

EDTA 一步提取法快速测定复混肥中有效五氧化二磷含量

王雅萍

(黑龙江省农业科学院牡丹江分院, 牡丹江 157041)

摘要:采用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液直接提取复混肥中有效五氧化二磷,微波加热技术干燥磷钼酸喹啉沉淀。结果表明:用 100 mL EDTA 溶液($0.1\text{ mL}\cdot\text{L}^{-1}$)提取,在 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 恒温下振荡 30 min,用微波炉加热干燥磷钼酸喹啉沉淀 15 min 的测定值,与标准方法测定值的绝对差值 $<0.2\%$,该方法的相对偏差(RSD) $<0.2\%$,精密度和准确度良好。

关键词:复混肥;五氧化二磷;EDTA;一步提取

中图分类号:S1433 文献标识码:A 文章编号:1002-2767(2008)03-0068-02

Rapid Determination of Available P_2O_5 in the Compound Fertilizer by One-step EDTA Extraction

WANG Ya-ping

(Mudanjiang Sub-academy of Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences, Mudanjiang 157041)

Abstract: Available P_2O_5 in compound fertilizer was directly extracted by EDTA. And the precipitated quinoline molybdophosphate was dried by microwave technology. The experiment showed that extracted with 100 mL EDTA solution($0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$), oscillated 30 minutes at the constant temperature $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$, and dried 15 minutes by microwave oven, the absolute error between the datum of the precipitated quinoline molybdophosphate with the method and the datum with standard method was less than 0.2% . The relative standard deviation (RSD) of the method with good precision and accuracy was less than 0.2% .

Key words: compound fertilizer; phosphorus pentoxide (P_2O_5); ethylene diamine tetraacetic acid (EDTA); one-step extraction

现行国家标准 GB/T 8573-1999 复混肥料中测定有效磷含量的分析耗时长,数据滞后,严重影响复混肥生产中控。为此尝试采用快速测定法,即用 100 mL 预热至 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 EDTA 溶液一步提取五氧化二磷,运用微波加热技术干燥沉淀的方法快速测定复混肥中有效五氧化二磷含量,大幅度地缩短了产品分析时间,操作过程简便,实验结果与国标方法测定值相符,重现性好。此方法曾用在过磷酸钙中有效磷含量测定,现尝试用在复混肥生产实践中,以利于复混肥生产中控,便于快速、及时调整原料配方,在复混肥生产厂家具有很大

的实用性。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

高速万能粉碎机,恒温水浴震荡器微波炉(最大输出功率 700 W,多档可调),砂芯玻璃坩埚式过滤器(4 号,容积为 30 mL),EDTA 溶液(浓度 $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,称取 37.5 g EDTA 溶于水中并稀释至 1 L),硝酸溶液(1+1),喹钼柠酮试剂(按 HG/T 2843-1997 中 7.41 配制)。

1.2 实验方法

首先用高速万能粉碎机粉碎实验样品至粉末状,准确称取 1 g(精确至 0.0002 g)粉碎样品置于 200 mL 容量瓶中,加入 80 mL 加热至约 80°C 的 EDTA 溶液,于恒温水浴震荡器上保持在 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 震荡 30 min,取出后用流水冷却至室温,再用

收稿日期:2008-01-03
作者简介:王雅萍(1966-),女,黑龙江人,学士,助理研究员,从事化验分析工作。Tel: 13604833596; E-mail: shinyff@163.com。

水稀释至刻度,混匀,干过滤,弃去最初几毫升滤液。
用单标线吸管吸取 10 mL 滤液放于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸溶液,用水稀释至 100 mL 盖上表面皿,预热近沸,加入 35 mL 喹钼柠酮试剂,微沸 1 min,冷却至室温。

用干燥至恒重的 4 号砂芯玻璃坩埚式过滤器抽滤,先将上层清液滤完,用倾泻法洗涤沉淀 1~2 次(每次用水约 25 mL),然后将沉淀移入滤器中,再用水洗涤,共用水 125~150 mL,用滤纸将坩埚外壁擦干,连同沉淀置于微波炉内进行加热干燥。同时进行空白实验。

五氧化二磷(P_2O_5)含量按下式计算:
$$W(P_2O_5)=(m_1-m_2)\times 32.07/m$$
式中: m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀的质量/g; m_2 ——空白试验所得磷钼酸喹啉沉淀的质量/g; m ——试样的质量 g。

2 结果与分析

2.1 五氧化二磷提取时间的确定

本方法用 $(80\pm 2)^{\circ}C$ 的 EDTA 溶液在不同时间进行一步提取实验,通过不同提取时间的实验表明,加热振荡在 30 min 以上提取完全,测定结果稳定。

2.2 微波炉加热干燥时间的确定

选择最高微波火力(700W)进行加热实验,沉淀物未发现异常。实验结果表明,加热 15 min 以上沉淀干燥达到恒重。

2.3 准确度

首先按本方法提取五氧化二磷(P_2O_5),用干燥

箱在 $(180\pm 2)^{\circ}C$ 下加热干燥磷钼酸喹啉沉淀,对 5 个复混肥样品进行测试,检查用本方法提取五氧化二磷的测定准确度(见表 1)。表 1 数据表明,本方法与现行标准方法的测定结果最大绝对值为 0.11%,小于 0.2%,准确度高。

表 1 五氧化二磷不同提取方法的实验结果

编号	测定结果 $W(P_2O_5)/\%$		
	EDTA 提取法	标准方法提取	绝对差值
1	15.89	15.99	0.10
2	15.58	15.70	0.12
3	15.69	15.63	0.06
4	15.74	15.78	0.04
5	15.48	15.43	0.05

2.4 精密度

按本方法分别对 5 个复混肥样品进行精密度实验,结果表明:对同一样品测定 5 次的相对标准偏差(RSD)仅为 0.10%~0.20%,精准度高。

3 结论

本方法分析时间短,只需 1.5 h,测定结果准确可靠,耗能低,操作简便,可用于复混肥生产中控,调整配方及时、方便,效果良好。

参考文献:

[1] 国标 GB/ T8573-1999, 复混肥料中有效磷含量测定[S] .
[2] 刘珍. 化验员读本上册化验分析[M] . 北京: 北京化学工业出版社, 1998.
[3] 国标 GB/ T8573-1999, 复混肥料中有效磷含量测定[S] .
[4] 黄玉安. EDTA 一步提取法快速测定过磷酸钙中有效五氧化二磷含量[J] . 磷肥与复肥, 2004(1): 70.

2008 年黑龙江省审定的部分作物品种				
作物	审定编号	品种名称	原代号	适应区域
小麦	黑审麦 2008001	龙辐麦 18	龙辐 02-958	东部麦区
小麦	黑审麦 2008002	垦麦 1 号	K01-119	东部麦区
小麦	黑审麦 2008003	龙麦 32	龙 01-1162	东部麦区
马铃薯	黑审麦 2008001	克新 21	克 97G8-4	全省各地
油菜	黑审麦 2008001	垦油 7 号	NKU-14	黑龙江省油菜栽培区
甜菜	黑审麦 2008001	普罗特	PLUTONE	哈尔滨、齐齐哈尔、牡丹江、黑河地区
甜菜	黑审麦 2008002	KWS9145	KWS9145	哈尔滨、齐齐哈尔、大主、牡丹江、黑河地区
甜菜	黑审麦 2008003	ZM 202	ZM 202	哈尔滨、齐齐哈尔、大庆、黑河地区
甜菜	黑审麦 2008004	KWS0143	KWS0143	齐齐哈尔、牡丹江、佳木斯、大庆、绥化地区
甜菜	黑审麦 2008005	甜单 305	02350	齐齐哈尔、牡丹江、哈尔滨地区
甜菜	黑审麦 2008006	爱丽斯	IPIS	哈尔滨齐齐哈尔、牡丹江、绥化地区