



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—2015

肥料中氟化物的测定 离子选择性电极法

Determination of Fertilizer--Ion selective electrode method

(送审稿)

2015-01-07

2015 – XX – XX 发布

2015 – XX – XX 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

前 言

标准按照GB/T 1.1给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC 105）归口。

本标准起草单位：山东农大肥业科技有限公司、山东省产品质量检验研究院、国家化肥质量监督检验中心（上海）、国家化肥质量监督检验中心（山东）、黑龙江省质量监督检测研究院等。

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

肥料中氟化物的测定 离子选择性电极法

1 范围

本标准规定了肥料中氟化物的离子选择电极测定法。

本标准适用于含磷肥料中酸溶性氟化物（以 F 计）的测定。

本方法检出限为 2.5 μg，线性范围为 0~20 μg/mL。

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。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8571 复混肥料 实验室样品制备

3 方法提要

氟离子选择电极的氟化镧单晶膜对氟离子产生选择性的对数响应，氟电极和饱和甘汞电极在被测试液中，电位差可随溶液中氟离子的活度的变化而改变，电位变化规律符合能斯特方程式：

$$E = E_0 - \frac{2.303RT}{F} \log C_{F^-}$$

E 与 $\log c_{F^-}$ 呈线性关系。2.303RT/F 为该直线的斜率(25℃时为 59.16)。

4 试剂和溶液

警告：试验中使用的氟化物有一定腐蚀性，操作时应小心，加热时应在通风橱中进行。

本标准所用试剂，除另有规定外，均为分析纯。实验室用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格。分析中所用溶液，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602、GB/T 603 制备。

4.1 盐酸溶液：c(HCl)=1mol/L。

4.2 盐酸溶液：1+1。

4.3 乙酸钠溶液：c(CH₃COONa·3H₂O)=3mol/L

称取 204g 乙酸钠（CH₃COONa·3H₂O），溶于约 300ml 水中，加入 1mol/L 乙酸用精密 pH 试纸调节 pH 至 7.0，移入 500ml 容量瓶中，加水至刻度。

4.4 柠檬酸钠溶液： $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.75\text{mol/L}$

称取 110g 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，溶于约 300ml 水中，加高氯酸 (HClO_4) 14ml，移入 500ml 容量瓶，加水至刻度。

4.5 总离子强度缓冲液：乙酸钠溶液（4.3）与柠檬酸钠溶液（4.4）1+1 混合，现用现配。

4.6 氟标准溶液：准确称取基准氟化钠 (NaF ， $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 2h) 0.2210g，加水溶解后，转移至 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯瓶中，此溶液每毫升含氟 (F^-) $100\mu\text{g}$ 。

4.7 氟标准工作溶液：用单标线吸管吸取氟标准溶液（4.6）10.00mL 于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含氟 (F^-) $10.0\mu\text{g}$ 。

5 仪器

5.1 pH 计（精度 $\pm 0.1\text{mV}$ ）（配有氟离子选择电极及饱和甘汞电极）或离子计等具有相同功能的设备。

5.2 天平：精度 0.1mg 。

5.3 磁力搅拌器（配有聚乙烯包膜的搅拌转子）。

5.4 聚乙烯烧杯：100mL。

5.5 聚乙烯容量瓶：50mL、100mL、500mL。

6 制样

按 GB/T8571 规定制备样品。

7 分析步骤

7.1 氟化物的提取

准确称取 1g 试样（精确至 0.0001g ）置于 100mL 烧杯中，加盐酸溶液 10mL（4.2），超声提取 20min 后，将试液全部转移至 100mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀，用中速定性滤纸进行干过滤，弃去过滤最初滤液。

7.2 测定

用单标线吸管，吸取适量滤液，置于 50mL 容量瓶中，加入 25.0mL 总离子强度调节缓冲溶液（4.4），用水稀释至标线，摇匀。将其移入 100ml 聚乙烯杯中，放入一只塑料搅拌子，插入电极，连续搅拌溶液待电位稳定后，在继续搅拌下读取电位值 (E_x)。根据测得的电位值，由工作曲线上查得氟化物含量。同时做空白试验。

在每一次测量之前，应用水充分洗涤电极，并用滤纸吸去水分。

7.3 工作曲线的绘制

用刻度移液管分别取 0.5mL、1.0mL、2.0mL、5.0mL、10.0mL、20.0mL 氟化物标准溶液（4.7），置于 50mL 容量瓶中，于各容量瓶中分别加入 5.0mL 盐酸溶液（4.4），加入 25.0mL 总离子强度调节缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。分别移入 100mL 聚乙烯杯中，各放入一只搅拌子，以浓度由低到高为顺序，分别依次插入电极，连续搅拌溶液，待电位稳定后，在继续搅拌下读取电位值 (E)。在对数

坐标纸上绘制 $E(\text{mV}) - \lg c_{\text{F}^-}(\mu\text{g})$ 工作曲线。

7.4 结果表述与计算

氟化物（以 F 计）含量 ω 以质量分数（%）表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(m - m_0) \times 10^{-6}}{m_1 \times V_1 / V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m —从工作曲线上查得的计算出待测试液氟（ F ）的量，单位为微克（ μg ）；

m_0 —从工作曲线上查得的计算出空白试液氟（ F ）的量，单位为微克（ μg ）；

m_1 —试样质量，单位为克（ g ）；

V_1 —测定时移取试样溶液体积，单位为毫升（ mL ）；

V_2 —试样定容体积，单位为毫升（ mL ）。

8 允许差

重复条件下，对同一试样两次独立测定结果的相对标准偏差不得超过 10%。
