

中华人民共和国国家标准

GB/T 22104—2008

土壤质量 氟化物的测定 离子选择电极法

Soil quality—Analysis of fluoride—Ion selective electrometry

2008-06-27 发布

2008-10-01 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

本标准由中华人民共和国农业部提出并归口。

本标准起草单位：农业部环境保护科研监测所、广西壮族自治区农业环境监测管理站。

本标准主要起草人：刘凤枝、徐亚平、战新华、蔡彦明、刘岩、刘铭。

土壤质量 氟化物的测定

离子选择电极法

1 范围

本标准规定了测定土壤中氟化物的离子选择电极法。

本标准适用于离子选择电极法测定土壤中氟化物的含量。

本标准方法的检出限为 2.5 μg。

2 原理

当氟电极与试验溶液接触时,所产生的电极电位与溶液中氟离子活度的关系服从能斯特(Nernst)方程:

$$E = E_0 - S \log c_F$$

式中:

E ——测得的电极电位;

E_0 ——参比电极的电位(固定值);

S ——氟电极的斜率;

c_F ——溶液中氟离子的浓度。

当控制试验溶液的总离子强度为定值时,电极电位就随试液中氟离子浓度的变化而变化, E 与 $\log c_F$ 呈线性关系。为此通常加入总离子强度缓冲溶液,以消除或减少不同浓度的离子间引力大小的差异,使其活度系数为 1,用浓度代替活度。

样品用氢氧化钠在高温熔融后,用热水浸取,并加入适量盐酸,使有干扰作用的阳离子变为不溶的氢氧化物,经澄清除去后调节溶液的 pH 至近中性,在总离子强度缓冲溶液存在的条件下,直接用氟电极法测定。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂,所用水为去离子水或无氟蒸馏水。

3.1 (1+1)盐酸溶液。

3.2 氢氧化钠(固体):粒片状。

3.3 0.2 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 0.80 g 氢氧化钠,溶于水后,用水稀释至 100 mL。

3.4 0.04% 溴甲酚紫指示剂:称取 0.10 g 溴甲酚紫,溶于 9.25 mL 氢氧化钠溶液(3.3)中,用水稀释至 250 mL。

3.5 总离子强度缓冲溶液(TISAB)

3.5.1 1 mol/L 柠檬酸钠(TISAB I):称取 294 g 柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 1 000 mL 烧杯中,加入约 900 mL 水溶解,用盐酸溶液(3.1)调节 pH 至 6.0~7.0,转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

3.5.2 1 mol/L 六次甲基四胺—1 mol/L 硝酸钾—0.15 mol/L 钛铁试剂(TISAB II):称取 140.2 g 六次甲基四胺 $[(\text{CH}_2)_6\text{N}_4]$ 、101.1 g 硝酸钾(KNO_3)和 49.8 g 钛铁试剂($\text{C}_6\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$),加水溶解,调节 pH 至 6.0~7.0,转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

3.6 氟标准储备溶液:准确称取基准氟化钠(NaF,105℃~110℃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100μg。

3.7 氟标准使用溶液:用无分度吸管吸取氟标准储备溶液(3.6)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10.0μg。

4 仪器

- 4.1 氟离子选择电极及饱和甘汞电极。
- 4.2 离子活度计或pH计(精度±0.1mV)。
- 4.3 磁力搅拌器及包有聚乙烯的搅拌子。
- 4.4 聚乙烯烧杯,100mL。
- 4.5 容量瓶:50mL、100mL、1000mL。
- 4.6 镍坩埚:50mL。
- 4.7 高温电炉:温度可调(0℃~1000℃)。

5 样品

将采集的土壤样品(约500g),摊在聚乙烯薄膜或清洁的纸上,放在通风避光的室内自然风干。风干后用木棒压碎,去除石子和动植物残体等异物,过2mm尼龙筛,过筛样品全部置于聚乙烯薄膜上,充分混匀,用四分法缩分为约100g。用玛瑙研钵研磨土样至全部通过0.149mm尼龙筛,混匀后备用。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

准确称取过0.149mm筛的土样0.2g(准确至0.0002g)于50mL镍坩埚中,加入2g氢氧化钠(3.2),放入高温电炉中加热,由低温逐渐缓缓加热升至550℃~570℃后,继续保温20min。取出冷却,用约50mL煮沸的热水分几次浸取,直至熔块完全溶解,全部转入100mL容量瓶中,再缓缓加入5mL盐酸(3.1),不停摇动。冷却后加水至标线,摇匀。放置澄清,待测。

6.2 测定

6.2.1 准确吸取样品溶液的上清液10.0mL,放入50mL容量瓶中,加1滴~2滴溴甲酚紫指示剂(3.4),边摇边逐滴加入盐酸(3.1),直至溶液由蓝紫色刚变为黄色为止。加入15.0mL总离子强度缓冲溶液(3.5),用水稀释至标线,摇匀。

6.2.2 将试液倒入聚乙烯烧杯中,放入搅拌子,置于磁力搅拌器上,插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极,测量试液的电位,在搅拌状态下,平衡3min,读取电极点位值(mV)。每次测量之前,都要用水充分冲洗电极,并用滤纸吸去水分。根据测量毫伏数计算出相应的氟化物含量。

6.3 空白试验

不加样品按6.1制备全程序试剂空白溶液,并按步骤6.2进行测定。每批样品制备两个空白溶液。

6.4 标准曲线的绘制

准确吸取氟标准使用溶液(3.7)0.00、0.50、1.00、2.00、5.00、10.0、20.0mL,分别于50mL容量瓶中,加入10.0mL试剂空白溶液,以下按6.2所述步骤,从空白溶液开始由低浓度到高浓度顺序依次进行测定。以毫伏数(mV)和氟含量(μg)绘制对数标准曲线。

7 结果表示

土壤中氟含量c(mg/kg)按式(1)计算:

$$c = \frac{m - m_0}{w} \times \frac{V_{总}}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——样品氟的含量,单位为微克(μg);

m_0 ——空白氟的含量,单位为微克(μg);

w ——称取试样质量,单位为克(g);

$V_{\text{总}}$ ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

V ——测定时吸取试样溶液体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度和准确度

按照本标准测定土壤中氟化物,其相对误差的绝对值不得超过10%。在重复条件下,获得的两次独立测定结果的相对偏差不得超过10%。

9 注释

9.1 电极法测定的是游离氟离子,能与氟离子形成稳定络合物的高价阳离子及氢离子干扰测定。根据络合物的稳定常数及实验研究证明, Al^{3+} 的干扰最严重, Zr^{4+} 、 Sc^{3+} 、 Th^{4+} 、 Ce^{4+} 等次之, Fe^{3+} 、 Ti^{4+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等也有干扰。其他阳离子和阴离子均不干扰。

9.2 在碱性溶液中,当 OH^- 的浓度大于 F^- 浓度的1/10时也有干扰。

9.3 加入总离子强度缓冲溶液可消除干扰,使试液的pH保持在6.0~7.0时,氟电极就能在理想的范围内进行测定。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
土 壤 质 量 氯 化 物 的 测 定
离 子 选 择 电 极 法
GB/T 22104—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

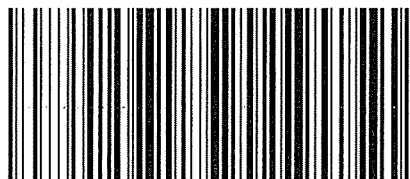
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-33180 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 22104-2008