

中华人民共和国国家标准

土壤有效硼测定方法

GB 12298—90

Method for the determination of
available boron in soil

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定土壤中有效硼的姜黄素吸光度法。

本标准适用于各类土壤有效硼的测定。

2 测定原理

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。用乙醇溶解后测定其吸光度。红色络合物溶液在 0.002~5~0.05 μgB/mL 范围里,符合朗伯-比尔定律。

3 主要仪器设备

试验中所用玻璃器皿使用前应用 1+3 盐酸浸泡 2~4 h,然后用水冲洗干净并晾干。

- 3.1 土样筛(尼龙筛)2.0 mm 方孔筛。
- 3.2 分析天平,感量 0.000 1,0.001 g。
- 3.3 分光光度计。
- 3.4 电热恒温水浴。
- 3.5 调温电炉或酒精灯。
- 3.6 锥形瓶 250 mL(石英或低硼玻璃)。
- 3.7 回流冷凝管(石英或低硼玻璃)。
- 3.8 蒸发皿 50 mL(石英或聚乙烯制品)。
- 3.9 刻度移液管 1.00,5.00,20.0 mL。
- 3.10 聚乙烯瓶 30,60,1000 mL。
- 3.11 中速滤纸 11 cm。

4 试剂

试验中所有用水,均为去离子水或石英蒸馏器重蒸馏水。

- 4.1 95% 乙醇(GB 679 分析纯)。
- 4.2 硫酸镁溶液:10.00 g MgSO₄ · 7H₂O(GB 671,分析纯)溶于 100 mL 水中。
- 4.3 姜黄素-草酸溶液:称取 0.040 g 姜黄素和 5.00 g 草酸(HG 3—988,优级纯)溶于 100 mL 95% 乙醇中(4.1),充分搅动使之溶解完全,贮于棕色玻璃瓶中。此液应在使用前一天配制好,密闭好存放在冰箱内可使用一周。
- 4.4 硼标准溶液:称取 0.572 0 g 干燥的硼酸(GB 628,优级纯)溶于水中,定容至 1 L,盛于塑料瓶中。此液为 100 μg/mL 硼贮备溶液。将此硼贮备溶液稀释 10 倍,即为 10 μg/mL 硼标准工作液。

5 测定步骤

5.1 土壤有效硼的浸提

称取 10.00 g 风干过 2.0 mm 筛的土样于 250 mL 锥形瓶中, 按 1:2 土水比, 加 20.0 mL 水, 连接冷凝管, 文火煮沸 5 min, 立即移开热源, 继续回流冷凝 5 min(准确计时), 取下锥形瓶, 加入 2 滴硫酸镁溶液(4.2), 摆匀后立即过滤, 将瓶内悬浮液一次倾入滤纸(3.11)上, 滤纸承接于聚乙烯瓶内。

同一试样做两个平行测定。

同时用水按上述提取步骤制备空白溶液。

5.2 显色测定

移取 1.00 mL 滤液于 50 mL 蒸发皿内(3.8), 加 4.00 mL 姜黄素-草酸溶液(4.3), 在恒温水浴 55±3℃ 上蒸发至干, 自呈现玫瑰红色时开始计时继续烘熔 15 min, 取下蒸发皿冷却到室温, 加入 20.0 mL 95% 乙醇(4.1), 用橡胶淀帚擦洗皿壁, 使内容物完全溶解, 用中速滤纸过滤到具塞容器内(此溶液放置时间不要超过 3 h), 以 95% 乙醇(4.1)为参比溶液, 在分光光度计 550 nm 波长处。用 1 cm 光径比色皿测定吸光度。

注: ① 若土壤中硝酸根含量超过 20 μg/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 0.1 mol/L 盐酸溶解残渣, 再进行显色。

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。

5.3 工作曲线绘制

用 10 μg/mL 硼工作溶液(4.4), 按 0, 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 μg/mL 硼浓度配成硼标准系列溶液, 分别吸取 1.00 mL 按 5.2 操作显色测定吸光度并绘制工作曲线。

6 分析结果计算

样品吸光度减去空白吸光度后, 由工作曲线查得硼浓度。

土壤有效硼含量以 mg/kg 表示, 按下式计算:

$$\text{土壤有效硼含量} = 2c$$

式中: c —样品吸光度由工作曲线查得硼浓度, mg/kg;

2—水土比。

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

7 平行结果的允许差

两平行测定结果用算术平均值表示, 保留小数后二位数字。

两平行样测定结果的允许差: 土壤有效硼小于 0.2 mg/kg 硼时, 为 0.03 mg/kg; 有效硼在 0.2~0.5 mg/kg 时, 为 0.05 mg/kg; 有效硼大于 0.5 mg/kg 时, 相差不超过 0.06 mg/kg。

附加说明:

本标准由中华人民共和国农牧渔业部提出。

本标准由中国农业科学院分析测试中心负责起草。

本标准主要起草人董慕新、朱克庄、王治荣、李玉芳。