

应用 X 射线荧光光谱法测定过磷酸钙中主量元素

芮玉奎¹, 李 禾², 申建波¹, 张福锁^{1*}

1. 中国农业大学资源与环境学院, 北京 100094
2. 中国科学院地质与地球物理研究所, 北京 100029

摘 要 磷肥是农业生产中最常用的肥料之一。文章通过 X 射线荧光分析技术测定了过磷酸钙中九种成分的含量, 各元素的测定精度都在 0.20%~0.005% 之间, 所以 X 射线荧光光谱法是一种测定过磷酸钙肥料有效成分和其他元素的快速、有效的方法。通过磷肥中各种成分的含量分析可以得出如下结论: (1) 选用的过磷酸钙中有效 $P_2O_5 \geq 16\%$ (18.101%), 不是假磷肥; 所以 X 射线荧光光谱分析技术可以识别磷肥真假; (2) 所测定磷肥中 SiO_2 , TFe_2O_3 , MgO , CaO 和 K_2O 含量比较高, 分别是 16.954%, 1.495%, 1.580%, 21.428% 和 1.585%, 所以以过磷酸钙作为肥料时可以起到微肥的作用, 但是研究磷元素作用时应当注意这几种成分对磷肥效果的干扰作用; (3) Al_2O_3 的含量为 3.225%, 长期使用磷肥应当注意 Al 毒的发生。

关键词 X 射线荧光光谱; 过磷酸钙; 肥料; 主量元素

中图分类号: O657.3 文献标识码: A DOI: 10.3964/j.issn.1000-0593(2008)11-2703-03

引 言

磷肥是农业生产中仅次于氮肥的重要肥料, 人们对于磷肥的肥效^[1, 2]、施用量^[3, 4]、假磷肥^[5, 6]以及磷肥对环境的影响^[7, 8]研究较多。但是上述研究都必须在磷肥的各种成分比较确定的前提下才有意义。众所周知磷肥来源于磷矿石, 含有其他许多重要植物必需元素, 这无疑会干扰磷肥肥效等研究的结论。随着现代微量化学分析技术的发展, 快速、多成分分析技术已经比较成熟^[9, 10], 所以运用现代分析技术分析肥料, 特别是磷肥的有效成分和其他元素含量已经成为可能。

利用 X 射线荧光分析技术分析了常用磷肥—过磷酸钙。

- (1) 测定了它的有效成分 P_2O_5 的含量, 以判定肥料的真假;
- (2) 测定了过磷酸钙中 Si, Fe, Mn, Mg, Ca, Na 和 K 等成分的含量, 这将对于以后研究磷肥、消除这些元素的干扰起指导作用;
- (3) 测定了 Al 的含量, 目的是监控 Al 毒对植物的危害。

1 材料与方法

1.1 实验材料与仪器

过磷酸钙: 有效 $P_2O_5 \geq 16\%$ (云南红磷化工有限责任公

司, 云南省开远市); 仪器设备: XRF-1500 顺式 X-RAY 荧光光谱仪。

1.2 分析方法

制样方法^[11, 12]采用玻璃片法: 试样 0.6000 g (预灼烧), 熔剂 ($Li_2B_4O_7$, 无水, 高纯) 6.0000 g, 1100 °C 熔融 10 min。

分析方法采用标准曲线法; 标样: 中国国家一级岩石标准样 GBW07101—07114, GBW07295—07429 等; 分析方法参照 GB/T 14506.1—28—93 硅酸盐化学分析方法。

2 结果分析

过磷酸钙中各种元素的含量如表 1 所示, 其中含 CaO 最多, 达到 21.428%; 其次是 P_2O_5 , 达到 18.101%; 含量仅次于 CaO 和 P_2O_5 的是 SiO_2 , 达到 16.954%; 除此以外, 过磷酸钙中含有 K_2O , MgO , TFe_2O_3 和 MnO 等微量元素, 含量分别是 1.585%, 1.580%, 1.495% 和 0.105%; Al_2O_3 和 Na_2O 一般作为对植物不利的元素, 含量也分别达到了

Table 1 Content of major elements in superphosphate

元素	含量/ %	元素	含量/ %	元素	含量/ %
SiO_2	16.954	MnO	0.105	Na_2O	0.173
Al_2O_3	3.225	MgO	1.580	K_2O	1.585
TFe_2O_3	1.495	CaO	21.428	P_2O_5	18.101

收稿日期: 2007-08-06, 修订日期: 2007-11-11

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2006BAD25B02)和长江学者和创新团队发展计划项目(IRT0511)资助

作者简介: 芮玉奎, 1973 年生, 中国农业大学资源与环境学院副教授, e-mail: ruiyuku@163.com * 通讯联系人

3. 225% 和 0.173%。上述这些元素的含量主要与矿石的来源有关。

3 讨论

3.1 元素分析含量范围及精度

所测定的各元素的测定范围和精度如表 2 所示, 所测元素含量都在测定范围之内(表 1), 分析精度较高, 都在 0.20%~0.005% 之间, 所以 X 射线荧光光谱法是一种测定过磷酸钙肥料有效成分和其他元素的快速、有效的方法。

3.2 肥料中重要元素含量分析

通过磷肥中各种成分的含量分析: 1) 过磷酸钙中有效 $P_2O_5 \geq 16\%$ (18.101%), 不是假磷肥; (2) SiO_2 , TFe_2O_3 , MgO , CaO 和 K_2O 含量比较高, 分别是 16.954, 1.495,

1.580, 21.428 和 1.585, 所以以过磷酸钙作为肥料时可以起到微肥的作用, 但是研究磷元素作用时应当注意这几种成分对磷肥效果的干扰作用; (3) Al_2O_3 的含量为 3.225%, 长期使用磷肥应当注意铝毒的发生。

Table 2 Detection range and precision of the method

成分	含量范围 /%	分析精度 /%	成分	含量范围 /%	分析精度 /%
SiO_2	15.0~90.0	± 0.20	CaO	0.10~35.0	± 0.04
Al_2O_3	0.20~25.0	± 0.10	Na_2O	0.10~7.50	± 0.08
Fe_2O_3	0.20~25.0	± 0.10	K_2O	0.05~7.50	± 0.02
MnO	0.01~0.35	± 0.005	P_2O_5	1.00~100.00	± 0.005
MgO	0.20~40.0	± 0.05			

参 考 文 献

- [1] CAI Bai-yan, GE Jing-ping, ZU Wei(蔡柏岩, 葛菁萍, 祖伟). Plant Nutrition and Fertilizer Science(植物营养与肥料学报), 2007, 13(3): 404.
- [2] LI Xiao-kun, LU Jiarr-wei, LU Jur-ming, et al(李小坤, 鲁剑巍, 鲁君明, 等). Journal of Huazhong Agricultural University(华中农业大学学报), 2007, 26(2): 195.
- [3] ZHOU Shi-li(周世力). Journal of Anhui Agricultural Science(安徽农业科学), 2007, 35(14): 4247.
- [4] LI Gang-hua, DING Yarr-feng, YANG Weir-xiang(李刚华, 丁艳锋, 杨文祥). Chinese Journal of Soil Science(土壤通报), 2005, 36(6): 896.
- [5] LI Wang-hua(黎旺华). China Quality Supervision(中国质量技术监督), 2004, (1): 50.
- [6] ZHANG Chuar-bin, XU Feng-lian(张传斌, 徐风莲). Supervision and Selection(监督与选择), 2006, (1): 58.
- [7] LIU Jiarr-ling, LIAO Weir-hua, ZHANG Zu-xin, et al(刘建玲, 廖文华, 张作新, 等). Scientia Agricultura Sinica(中国农业科学), 2007, 40(5): 959.
- [8] LIN Zhong-hui, CHEN Tong-bin(林忠辉, 陈同斌). Eco Agriculture Research(生态农业研究), 2000, 8(2): 47.
- [9] RUI Yu-kui, GUO Jing, HUANG Kun-lun, et al(芮玉奎, 郭晶, 黄昆仑, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2007, 27(4): 796.
- [10] XU Hong-zhi, WANG Ying, WANG Yong-zai, et al(徐鸿志, 王英, 王永在, 等). Physical Testing and Chemical Analysis Part B (Chemical Analysis)(理化检验·化学分册), 2006, 42(11): 918.
- [11] SONG Yi, GUO Fen, GU Song-hai(宋义, 郭芬, 谷松海). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2007, 27(2): 404.
- [12] SONG Wu-yuan, ZHENG Jiarr-guo, XIAO Qian, et al(宋武元, 郑建国, 肖前, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis(光谱学与光谱分析), 2006, 26(12): 2350.

Determination of Major Elements in Superphosphate by X-Ray Fluorescence Spectrometry

RUI Yit kui¹, LI He², SHEN Jian bo¹, ZHANG Fur suo^{1*}

1. College of Resources and Environmental Sciences, China Agricultural University, Beijing 100094, China

2. Institute of Geology and Geophysics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100029, China

Abstract Phosphate fertilizer is one of the most important fertilizers. The authors determined nine kinds of major elements in superphosphate, the most important phosphate fertilizer, by X-ray fluorescence spectrometry. The detection range of SiO_2 , Al_2O_3 , TFe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O and P_2O_5 is 15.0%-90.0%, 0.20%-25.0%, 0.20%-25.0%, 0.01%-0.35%, 0.20%-40.0%, 0.10%-35.0%, 0.10%-7.50%, 0.05%-7.50% and 1.00%-100.00% respectively, and the precision of the method for SiO_2 , Al_2O_3 , TFe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O and P_2O_5 range from 0.20% to 0.005%, so the method of X-ray fluorescence spectrometry is a fast and effectual method for detecting the composition of phosphate fertilizer. The contents of the above elements showed (1) the detected superphosphate content is 18.101% of P_2O_5 , which is accordant to the labeled level ($\geq 16\%$); (2) the detected superphosphate contains much SiO_2 , TFe_2O_3 , MgO , CaO and K_2O , which are necessary for plant growth and the content of which is 16.954%, 1.495%, 1.580%, 21.428% and 1.585% respectively. These data showed that phosphate fertilizer sometimes can supply some trace elements for plants, but we should eliminate the interference effect of these elements when we research the role of phosphorus; (3) superphosphate contains 3.225% of Al_2O_3 , so the authors should attention to the aluminium poison when superphosphate is used chronically.

Keywords X-ray fluorescence spectrometry; Superphosphate; Fertilizer

* Corresponding author

(Received Aug. 6, 2007; accepted Nov. 11, 2007)

《光谱学与光谱分析》对来稿英文摘要的要求

来稿英文摘要不符合下列要求者, 本刊要求作者重写, 这可能要推迟论文发表的时间。

1. 请用符合语法的英文, 要求言简意明、确切地论述文章的主要内容, 突出创新之处。

2. 应拥有与论文同等量的主要信息, 包括四个要素, 即研究目的、方法、结果、结论。其中后两个要素最重要。有时一个句子即可包含前两个要素, 例如“用某种改进的 ICP-AES 测量了鱼池水样的痕量铅”。但有些情况下, 英文摘要可包括研究工作的主要对象和范围, 以及具有情报价值的其他重要信息。在结果部分最好有定量数据, 如检测限、相对标准偏差等; 结论部分最好指出方法或结果的优点和意义。

3. 句型力求简单, 尽量采用被动式, 通常应有 2000 个印刷字符, 300 个英文单词为宜, 不能太短; 也不要太长。用 A4 复印纸单面隔行打印。

4. 摘要不应有引言中出现的内容, 换言之, 摘要中必须写进的内容应尽量避免在引言中出现。摘要也不要对论文内容作解释和评论, 不得简单重复题名中已有的信息; 不用非公知公用的符号和术语; 不用引文, 除非该论文证实或否定了他人已发表的论文。缩略语、略称、代号, 除相邻专业的读者也能清楚地理解外, 在首次出现时必须加以说明, 例如用括号写出全称。