



# 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

（征求意见稿）

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 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规定起草。

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）。

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

# 肥料中游离氟及总氟化物的测定 离子选择性电极法

## 1 范围

本标准规定了肥料中氟化物的试验方法(离子选择性电极法)。

本标准适用于磷肥、复混肥料、有机肥、水溶肥料等肥料中氟化物的检测。

方法检出限为 2.5 μg。

## 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/T6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T8571 复混肥料 实验室样品制备

## 3 原理

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：

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

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

在水溶液中，易与氟离子形成络合物的三价铁( $Fe^{3+}$ )、三价铝( $Al^{3+}$ )及硅酸根( $SiO_3^{2-}$ )等离子干扰氟离子的测定，其他常见离子对氟离子测定无影响。在测量溶液的酸度为 pH5~6，用总离子强度缓冲液消除干扰离子及酸度的影响。

## 4 试剂和溶液

本标准所用试剂，除特殊说明外，均为分析纯。实验室用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格。全部溶液贮于聚乙烯塑料瓶中。

### 4.1 C(CH<sub>3</sub>COONa·3H<sub>2</sub>O)=3mol/L 乙酸钠溶液

称取 204g 乙酸钠(CH<sub>3</sub>COONa·3H<sub>2</sub>O)，溶于约 300ml 水中，待溶液温度恢复到室温后，以 1mol/L 乙酸调节至 pH7.0，移入 500ml 容量瓶中，加水至刻度。

### 4.2 C(Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>·2H<sub>2</sub>O)=0.75mol/L 柠檬酸钠溶液

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 ( $\text{HClO}_4$ ) 14ml, 移入 500ml 容量瓶, 加水至刻度。

4.3 总离子强度缓冲液: 乙酸钠溶液 (5.1) 与柠檬酸钠溶液 (5.2) 等量混合, 临用时配制。

4.4  $\text{C}(\text{HCl})=1\text{mol/L}$  盐酸溶液

量取 10ml 盐酸,加水稀释至 120ml。

4.5 盐酸溶液: 1+1

4.6 氟标准溶液: 准确称取基准氟化钠 ( $\text{NaF}$ ,  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  烘干 2h) 0.2210g,加水溶解后, 转入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。贮于聚乙烯瓶中, 此溶液每毫升含氟  $100\mu\text{g}$ ; 用分度吸管吸取氟标准溶液 10.00mL,放入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液每毫升含氟  $10.0\mu\text{g}$ 。

## 5 仪器

5.1 氟离子选择电极及饱和甘汞电极;

5.2 pH 计 (精度  $\pm 0.1\text{mV}$ );

5.3 磁力搅拌杯及包有聚乙烯的搅拌子;

5.4 聚乙烯烧杯: 100mL;

5.5 容量瓶: 50mL、100mL、500mL;

5.6 电子天平: 精度 0.1mg.

## 6 制样

按 GB/T8571 规定制备样品。

## 7 分析步骤

### 7.1 可溶性氟化物的提取

准确称取 1g (精确至 0.0001g) 置于 100mL 烧杯中, 用盐酸溶液 (4.5) 10mL 溶解, 超声 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。

### 7.2 测定

用无分度吸管, 吸取适量试液, 置于 50mL 容量瓶中, 加入 25.0mL 总离子强度调节缓冲溶液, 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 ( $E_x$ )。在每一次测量之前, 都要用水充分洗涤电极, 并用滤纸吸去水分。根据测得的毫伏数, 由校准曲线上查得氟化物含量。

### 7.3 空白实验

用水代替试液, 按测定样品的条件和步骤进行测定。

### 7.4 标准曲线的绘制

用刻度移液管分别取 0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0mL 氟化物标准溶液，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，用水稀释至标线，摇匀。分别移入 100mL 聚乙烯杯中，各放入一只塑料搅拌子，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）。在每一次测量之前，都要用水将电极冲洗净，并用滤纸吸去水分。在对数坐标纸上绘制 E（mV）--logcF<sup>-</sup>（μg）校准曲线。

## 7.5 结果表示

氟化物（以 F 计）的质量分数（%）

$$X = \frac{(C - C_0) \times 10^{-6}}{m \times V_1 / V_2} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C—从工作曲线上查的计算出待测试液氟（F）的量，单位为微克（μg），

C<sub>0</sub>—从工作曲线上查的计算出空白试液氟（F）的量，单位为微克（μg）。

m—待测试样质量,g

V<sub>1</sub>—移取待测试液体积,mL

V<sub>2</sub>—处理待测试液体积，mL

## 8 重复性

重复条件下，对同一试样两次独立测定结果的相对偏差不得超过 10%。

---