文章编号: 0253-9950(2001)04-0217-07

UO₂C₂O₄ ·TRPO 配合物中有机磷的测定

郭一飞,袁建华,梁俊福,焦荣洲,刘秀琴

(清华大学核能技术设计研究院,北京 102201)

摘要:以 H₂SO₄-HNO₃-H₂O₂ 作氧化剂,采用湿式灰化法将 UO₂C₂O₄ ·TRPO 配合物中的有机磷氧化成磷酸盐,并在 0.14 mol/L H₂SO₄ 介质中,以水溶性聚乙烯醇为稳定剂,用碱性染料乙基紫与磷钼杂多蓝形成较高灵敏度的离子缔合物,在波长 620 nm 处用分光光度法测定磷含量。结果表明,当溶液中质量比 $R_m(\text{UO}_2^{2+}/\text{P}) = 1.4 \times 10^3$, $R_m(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 8.8 \times 10^2$ 和 $R_m(\text{C}_2\text{O}_2^{2-}/\text{P}) = 3.6 \times 10^4$ (1 次湿式灰化) 时,可在水相中直接显色测定磷。与聚乙烯醇-罗丹明 B-磷钼杂多蓝测定磷的方法进行对照,结果符合良好。本法对有机磷转化为无机磷的平均转化率为 99.8 % ~ 101.1 %,磷的检测限为 0.02 mg/L,相对标准偏差为 3 %,回收率为 97 % ~ 103 %。

关键词: UO₂C₂O₄ ·TRPO 配合物; 有机磷; 湿式灰化法; 分光光度法
中图分类号: O613.62 **文献标识码:** A

20 % TBPO/正庚烷与 UO₂C₂O₄ 一起搅拌,在两相界面上会产生淡黄色的沉淀 UO₂C₂O₄ ·TBPO 配合物^[1]。当溶液中质量比 $R_m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4/\text{HNO}_3) > 3$ 时,含 UO₂²⁺ 的 30 % TRPO/煤油溶液与 H₂C₂O₄ 接触,在两相界面上也会产生淡黄色的沉淀 UO₂C₂O₄ ·TRPO 配合物^[2]。文献 [3] 制备了此种配合物,并对其中的 UO₂²⁺ 和 C₂O₄²⁻ 进行了定量分析,但对样品中有机磷的测定未作详细研究。

将有机化合物中的磷转化为无机磷的方法有氧瓶燃烧法、氧弹法、高压氧气分解法、过硫酸铵分解法和湿式灰化法^[4~6]。通过筛选比较,本文采用湿式灰化法,即在 H₂SO₄-HNO₃ 溶液中引入 H₂O₂,在加热蒸发时,可以加速破坏样品中有机物并将有机磷氧化成磷酸或磷酸盐^[5]。

微量磷的测定常用磷钼杂多酸(磷钼黄)法和磷钼杂多蓝(磷钼蓝)法^[7,8]。两者的灵敏度均不高。磷钼杂多酸或磷钼杂多蓝能与碱性染料甲基紫、结晶紫、乙基紫、孔雀绿和罗丹明 B 等形成相应的离子缔合物,其灵敏度比磷钼杂多蓝高出 10 倍以上^[9~12]。但这些离子缔合物的疏水性较强,溶解度较小,容易析出沉淀。因此,用正戊醇、正丁醇、异戊醇和甲基异丁酮一

收稿日期:2000-11-10; 修订日期:2001-01-08

作者简介:郭一飞(1936-),男,上海人,高级工程师,分析化学专业

类试剂进行萃取。文献[13~15]报道以水溶性的聚乙烯醇为稳定剂或以非离子表面活性剂乳化剂 OP 为增溶剂时,这些离子缔合物不再析出沉淀,可在水相中直接显色测定磷。本文选用空白值较低的聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝法测定由有机磷转化后的无机磷,并对测量条件及相关离子的干扰及消除方法进行研究。

1 实验部分

1.1 主要试剂和仪器

磷标准溶液:由分析纯 K_2HPO_4 配制,浓度分别为 10.0,100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$;10.0 mmol/L 钼酸铵溶液:称取 1.2358 g 分析纯 $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ 于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,在低温下加热溶解后,将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水定容;14 mg/mL 聚乙烯醇溶液:称取 1.4 g 聚乙烯醇(聚合度为 1750 ± 50)于 200 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,加热溶解并蒸发至 100 mL;混合还原溶液:将 5% $Na_2S_2O_3$ 和 5% Na_2SO_3 按 1:4 体积比混合; H_2SO_4 溶液:用分析纯 H_2SO_4 配制 5.9 mol/L 溶液;0.5 mmol/L 乙基紫水溶液:称取 24.6 mg 乙基紫(美国 SIGMA 公司产品),用水溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水定容;30% 三烷基氧膦(TRPO)/加氢煤油(OK)和分析纯 TBP 溶液:分别用 50 g/L Na_2CO_3 和 1 mol/L HNO_3 溶液等体积洗涤 3 次,然后用去离子水洗涤至中性,保存备用;混合液:将 A 液(称取 2.0 g 钼酸铵到 25 mL 温水中,并加入 66 mL 9 mol/L H_2SO_4 使钼酸铵溶解,冷却后用水定容至 100 mL,混匀)与 B 液(称取 0.06 g 硫酸胍,用水溶解,并用水定容至 100 mL,混匀)等体积混合,混合液即时配制; $UO_2C_2O_4 \cdot TRPO$ 配合物的合成详见文献[3];721 型分光光度计:上海第三分析仪器厂产品。

1.2 实验方法

1.2.1 有机磷的转化 分别取一定量的 30% TRPO/OK 溶液, TBP 溶液和 $UO_2C_2O_4 \cdot TRPO$ 配合物于 100 mL 三角瓶中,加入 0.5 mL 9 mol/L H_2SO_4 , 5 mL 15 mol/L HNO_3 和 0.5 mL 30% H_2O_2 , 加热蒸发至三角瓶中冒白烟,这时瓶底出现黑色残渣(有机物碳化)。重复湿式灰化 2~3 次,直到黑色残渣变成白色。冷却后向三角瓶中加入 1~2 mL 9 mol/L H_2SO_4 , 并加热溶解残渣,重复操作至溶液清亮为止。冷却后将溶液转移到 10 mL 容量瓶中,用水定容。

1.2.2 聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝法测定磷 移取一定量上述样品溶液(含磷小于 10 μg)于 25 mL 容量瓶中,加水至 15 mL 左右,再加入 1 滴 0.3% 酚酞溶液,用 1 mol/L NaOH 调节至红色出现,然后用 1 mol/L H_2SO_4 调节至红色刚好消失。再依次加入 0.7 mL 5 mol/L H_2SO_4 溶液, 1.5 mL 混合还原溶液和 1.5 mL 10 mmol/L 钼酸铵溶液后,迅速加入 1.0 mL 14 mg/mL 聚乙烯醇溶液,混匀,随后加入 2.0 mL 0.5 mmol/L 乙基紫水溶液,用水定容。在 30 min 内用 1 cm 比色皿,以水为参比液,在波长 620 nm 处用分光光度计测量磷的吸光度。扣除试剂空白,在标准曲线上查出磷的微克数,根据样品量计算样品中磷的质量浓度。

1.2.3 聚乙烯醇-罗丹明 B-磷钼杂多蓝法测定磷 移取一定量由有机磷转化为无机磷的样品溶液(含磷小于 5 μg)于 25 mL 容量瓶中,加入 10 mL 水,再加入 1 滴 0.3% 酚酞溶液,用 1 mol/L NaOH 调节至红色出现,再用 1 mol/L H_2SO_4 调节至红色刚好消失。再加入 0.5 mL 5 mol/L H_2SO_4 溶液和 3 mL 混合液,用水稀释至 20 mL 左右,混匀。置于沸水浴中加热 15 min,取出,于冷水浴中冷却后,加入 1.0 mL 14 mg/mL 聚乙烯醇水溶液,混匀,再加入 0.25 mL 0.2 mg/mL 罗丹明 B 水溶液,用水定容后,混匀。放置 15 min,在 300 min 内用 1 cm

比色皿,以水为参比液,在波长 585 nm 处用分光光度计测量磷的吸光度。扣除试剂空白,在标准曲线上查出磷的微克数,根据样品量,计算磷的质量浓度。

2 结果和讨论

2.1 测量条件的选择

2.1.1 吸收曲线 分别取空白试剂和含 $10 \mu\text{g}$ 磷的溶液于 25 mL 容量瓶中,按“1.2.2”操作,显色后在 500 ~ 740 nm 范围内测定吸光度 A ,测定结果示于图 1。由图 1 可见,在 500 ~ 740 nm 范围内,空白试剂的吸光度都较低,在 620 nm 处聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝的离子缔合物有最大吸收峰。

2.1.2 酸度对吸光度的影响 取空白试剂和含 $10 \mu\text{g}$ 磷的溶液于 25 mL 容量瓶中,分别加入不同体积的 5 mol/L H_2SO_4 溶液,显色后测定吸光度 A ,结果示于图 2。由图 2 可见,加入 0.7 ~ 1.0 mL 5 mol/L H_2SO_4 时(体系的 H_2SO_4 浓度为 0.14 ~ 0.20 mol/L),吸光度恒定,实验选择显色时 5 mol/L H_2SO_4 的加入量为 0.7 mL。

图 1 磷的吸收曲线

Fig. 1 Absorption curves of phosphorus

1 ——空白试剂(blank reagent),

2 —— $m(\text{P}) = 10 \mu\text{g}$

图 2 H_2SO_4 加入量与吸光度的关系

Fig. 2 Relationship between added amount of H_2SO_4 and absorbance A

1 ——空白试剂(blank reagent),

2 —— $m(\text{P}) = 10 \mu\text{g}$, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 5 \text{ mol/L}$

2.1.3 其它试剂加入量对吸光度的影响 试验混合还原溶液,钼酸铵,聚乙烯醇,乙基紫对测定磷的影响。结果表明,下列试剂用量对磷的测量无影响:1.0 ~ 2.0 mL 混合还原溶液,1.0 ~ 2.0 mL 10 mmol/L 钼酸铵;0.5 ~ 2.0 mL 14 mg/mL 聚乙烯醇,1.8 ~ 2.2 mL 0.5 mmol/L 乙基紫。实验选择显色时的试剂加入量:1.5 mL 混合还原溶液,1.5 mL 10 mmol/L 钼酸铵,1.0 mL 14 mg/mL 聚乙烯醇和 2.0 mL 0.5 mmol/L 乙基紫。

2.1.4 配合物的稳定性 取空白试剂和含 $10 \mu\text{g}$ 磷的溶液显色,每间隔一定时间测量吸光度 A ,结果示于图 3。由图 3 可见,聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝离子缔合配合物显色后在 30 min 内,吸光度 A 基本不变,30 min 以后配合物逐渐分解褪色。

2.1.5 标准曲线绘制 分别将空白试剂及含 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 μg 磷的标准溶液于 25 mL 容量瓶中,按“1.2.2”中的步骤测定吸光度,用所得到的净吸光度对磷质量数绘制标准曲线并示于图 4。由图 4 可见,磷的质量浓度在 0 ~ 0.4 mg/L 范围内符合比耳定律。

图 3 配合物稳定性

Fig. 3 Stability of the complex

1——空白试剂(blank reagent),
2—— $m(\text{P}) = 10 \mu\text{g}$

图 4 磷的标准曲线

Fig. 4 Standard curve of phosphorus

2.2 方法的检测限(MDL)

以空白试剂吸光度的 3 倍标准偏差 s 计算方法的检测限(MDL)。6 次不同时间内测量的空白试剂吸光度的平均吸光度 $\bar{A} = 0.065$, 相当于 $(\text{P}) = 0.04 \text{ mg/L}$; 吸光度标准偏差 $s = 0.009$, $3s = 0.027$, 计算的 MDL 0.02 mg/L 。

2.3 单个杂质离子对磷的测定影响

在 25 mL 容量瓶中分别加入含磷 5.0 μg 的溶液和 5 种相关的杂质离子, 考察单个杂质离子对测定磷的影响, 结果列入表 1。结果表明, 当质量比 $R_m(\text{C}_2\text{O}_4^{2-} / \text{P}) > 8.8 \times 10^2$ 时, 对磷

表 1 单个杂质离子对磷测定的影响

Table 1 Influence of impurity ions on determination of phosphorus

杂质离子(impurity ions)	$m(\text{P})_{\text{add}}/\mu\text{g}$	R_m	$m(\text{P})_{\text{mea}}/\mu\text{g}$	$Y/\%$
UO_2^{2+}	1.7×10^3	3.4×10^2	5.1	102
	3.4×10^3	6.8×10^2	4.9	98
	6.8×10^3	1.4×10^3	5.1	102
Na^+	1.2×10^3	2.4×10^2	5.0	100
	8.8×10^4	1.8×10^4	5.1	102
	1.8×10^5	3.6×10^4	5.2	104
NO_3^-	3.1×10^3	6.2×10^2	5.0	100
	6.2×10^3	1.2×10^3	5.2	104
	9.3×10^3	1.9×10^3	5.2	104
CO_3^{2-}	1.4×10^4	2.8×10^3	5.1	102
	2.8×10^4	5.6×10^3	5.2	104
	5.7×10^4	1.1×10^4	6.1	122
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	8.8×10^2	1.8×10^2	4.9	98
	4.4×10^3	8.8×10^2	5.2	104
	6.2×10^3	1.2×10^3	0.5	10
	8.8×10^3	1.8×10^3	0	0
	8.8×10^4	1.8×10^4	5.1 *	102
	1.8×10^5	3.6×10^4	5.2 *	104

注(note): “*”表示通过 1 次湿式灰化时测得磷的结果(obtained results after through one time wet cinefaction)

的测定有严重负干扰。用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 湿式灰化 1 次后,在质量比 $R_m(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 3.6 \times 10^4$ 时,对磷的测定结果影响不大。按 5 % 误差统计,在 25 mL 显色溶液中,单个杂质离子 UO_2^{2+} , Na^+ , NO_3^- 和 CO_3^{2-} 与 P 的质量比 (R_m) 分别小于 1.4×10^3 , 3.6×10^4 , 1.9×10^3 和 5.6×10^3 时,对磷的测定结果几乎无影响。

2.4 有机磷的转化率

准确取 0.10 mL 30 % TRPO/OK ($m(\text{P}) = 2.285 \text{ mg}$), 36.8 mg TBP ($m(\text{P}) = 4.284 \text{ mg}$) 和 18.0 mg $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ ($m(\text{P}) = 779.3 \mu\text{g}$) 分别置于 3 个 100 mL 三角瓶中,按“1.2.1”和“1.2.2”中的步骤操作后,测得磷的平均含量与加入量进行比较,得到有机磷转化为无机磷的平均转化率并列入表 2。由表 2 可见,用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 湿式灰化法的平均转化率为 99.8 % ~ 101.1 %。

表 2 有机磷的平均转化率

Table 2 Conversion ratios of organic phosphorus to inorganic phosphorus

样品(samples)	$m(\text{P})_{\text{add}}/\text{mg}$	$m(\text{P})_{\text{mea}}/\mu\text{g}$	$\bar{Y}/\%$
0.10 mL 30 % TRPO/OK	2.285	2.311	101.1
36.8 mg TBP	4.284	4.297	100.3
18.0 mg $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$	0.779 3	0.778	99.8

注(note): $n = 6$

2.5 两种分析方法的比较

取 5 个含磷量不同的样品,按分别“1.2.1”步骤操作,将有机磷转化为无机磷后平分成二份,然后按“1.2.2”和“1.2.3”步骤操作显色,测得磷的结果列入表 3。由表 3 结果可见,用聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝法(A)与聚乙烯醇-罗丹明 B-磷钼杂多蓝法(B)测得磷的结果符合良好;两种分析方法测得磷的结果与样品中有机磷的计算结果的相对误差小于 3 %。

表 3 样品的分析结果和比较

Table 3 Analytical results of samples and comparison

样品(samples)	$m(\text{P})_{\text{add}}/\mu\text{g}$	$m(\text{P})_{\text{mea}}/\mu\text{g}$		相对误差/ %	
		A	B	A	B
$\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ (1)	662 *	658	660	- 0.6	- 0.3
$\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ (2)	750 *	728	746	- 2.9	- 0.5
18.0 mg $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$	779	783	759	+ 0.5	- 2.6
	779	778	784	- 0.1	+ 0.6
0.10 mL 30 % TRPO/OK	2 285	2 311	2 325	+ 1.1	+ 1.8
36.8 mg TBP	4 284	4 297	4 380	+ 0.3	+ 2.2

注(notes): “*”表示根据样品中 UO_2^{2+} 的分析结果推算的磷含量(calculated phosphorus content according to analysis results of UO_2^{2+} in samples); A:用聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝法测定磷的结果(determined results of phosphorus with polyvinylalcohol-ethylviolet-heteropoly molybdo phosphoric blue); B:用聚乙烯醇-罗丹明 B-磷钼杂多蓝法测定磷的结果(determined results of phosphorus with polyvinylalcohol-rodamine B-heteropoly molybdo phosphoric)

2.6 方法的精密度与回收率

对 30 % TRPO/OK, TBP 和 $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ 三种样品分别平行分析 6 次, 平均测量值 $\bar{m}(\text{P})_{\text{mea}}$, 标准偏差 s , 相对标准偏差 s_r 和回收率 Y 列入表 4。由表 4 可见, 方法的相对标准偏差为 3 %, 回收率为 97 % ~ 103 %。

表 4 方法的精密度与回收率
Table 4 Precision and recovery ratio of determination method

样品 (samples)	$m(\text{P})_{\text{add}}/\text{mg}$	$\bar{m}(\text{P})_{\text{mea}}/\text{mg}$	s/mg	$s_r/\%$	$Y/\%$
0.10 mL 30 % TRPO/OK	2.285	2.311	0.050	2	101 ±2
36.8 mg TBP	4.284	4.297	0.134	3	100 ±3
18.0 mg $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$	0.779	0.778	0.009	1	100 ±1

注 (note) : $n = 6$

3 结 论

(1) 用 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 湿式灰化法将包括 $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ 在有机化合物中的磷转化为无机磷的平均转化率为 99.8 % ~ 101.1 %。

(2) 采用灵敏度较高的聚乙烯醇-乙基紫-磷钼杂多蓝法可在水相中直接显色测定微量磷。方法的空白值较低, 配合物可稳定 30 min, 其吸收峰在 620 nm 处, $(\text{P}) = 0 \sim 0.4 \text{ mg/L}$ 范围内符合比耳定律; 方法检测限 (MDL) 为 0.02 mg/L, 测定有机化合物中磷的相对标准偏差为 3 %, 回收率为 97 % ~ 103 %。

(3) 在 25 mL 显色溶液中, $R_m(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 8.8 \times 10^2$ 和 $R_m(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 3.6 \times 10^4$ (通过 1 次湿式灰化) 时, 对磷的测定结果无影响; 相关的单个杂质离子 UO_2^{2+} , Na^+ , NO_3^- 和 CO_3^{2-} 与磷的质量比 (R_m) 分别小于 1.4×10^3 , 3.6×10^4 , 1.9×10^3 和 5.6×10^3 时, 对磷的测定结果几乎无影响。

(4) 本方法与聚乙烯醇-罗丹明 B-磷钼杂多蓝法比较, 分析了 $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ 配合物, 30 % TRPO/OK 和 TBP 中的磷含量, 结果符合良好, 与样品中理论含磷量间的相对误差小于 3 %。

参考文献:

- [1] [J]. , 1966, 168 (1) : 110 ~ 112.
- [2] 郭一飞, 焦荣洲, 梁俊福, 等. TRPO 流程中 U 的反萃 . 反萃剂的选择 [J]. 核化学与放射化学, 1999, 21 (1) : 21 ~ 27.
- [3] 袁建华. $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 与 TRPO 配合物的研究 [D]. 江西临川: 华东地质学院, 2000.
- [4] 郁向荣, 沙逸仙. 有机及高分子化合物中磷的快速微量测定 —— 氧瓶分解法和钼蓝光度法的研究 [J]. 化学通报, 1965, 9: 45 ~ 51.
- [5] 周同惠, 汪尔康, 陆婉珍, 等. 分析化学手册 (第二版) 化学分析 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1996. 647 ~ 648.

- [6] 施伯候,顾文清. 萃余液中微量有机磷的测定——过硫酸铵分解法[J]. 铀矿冶, 1983, 2(2): 69~72.
- [7] 黎玉石,翟淑凤,刘凤芝. 用抗坏血酸法测定含砷钢铁中的磷[J]. 分析化学, 1978, 6(4): 292~294.
- [8] 马庆仁,刘润玉. 二氧化铀中磷的比色测定[J]. 原子能科学技术, 1966, 2: 91~92.
- [9] 王镇棣,郑用熙. 在非离子表面活性剂存在下结晶紫-杂多酸分光光度法同时测定痕量硅、磷、砷的研究[J]. 分析化学, 1986, 14(1): 15~21.
- [10] 蒙飞,袁秀顺. 乙基紫-钼杂多酸离子缔合物分光光度法测定水中磷和砷[J]. 分析化学, 1986, 14(1): 809~813.
- [11] 刘长松,白小红,刘鲁娜,等. 在非离子表面活性剂存在下,孔雀绿-磷钼杂多酸缔合物分光光度测定微量磷[J]. 分析化学, 1986, 14(3): 218~219.
- [12] 林克恭,张学哲. 罗丹明B-磷钼酸盐三元离子缔合物测定金属铜及铜合金中微量磷[J]. 分析化学, 1984, 20(6): 39~42.
- [13] 王怀公,王苏. 非离子表面活性剂对碱性染料——磷钼蓝缔合物光度性质影响的研究[J]. 分析化学, 1985, 13(6): 430~434.
- [14] 戚文彬,傅克廷. 离子缔合物增溶剂的研究. 非离子表面活性剂对碱性染料——磷钼杂多酸的褪色作用[J]. 分析化学, 1983, 11(9): 645~650.
- [15] 戚文彬,傅克廷. 离子缔合物增溶剂的研究. 聚乙烯醇对碱性染料——磷钼杂多酸体系稳定作用机理的研究[J]. 分析化学, 1983, 11(9): 650~654.

DETERMINATION OF ORGANIC PHOSPHORUS IN $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ COMPLEX

GUO Yi-fei, YUAN Jian-hua, LIANG Jur-fu, JIAO Rong-zhou, LIU Xiur-qin

(Institute of Nuclear Energy Technology, Tsinghua University,

P. O. Box 1021, Beijing 102201, China)

Abstract: Organic phosphorus in $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ complex is converted to inorganic phosphorous with $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ wet cinefaction method. In 0.14 mol/L H_2SO_4 solution containing water soluble polyvinylalcohol as stabilizing agent, the highly sensitive ion-associates are formed by the reaction of basic dye ethyl violet with heteropoly molybdophosphoric blue. Spectrophotometric method is used for determination of phosphorus with these ion-associates. The absorbance maximum is at 620 nm. Determination of phosphorus is not affected with mass ratios $R(\text{UO}_2^{2+}/\text{P}) = 1.4 \times 10^3$, $R(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 8.8 \times 10^2$ and $R(\text{C}_2\text{O}_4^{2-}/\text{P}) = 3.6 \times 10^4$ (one time wet cinefaction must be carried out). In aqueous phase, phosphorus can be directly developed and determined. This method is contrasted with polyvinylalcohol-Rhodamine B-heteropoly molybdophosphoric blue, analytical results are in good coincidence. Conversion ratio of phosphorus is 99.8%~101.1%. The minimum detection limit is 0.02 mg/L. The relative standard deviation is 3%. The recovery ratio is 97%~103%.

Key words: $\text{UO}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{TRPO}$ complex; organic phosphorus; wet cinefaction method; spectrophotometric method