



中华人民共和国国家标准

GB/T 32954—2016

肥料中氟化物的测定 离子选择性电极法

Determination of fluoride content for fertilizers—Ion selective electrode method

2016-08-29 发布

2017-03-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 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、上海化工研究院、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。

本标准主要起草人:丁方军、张娟、林建、黄波、许士明、柳羽丰、黄婧、窦兴霞。

肥料中氟化物的测定

离子选择性电极法

警告:本标准所用试剂中的盐酸溶液具有腐蚀性,试验人员应进行适当防护。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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 试验方法中所用试剂及制品的制备
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:

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

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

4 试剂和溶液

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/T 6682 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: $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.2 盐酸溶液:1+1(体积比)。

4.3 乙酸钠溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 3 \text{ mol/L}$

称取 204 g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),溶于约 300 mL 水中,加入 1 mol/L 乙酸用精密 pH 试纸调节 pH 至 7.0,移入 500 mL 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 110 g 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 300 mL 水中,加高氯酸(HClO_4)14 mL,移入