

**F-HZ-DZ-TR-0102**

**土壤—全硼的测定—甲亚胺光度法**

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 40mg/kg~200mg/kg 硼。

2 原理

试样经碳酸钠熔融，水提取，用稀硫酸溶解熔块，制备成 pH6.0~6.8 待测溶液。在 pH6.7 乙酸铵介质中，硼与甲亚胺生成黄色螯合物，于波长 420nm 处测量吸光度。

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， $c(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4) = 4\text{mol/L}$ 。

3.3 甲亚胺溶液  $\rho(\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{O}_9\text{S}_2\text{N}) = 9\text{g/L}$ ：称取 0.9g 甲亚胺和 2g 抗坏血酸，加 100mL 水，微热溶解(现用现配)。如无固体甲亚胺试剂，可分别配制 H 酸溶液和水杨醛溶液使用。

3.4 H 酸溶液  $\rho[\text{C}_{10}\text{H}_4\text{NH}_2\text{OH}(\text{SO}_3\text{H})_2] = 10\text{g/L}$ ：称取 1g 1-氨基-8-萘酚-3,6-二磺酸溶于 100mL 水中，加入 2g 抗坏血酸，使之完全溶解，若浑浊可过滤后使用，溶液 pH 为 2.5。现用现配。

3.5 水杨醛溶液  $\rho(\text{C}_6\text{H}_4\text{OH} \cdot \text{CHO}) = 0.4\text{g/L}$ ：在 100mL 乙醇[ $\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 80\%$ ]中加入 0.04mL 水杨醛。

3.6 氯化钙溶液  $c(\text{CaCl}_2) = 0.5\text{mol/L}$ ：称取 5.55g 氯化钙加水溶解，稀释至 100mL，搅匀。

3.7 乙酸铵缓冲溶液：称取 231g 乙酸铵( $\text{NH}_4\text{OAC}$ )溶于水中，稀释至 1L，再加入 67g EDTA。此溶液 pH 为 6.7。

3.8 硼标准溶液

3.8.1 硼标准贮备溶液：100.0 $\mu\text{g/mL}$ ，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)，加水，温热溶解，移入 1000mL 石英容量瓶中，稀释至刻度。此溶液 1mL 含 100.0 $\mu\text{g}$  硼。

4 仪器与设备

4.1 铂坩埚(30mL)。

4.2 石英烧杯(200mL)。

4.3 石英容量瓶(100mL)。

注 1：玻璃器皿中含硼，所以测硼时要用石英器皿或聚四氟乙烯制的器皿。

4.4 分光光度计或紫外可见分光光度计。

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 $^\circ\text{C}$  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，溶液转入烧杯中，酸度应控制在 pH6.0~6.8。将烧杯内容物洗入 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 1mL H 酸溶液置于 10mL 塑料比色管(或石英比色管)中，加 2mL 水

杨醛溶液，摇匀。再加入 3mL 乙酸铵缓冲溶液，然后立即加 4mL 待测液，摇匀。放置 1h。在 420nm~430nm 波长处用试剂空白溶液调吸光度到零，测定待测液的吸光度。

6.3 工作曲线的绘制：将硼标准溶液[ $\rho(\text{B})=100\mu\text{g/mL}$ ]用与待测液相同操作的空白试验溶液逐级稀释成 $\rho(\text{B})$ 分别为 0、0.200、0.400、0.600、0.800、1.00 $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液。吸取 1mL H 酸溶液于 10mL 塑料(或石英)比色管中，加 2mL 水杨醛溶液，摇匀。加入 3mL 乙酸铵缓冲溶液，立即加上述标准溶液各 4.00mL，制备成 $\rho(\text{B})$ 分别为 0、0.080、0.160、0.240、0.320、0.400 $\mu\text{g/mL}$  标准系列溶液，按 6.2.2 操作步骤测量吸光度。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：

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

式中：

$w_{\text{B}}$ ——全硼的质量分数，mg/kg；

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

$V$ ——比色溶液的体积，mL；

$t_s$ ——分取倍数；

$m$ ——试样质量；

$k$ ——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. 北京：中国标准出版社，1996. 54.