

F-HZ-DZ-TR-0101

土壤—全硼的测定—姜黄素光度法

1 范围

本方法适用于土壤中全硼量的测定。

测定范围：质量分数为 8mg/kg~40mg/kg 硼。

2 原理

试样经碳酸钠熔融，水提取，加稀硫酸使熔块溶解，制备成 pH6.0~6.8 待测溶液。

在氯化钙碱性介质中，硼与姜黄素螯合形成玫瑰红色的玫瑰花青苷，用乙醇溶解。于波长 550nm 处测量吸光度，含量高时改用波长 580nm 或 600nm 测量吸光度。

3 试剂

配制试剂及分析用的水均须用经石英蒸馏器蒸馏过的蒸馏水。

3.1 无水碳酸钠。

3.2 硫酸， $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 4mol/L$ 。

3.3 乙醇，市售 95%乙醇。

3.4 姜黄素-草酸溶液：称取 0.04g 姜黄素和 5g 草酸 ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) 溶于无水乙醇中，加 4.2mL 盐酸 (1+1)，移入 100mL 石英容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，摇匀。贮存在冰箱中。姜黄素容易分解，应现用现配。

3.5 饱和氢氧化钙溶液：氧化钙 (CaO) 溶于水中至饱和。

3.6 硼标准溶液

3.6.1 硼标准贮备溶液：100 μ g/mL，称取 0.5720g 经 40 $^{\circ}$ C~50 $^{\circ}$ C 烘 2h 的硼酸 (H_3BO_3 ，光谱纯) 加 10mL 水，温热溶解，移入 1000mL 石英容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 100.0 μ g 硼。

4 仪器与设备

玻璃器皿中含硼，所以测硼时应用石英器皿或聚四氟乙烯制的器皿。如石英烧杯，石英容量瓶等。

分光光度计。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 0.147mm。在称样测定时，另称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进行空白试验。工作曲线系列溶液用空白试验溶液稀释。

6.2 试样的测定

6.2.1 待测液的制备：称取 0.5g 风干土壤试样，精确至 0.0001g。置于 30mL 铂坩埚中，加入 3g 无水碳酸钠，用聚四氟乙烯尖头棒搅拌混匀。将坩埚放入高温炉中于 950 $^{\circ}$ C 熔融 30min，熔融完毕后，将坩埚取出，稍冷，把熔融物放入 200mL 石英烧杯中，加 50mL 水，盖上表面皿。用约 15mL 4mol/L 硫酸洗铂坩埚，溶液转入烧杯内，酸度应控制在 pH6.0~6.8。将烧杯内内容物洗入 100mL 石英容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。制备成待测溶液。

6.2.2 测量吸光度：吸取 5.0mL 待测液和 4mL 姜黄素-草酸溶液放入瓷蒸发皿 (ϕ 7.5cm) 中，加入少许饱和氢氧化钙溶液使呈碱性，在 55 $^{\circ}$ C \pm 3 $^{\circ}$ C 水浴上蒸发至干。然后把蒸发皿移入 55 $^{\circ}$ C \pm 3 $^{\circ}$ C 干燥箱中，继续干燥 15min。用移液管往坩埚内加 20mL 乙醇，用带橡皮头的聚四氟乙烯棒擦搅残渣，使其充分溶解，将溶液干过滤入 20mL 石英带塞比色管中，或用干滤纸直接过滤入 1cm 吸收皿内，于波长 550nm 处测量吸光度。若吸光度过大，改用 180nm 或 600nm

波长测量吸光度。由工作曲线上查得硼的量。

注 1：测硼应严格控制显色条件，如蒸发时间、蒸发温度、蒸发速度、空气流动速度等。每批测定都要尽量一致。

注 2：显色过程不要中途停顿，更不要在加入姜黄素以后停顿，以免影响结果的准确性。

注 3：由于乙醇易挥发，使测定体积改变，故在比色时需快速进行。

6.3 工作曲线的绘制：将硼标准溶液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）用与待测液相同操作的空白试验溶液逐级稀释成 ρ （B）分别为 0、0.200、0.400、0.600、0.800、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液，再分别取 1mL 放入瓷蒸发皿内，按第 6.3 条操作步骤制备成 ρ （B）分别为 0、0.010、0.020、0.030、0.040、0.050 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准系列溶液，进行显色，测量吸光度。并绘制标准工作曲线。

7 结果计算

按下式计算全硼的含量，以质量分数表示：

$$w_B = \frac{\rho \times V \times t_s}{m \times k}$$

式中：

w_B ——全硼的质量分数，mg/kg；

ρ ——从工作曲线上查得测定液中硼的质量浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

V ——比色溶液的体积，mL；

t_s ——分取倍数；

m ——试样质量，g；

k ——水分系数。

8 参考文献

[1] 孙鸿烈，刘光崧. 土壤理化分析与剖面描述[M]. 北京：中国标准出版社，1996，53.