

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1738—2009

农作物及其产品中磷含量的测定 分光光度法

Determination of phosphorus content in crops and derived products
—spectrophotometry

HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2009-04-23 发布

2009-05-20 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出并归口。

本标准起草单位：中国水稻研究所、农业部稻米及制品质量监督检验测试中心。

本标准的主要起草人：段彬伍、徐霞、朱智伟、谢黎虹、郭望模、陈能。



农作物及其产品中磷含量的测定 分光光度法

1 范围

本标准规定了农作物及其产品中磷含量的分光光度测定法。

本标准适用于农作物及其产品中磷的测定。

本标准方法的线性范围为 1.0 mg/L~20 mg/L。

本标准方法的检出限为 6 μ g。

2 原理

试样经酸消解后,在酸性条件下正磷酸根与偏钒酸铵和钼酸铵作用,生成黄色的络合物 $[(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot \text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3]$ (钼黄),在波长 400 nm 处测定吸光度值,其吸光度值与磷含量成正比。

3 试剂

除非另有说明,在实验中仅使用为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 硫酸(H_2SO_4)。
- 3.2 硝酸(HNO_3)。
- 3.3 高氯酸(HClO_4)。
- 3.4 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.5 偏钒酸铵(NH_4VO_3)。
- 3.6 钼酸铵($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.7 磷酸二氢钾(KH_2PO_4):优级纯。
- 3.8 高氯酸—硝酸混合液 $[\phi(\text{HClO}_4 + \text{HNO}_3) = 1 + 4]$:分别吸取 80 mL 硝酸、20 mL 高氯酸,混匀。
- 3.9 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH}) = 6 \text{ mol/L}]$:称取 24 g 氢氧化钠(3.4)溶于 100 mL 蒸馏水中,混匀。
- 3.10 钒钼酸铵显色剂:称取 1.25 g 偏钒酸铵(3.5)溶于 300 mL 沸水中,冷却后加入 250 mL 硝酸(3.2)。再称取 25.0 g 钼酸铵(3.6)溶于 400 mL 水中。将钼酸铵溶液缓慢地注入偏钒酸铵溶液中,随时搅拌,用水稀释至 1 000 mL,混匀,贮藏在棕色瓶中备用。
注:在保存过程中有沉淀生成时,不能再使用。
- 3.11 磷标准使用液(100 mg/L):准确称取 0.439 4 g 在 105℃下恒重的磷酸二氢钾(3.7),水溶解后加 5 mL 硫酸(3.1),稀释定容至 1 000 mL 容量瓶中,混匀。
- 3.12 二硝基酚指示剂:称取 0.25 g 2,4-二硝基酚或 2,6-二硝基酚溶于 100 mL 水中。

4 仪器

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 可调式电热板。
- 4.3 分析天平:精度 $\pm 0.1 \text{ mg}$ 。
- 4.4 锥形烧瓶或凯氏烧瓶。

5 试样制备

5.1 干试样:除去可见杂质,混匀缩分至约 50 g,粉碎,过 0.42 mm 筛,混匀,备用。

5.2 新鲜试样:将鲜样(如为果蔬类样品则仅取可食部分)用干净纱布轻轻擦去样本表面的附着物或清洗干净并用滤纸吸干水分,采用对角线分割法,取对角部分,将其切碎,充分混匀,用四分法取样或直接放入食品加工机中捣成匀浆,备用。

6 分析步骤

6.1 试样消解

称取干样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)或鲜样 5 g~20 g(精确至 0.001 g)置于 150 mL 锥形烧瓶或凯氏烧瓶中,干样需先加几滴水湿润样品,然后加入 5 mL 硫酸(3.1)和 5 mL 高氯酸-硝酸混合液(3.8),加盖小漏斗放置 10 min,置于电热板上低温缓缓加热,待分解作用缓和再升温继续消解。若消解液剩余约 5 mL 时仍有未分解之物或色泽较深,取下稍冷,补加硝酸 3 mL~5 mL,再消解至 5 mL 左右,如此重复操作直至待消解液呈无色或微带黄色清亮液体。冷却至室温并将消解液用水转移至 100 mL 容量瓶中,定容,作为试料待测液备用。

6.2 测定

6.2.1 标准曲线的绘制

准确吸取磷标准使用液 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL(相当于 0.00 μg、50.0 μg、100 μg、200 μg、300 μg、400 μg、500 μg 磷),分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 钒钼酸铵显色剂(3.10),加水定容。静置 15 min 后,在分光光度计波长 400 nm 处,用 1 cm 比色皿测定标准溶液的吸光度。以磷的质量(以 μg 表示)为横坐标,相应的吸光度值为纵坐标,求得标准曲线方程。

6.2.2 样品测定

准确吸取试料待测液(6.1)5.00 mL~20.00 mL 置于 50 mL 容量瓶中,加 2 滴二硝基酚指示剂(3.12),用氢氧化钠溶液(3.9)中和至刚呈微黄色,加入 10.0 mL 钒钼酸铵显色剂(3.10),加水定容。静置 15 min 后,在分光光度计波长 400 nm 处,用 1 cm 比色皿测定溶液的吸光度。将测得吸光度值代入标准曲线方程计算出试料待测液中磷的含量。

若试料待测液吸光度值大于标准系列最高点吸光度值,则应减少吸取试料待测液的体积,重新显色测定。

6.3 空白试验

除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

7 结果计算

试样中磷含量以质量分数 ω 计,数值用百分率(%)表示,按下列公式计算:

$$\omega = \frac{(m_1 - m_2) \times V_1}{m \times V_2 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——由标准曲线计算得到的试液中磷的质量,单位为微克(μg);

m_2 ——由标准曲线计算得到的空白溶液中磷的质量,单位为微克(μg);

V_1 ——待测液定容体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试料待测液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 5%，以大于这两个测定值的算术平均值的 5% 情况不超过 5% 为前提。

