

# 分光光度计法测定复合肥料中有效磷含量

尹凤芝

(农业部乳品质量监督检验测试中心(哈尔滨), 黑龙江 哈尔滨150090)

**摘要** 《GB/T 8573-2010 复合肥料中有效磷的测定》的检测方法, 是仲裁方法, 该方法的缺点是操作比较繁琐, 抽滤需要的时间比较长, 不能同时做多个样品; 如果样品量较多的情况下, 该方法有一定的局限性。本研究中试样经 EDTA 溶液提取, 使磷在硝酸溶液中与钒钼酸铵生成黄色络合物, 其颜色的深浅与磷的含量成正比, 利用分光光度计测定吸光度进行定量分析。该方法操作步骤简单, 需要的时间短, 结果准确可靠, 可以弥补国标方法的不足。

**关键词** 钒钼酸铵, 络合物, 分光光度计, 吸光度

磷是植物必需的元素之一, 是细胞核的主要成分, 能促进早期根系的形成和生长, 促进幼苗发育和植物体内各种代谢作用, 有助于增强植物的抗病性, 使作物早开花, 早结果。合理施用磷肥, 可增加作物产量, 改善作物品质。目前, 化肥中磷含量的测定, 一般采用“磷钼酸喹啉重量法”为仲裁方法, 该方法适用于磷肥中磷含量的测定, 具有测定结果准确的特点, 缺点是操作时间较长。本文介绍的钒钼酸铵比色法与《GB/T 8573-2010 复合肥料中有效磷的测定》相比, 在结果准确性不变的情况下, 克服了操作繁琐耗时缺点, 可以同时测定多个样品, 操作更简单。

## 1 材料和方法

### 1.1 方法提要

试样经乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液提取, 提取液中正磷酸根离子在酸性介质中与钒钼酸铵生成黄色络合物。用分光光度计在波长 440 nm 处测定

吸光度, 其颜色的深浅与磷的含量成正比。

### 1.2 试剂和材料

除非另有规定, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 1.2.1 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液, 37.5g/L

称取 37.5g EDTA 与 1000mL 烧杯中, 加入少量水溶解, 用水稀释至 1000mL, 混匀。

#### 1.2.2 钒钼酸铵试剂

A 液: 25 g 钼酸铵  $[(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O]$ , 溶于 400 mL 水中。

B 液: 1.25 g 偏钒酸铵  $(NH_4VO_3)$  溶于 300 mL 沸水中, 冷却后加 250 mL 浓硝酸 (分析纯), 将 A 液缓缓倾入 B 液中, 不断搅匀, 并用水稀释至 1 L, 贮于棕色瓶中。

#### 1.2.3 磷的标准贮备液 (50 $\mu$ g/mL)

称取在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  烘干至恒重的磷酸二氢钾标准品  $(KH_2PO_4)$  0.2197g, 溶于 400 mL 水中, 加 8 mL 浓硫酸 (分析纯), 定容至 1 L。可长久贮存。

\* 作者介绍: 尹凤芝

单 位: 黑龙江省农垦乳品检测中心 (农业部乳品质量监督检验测试中心 (哈尔滨))

邮 箱: cn\_0987@sina.com

### 1.3 仪器和设备

分析天平（感量0.1 mg），恒温水浴振荡器（能控制温度60℃ ± 2℃），分光光度计。

### 1.4 测定步骤

#### 1.4.1 标准曲线的制作

1.4.1.1 分别吸取磷的标准贮备液（1.2.3）0 mL，5 mL，7.5 mL，10 mL，15 mL，20 mL，25 mL，分别放入50mL容量瓶中。

1.4.1.2 加入10.00 mL 钒钼酸铵试剂（1.2.2），用水定容至刻度。该系列标准溶液中磷的浓度分别为0 μg/mL，5 μg/mL，7.5 μg/mL，10 μg/mL，15 μg/mL，20 μg/mL，25 μg/mL。在25℃ ~ 30℃下显色15 min。用1 cm比色皿，于波长440 nm处测定吸光值。以吸光值为纵坐标，以磷的浓度为横坐标，绘制标准曲线。

1.4.2 称取含有100mg ~ 200mg五氧化二磷的试样（精确至0.2 mg），于250 mL容量瓶中，加入150mLEDTA溶液（1.2.1），塞紧瓶塞，置于60℃ ± 2℃的恒温水浴振荡器（1.3）中，保温振荡1h（振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可）。然

## 2 分析结果计算

试样中五氧化二磷的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{c \times V \times V_2}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100 \times 2.2914 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- X——试样中五氧化二磷的含量，%；
- c——从标准曲线中查得试样溶液中磷的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V——试样消化后定容体积，单位为毫升（mL）；
- V1——吸取样液体积，单位为毫升（mL）；
- V2——比色液定容体积，单位为毫升（mL）；
- m——样品的质量，单位为克（g）。

2.2914——磷折算成五氧化二磷的系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

## 3 方法讨论

### 3.1 线性关系：

由上表可以看出：曲线的相关性很好，一般都可以达到0.999以上，说明本方法的稳定性很好。

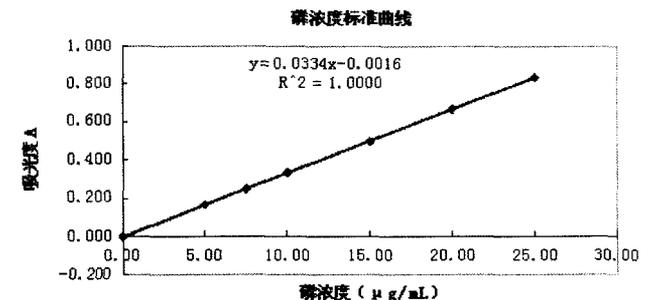
表1 磷标准曲线的回归方程

磷浓度（μg/mL）	0.00	5.00	7.50	10.00	15.00	20.00	25.00
吸光度A	0.000	0.166	0.248	0.332	0.495	0.666	0.835

后取出容量瓶，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。干过滤，弃去最初部分滤液，备用。同时做空白试验。

#### 1.4.3 试样测定

吸取试液（1.4.2）2~5 mL（根据样品中磷含量确定）于50 mL容量瓶中，加少量水后，以下按1.4.1.2自“加入10.00 mL 钒钼酸铵试剂……”依法操作。以空白溶液调零。从标准曲线上查得试样溶液中磷的浓度。



### 3.2 两种方法对比试验

我们选用不同种类的化肥用GB/T 8573-2010和本方法做有效磷的对比试验。结果如下表：

表2. 对比试验

产品名称	GB/T 8573-2010方法	本文介绍方法
	五氧化二磷含量 (%)	五氧化二磷含量 (%)
大豆专用肥	23.1	23.3
缓释复合肥	16.3	16.4
掺混肥料	28.8	28.5
测土配方肥	10.2	10.3

从以上数据可以看出：两种检测方法的测定结果相差不大，在允许误差范围，由此可见，本文推荐的方法是可行的。

### 3.3 精密度试验

我实验室选用了四批不同类型的化肥样品，每

个样品重复测定八次，进行本方法的精密度试验。

如表3所示

从不同类型的化肥样品平行试验数据看出：样品的重现性较好，能达到相应标准的要求。

综上所述，本方法无论从线性关系、重复性试验还是与国标方法对比试验，都得到较满意的结果。该方法原理简单，操作简便，耗时短，结果准确可靠，可以弥补国标方法的不足。

### 参考文献

- [1] GB 5413.22-2010 婴幼儿食品和乳粉中磷的测定
- [2] GB/T 8573-2010 复合肥料中有效磷的测定

表3. 精密度试验

重复性次数	化肥中五氧化二磷含量 (%)			
	1	2	3	4
1	20.7	14.6	27.6	18.8
2	21.0	14.9	28.0	18.4
3	20.4	14.5	27.5	18.5
4	20.9	14.3	27.4	18.3
5	20.6	14.8	27.7	18.6
6	20.4	14.6	28.0	18.8
7	20.8	14.4	27.4	18.9
8	20.5	14.7	27.8	18.8
平均值	20.66	14.60	27.68	18.64
标准偏差	0.226	0.200	0.244	0.220
相对标准偏差%	0.011	0.014	0.009	0.012

## Determination of Available Phosphorus Content in Compound Fertilizers by Spectrophotometer

Yin Fengzhi

(Milk Determination and Test Center of Agricultural Development of Hei long jiang province, Harbin 150090)

**Abstract:** The detection method in “GB/T 8573-2010 Detection of available phosphorus in compound fertilizer” is an arbitral method, which has some disadvantages such as tedious operations, long time of suction filtration and especially unable to detect multiple samples simultaneously. In our study, samples were extracted by EDTA, some yellow complex can be formed trough the reaction of phosphorus and vanadium ammonium molybdate in nitric acid solution, and the intensity of the color is proportional with the phosphorus content, so that its absorbance can be measured with a spectrophotometer for quantitative analysis. The method has simple operation steps and needs short time; the result is accurate and reliable, which can make up for the deficiencies in national standard method.

**Key Words** Vanadium ammonium molybdate; Complex; Spectrophotometer; Absorbance