

## F-HZ-DZ-TR-0103

### 土壤—有效硼的测定—姜黄素光度法

#### 1 范围

本方法适用于土壤中有效硼的测定。

测定范围：适用于 0.0025 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硼的测定。

#### 2 原理

土壤用热水浸提出的硼，与作物对硼的反映有较高的相关性。浸提液中硼在草酸存在下与姜黄素作用，经脱水生成玫瑰红色的络合物。用乙醇溶解后，于 550nm 波长处测量其吸光度。硼含量在 0.0025 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$  范围，符合朗伯-比尔定律。

#### 3 试剂

配制试剂及浸提用的水均须用经石英蒸馏器蒸馏过的蒸馏水。

##### 3.1 市售 95%乙醇。

3.2 硫酸镁溶液 $\rho(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=100\text{g}/\text{L}$ ：10.0g  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  溶于 100mL 水中。

3.3 姜黄素-草酸溶液：称取 0.040g 姜黄素和 5.0g 草酸(优级纯)溶于 100mL 95%乙醇中。贮于石英容量瓶或塑料瓶中，黑纸包容量瓶。此溶液在使用前一天配制好，密闭好存放在冰箱中可使用一周。

##### 3.4 硼标准溶液

3.4.1 硼标准贮备溶液：100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硼，称取 0.5720g 经 40 $^{\circ}\text{C}$ ~50 $^{\circ}\text{C}$  烘 2h 的硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ，光谱纯)溶于水中，温热溶解后，移入 1000mL 石英容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu\text{g}$  硼。

3.4.2 标准溶液：10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$  硼，将硼标准贮备溶液稀释 10 倍，配制成 1mL 含 10.0 $\mu\text{g}$  硼标准溶液。

#### 4 仪器与设备

实验中所用玻璃器皿使用前应用盐酸(1+3)浸泡 2h~4h，然后用水和蒸馏水冲洗干净并晾干后使用。

玻璃器皿中含硼，测硼应用石英器皿或聚四氟乙烯、聚乙烯制的器皿。

分光光度计。

#### 5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 2.0mm。在称样测定时，另称取一份试样测定吸附水，最后换算成烘干样计算结果。

#### 6 操作步骤

6.1 空白试验：随同试样的分析步骤做空白试验。

##### 6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：称取 10.0g 风干土样，精确至 0.001g。置于 250mL 石英锥形瓶中，按 1：2 土水比加 20.0mL 水，连接冷凝管，文火煮沸 5min，立即移开热源，继续回流冷凝 5min(准确计时)，取下锥形瓶，加入 2 滴硫酸镁溶液，摇匀后立即过滤，将瓶内悬浮液一次倾入慢速滤纸上，滤液承接于聚乙烯瓶内。

同一试样做两个平行测定。

6.2.2 测量吸光度：移取 1.00mL 滤液于 50mL 蒸发皿中(石英或聚乙烯制品)，加 4.0mL 姜黄素-草酸溶液，在恒温水浴上 55 $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  3 $^{\circ}\text{C}$  蒸发至干，自呈现玫瑰红色时开始计时继续烘焙 15min，取下蒸发皿冷却到室温，加入 20.0mL 95%乙醇，用橡胶淀帚擦洗皿壁，使内容物完全溶解，用慢速滤纸干过滤到具塞比色管(石英或塑料)中(此溶液放置时间不要超过 3h)，以 95%乙醇为参比溶液，在分光光度计上于 550nm 波长处，用 1cm 吸收皿，测量吸光度。

注 1: 若土壤中硝酸根含量超过 20 $\mu\text{g/g}$  时, 对显色有干扰, 须吸取一定量的滤液加饱和氢氧化钙溶液, 放在水浴上蒸干后灼烧破坏硝酸根, 然后用 0.1mol/L 盐酸溶解残渣, 再进行显色。

注 2: 待测液及空白溶液与标准系列溶液的显色条件(如温度、容器的种类与体积、蒸发的速度)必须严格保持一致。

注 3: 由于乙醇易挥发, 比色时需快速进行。

注 4: 如果土壤有效硼含量较高时, 待测液中硼超过 1 $\mu\text{g/mL}$  时, 应将滤液稀释后进行显色。计算时乘以稀释倍数。

6.3 工作曲线的绘制: 吸取 0、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 硼标准溶液(10 $\mu\text{g/mL}$ )于 50mL 石英容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。配制成 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 $\mu\text{g/mL}$  标准溶液置于 50mL 蒸发皿内, 吸下按 6.2.2 条操作步骤显色测量吸光度并绘制工作曲线。

## 7 结果计算

按下式计算有效硼的含量, 以质量分数表示:

$$w_{\text{有效硼}} = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times t_s}{m \times k}$$

式中:

$w_{\text{有效硼}}$ ——有效硼的质量分数, mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$ ;

$\rho$ ——测定液中有效硼的质量浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$\rho_0$ ——试样空白溶液中有效硼的质量浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——测定液体积, mL;

$t_s$ ——分取倍数;

$m$ ——试样质量, g;

$k$ ——水分系数。

## 8 允许偏差

允许偏差按下表规定。

表 1 允许偏差表

测定值 mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$	绝对偏差 mg/kg 或 $\mu\text{g/g}$	相对偏差 %
<10	<1.5	13~20
10~50	<5	11~13
50~100	<8	9~11
100~300	<15	5~9

## 9 参考文献

[1] GB12298-90. 土壤有效硼测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社. 1987.