氟离子浓度在  $10^{-3}$  mol/L 以下时,活度系数为 1,所以用  $c_{F^-}$  代替活度。

### 3 试剂和材料

均用分析纯试剂及去离子水或无氟蒸馏水。

#### 3.1 15%(V/V)盐酸

15 mL 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)用水稀释至 100 mL。

#### 3.2 总离子强度调节缓冲溶液:0.2 mol/L 柠檬酸钠-1 mol/L 硝酸钠

称取 58.8 g 二水柠檬酸钠和 85.0 g 硝酸钠,加水溶解,用盐酸(3.1)调节 pH 至 5~6 转入 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至标线。

#### 3.3 氟化物标准溶液:100 mg/L

称取 105~110℃干燥 2 h 氟化钠(NaF)0.221 0±0.000 2 g,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶,稀释至标线,摇匀,贮于聚乙烯瓶中。

#### 3.4 氟化物标准溶液:10 mg/L

用移液管吸取氟化物标准溶液(3.3)10.0 mL,注入 100 mL 容量瓶,用水稀释至标线,摇匀,贮于聚乙烯瓶中。

#### 3.5 15%(m/V)乙酸钠溶液

称取 15 g 乙酸钠溶于水,并稀释至 100 mL。

## 4 仪器

- 4.1 氟离子选择电极。
- 4.2 饱和甘汞电极或氯化银电极。
- 4.3 离子活度计或 mV 计：精确到 0.1 mV。
- 4.4 聚乙烯杯：100 mL、150 mL。
- 4.5 磁力搅拌器。

## 5 样品

样品用聚乙烯瓶采集和贮存。如氟化物含量不高，pH 在 7 以上，也可用硬质玻璃瓶存放。

## 6 分析步骤

- 6.1 仪器及电极的使用按说明书进行。
- 6.2 在测定前应使样品及标准溶液均达到室温（温差不超过 ±1℃）。
- 6.3 测定

吸取适量实验室样品作为试料，移入 50 mL 容量瓶中，用盐酸（3.1）或乙酸钠（3.5）调节至近中性（用 pH 试纸），加入 10 mL 总离子强度调节缓冲溶液（3.2），用水稀释至标线，摇匀后倒入聚乙烯杯中，放入搅拌棒，插入电极，在搅拌的情况下，待电位稳定后，读取电位值  $E_1$ 。

### 6.4 标准添加

在按（6.3）测定了电位值  $E_1$  的溶液中，添加一定量的氟化物标准溶液（3.3）或（3.4），在不断搅拌下读取平衡电位值  $E_2$ 。 $E_2$  和  $E_1$  差值以 30~40 mV 为宜。

注：在每一次测量之前，都要用水充分冲洗电极，并用滤纸吸干。

## 7 分析结果的表述

氟化物的浓度（以  $F^-$  计） $c_x$  按下式计算：

$$c_x = \frac{c_s \left( \frac{V_s}{V_x + V_s} \right)}{10^{(E_2 - E_1)/S} - \left( \frac{V_x}{V_x + V_s} \right)} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： $c_x$ ——待测样品的浓度，mg/L；

$c_s$ ——加入标准溶液的浓度，mg/L；

$V_s$ ——加入标准溶液的体积，mL；

$V_x$ ——试料体积，mL；

$E_1$ ——测得试料的电位值，mV；

$E_2$ ——试料加入标准溶液后测得的电位值，mV；

$S$ ——测定温度下的电极斜率。

### 附加说明：

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人沈培明。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。