

ICP 光谱法测定复混肥料中钾和有效磷的含量

Determination of Potassium and Available Phosphorus Content in Compound Fertilizers by ICP-AES

黄一帆, 邓卫利, 林文业

HUANG Yi-fan, DENG Wei-li, LIN Wen-ye

(广西分析测试中心, 广西南宁 530022)

(Guangxi Research Center for Analysis and Test, Nanning, Guangxi, 530022, China)

摘要:用 ICP 光谱法(ICP-AES 法)测定复混肥中的钾和有效磷元素含量,并与 GB/8574-1988 四苯基硼酸钾重量法、GB/8573-1999 磷钼酸喹啉重量法进行比较。结果分析得出,钾和有效磷的精密度分别为 0.12% 和 0.11%,3 种方法的分析结果相互吻合,ICP-AES 法可以用于监测肥料、土壤和农产品中钾和有效磷的含量,提高农业生产质量,保障食品安全。

关键词:ICP-AES 钾 有效磷 复混肥料

中图分类号:O657.3 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2006)S0-0435-02

Abstract: At present, potassium tetraphenylborate gravimetric method is used to determine potassium in GB/T8574-98 and quinoline phosphomolybdate gravimetric method is used to determine available phosphorus in GB/T8573-1999. In this paper, it's determined simply and quickly by ICP-AES with the same pre-treatment as gravimetric method. The result is accorded. It's possible with ICP-AES method to determine potassium and available phosphorus content for compound fertilizers.

Key words: ICP-AES, potassium, available phosphorus, compound fertilizers

复混肥料中钾的测定方法目前采用的是 GB/8574-1988 四苯基硼酸钾重量法测定,有效磷采用 GB/8573-1999 磷钼酸喹啉重量法测定。重量法测定方法成熟,稳定性好,准确度高,但操作步骤繁长,耗时。本文研究了通过采用与重量法一致的前处理,经 ICP 光谱法(ICP-AES 法)测定,测定过程简单快捷,所得结果与重量法相吻合。因此,复混肥料中钾和有效磷含量完全可以用 ICP-AES 法测定。

1 实验部分

1.1 仪器

IRIS-2 型全谱直读光谱仪(美国 Thermo Jarrell Ash 公司出品)。

1.2 仪器条件的设置

1.2.1 等离子体设置 冲洗泵速:100rpm;分析泵

速:100rpm;抽泵张弛时间:0s;泵管类型:Tygon-orange;射频类型:1150W;雾化器气流:32.0;辅助气:1.0;替换气:0.0;载气:99.999%液氩;冷却气:99.999%液氩。

1.2.2 分析参数 重复次数:5次;延迟时间:0s;样品的冲洗时间:30s;分析最大积分时间:低波长范围:30s,高波长范围:5s;摄谱:智能摄谱;最大积分时间:30s;缝隙:紫外;输出浓度单位:mg/L;载气:99.999%液氩;冷却气:99.999%液氩。

1.3 试剂

本实验所使用的 HNO_3 , HCl , H_2SO_4 , 均为优级纯,所需的水为亚沸水。

1.4 实验方法

1.4.1 钾的提取

称取试样 1g(称准至 0.0002 g),置于 250ml 锥形瓶中,加约 150ml 水,加热煮沸 30min,冷却,定量转移到 250ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,用干燥滤纸过滤,弃去最初 50ml 滤液。

1.4.2 有效磷的提取

称取 1g(称准至 0.0002 g)试样置于滤纸上,用滤纸包裹试样,塞入 250ml 量瓶中,加入 150ml 预先加热至 60℃的 EDTA 溶液,塞紧瓶塞,摇动量瓶使试样分散于溶液中,置于(60±1)℃的恒温水浴振荡器中,保温震荡 1h(震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,即得溶液,供测定有效磷用。

1.5 混合标准工作溶液的配制

混合标准工作溶液系列如表 1 所示。

表 1 混合标准工作溶液系列

元素	STD ₁ (mg/L)	STD ₂ (mg/L)	STD ₃ (mg/L)
K	1.262	12.62	126.2
P	1.00	10.00	100.0

1.6 分析谱线的选择

每个元素取多条谱线,对含量为 12.62mg/L 的 K,10.00mg/L 的 P 混合标准溶液进行测定,通过观察峰形及测定结果,根据仪器波长谱线库资料,查出所测元素相互之间干扰小,检出限低,灵敏度高,结果准确的分析谱线。经测定,发现 K 元素在波长 766.5 nm 处结果为 12.63 mg/L,P 元素在波长 177.5 nm 处结果为 10.01 mg/L。测定结果与已知浓度相吻合,因此确定 K 的分析谱线为 766.5 nm,P 的分析谱线为 177.5 nm。

2 结果与分析

2.1 精密度实验

对 5 个复混肥样品进行测定的测定值与平均值(mg/L),求出的标准偏差(STD)和相对标准偏差(RSD,%)见表 2。

根据表 2,对 5 个样品的分析得出钾和磷的精密度分别为 0.12%,0.11%。

2.2 对比实验

对 5 个样品,使用 ICP-AES 法,GB/8574-1988 四苯基硼酸钾重量法,GB/8573-1999 磷钼酸喹啉重量法测定的结果(表 3)显示,3 种方法的分析结果相互吻合,说明本方法测定结果准确、可靠。

2.3 方法的准确度测定

为了评价方法的准确度进行的标准加入回收试验的测定结果见表 4。

表 2 精密度实验结果

样品号	元素	测定值						STD	RSD (%)
		1	2	3	4	5	平均值		
1	K	35.15	35.16	35.14	35.16	35.17	35.16	1.14	0.03
	P	37.25	37.28	37.26	37.29	37.25	37.27	1.82	0.05
2	K	32.33	32.34	32.36	32.34	32.35	32.34	1.14	0.03
	P	32.12	32.14	32.15	32.13	32.12	32.13	1.30	0.04
3	K	33.46	33.44	33.45	33.47	33.46	33.46	1.14	0.03
	P	34.22	34.25	34.28	34.20	34.23	34.24	3.05	0.09
4	K	35.63	35.66	35.64	35.60	35.65	35.64	2.30	0.06
	P	36.50	36.53	36.55	36.57	36.53	36.54	2.61	0.07
5	K	28.36	28.30	28.35	28.37	28.39	28.35	3.36	0.12
	P	24.56	24.60	24.53	24.55	24.58	24.56	2.70	0.11

表 3 对比实验结果

样品号	元素	测量方法	测定结果(%)
1	K ₂ O	ICP-AES 法	10.59
		四苯基硼酸钾重量法	10.56
		磷钼酸喹啉重量法	10.68
2	K ₂ O	ICP-AES 法	9.74
		四苯基硼酸钾重量法	9.75
		磷钼酸喹啉重量法	9.20
3	K ₂ O	ICP-AES 法	10.08
		四苯基硼酸钾重量法	10.11
		磷钼酸喹啉重量法	9.81
4	K ₂ O	ICP-AES 法	9.80
		四苯基硼酸钾重量法	10.73
		磷钼酸喹啉重量法	10.75
5	K ₂ O	ICP-AES 法	10.47
		四苯基硼酸钾重量法	10.46
		磷钼酸喹啉重量法	8.54
5	P ₂ O ₅	ICP-AES 法	8.55
		四苯基硼酸钾重量法	7.04
		磷钼酸喹啉重量法	7.04

表 4 加标回收实验结果

元素	已知含量 (mg/L)	加入值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
K	25.13	25.00	24.93	99.7
P	18.25	20.00	20.03	100.2

由表 4 可以看出,2 种元素测定的回收率为 99.7%~100.2%,结果满意。

3 结束语

本实验通过 ICP-AES 法测定复混肥中的钾和磷的元素,与 GB/8574-1988 四苯基硼酸钾重量法、GB/8573-1999 磷钼酸喹啉重量法比较结果相吻合。本方法速度快,精密度高,回收率高,结果准确可靠,可以对肥料、土壤、农产品进行大范围、大批样品的普查监测,提高农业生产质量水平,促进公平贸易,保障食品安全、消费安全和生态安全。本方法的应用对广西区内肥料、土壤、食品的安全质量普查具有重要意义。