

中华人民共和国民用航空行业标准

MH/T 3026—2013

钎焊氟离子检测

Test methods for fluoride ion in braze welding

2013 – 08 – 26 发布

2013 – 11 – 01 实施

中国民用航空局 发布

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009的规则编写。

本标准由中国民用航空局飞行标准司提出。

本标准由中国民用航空局航空器适航审定司批准立项。

本标准由中国民航科学技术研究院归口。

本标准起草单位：中国民航大学。

本标准主要起草人：陈亚军、王志平、朴东光、马祥、胡晓明。

钎焊氟离子检测

1 范围

本标准规定了民航维修过程中钎焊氟离子检测的采样、测试方法、仪器、试剂、校准、步骤、计算和质量控制。

本标准适用于民航维修过程中钎焊的氟离子检测。

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，仅所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。

ASTM D 1129 与水相关的术语(Terminology Relating to Water)

ASTM D 2777 D19水委员会应用试验方法的准确性及偏差的测定规程(Practice for Determination of Precision and Bias of Applicable Methods of Committee D19 on Water)

3 术语和定义

ASTM D 1129中术语的定义适用于本文件。

4 采样

用约 200 mL 温度在 77 °C~93 °C之间的热蒸馏水或去离子水冲洗待测区域，并用 250 mL 的烧杯收集冲洗液作为待测溶液。

5 测试方法概要

5.1 采用电位法测氟离子浓度。采用氟离子选择电极、具有标准单接口的套筒式参比电极，以及精确到 1 毫伏 (mV) 的 pH 计，或能直接给出氟离子浓度值的离子计。

5.2 氟离子选择电极含有氟化镧晶体，其电位随溶液中的氟离子浓度变化。测试时，采用如下形式的电解池：Ag/AgCl, Cl(0.3 mol/L), F(0.001 mol/L) | LaF₃ | 测试溶液 | KCl | AgCl/Ag。

6 仪器

所需仪器为：

——离子计，或单位为毫伏的 pH 计；

——氟离子选择电极；

——单接入套筒型参比电极；

——带有 TFE-氟碳化合物包覆搅拌棒的磁力搅拌器。

7 试剂

7.1 试剂纯度

7.1.1 测试所用试剂应为试剂纯。

7.1.2 除非另外指出，测试中所用水应为 ASTM D1193 中规定的 I 型试剂水。使用其他类型的试剂水，应确保其有足够高的纯度，以免对测试结果造成不良影响。

7.2 缓冲溶液（pH 值从 5.0 到 5.5）

量取约 500 mL 水放置在 1 000 mL 的烧杯中，加入 57 mL 冰醋酸（比重 1.06），58 g 氯化钠（NaCl），以及 0.30 g 二水柠檬酸钠。搅拌溶解，并冷却到室温。用 5 mol/L 的氢氧化钠（NaOH）溶液调节 pH 值在 5.0 到 5.5（大约需要 150 mL）。转入 1 000 mL 的容量瓶中，并用水稀释到标线。

7.3 氟化钠标准溶液（1.0 mL 溶液含氟 0.01 mg）

称取 0.221 0 g 氟化钠（NaF），溶解于水中，并稀释到 1 L。取 100 mL 氟化钠标准溶液，稀释到 1 L。贮存于硼硅玻璃瓶，或者是聚乙烯瓶。

8 设备的校准与标定

8.1 按表 1 抽取所示的氟化物标准溶液，稀释到 100 mL，配制浓度分别为 0.50 mg/L、1.00 mg/L 和 2.00 mg/L 的标样。

表 1

氟化物标准溶液（氟离子含量为 0.01 mg/mL） mL	标样浓度 mg/L
5.00	0.50
10.00	1.00
20.00	2.00

如果待测水样氟离子浓度较高，可将氟化物标准溶液的浓度提高到 1 000 mg/L。

8.2 用移液管分别从每个标样中移取 50 mL 注入 150 mL 的烧杯中。然后，用移液管分别加入 50 mL 缓冲溶液（见 7.2）。用磁力搅拌器搅拌。

8.3 按下述方法对 pH 计进行标定：将 pH 计的电极浸入每个标样中，从低浓度开始，在搅拌同时测量电位。电极至少应在标样溶液中浸泡 3 min，或者直到 pH 计读数稳定。在以毫克每升（mg/L）为单位的氟化物浓度为对数轴，以电极电位为线性轴的半对数坐标系中绘制标准曲线。以最低浓度为对数轴的起点或者选择离子计的直接读数。

8.4 使用 8.1 规定的标样，按制造商的使用说明校准离子计。

9 步骤

使用 pH 计测试时，取 50 mL 待测样品和 50 mL 缓冲溶液，置于 150 mL 的烧杯中，用磁力搅拌器中速搅拌。将 pH 计电极浸入溶液，并观察搅拌过程中 pH 计的读数。电极至少应在溶液中浸泡 3 min，或

者直到 pH 计读数稳定。当氟化物浓度小于 0.5 mg/L 时，获得稳定读数的时间应不少于 5 min。根据测得的电位，根据标准曲线确定氟化物的浓度。

使用离子计测试时，可直接读出单位为毫克每升 (mg/L) 的未知样品氟离子含量。宜在同一温度下进行溶液样品的标准曲线校正。

10 计算

按公式(1)计算氟离子的浓度：

$$C=50A/V \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——氟离子的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

A ——8.1 中描述的缓冲溶液测得的氟化物的质量，单位为克 (g)；

V ——样品的体积，单位为毫升 (mL)。

11 质量控制

11.1 用 pH 值为 4 和 7 的溶液标定 pH 计。用表 1 的标样标定离子计，或者用制造商推荐的方法进行标定。

11.2 用已知氟化物浓度的样品对仪器的刻度进行校准。样品的测量浓度不能超出样品已知浓度 ±15%。

11.3 如果标定未能通过验证，需重新校准仪器。