

分光光度法快速测定复合肥中有效磷含量*

张 辰

(辽宁省产品质量监督检验所 115000)

摘要 研究了分光光度法快速测定复合肥中有效磷含量的方法,对测定过程的波长、酸度、显色剂用量、显色时间、不同提取时间进行了探讨。在酸性溶液中,磷酸根与钒钼酸铵显色剂反应生成稳定的黄色络合物,在 400 nm 波长处进行测定,测定结果的相对标准偏差为 0.17%~0.40%,回收率为 95.30%~107.94%。

关键词 复合肥 有效磷 分光光度法 测定

Rapid Determination of Available Phosphate Content in Compound Fertilizers by Spectrophotometry

Zhang Chen

(Yingkou Institute of Supervision and Testing on Product Quality of Liaoning Province 115000)

Abstract The method is studied of the rapid determination of available phosphate content in compound fertilizers by spectrophotometry and an inquiry is made into the wavelength, acidity, quantity of developer used, developing time and different extraction time during determination. In the acidic solution, the phosphate radical reacts with the ammonium vanadomolybdate developer to form a stable yellow complex, which is determined at a wavelength of 400 nm, the relative standard deviation of the result of determination is 0.17%~0.40%, and the recovery is 95.30%~107.94%.

Keywords compound fertilizers available phosphate spectrophotometry determination

0 前言

复合肥中有效磷含量是复合肥养分的一个重要指标,按照国家标准 GB/T8573—1999 的方法,采用磷钼酸喹啉重量法测定。该法操作步骤烦琐,分析时间长,而用分光光度法测定具有操作简便、快速、精密度和准确度都较高等优点。

1 主要仪器与试剂

紫外光栅分光光度计:752型,上海第三分析仪器厂。

分析天平:AEU210型,日本岛津公司。

恒温水浴振荡器:SHA-B型,富华仪器有限公司。

偏钒酸铵、钼酸铵、乙二胺四乙酸二钠、硝酸:

分析纯。

磷酸二氢钾:基准试剂,质量分数 $\geq 99.95\%$,光复科技发展有限公司。

1 mg/mL 磷标准溶液(1 mL 溶液中含 P_2O_5 1 mg):准确称取 1.9175 g 经 105℃ 干燥 2 h 的磷酸二氢钾,用适量水溶解,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

钒钼酸铵显色剂:称取 1.12 g 偏钒酸铵溶于 250 mL 水中,加入 250 mL 浓硝酸;另取 27 g 钼酸铵加入 100 mL 水中,加热溶解,冷却后在搅拌下将钼酸铵溶液缓慢地加入偏钒酸铵溶液中,然后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,贮于棕色瓶中避光保存。保存过程中如有沉淀,则不能使用。

37.5 g/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:

* 本文作者的联系电话:0417-3858536

称取 37.5 g EDTA 于烧杯中,加入少量水溶解,然后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

复合肥:市售。

试验用水:蒸馏水。

2 试验方法

称取 1.000 0 g 左右经粉碎的复合肥试样于 250 mL 容量瓶中,加入 150 mL 预先加热至 60 °C 的 EDTA 溶液,塞紧瓶塞,摇动容量瓶使试样分散于溶液中,置于 (60 ± 1) °C 的恒温水浴振荡器中,保温振荡 15 min (振荡频率以容量瓶内试样能自由翻动即可);然后取出容量瓶冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀;干过滤,弃去最初的部分滤液;吸取 5 mL 滤液于 100 mL 烧杯中,加入 1:1 硝酸 4 mL,水 20 mL,加热至沸腾,取下冷却,然后转移至 100 mL 容量瓶中,加 20 mL 钒钼酸铵显色剂,定容,摇匀;放置 15 min 以上,测定其吸光度。

复合肥试样中有效磷含量 (W) 按下式计算:

$$W = \frac{m_1}{m \times 1000 \times V/250} \times 100\%$$

式中: m——试样质量, g

V——吸取试液的体积, mL

m_1 ——试液吸光度从工作曲线上查得的 P_2O_5 的含量, mg

3 结果与讨论

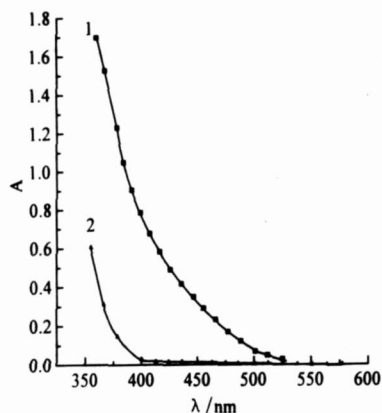
3.1 条件试验

(1) 波长

准确移取 2.0 mL 磷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 1:1 硝酸和 20 mL 钒钼酸铵显色剂,用水稀释至刻度。在 360 ~ 580 nm 范围内测定吸光度,绘制吸收曲线 (图 1)。由于显色剂与磷络合物在波长 360 nm 处均有最大吸收峰,在此波长下测定,则未反应的显色剂会干扰测定的准确度。因此选择在波长 400 nm 处测定,尽管灵敏度有所下降,但消除了干扰,提高了测定的准确度和选择性。

(2) 酸度

准确移取 2.0 mL 磷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,分别加入 1 ~ 10 mL 1:1 硝酸和 20 mL 钒钼酸铵显色剂,用水稀释至刻度,然后测定吸光



1. 磷络合物 2 钒钼酸铵显色剂

图 1 波长对测定结果的影响

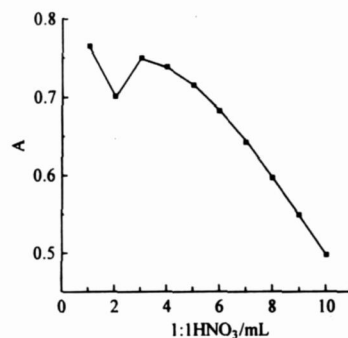


图 2 酸度对测定结果的影响

度,绘制吸收曲线。

由图 2 可见:酸度太低时,不存在磷酸盐时溶液也呈黄色,影响分析结果;酸度太高时,不但显色时间长,而且吸光度明显下降;加入 4 ~ 5 mL 1:1 硝酸时,曲线比较平坦;但是加入 5 ~ 10 mL 1:1 硝酸时,吸光度明显下降。根据试验结果,选择 1:1 硝酸加入量 4 mL。

(3) 显色剂用量

准确移取 2.0 mL 磷标准溶液于 100 mL 容量瓶之中,加入 4 mL 1:1 硝酸,然后分别加入 5 ~ 20 mL 钒钼酸铵显色剂,用水稀释至刻度,测定吸光度并绘制吸收曲线。

如图 3 所示,加入 5 ~ 12 mL 显色剂时,磷没有完全转化为磷络合物,随着显色剂用量的增大,吸光度趋于平稳,所以试验选择显色剂加入量为 20 mL。

(4) 显色时间

准确移取 2.0 mL 磷标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 1:1 硝酸和 20 mL 钒钼酸铵显色剂,用水稀释至刻度,然后分别放置 5 ~ 60 min 后测定吸光度并绘制吸收曲线。

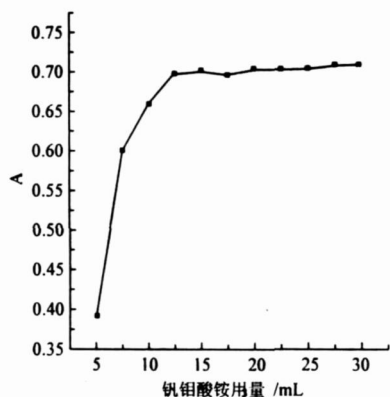


图 3 显色剂用量对测定结果的影响

如图 4 所示, 放置 15 ~ 60 min 后, 吸光度趋于平稳。

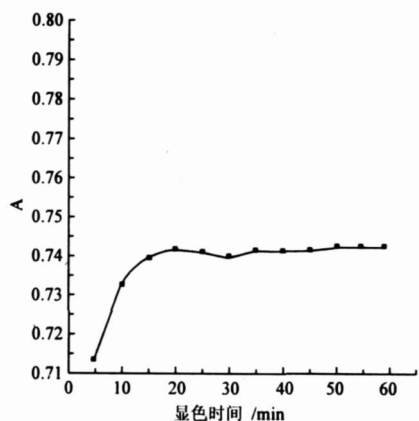


图 4 显色时间对测定结果的影响

(5) 提取时间

通过对试样进行不同提取时间 (15 30 45 和 60 min) 的试验, 发现提取时间在 15 min 以上时测定结果稳定。

3.2 工作曲线的绘制

准确移取 0.00 1.00 2.00 3.00 和 4.00 mL 磷标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 分别加入 4 mL 1:1 硝酸和 20 mL 钒钼酸铵显色剂, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置 15 min 以上, 然后测定其吸光度, 得到磷浓度分别为 0.00 1.00 2.00 3.00 和 4.00 mg 系列磷标准工作溶液。

3.3 共存离子的影响

在适当的酸度下, SO_3^{2-} 可与钒钼酸铵显色剂反应生成黄色络合物。经试验, 试样中的 SO_3^{2-} 不影响测定。

3.4 精密度和准确度

按试验方法对试样进行测定, 每种样品平行

测定 6 次, 测定结果 (表 1) 表明本方法精密度和准确度较高。

表 1 精密度和准确度试验结果

$W_{P_2O_5}$ 测定值 /%	$W_{P_2O_5}$ 平均值 /%	RSD/
		%
10.96 11.01 10.92 11.00 10.95 10.97	10.97	0.30
10.67 10.62 10.70 10.65 10.68 10.72	10.67	0.40
7.12 7.09 7.11 7.07 7.12 7.14	7.11	0.35
9.45 9.43 9.49 9.45 9.46 9.44	9.45	0.22
15.40 15.45 15.38 15.43 15.40 15.39	15.41	0.17
12.45 12.41 12.49 12.39 12.43 12.45	12.45	0.30
6.27 6.26 6.30 6.28 6.31 6.25	6.28	0.37
12.09 12.11 12.07 12.09 12.05 12.10	12.08	0.19

3.5 比对试验

将 8 种样品分别用磷钼酸喹啉重量法和分光光度法进行比对试验, 测定结果 (表 2) 表明两种方法的测定结果都在允许误差内。

表 2 比对试验结果 ($W_{P_2O_5}$) /%

分光光度法	磷钼酸喹啉重量法	绝对误差
10.97	11.01	0.04
10.67	10.76	0.09
7.11	6.96	0.15
9.45	9.60	0.15
15.41	15.48	0.07
12.45	12.26	0.19
6.28	6.24	0.04
12.08	12.00	0.08

3.6 回收率试验

向样品溶液中加入标准溶液测定方法的回收率, 测定结果 (表 3) 表明, 有效磷的回收率为 95.30% ~ 107.94%。

表 3 加标回收率试验结果

试样中磷含量 /mg	加标量 /mg	测定值 /mg	回收率 /%
2.188	0.50	2.665	95.30
2.066	0.50	2.571	101.00
1.407	0.50	1.906	99.85
1.860	0.50	2.354	98.72
2.994	0.50	3.490	99.12
2.506	0.50	3.018	102.39
1.215	0.50	1.755	107.94
2.364	0.50	2.862	99.62

(收稿日期 2007-04-18)