

浅谈肥料中有效磷测定的方法及检测误差原因分析

晋双锁

辛集市市场监督管理局 河北辛集 052360

【摘要】我国是农业大国，随着我国农业的发展，肥料的用量也在逐年增加，复合肥料在农业实际运用中要比的单一的肥料具有更好的效果，复合肥料可以集结众多的优势，能为农作物提供更为全面的养份。但是复合肥料也有假货，为了防止农民朋友买到虚假产品，需要对复合肥料中的氮磷钾进行一定的检测，而检测方法就是现阶段的工作重点。本文仅就复合肥料中有效磷、水溶性磷检测的方法及检测误差原因分析进行一定的研究。

【关键词】影响；有效磷；原因分析

Discussion on the method of effective phosphorus determination and the cause of detection error in fertilizer

Jin Shuangshuo

Xinji Market Supervision and Administration Bureau Xinji, Hebei Province 052360

【Abstract】 China is a big agricultural country, with the development of China's agriculture, the amount of fertilizer is also increasing year by year, compound fertilizer in the actual use of agriculture to be a single fertilizer has a better effect of compound fertilizer, compound fertilizer can gather many advantages, can provide more comprehensive nutrients for crops. However, compound fertilizer is also fake. In order to prevent farmers from buying fake products, it is necessary to test the nitrogen, phosphorus and potassium in compound fertilizer, and the detection method is the focus of the work at this stage. In this paper, the detection methods of effective phosphorus and water-soluble phosphorus and the causes of detection error in compound fertilizer are only studied.

【Key words】 influence; effective phosphorus; cause analysis

一、实验部分

复合肥料中有效磷、水溶性磷检测的方法有很多种，需要通过试验来确定哪一种最适合实际应用。经过一定的讨论和研究，笔者认为磷钼酸喹啉重量法能够得到一个理想的效果，所以现阶段的多数科研机构都在应用磷钼酸喹啉重量法来检测复合肥料中的有效磷以及水溶性磷。在本文中，会对复合肥料中有效磷以及水溶性磷检测的方法进

行详细的阐述。

1.样品的选定

对于样品来说，多数情况下能够代表复合肥料中有效磷以及水溶性磷的含量，但是目前的生产技术较为先进，部分复合肥料的有效磷以及水溶性磷的含量存在一定的差异。比方说，有些复合肥料的有效磷或者水溶性磷的含量会超过百分之十的比重，但是有些符合肥料则在百分之十以下。

另一方面，原料磷肥的类型也存在很大的差异，市场上

的磷铵、过磷酸钙等都是常用的类型。值得注意的是,样品肥料的工艺也有很大的不同,有些复合肥料会采用圆盘造粒的方式,有些会采用熔融的方法。

2. 实验原理

复合肥料中有效磷、水溶性磷的检测方法并没有想象中的那么复杂,由于是针对性的检测,因此现阶段的工作人员主要采用以下方式来检测复合肥料中有效磷以及水溶性磷,用水和硝酸溶液提取复混肥料中水溶性磷和有效磷,提取液中正磷酸根离子在酸性介质中与喹钼柠酮试剂生成黄色磷钼酸喹啉沉淀,用磷钼酸喹啉重量法测定磷的含量。这种方法的好处在于,不仅节省原材料,同时可以较为精确的检测出相应的含量。另外,采用这样的原理来进行检测,可以在较短的时间内得到结果,从而更好的指导农民朋友该使用哪种肥料。

3. 仪器与试剂

在本次试验当中,主要采用的仪器有实验室常用仪器和超声振荡器,超声振荡器能够加速实验反应,并且在一定程度上精确试验结果。另外,采用的试剂较多,比方说喹钼柠酮试剂、硝酸溶液(1+1)等,这些试剂都是加快反应,同时提高准确率的试剂。还有一个方面要注意,由于试剂的特殊性,因此实验用水主要采用的实验室三级用水。

4. 操作步骤

4.1 样品制备

按照 GB/T85711.2 样品制备

取具有代表性的样品,经万能粉碎机粉碎后,用带盖的干燥洁净的称量瓶盛装,并立即称取实验样品(易吸潮,使结果偏低)。

4.2 有效磷的提取过程

称取含有 100~180mg 五氧化二磷试样,精确至 0.0002g,

称样量在 1.0000g 左右,将试样置于滤纸上,用滤纸包好塞入 250mL 容量瓶中,加入 150mL EDTA 溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使滤纸破碎、试样分散于溶液中,置于 $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴振荡器(4.1.2.3)中,保温振荡 1h(振荡频率以量瓶内试样能自由翻动即可)。然后取出量瓶,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,供测定有效磷用。

4.3 水溶性磷的测定

用单线吸管准确吸取 25mL 溶液,转入 500mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸溶液(1+1),用去离子水稀释至精确的 100mL,在电炉上加热煮沸 2min~3min 取下,加入 35mL 喹钼柠酮试剂,盖上表面皿,在电热板上煮沸 1min 或置于近沸水浴中保温至沉淀分层,取出烧杯,冷却至室温。用先置于 $180^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱内干燥到重量不再改变时的玻璃坩埚过滤沉淀液,先过滤完上部清液滤,然后用倾洗法洗涤坩埚中的沉淀 1~3 次,每次用 25mL 水,将沉淀转入滤器中,再用水洗涤,所用水量共 125~150mL 间,将过滤好沉淀的坩埚放入 $180^{\circ}\text{C} + 2^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内,待温度达到 180°C 后干燥 45min,取出移入干燥器内冷却至室温后称量。

4.4 空白试验

不加任何试样,需与试样测定采用完全相同的试剂,用量和分析步骤,进行平行操作。

4.5 分析结果表述

$$x = (m_1 - m_2) \times 0.03207 \times 100 / (m_3 \times 25 / 250)$$

式中: m_1 —测定有效磷时所得的沉淀质量 g;

m_2 —测定有效磷时空白试验沉淀的质量 g;

m_3 —所称去样品的质量 g;

0.03207—换算系数的系数。

取两次实验结果的平均值为测定结果。

二、影响检测准确度的原因分析

1. 试样称取量的确定

国标中要求称取含有 100–180mg 五氧化二磷的试样，精确至 0.0002g；为了确保测定结果准确，要求检测人员在称取试样时，一定要根据待测样品中有效磷含量的标注，按比例算出试样称取量，因为所称取的试样中有效磷含量的多少直接影响加入沉淀剂量的多少，若称取的试样中有效磷含量大于要求范围的最大值，按测定方法中规定的沉淀剂量（35mL）加入，这样就会导致试样沉淀不完全。导致检测结果偏低；反之，若试样有效磷含量较低，称量小于要求范围最小值，按测定方法中规定的量加入沉淀剂（35mL），造成试剂的浪费。

2. 有效磷的浸提

有效磷的提取方法 GB/T8573–2017 中采用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）TA 溶液提取法；笔者将试样直接（无需滤纸包裹试样）称入容量瓶中加 150mLEDTA 溶液保温振荡 1h 即可，经多次试验结果比较，直接称样浸提和用滤纸包裹试样浸提保温振荡，两次测定结果相同。

国标中用滤纸裹试样浸提并保温振荡 1h 后，使试样分散于溶液中。经多次试验，保温振荡 1h，若振荡力度不够，使滤纸未完全分裂，导致试样不能自由翻动，最后测定值将偏低，且两次平行试验结果将严重超差。因此一定要注意在保温振荡时，必须控制好水浴振器的振荡频次，以保证容量

瓶内的试样能自由翻动。

3. 提取液的取用及沉淀液的温度把控

在沉淀试样中有效磷的操作过程中加入 35mL 喹钼柠酮试剂，只能沉淀 25mg 五氧化二磷，因此吸取提取液时，必须保证五氧化二磷含量不超过 20mg。加入喹钼柠酮试剂时的溶液温度控制在 80℃ 左右为宜，加入试剂后，温度降至 60℃ 左右，如果溶液温度过低容易形成分子运动不活跃导致沉淀较差。

4. 喹钼柠酮试剂存放

喹钼柠酮试剂具有较强的腐蚀性，能腐蚀玻璃器皿，因此不能存放于玻璃容器中，应存放于聚乙烯瓶中为宜，同时受光照易呈浅蓝色。如溶液变为浅蓝色，滴入 1% 溴酸钾溶液至颜色消失；因此喹钼柠酮试剂应存放于暗处。

5. 过滤器的清洗

用毕后的 4 号玻璃坩埚过滤器中会留有黄色的沉淀，应用清水充分冲洗坩埚，将沉淀冲洗干净后滤干浸泡于（1+1）氨水或稀碱中，待黄色沉淀完全溶解后用清水洗净后干燥待用。

三. 结论

综上，在复混肥有效磷的检测过程中，为了保证肥料检验的准确可靠，只有认真严格按照国家标准规定进行检测、并且需要专业的人员进行检验，善于归纳总结经验，不断探索，才能有效确保检测结果的准确性。

参考文献

[1]GB/T8573–2017 全国肥料土壤和调理剂标准技术委员会 复混肥料中有效磷含量的测定