

前 言

本标准是对 GB/T 7877—1987《森林土壤有效硼的测定》的修订。在修订中,对不符合国家法定计量单位标准的单位、不符合全国科学名词审定委员会公布的土壤学名词的名词予以修改;在编写上,按 GB/T 1.1—1993 的要求执行。

土壤中有有效硼用沸水浸出后,常用比色法测定,比色法测定硼的显色剂很多,有四羟基萘醌、胭脂红酸、1,1-二萘醌亚胺、姜黄素、甲亚胺等试剂,其中四羟基萘醌、胭脂红酸、1,1-二萘醌亚胺等试剂只能在浓硫酸中显色,试剂溶液的配制、贮存和比色操作都十分不便,对玻璃器皿也有较高的要求,姜黄素与硼的显色虽然灵敏度高,但要在水溶液蒸干过程中进行,且需石英器皿,条件要求高。本标准采用甲亚胺法,操作简便、快速、再现性好,条件要求不苛,且可利用自动分析仪代替手工操作。

自本标准实施之日起,原 GB/T 7877—1987 作废。

本标准由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准起草单位:中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室。

本标准主要起草人:张万儒、杨光澄、屠星南、张萍。

森林土壤有效硼的测定

Determination of available boron in forest soil

1 范围

本标准规定了采用沸水浸提-甲亚胺比色法测定森林土壤微量元素分析中有效硼(0~10 mg/10 mL)的方法。

本标准适用于森林土壤微量元素分析中有效硼(0~10 mg/10 mL)的测定。

2 方法要点

土样经沸水浸提 5 min, 浸出液中的硼用甲亚胺比色法测定。甲亚胺比色法测硼是在弱酸性水溶液中生成黄色络合物(测定浓度范围在 0~10 mg/10 mL 内符合朗伯-比尔定律, 灵敏度为 0.001 3 mg/cm²), 一般在显色 1 h 后比色, 显色稳定时间长达 3 h。此法硝酸盐不干扰; 铁、铝等金属离子的干扰可加 EDTA 和氨基三乙酸络合掩蔽。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。方法简便, 结果稳定, 并能适用于自动化分析。

3 试剂

3.1 9 g/L 甲亚胺溶液: 称取 0.9 g 甲亚胺和 2 g 抗坏血酸, 加 100 mL 纯水, 微热溶解(分析时当天配制)。若无固体甲亚胺试剂, 可分别配制 1% H 酸溶液及 0.04% 水杨醛溶液使用。

3.2 10 g/L H 酸溶液: 在室温下溶解 1 g 1-氨基-8 萘酚-3,6-二磺酸氢钠于 100 mL 无离子水中, 然后加入 2 g 抗坏血酸, 使之完全溶解。若混浊可过滤后使用。溶液 pH2.5, 此液要当天配制。

3.3 0.4 mol/L 水杨醛溶液: 每 100 mL 1:4 乙醇中加入水杨醛 0.04 mL。

3.4 0.5 mol/L 氯化钙溶液: 5.55 g 氯化钙(分析纯), 加水 100 mL 溶解。

3.5 缓冲液: 取乙酸铵 231 g 溶于水, 稀释到 1 L, 再加入 67 g EDTA, 此液 pH6.7。

3.6 100 μg/mL 硼标准溶液: 将 0.571 6 g 干燥的硼酸(优级纯)溶于水, 定容至 1 L, 此液为 100 μg/mL 硼标准贮存液。将此硼标准贮存液, 稀释 10 倍, 即为 10 μg/mL 硼标准溶液。吸取 10 μg/mL 硼标准液 0.1, 2, 3, 4, 5 mL, 定容成 50 mL, 配成浓度为 0.0, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 μg/mL 的一组硼标准系列溶液, 贮存在塑料瓶中备用。

4 主要仪器

紫外可见分光光度计(或 721 分光光度计); 塑料小烧杯; 有 10 mL 刻度的试管; 锥形瓶及小冷凝管。

5 测定步骤

5.1 待测液的制备: 取 20.00 g 风干并通过 2.0 mm 尼龙筛的土样于 250 mL 锥形瓶中, 按土水比 1:2, 加 40 mL 纯水, 连接冷凝管, 文火煮沸 5 min(从沸腾时计算, 用秒表计时), 准确 5 min 取下, 立即

冷却。煮沸过的土壤溶液中,加入4滴0.5 mol/L CaCl_2 溶液,移入离心管中,离心5~10 min (400 r/min),并过滤(用紧密滤纸过滤),滤液承接于塑料瓶中,供测硼用(最初滤液混浊时可弃去不要)。

5.2 测定:取1 mL 1 g/L H 酸溶液于10 mL 干净试管中,加2 mL 水杨醛溶液,摇匀。再加入3 mL 缓冲液,立即加4 mL 待测液,摇匀后放置1 h,选分光光度计420~430 nm 波长,1 cm 比色皿,用试剂空白溶液调吸收值到零,测显色液的吸收值。

5.3 工作曲线的绘制:取标准系列溶液0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 $\mu\text{g/mL}$ 硼(B)于不同试管中,按5.2步骤测试吸收值。以吸收值为纵坐标,以标准系列溶液含量为横坐标,绘制工作曲线。

6 结果计算

$$W_B = c \times r \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: W_B ——有效硼(B)含量,mg/kg;

c ——由工作曲线查得硼的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

r ——液土比(r =浸提时浸提剂毫升数/土壤克数=40/20=2)。

7 允许偏差

按表1规定。

表1 森林土壤微量元素结果允许偏差

测定值,mg/kg	绝对偏差,mg/kg
300~100	15~5
100~10	5~0.5
10~1	0.5~0.05
1~0.2	0.05~0.02
0.2~0.1	0.02~0.01
<0.1	<0.01

注

- 1 煮沸时间一定要准确,否则易产生误差,也不易重复。
- 2 硬质玻璃中常含有硼。所使用的玻璃器皿不应与试样溶液作长时间接触。加热浸提土壤水溶性硼时,最好使用石英玻璃制的锥形瓶。用其他玻璃制品时,应先进行空白试验,观察空白值的大小,决定其是否能用。用扣除空白的方法消除玻璃器皿的污染有时是难于奏效的。加热温度不高时,瓷器皿可用于硼的测定。聚四氟乙烯制品是适用的。
- 3 配制试剂及浸提用的水均须用石英蒸馏器重蒸馏过的水或用去离子水。
- 4 若硝酸根浓度超过20 $\mu\text{g/mL}$,对硼的比色测定有干扰,必须加氢氧化钙使呈碱性反应,在水浴上蒸发至干,再慢慢灼烧以破坏硝酸盐。再用一定量的0.1 mol/L 盐酸溶液残渣,吸取1.00 mL 溶液进行比色测定硼。
- 5 若土壤中的水溶性硼过量,比色发生困难,可以准确吸取较多的溶液,移入蒸发皿,加少许饱和氢氧化钙溶液使之呈碱性反应,在水浴上蒸发至干。加入适当体积(例如5.00 mL)的0.1 mol/L 盐酸溶解,吸取1.00 mL 进行比色。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 绝对偏差=测定值-平均值。