

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	1
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40150.1 – Stanovení boru spektrofotometricky azomethinem H	Revize	0

STANOVENÍ BORU SPEKTROFOTOMETRICKY AZOMETHINEM H

1 Účel a rozsah

Postup je určen pro stanovení obsahu boru v mineralizátech rostlinných materiálů připravených podle postupu 40034.1 Mineralizace na suché cestě, ale je použitelný i pro mineralizáty připravené podle postupů 40030.1 Mineralizace kyselinou dusičnou a peroxidem vodíku nebo 40032.1 Mineralizace v uzavřeném systému s mikrovlnným ohřevem.

2 Princip

Bor reaguje s azomethinem-H (4-hydroxy-5(salicylidenamino)-2,7 naftalen disulfonová kyselina) za vzniku oranžovo-žluté sloučeniny při pH 4 až 5. Rušící ionty jsou maskovány přidávkou komplexujícího činidla (EDTA). Rušivý vliv barevného komplexu Fe^{3+} -EDTA se odstraní přidávkou kyseliny askorbové.

Poznámky

- Popsaný postup je určen pro mineralizáty s maximální koncentrací kyseliny dusičné 2 mol/l. Při vyšší koncentraci kyselin v mineralizátu by nemusela být kapacita tlumivého roztoku dostatečná a reakce by neproběhla kvantitativně.*

3 Chemikálie

Používají se chemikálie analytické čistoty, pokud není uvedeno jinak.

- Roztok azomethinu-H.

Příprava: Do 150ml kádinky se naváží 4,00 g azomethinu-H a do druhé 150ml kádinky se naváží 10,0 g kyseliny askorbové. Po rozpuštění ve vodě (6) se roztoky kvantitativně převedou do 500ml odměrné baňky a baňka se doplní po značku. Roztok je možné uchovávat v chladu a temnu až 2 týdny.

- Tlumivý a maskovací roztok.

Příprava: Do 1500ml kádinky se odměří asi 150 ml vody (6) a za chlazení a míchání se přidává 377 ml koncentrované kyseliny octové a následně 470 ml vodného roztoku amoniaku. Ještě před vychladnutím roztoku se přidá 10,0 g dvojsodné soli kyseliny ethylendiamintetraoctové. Po vytemperování roztoku na laboratorní teplotu se upraví hodnota pH zředěnou kyselinou sírovou (1 : 1, V/V) na $5,2 \pm 0,2$ jednotek pH.

- Reakční činidlo.

Příprava: Potřebné množství činidla se připraví smísením roztoku azomethinu H (1) a roztoku (2) v poměru 1 : 1 (V/V). Reakční činidlo se připravuje těsně před použitím.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	2
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40150.1 – Stanovení boru spektrofotometricky azomethinem H	Revize	0

- 4 Roztok kyseliny dusičné $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/l}$.
Příprava: Do 2000ml kádinky se odměří asi 600 ml vody (6) a za stálého míchání a chlazení se přidá 284 ml koncentrované kyseliny dusičné. Po převedení do 1000ml odměrné baňky a po vytemperování se doplní po značku.
- 5 Roztok kyseliny dusičné $c(\text{HNO}_3) = 2 \text{ mol/l}$.
Příprava: Roztok se připraví zředěním roztoku (4) vodou (6) v poměru 1 : 1 (V/V/).
- 6 Voda (deionizovaná, demineralizovaná nebo destilovaná).
- 7 Základní standardní roztok boru o koncentraci 1000 mg/l. Je vhodné použít komerčně dodávaný roztok od ověřeného výrobce.
- 8 Pracovní standardní roztok boru o koncentraci 100 mg/l.
Příprava: Ze základního standardního roztoku boru (7) se do 100ml odměrné baňky pipetuje 10 ml a baňka se doplní vodou (6) po značku.
- 9 Pracovní standardní roztok boru o koncentraci 10 mg/l.
Příprava: Z pracovního standardního roztoku boru (8) se do 100ml odměrné baňky pipetuje 10 ml a baňka se doplní vodou (6) po značku.

Poznámky

- 2 *Pokud dojde při k vysrážení EDTA z roztoku , dekantuje se čirý roztok a zbylá sraženina se rozpustí v asi 100 ml horké vody (6). Po vytemperování roztoku na laboratorní teplotu se přidá k původnímu roztoku.*
- 3 *Místo kyseliny octové a vodného roztoku amoniaku lze použít octan amonný.*

4 Přístroje a pomůcky

- 1 Pipeta (1 – 5) ml nebo vhodný dilutor.
- 2 pH-metr se sadou nastavovacích pufrů.
- 3 Spektrofotometr pro měření ve viditelné oblasti světla s kyvetami 10 mm.
- 4 Analytické váhy, přesnost 0,001 g.

5 Postup

5.1 Příprava kalibrační křivky

Do 100ml odměrných baněk se pipetují pracovní standardní roztoky (8) a (9) podle tabulky 1. Do každé baňky se přidá 50 ml zředěné kyseliny dusičné (4) a baňky se doplní po značku vodou (6). Kalibrační křivka se pro měření připravuje způsobem shodným s úpravou mineralizátu. Provádějí se vždy dvě paralelní stanovení každého bodu kalibrační křivky.

	Ústřední kontrolní a zkušební ústav zemědělský Národní referenční laboratoř	Strana	3
	Jednotné pracovní postupy – analýza rostlinného materiálu	Vydání	3
	40150.1 – Stanovení boru spektrofotometricky azomethinem H	Revize	0

Tabulka 1. Příprava roztoků pro kalibrační křivku.

Koncentrace (mg/l)	0	0,50	1,00	2,50	5,00	10,00
Pipetovaný objem S1/S2 (ml)	0	5,00	10,00	25,00	5,00	10,00
Pracovní standardní roztok	–	(9)	(9)	(9)	(8)	(8)

5.2 Měření

Do zkumavek z plastu nebo křemenného skla se dávkuje 1 ml mineralizátu vzorku, standardního roztoku nebo slepého pokusu, 2 ml vody (6) a 2 ml reakčního činidla (3). Obsah zkumavek se pečlivě promíchá. Měří se po 2 h při vlnové délce procházejícího světla 420 nm zpravidla v kyvetě 10 mm. Absorbanční nula přístroje se nastavuje na vodu (6). Z naměřených hodnot absorbancí se metodou kalibrační křivky určí koncentrace boru v mineralizátu.

Poznámky

- 4 *Odměrné a jiné laboratorní sklo se musí před použitím loužit ve zředěné kyselině dusičné (4), aby se v nejvyšší možné míře zamezilo uvolňování boru do připravovaných roztoků.*

6 Literatura

- 1 Wolf, B.: Improvement of the Azomethine-H method for the determination of boron. Commun. Soil Sci. Plant Anal. 5 (1974) 39 - 44.