

植株中全硼测定方法的研究

刘善江, 赵丽萍

(北京市农林科学院 植物营养与资源研究所, 北京 100097)

摘要: 以硝酸-高氯酸为湿灰化法的氧化剂, 不同植物材料为试验对象, 干灰化法的测试结果为参比, 探讨研究湿灰化法测定植株全硼的可行性。结果表明: 湿灰化法测定植株全硼含量与干灰化法的结果基本一致, 利用湿灰化法进行样品消解是可行的, 这为批量测试植株中的全硼含量提供了有益的探索。

关键词: 植物; 全硼; 湿灰化; 干灰化

中图分类号: TQ440.72 文献标识码: A 文章编号: 1000-7091(2007)02-0169-02

Study on Testing Method of Total Boron Content in Plant

LIU Shan-jiang, ZHAO Li-ping

(Institute of Plant Nutrition and Resources, Beijing Academy of Agriculture and Forestry Sciences, Beijing 100097, China)

Abstract: It is very complex to test boron content in plant sample by means of stove cineration method, introduced by literature at present. It is also difficult to test lots of materials at the same time. This paper makes researches on this subject by substituting stove cineration method with wet cineration method to digest plant sample. This research includes testing boron content in standard materials, comparing boron content of many plant samples obtained with wet cineration method with that obtained with stove cineration method. The testing results show that it is possible and reliable to test boron content in plant sample with wet cineration method.

Key words: Plant; Total boron; Wet cineration; Stove cineration

现有文献资料所介绍植株全硼的测定方法包括了姜黄素比色法、甲亚胺H酸比色法和 ICP-AES 法, 所介绍样品的前处理方法均为干灰化法, 避免硼的化合物在强酸和高温条件下转化成硼的氧化物而挥发损失掉^[1-3]。

干灰化法系将一定质量的植株样品在 500~580℃ 在高温炉中灼烧分解, 用稀盐酸溶解灰分, 定容。湿灰化法系利用电炉或者电热板控制消解温度, 硝酸、高氯酸、硫酸等氧化剂将一定质量的植株样品氧化分解, 定容。

实际工作中, 干灰化法的样品灰化不容易 1 次完成, 往往需要重复 1~2 次操作, 不合同同时测试批量样品; 另外其灰化需要高温马弗炉, 方法的推广受到限制。

为了适应批量样品的测试, 提高测试效率, 本研究探索采用湿灰化法进行样品前处理的可行性。

1 材料和方法

1.1 试验材料

1.1.1 供试材料 烟叶、油菜地上部、大白菜叶片、桃树叶片、黄瓜叶片。另从中国计量研究院标准物质研究中心购买了桃叶标准物质, 其标准编号为 GBW07604 (GSV-3)。

1.1.2 试剂 所选用试剂均为分析纯及其以上级别, 实验室用水符合 GB 6682-1992 的要求。

1.1.3 仪器设备 通常实验室所用的仪器设备和高温电炉、磁蒸发皿、可控温电炉(功率为 1.5~2.4 kW)。所用的玻璃制品均为无硼玻璃, 包括 150 mL 石英三角瓶, 100 mL 容量瓶、5 mL 移液管和 10 mL 比色管等。

1.2 试验方法

1.2.1 湿灰化法的试样溶液制备 利用电子天平

收稿日期: 2006-09-08

基金项目: 北京市科技攻关项目(D0706004040231)

作者简介: 刘善江(1965-), 男, 山东招远人, 副研究员, 主要从事植物营养与施肥研究。

称取样品 0.5~ 1.5 g(精确到 0.001 g)于 150 mL 石英三角瓶中,加入 15 mL 硝酸(最好放置过夜浸泡样品以防止消解时产生泡沫过多),插上小漏斗,调节可控温电炉保持溶液微沸并摇动三角瓶防止溶液上溢。消解反应趋于稳定后,添加 5 mL 高氯酸,继续消解(如果消煮液不够,可以继续添加硝酸和高氯酸,添加比例为 3:1,添加方法同上),消煮至消煮液为 2~ 5 mL,溶液澄清为止。

将消煮液转移至 100 mL 容量瓶并定容,吸 10.0 mL 于 25 mL 容量瓶中,滴加氨水调节溶液的 pH 为 7 左右,定容。

试验应同时进行样品的空白试验。空白试验中除了不添加试样外,其他所用试剂及其用量与样品测试完全一致。

1.2.2 干灰化法的试样溶液制备 采用鲍士旦等介绍方法^[3]进行。

1.2.3 试样溶液中硼的测定 为了消除溶液中不同测定方法所带来的误差,定容溶液中的硼均采用甲亚胺-H 酸比色法测定。吸取 1~ 5 mL 溶液于 10 mL 比色管中,利用甲亚胺-H 酸比色法进行显色测定。

1.2.4 测试结果 样品测试均采用平行测定方法进行(包括空白试验),试验结果为 2 次测定结果的算术平均值。

2 结果与分析

2.1 湿灰化法的全硼测定值与桃树叶片标准样品标明值的比较

供试标准物质材料—桃树叶片所标明的全硼含量为(53±4) mg/kg,湿灰化法测定的全硼含量为:52.5,53.3 mg/kg,其算术平均值为 52.9 mg/kg,落在 49~ 57 mg/kg 范围之内,说明湿灰化法所测定标准样品中全硼的测试结果与其标明值完全吻合。

2.2 湿灰化法与干灰化法测定结果的比较

采用湿灰化法和干灰化法分别测定了烟叶、果树和蔬菜叶片中的全硼含量,结果见表 1。

将表 1 中干灰化法所测定的样品全硼含量用 X 代表,湿灰化法测定的全硼含量用 Y 代表,R 代表两者之间的相关系数。经过数理统计分析,两者的相关关系和相关系数如下:

$$Y = -0.341 + 1.00X$$

$$R = 0.999$$

2 种方法所测得的全硼数值呈高度正相关关

系。直线的斜率为 1,说明 2 种方法所测得的数据基本一致。

表 1 干灰化法和湿灰化法测试植株样品全硼的结果

Tab. 1 Results of total boron of plant samples by stove cineration and wet cineration

样品 Sample	全硼含量/(mg/kg) Total boron content	
	干灰化法 Stove cineration	湿灰化法 Wet cineration
烟叶 1 Tobacco No. 1	42.9	44.0
烟叶 2 Tobacco No. 2	53.1	53.8
烟叶 3 Tobacco No. 3	17.9	17.5
烟叶 4 Tobacco No. 4	59.9	61.8
烟叶 5 Tobacco No. 5	25.2	25.4
油菜地上部 1 Cole leaf No. 1	89.4	88.9
油菜地上部 2 Cole leaf No. 2	20.9	22.3
油菜地上部 3 Cole leaf No. 3	19.8	19.5
大白菜叶片 1 Chinese cabbage leaf No. 1	22.1	21.3
大白菜叶片 2 Chinese cabbage leaf No. 2	19.5	18.8
大白菜叶片 3 Chinese cabbage leaf No. 3	17.0	17.8
桃叶片 1 Peach leaf No. 1	23.9	25.2
桃叶片 2 Peach leaf No. 2	26.1	26.8
桃叶片 3 Peach leaf No. 3	75.3	74.2
黄瓜叶片 Watermelon leaf	28.2	27.8

3 结论与讨论

利用湿灰化法测定植株全硼含量是可行的。利用湿灰化法测定植株全硼,应注意控制样品消解的温度,保证样品消解液为微沸状态,避免剧烈沸腾。利用湿灰化法消解植株样品,应注意消解液不能蒸干。本试验条件下,利用 150 mL 石英三角瓶作湿灰化法的消解容器测定植株全硼没有影响测定结果的准确性。为了降低试验成本,可以进一步探讨利用普通玻璃的容量瓶、移液管等容器对全硼测试结果的影响。

参考文献:

- [1] 鲁如坤,朱海舟,何平安,等.土壤农业化学分析方法[M].北京:中国农业科技出版社,1999:325-328.
- [2] 中国土壤学会农业化学专业委员会编.土壤农业化学常规分析方法[M].北京:科学出版社,1983:296-297.
- [3] 鲍士旦,江荣风,杨超光,等.土壤农化分析[M].3版.北京:中国农业出版社,1999:275-278.