

ICS 67.040  
X 00

# DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/T 2266—2014

---

## 窖泥中有效磷的测定 氟化铵-盐酸比色法

The determination of available phosphorus in pit mud—Ammonium fluoride -  
hydrochloric acid colorimetric method

2014 - 12 - 17 发布

2015 - 01 - 17 实施

---

安徽省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省浓香型白酒标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：安徽瑞思威尔科技有限公司、安徽古井贡酒股份有限公司。

本标准主要起草人：汤有宏、刘国英、李安军、周庆伍、万春环、何宏魁、余秀娟、梁绍勋。



## 窖泥中有效磷的测定 氟化铵-盐酸比色法

### 1 范围

本标准规定了有效磷的定义及窖泥中有效磷的测定方法。  
本标准适用于窖泥中有效磷含量的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

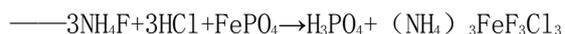
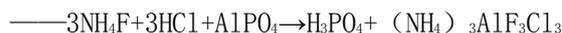
**有效磷 available phosphorus**

窖泥中可被微生物吸收利用的磷。

### 4 方法原理

先用酸性氟化铵提取窖泥中的有效磷，溶出的磷酸和磷酸盐与酸性钼酸铵作用，生成的磷钼杂多酸在一定酸度下被还原成蓝色络合物，该络合物的吸光度与有效磷含量成正比，于波长 725 nm 处测量吸光度。

化学反应如下：



### 5 试剂与材料

5.1 本标准中所用的水，在未注明其他要求时，均指符合 GB/T 6682 中要求的三级水。所述溶液，在未特别注明，均指水溶液。

5.2 氟化铵：分析纯。

5.3 盐酸：分析纯。

5.4 钼酸铵：分析纯。

- 5.5 抗坏血酸：分析纯。
- 5.6 二水氯化亚锡：分析纯。
- 5.7 丙三醇（甘油）：分析纯。
- 5.8 磷酸二氢钾：优级纯。
- 5.9 浓硫酸：分析纯。
- 5.10 硼酸：化学纯。
- 5.11 氟化铵溶液：1 mol/L。
- 5.12 盐酸溶液：0.5 mol/L。
- 5.13 氟化铵-盐酸浸提液：分别量取 15 mL 1 mol/L 氟化铵溶液（5.11）和 25 mL 0.5 mol/L 盐酸溶液（5.12），加水定容至 500 mL。
- 5.14 钼酸铵试剂：称取 15 g 钼酸铵（5.4）于一定量的蒸馏水中，徐徐加入 250 mL 10 mol/L 盐酸（5.3）并轻轻搅动，冷却后加水定容至 1000 mL，贮于棕色瓶中。过夜用滤纸过滤，备用。
- 5.15 抗坏血酸-氯化亚锡甘油溶液：称取 0.50 g 二水氯化亚锡（5.6），0.20 g 抗坏血酸（5.5）溶解于约 8 mL 盐酸（5.3）中，再加入约 50 mL 丙三醇（5.7），充分摇匀，备用。
- 5.16 磷标准贮备液：准确称取 0.219 g 预先经 105℃ 烘干 3 h 至恒重的磷酸二氢钾（5.8）溶于蒸馏水中，加浓硫酸 5 mL 并加水定容至 1000 mL。此液为 5 mg/100 mL 磷标准贮备液。
- 5.17 磷标准应用液：吸取 50 mL 磷标准贮备液加水定容至 250 mL，即得 1 mg/100 mL 磷标准应用液。

## 6 主要仪器

分光光度计。

## 7 测定步骤

### 7.1 绘制磷标准曲线

7.1.1 配制系列浓度梯度的磷标准溶液：先取 7 支 50 mL 具塞比色管，分别吸取 1 mg/100 mL 磷标准应用液（5.17）1、2、4、6、8、10、12 mL，加水定容到 50 mL。即得 0.02、0.04、0.08、0.12、0.16、0.20、0.24 mg/mL 的系列标准溶液。

7.1.2 取 7 支 10 mL 具塞比色管，分别吸取 8 mL 上述系列溶液（按浓度从小到大顺序依次吸取），向每支比色管中各加入 2 mL 钼酸铵试剂（5.14），2 滴抗坏血酸-氯化亚锡甘油溶液（5.15），充分混匀后，在室温下静置 3 min，以蒸馏水为空白，在波长 725 nm 处比色。

7.1.3 以吸光度 A 值为纵坐标，系列磷浓度为横坐标，绘制磷标准曲线。

### 7.2 窖泥中有效磷的测定

7.2.1 有效磷浸提液的制备：准确称取 1 g 风干窖泥样（过 40 目筛）于 50 mL 具塞比色管中，向其中加入 25 mL 氟化铵-盐酸浸提液（5.13），用力摇动，浸提 30 min，每隔 10 min 摇匀一次。30 min 后用定量滤纸过滤，加入约 0.1 g 硼酸（5.10），摇匀，得到有效磷浸提液。

7.2.2 吸取浸提液 1.00 mL 于 10 mL 比色管中（空白以等量的蒸馏水代替），依次加 7 mL 蒸馏水，2 mL 钼酸铵试剂（5.14）、2 滴抗坏血酸-氯化亚锡甘油溶液（5.15），充分混匀后，在室温下静置 3 min（这里室温等环境条件需与制作标准曲线时基本保持一致），得到待测液。以蒸馏水为空白，在波长 725 nm 处比色，测出吸光度值，带入公式计算得到窖泥中有效磷的含量。

## 8 结果计算

有效磷的含量可按公式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{(A - b) \times a \times V}{K \times m \times \frac{1}{25} \times \frac{1}{10}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- A —— 样品测定的吸光度值;
- b —— 磷标准曲线回归方程中的截距;
- a —— 待测液稀释倍数;
- V —— 加入浸提剂的体积, 单位为毫升 (mL);
- K —— 磷标准曲线回归方程中的系数;
- m —— 样品质量, 单位为克 (g);
- 1 —— 从 25 mL 浸提液中吸取 1 mL;
- 25 —— 25 mL 浸提液;
- 1 —— 从 10 mL 待测液中吸取 1 mL;
- 10 —— 10 mL 待测液。

注: 所得结果应表示至小数点后 2 位数字。

## 9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值, 不得超过算术平均值的 15%。

## 10 最低检出限和线性范围

窖泥样品有效磷的最低检出限为: 10 mg/100g, 检出线性范围: 10 mg/100g~1000 mg/100g。