

F-HZ-DZ-TR-0104

土壤—有效硼的测定—甲亚胺光度法

1 范围

本方法适用于土壤中有有效硼的测定。

测定范围：质量分数为 0.4mg/kg~2mg/kg 有效硼。

2 原理

土样用沸水浸提 5min，浸出液中的硼用甲亚胺比色法测定。在弱酸性介质中硼与甲亚胺生成黄色络合物。测定浓度范围在 0~10mg/10mL 内符合朗伯-比尔定律，灵敏度为 0.0013mg/cm²。一般在显色 1h 后比色，显色稳定时间长达 3h。甲亚胺试剂可用 H 酸和水杨醛合成，亦可直接加入溶液进行测定。

硝酸盐不干扰；铁、铝等金属离子的干扰可加 EDTA 和氨基三乙酸络合掩蔽。

3 试剂

配制试剂及浸取用的水均须用经石英蒸馏器蒸馏过的蒸馏水。

3.1 甲亚胺溶液(C₁₇H₁₅O₉S₂N)=9g/L：称取 0.9g 甲亚胺和 2g 抗坏血酸，加 100mL 水，微热溶解(现用现配)。若无固体甲亚胺试剂，可分别配制 10g/L H 酸溶液及 0.4g/L 水杨醛溶液使用。

3.2 H 酸溶液ρ[C₁₀H₄NH₂OH(SO₃H)₂]=10g/L：称取 1g 1-氨基-8 萘酚-3,6-二磺酸氢钠于 100mL 水中，然后加入 2g 抗坏血酸，搅拌至完全溶解。溶液 pH 为 2.5。若浑浊过滤后使用。现用现配。

3.3 水杨醛溶液ρ(C₆H₄OH·CHO)=0.4g/L：每 100mL 乙醇(80+20)中加入 0.04mL 水杨醛。

3.4 氯化钙溶液 c(CaCl₂)=0.5mol/L：5.55g 氯化钙，加 100mL 水溶解。

3.5 乙酸铵缓冲溶液：231g 乙酸铵(NH₄OAC)溶于水中，稀释到 1L，再加入 67gEDTA，此溶液 pH6.7。

3.6 硼标准溶液

3.6.1 硼标准贮备溶液：100μg/mL，称取 0.5720g 经 40℃~50℃烘 2h 的硼酸(H₃BO₃，光谱纯)，加 10mL~20mL 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 100.0μg 硼。

3.6.2 标准溶液：10.0μg/mL，将上述标准贮备溶液稀释 10 倍，配制成 1mL 含 10.0μg 硼标准溶液。

3.6.3 标准系列溶液：吸取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 硼标准溶液(1mL 含 10.0μg 硼)置于一组 50mL 石英容量瓶中，用水稀释至刻度，配制成浓度为 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00μg 硼的标准系列溶液。贮存在塑料瓶中备用。

4 仪器与设备

4.1 玻璃器皿含硼，测硼应用石英器皿或聚四氟乙烯制的器皿。

4.2 分光光度计。

5 试样制备

风干粉末土样，粒度应小于 2.0mm。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 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 20.0g 风干土壤样品，精确至 0.001g。置于 250mL 石英锥形瓶中，按土水比 1：2 加 40mL 水，连接石英冷凝管，文火煮沸 5min(从沸腾时计算，用秒表计时)准确 5min 取下，立即冷却。

注：煮沸时间一定要准确，正好 5min，否则易产生误差，也不易重复。

在煮沸过的土壤溶液中加入 4 滴 0.5mol/L 氯化钙溶液，移入离心管中，离心 5min~10min(4000r/min)，并用致密滤纸过滤，滤液承接于塑料瓶中，供测硼用(最初滤液浑浊时可弃去不要)。

6.2.2 测量吸光度：取 1mL H 酸溶液(10g/L)于 10mL 带塞比色管(石英或塑料)中，加 2mL 水杨醛溶液(0.4g/L)，摇匀。再加入 3mL 缓冲溶液，立即加 4mL 待测液，摇匀后放置 1h，于 420nm~430nm 波长处测量吸光度。用试剂空白溶液调吸收值到零，测量显色液的吸收值。

注 1：若硝酸根浓度超过 20 μ g/mL，对硼的测定有干扰，必须加氢氧化钙使呈碱性，在水浴上蒸发至干，再慢慢灼烧以破坏硝酸盐。用一定量的 0.1mol/L 盐酸溶解残渣，吸取 1.00mL 溶液进行比色测定硼。

注 2：若土壤中的水溶性硼含量过低，可吸取较多的溶液，移入蒸发皿中，加少许饱和氢氧化钙溶液使之呈碱性，在水浴上蒸发至干。加入适当体积(例如 5.00mL)0.1mol/L 盐酸溶解，吸取 1.00mL 进行比色测定。由于待测液的酸度对显色有很大影响，所以标准系列也应按同样步骤处理。

6.3 工作曲线的绘制：分别取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μ g/mL 硼标准系列溶液 4mL 于 10mL 比色管(石英或塑料)中，以下按 6.2 条测定操作步骤进行显色和测定，并绘制标准工作曲线。

7 结果计算

按下式计算有效硼的含量，以质量分数表示：

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

式中：

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

ρ ——测定液中有效硼的质量浓度， μ 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

测定值 mg/kg(或 μ g/g)	绝对偏差 mg/kg(或 μ 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] GB7877-87. 森林土壤有效硼的测定[S]. 北京：中国标准出版社. 1987.