

分光光度法测有机肥的磷含量

罗曼

贵州京鸣新型肥料开发有限公司

前言

有机肥中的五氧化二磷含量是有机肥中重要的养分指标。测试步骤按照国标法 NY525-2012 中的分光光度法。此法具有操作简单，用时较短和准确性较高等优点。

1. 仪器与试剂

1.1 仪器

紫外光分光光度计：UV-1700 型，上海美析仪器有限公司

分析天平：BSA224S 型，北京赛多利斯科学仪器有限公司

电炉：电子万用电炉，天津泰斯特仪器有限公司

1.2 主要试剂

浓硫酸（1.84），无磷滤纸，硝酸（分析纯），30%过氧化氢

质量浓度为 10%的氢氧化钠溶液：称取 10g 氢氧化钠，定容至 100mL。

2，4（或 2，6）二硝基酚指示剂：质量浓度为 0.2%。

体积分数为 5%硫酸溶液：吸取 1.5mL 浓硫酸 400mL 蒸馏水中，冷却后定容至 1L。

钒钼酸铵试剂：称取 25g 钼酸铵溶于 400mL 水中，称取 1.25g 偏钒酸铵溶于 300mL 沸水中，冷却后加 250mL 硝酸，冷却后将前制溶液导入后制溶液中，用水稀释至 1L，可存储于棕色瓶中。

磷标准溶液：50 μ g/mL

称取 0.2195g 经 105 °C 烘干两小时的磷酸二氢钾（基准试剂），加水溶解后转入容量瓶加入 5 毫升浓硫酸定容至 1L。

2. 测定步骤

2.1 试样测定

称取 0.2g 经风干过筛后（ Φ 1mm）的试样于 250ml 三角瓶中，加 5mL 浓硫酸，2mL 过氧化氢，小心摇匀，瓶口放 1 弯颈小漏斗，放置过夜。于电炉加热（5min）至冒烟，取下稍冷，加 2mL 过氧化氢，加热 5 分钟，取下稍冷，加入 1mL 过氧化氢，加热 5 分钟，取下，稍冷后加入 20-30mL 蒸馏水，煮沸后取下冷却至室温。将消煮液移入 100mL 容量瓶中，加蒸馏水定容至 100mL。用无磷滤纸干过滤。空白试验除不加试样外，试剂用量与操作和加试样的一致。

吸取 5mL 试样溶液于 50mL 容量瓶中，加蒸馏水至 30mL，与标准溶液系列同条件显色，比色，读取吸光度。

2.2 绘制标准曲线

吸取磷标准溶液 0，1.0，2.5，5.0，7.5，10.0，15.0mL 分别置于 7 个 50mL 容量瓶中，空白实验加蒸馏水至 30mL，加 2 滴 2，4（或 2，6）二硝基酚指示剂溶液，用 10%氢氧化钠溶液调至微黄色，加 10mL 钒钼酸铵试剂，摇匀定容。室温下放置 20 分钟显色。在分光光度计（波长为 440nm）处用 1cm 光径比色皿，空白溶液调节仪器零点，进行比色，读取吸光度。

根据磷浓度和吸光值绘制标准曲线或求出直线回归方程。

磷浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0	5	7.5	10	15	20	25
吸光值	0	0.172	0.255	0.338	0.499	0.664	0.809

$$\text{P}_2\text{O}_5 (100\%) = C \times V \times D \times 2.29 \times 0.0001/m$$

C=由校准曲线或回归方程求得显色液磷浓度 ($\mu\text{g/mL}$) ;

V=显色体积, 50 mL;

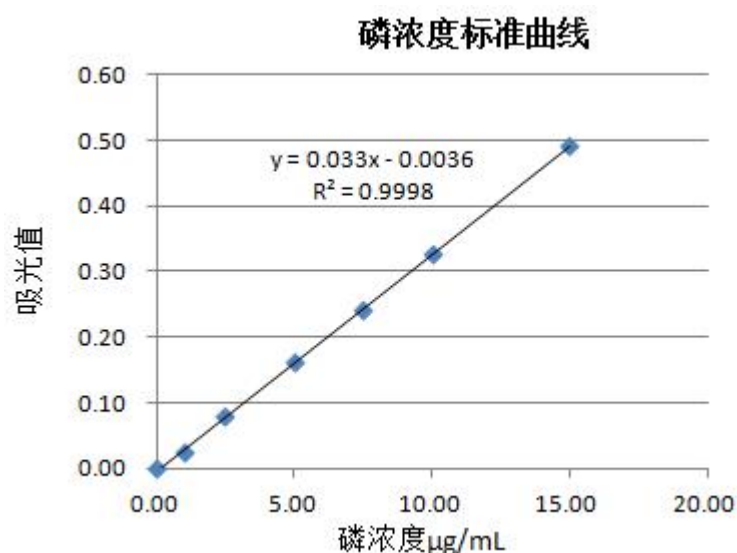
D=分取倍数, 定容体积/分取体积, 100/5

m=样品质量

2.29=将磷换算为 P_2O_5 的因数

0.0001=将 $\mu\text{g/g}$ 换算为质量分数的因数

由磷浓度标准曲线图可以看出：曲线的相关性很好，可以达到 0.999 以上，说明由此说明本方法的稳定性良好。



2.3 重复性试验

通过对同一样品 5 次平行试验, 实验结果如表 2 所示, 测试平均值为 2.77 样本偏差 $s=0.05$, 试验数据的集中趋势好, 可以进行日常产品分析。

表 2 重复性实验结果

有机肥中五氧化二磷含量 (%)	
有机肥样本 1	2.70
有机肥样本 2	2.84
有机肥样本 3	2.76
有机肥样本 4	2.75
有机肥样本 5	2.79
平均值	2.77
标准偏差	0.05
相对标准偏差	0.02