

ICS 13.080.05
Z 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 22104—2008

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

中华人民共和国
国家标准
土壤质量 氟化物的测定
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

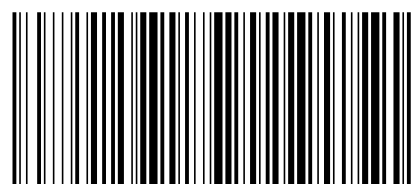
*

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

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

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:

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

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。