

中 人



HJ 688-2019

代 HJ 688-2013

---

# 固定污染源废气 氟化氢的测定

## 离子色谱法

S a a c D a d d  
— I c a a  
(发布稿)

为 。 以中 为 。

2019-12-31 发布

2020-06-30 实施

发 布

# 目 次

|    |        |   |
|----|--------|---|
| 1  | .....  | 1 |
| 2  | .....  | 1 |
| 3  | 义..... | 1 |
| 4  | .....  | 1 |
| 5  | .....  | 2 |
| 6  | .....  | 2 |
| 7  | 仪..... | 2 |
| 8  | .....  | 3 |
| 9  | .....  | 5 |
| 10 | 与..... | 6 |
| 11 | .....  | 7 |
| 12 | .....  | 7 |
| 13 | .....  | 8 |
| 14 | 事..... | 8 |

# 前 言

为 《中 人 》 《中 人 》，  
， 人 ， 中 ， 。  
了 中 。  
《 （ ） 》（HJ 688-2013）

。 于 2013 ， 为东 。 为 一 ，  
主 下：

了 ， 了 下 ；  
了 ；  
了 、 ；  
了 ， 了 ；  
了 ；  
了 与 事 ；  
了 、 义、 与 、 。  
之 ， 《 （ ） 》

（HJ 688-2013） 。

5

、 与 。

： 东 东 中 ， 中 （ 东）。

： 东 中 、 东 中 、 东

中 、 东 中 、 中 （ 东）东 中

中 中 与 。

2019 12 31 。

2020 6 30 。

。



## 5 干扰和消除

- 5.1 , 。
- 5.2 乙 , 、 专  
。

## 6 试剂和材料

, , 为  $\geq$   
18 M 。

- 6.1 (KOH) : 。
- 6.2 (NaOH) : 。
- 6.3 ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) : , 于  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  , 于 中 。
- 6.4 ( $\text{NaHCO}_3$ ) : , 于 中 24 。
- 6.5 (NaF) : , 于  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  , 于 中 。
- 6.6 :  $c(\text{KOH}) = 30$  /L  $c(\text{NaOH}) = 30$  /L。

1.68 (6.1) 1.20 (6.2), 于 中, 1000  
中, , 乙 中。临 。

- 6.7 : 仪 书 以下  
。

6.7.1 :  $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 3.2$  /L,  $c(\text{NaHCO}_3) = 1.0$  /L。  
0.6784 (6.3) 0.1680 (6.4), 于 中,  
2000 , 。

6.7.2 : 。

注: , 。

6.8 :  $\rho(\text{F}^-) = 500$  /L。  
1.1053 (6.5) 于 中, 1000 中,  
, 乙 中,  $4^\circ\text{C}$ 下 一个 , 临  
也 。

6.9 :  $\rho(\text{F}^-) = 50$  /L。  
10.00 (6.8), 100 中, , ,  
14 。

6.10 : 乙 , 于 0.3 不 于 99.9%。

## 7 仪器和设备

7.1  
(6.10),  $120^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ,  $1^\circ\text{C}$ 。

为 乙 ， 。

7.2 HJ/T 47 。

7.3 HJ/T 48 ， 。

7.4 : 为 乙 、 乙 丙 75 。

7.5 : 乙 乙 ， 。

7.6 : 乙 ， 与 (6.10) 。

7.7 : 不 5℃ 他 。

7.8 仪: 主 、 。

( 二乙 /乙 乙 /乙 ， 、亲 、 )、 ， 于 。

7.9 一 : 0.45 。

7.10 : 10 。

7.11 一 仪 。

## 8 样品

### 8.1 样品采集

#### 8.1.1 固定污染源废气样品

1。 中， GB/T 16157 HJ/T 397 中 ，  $\geq 120^{\circ}\text{C}$ ， 以 于 之 。

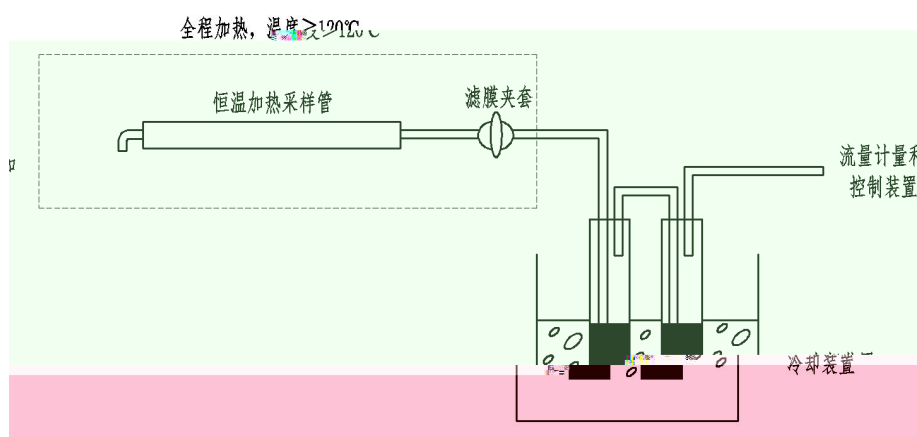


图 1 固定污染源废气中氟化氢采样装置示意图

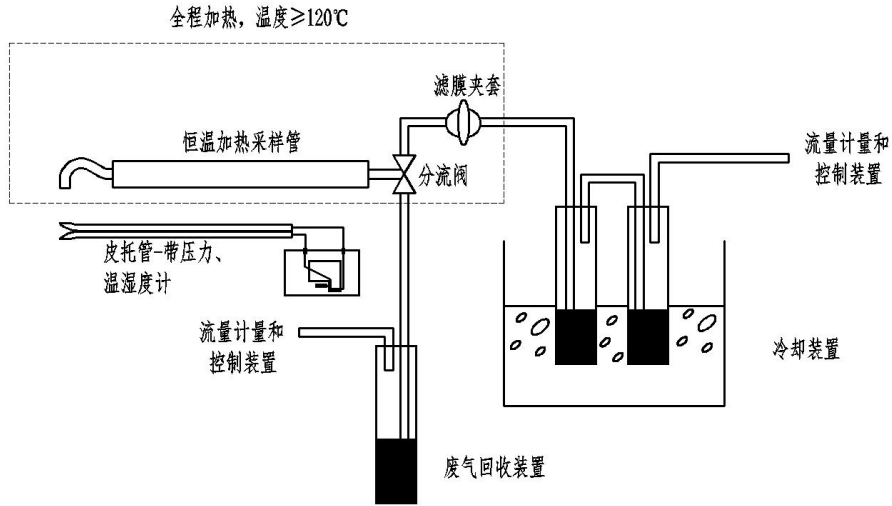


图 2 固定污染源废气中氟化氢采样装置示意图（含有液滴时）

(7.1) 串 两 50 (6.6) 75 (7.4), 与  
 (7.2) , , 以 0.5 L/ ~1.0 L/ 1  
 以 3 个~4 个 1 。也 中  
 ,

注: 中 , 以 , GB/T  
 16157 HJ/T 397 中 , 2。 (7.1) 串 两  
 50 (6.6) 75 (7.4), 与 (7.3) ,  
 。 , 0.5 L/ ~1.0 L/ , 1  
 以 3 个~4 个 1 。

### 8.1.2 全程序空白

一 , ,  
 不与 , 。

### 8.2 样品运输和保存

(7.5) , , 24 。 不  
 , 乙 中, 14 。

### 8.3 试样的制备

#### 8.3.1 固定污染源废气试样

两 中 (8.1.1 8.1.2) 两 100 中,  
 , 中, , 。

### 8.3.2 实验室空白试样

8.3.1

## 9 分析步骤

### 9.1 色谱参考条件

仪

1: 为 30 /L , 为 1.20 / , 为 25 , 为 30°C, 为 90 A。

2: 为 3.2 /L 1.0 /L , 为 0.40 / , 为 20 , 为 25°C。

### 9.2 标准曲线建立

0 、 0.10 、 0.20 、 0.50 、 1.00 、 2.00 、 5.00 (6.9) 于一 50 中, 中 (以 F<sup>-</sup>) 为 0.00 /L、 0.10 /L、 0.20 /L、 0.50 /L、 1.00 /L、 2.00 /L 5.00 /L。 不 仪, 仪 。以 (以 F<sup>-</sup> , /L) 为 , 为 , 中 3, 中 4。

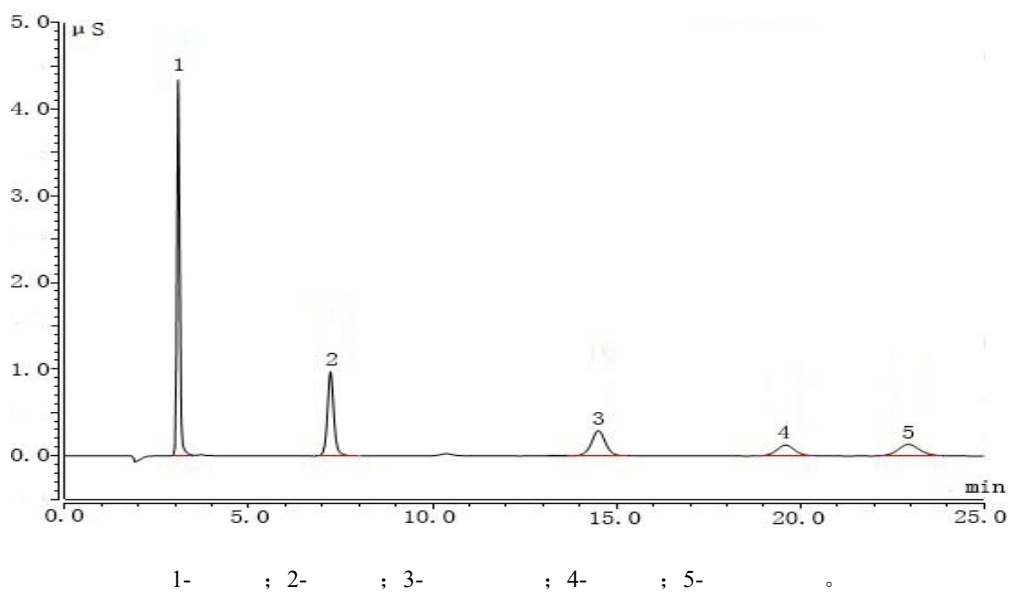


图3 氟化物标准离子色谱图（氢氧根淋洗液体系）



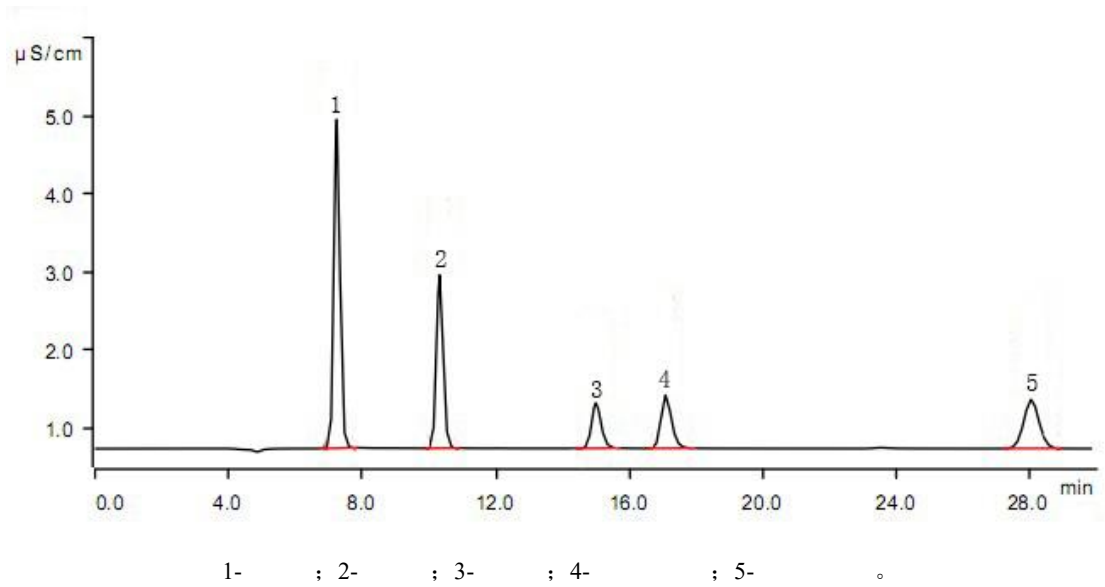


图4 氟化物标准离子色谱图（碳酸根淋洗液体系）

### 9.3 试样测定

(8.3.1 8.3.2) 一 (7.9)  
 (7.10) 仪, 与 (9.1)  
 。 中 F<sup>-</sup> , 。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 结果计算

$$\rho_{(HF)} = \frac{(\rho_1 \times D_1 + \rho_2 \times D_2) \times 100}{V_{nd}} \times \frac{20.0}{19.0} \quad (1)$$

中:  $\rho_{(HF)}$  中 HF , / <sup>3</sup>;  
 $\rho_1$  一 F<sup>-</sup> , /L;  
 $\rho_2$  二 F<sup>-</sup> , /L;  
 $V$  下 (273.15K, 1013.25 Pa) , L;  
 20.0 HF , / ;  
 19.0 F<sup>-</sup> , / ;  
 100 , ;  
 $D_1$  一 ;  
 $D_2$  二 。

注:  $\rho_1$  于 ,  $\rho_2$  。

### 10.2 结果表示

与 一 ， 三 。

## 11 精密度和准确度

### 11.1 精密度

6 为 0.20 /L、2.00 /L 8.00 /L

6 :

为: 1.1%~11%、0.8%~6.0%、0.3%~2.5%;

为: 7.1%、2.3%、1.8%;

为: 0.11 /<sup>3</sup>、0.54 /<sup>3</sup>、0.92 /<sup>3</sup>;

为: 0.15 /<sup>3</sup>、0.65 /<sup>3</sup>、1.4 /<sup>3</sup>。

6 0.50 /<sup>3</sup> 10.0 /<sup>3</sup>

6 :

为: 2.3%~7.6% 1.9%~4.0%;

为: 4.2% 2.7%;

为: 0.10 /<sup>3</sup> 0.82 /<sup>3</sup>;

为: 0.12 /<sup>3</sup> 1.1 /<sup>3</sup>。

### 11.2 准确度

6 (以 F<sup>-</sup>) 一 ( 为 1.53 /L±0.06 /L) 6 :

为: -3.3%~1.5%;

为: -1.0%±3.6%。

6 为 10.0 ,、50.0 200

:

为: 88.8%~111%、92.4%~112% 、96.3%~106%;

为: 101%±17.5%、103%±14.4%、101%±6.6%。

## 12 质量保证和质量控制

### 12.1 空白试验

20 个 ( 于 20 个 / ) 一个 一个  
。 于 , 。

### 12.2 校准曲线

, 个 ,  
≥0.995。 20 个 ( 于 20 个 / ) 中  
, ±10%以 。 , 。

### 12.3 穿透率

二 中 于 10%，  
(2) 二 。

$$K = \frac{\rho_2 \times 100 \times D_2}{\rho_1 \times 100 \times D_1 + \rho_2 \times 100 \times D_2} \times 100\% \quad (2)$$

中：K 二 ；  
 $\rho_1$  一 F<sup>-</sup> ， /L；  
 $\rho_2$  二 F<sup>-</sup> ， /L；  
100 ， ；  $D_1$  一 ；  
 $D_2$  二 。

### 13 废物处理

中产 ，  
。

### 14 注意事项

14.1 ， ， ， 450℃~550℃ 下 。  
乙 不 于 250℃， 。 乙  
， 下 。

14.2 与 之 ， 。

14.3 与 下 ， 中

。

14.4 ， 仪 。

14.5 ， 、 仔 ， 中

、 中 。