

NY

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1121.8—2006

## 土壤检测 第8部分：土壤有效硼的测定

Soil Testing

Part 8: Method for determination of soil available boron

2006-07-10 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国农业部发布

## 前　　言

NY/T 1121 《土壤检测》为系列标准,包括以下部分:

- 第1部分:土壤样品的采集、处理和贮存
- 第2部分:土壤pH的测定
- 第3部分:土壤机械组成的测定
- 第4部分:土壤容重的测定
- 第5部分:石灰性土壤阳离子交换量的测定
- 第6部分:土壤有机质的测定
- 第7部分:酸性土壤有效磷的测定
- 第8部分:土壤有效硼的测定
- 第9部分:土壤有效钼的测定
- 第10部分:土壤总汞的测定
- 第11部分:土壤总砷的测定
- 第12部分:土壤总铬的测定
- 第13部分:土壤交换性钙和镁的测定
- 第14部分:土壤有效硫的测定
- 第15部分:土壤有效硅的测定
- 第16部分:土壤水溶性盐总量的测定
- 第17部分:土壤氯离子含量的测定
- 第18部分:土壤硫酸根离子含量的测定

.....

本部分为 NY/T 1121 的第 8 部分。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分起草单位:全国农业技术推广服务中心、安徽省土壤肥料总站、广东省土壤肥料总站、农业部土壤肥料质检中心(武汉)。

本部分主要起草人:辛景树、田有国、任意、张一凡、王忠良、汤建东、曲华。

## 土壤检测 第8部分：土壤有效硼的测定

发布日期：2006-03-01 实施日期：2006-05-01

### 1 应用范围

本部分适用于各类土壤中有效硼含量的测定。

### 2 方法提要

土壤中有效硼采用沸水提取，提取液用 EDTA 消除铁、铝离子的干扰，用高锰酸钾消褪有机质的颜色后，在弱酸性条件下，以甲亚胺-H 比色法测定提取液中的硼量。

### 3 仪器和设备

#### 3.1 分光光度计

#### 3.2 石英或其他无硼锥形瓶(250 mL)

#### 3.3 石英回流冷凝装置

#### 3.4 离心机(3 000 r/min~5 000 r/min)

### 4 试剂和溶液

本试验方法所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。所述溶液如未指明溶剂，均系水溶液。

#### 4.1 硫酸镁溶液[ $\rho(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 1 \text{ g/L}$ ]

称取 1.0 g 硫酸镁 ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水中，稀释至 1 L。

#### 4.2 酸性高锰酸钾溶液(现用现配)

高锰酸钾溶液 [ $c(\text{KMnO}_4) = 0.2 \text{ mol/L}$ ] 与硫酸溶液 (1+5, 优级纯) 等体积混合。

#### 4.3 抗坏血酸(左旋, 旋光度 +21°C ~ +22°C )溶液[ $\rho(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6) = 100 \text{ g/L}$ ](现用现配)

称取 1.0 g 抗坏血酸溶于 10 mL 水中。

#### 4.4 甲亚胺溶液[ $\rho = 9 \text{ g/L}$ ]

称取 0.90 g 甲亚胺和 2.00 g 抗坏血酸溶解于微热的 60 mL 水中，稀释到 100 mL。

#### 4.5 缓冲溶液(pH5.6~5.8)

称取 250 g 乙酸铵 ( $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ) 和 10.0 g EDTA 二钠盐 ( $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，微热溶于 250 mL 水中，冷却后，用水稀释到 500 mL，再加入 80 mL 硫酸溶液 (1+4, 优级纯)，摇匀(用酸度计检查 pH)。

#### 4.6 混合显色剂

量取 3 体积甲亚胺溶液(4.4)和 2 体积缓冲溶液(4.5)混合(现用现配)。

#### 4.7 硼标准溶液[ $\rho(\text{B}) = 0.1 \text{ g/L}$ ]

称取 0.5719 g 干燥的硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 优级纯) 溶于水中，移入 1 L 容量瓶中，加水定容，即为含硼(B) 100 mg/L 的标准贮备溶液。立即移入干燥洁净的塑料瓶中保存。

将此溶液准确稀释成含硼(B) 10 mg/L 的标准溶液备用(存于塑料瓶中)。

### 4.8 标准系列溶液制备

准确吸取含硼(B)10 mg/L 的标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 7 个 50 mL 容量瓶中, 用水定容, 即为含硼(B)0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 的校准系列溶液, 贮于塑料瓶中。

## 5 分析步骤

### 5.1 试液制备

称取通过 2 mm 孔径尼龙筛的风干试样 10 g(精确至 0.01 g)于 250 mL 石英或无硼玻璃锥形瓶中, 加 20.00 mL 硫酸镁溶液(4.1), 装好回流冷凝器, 文火煮沸并微沸 5 min(从沸腾时准确计时)。取下三角瓶, 稍冷, 一次倾入滤纸上过滤(或离心), 滤液承接于塑料杯中(最初滤液浑浊时可弃去)。同时做空白试验。

### 5.2 显色和测定

吸取滤液 4.00 mL 于 10 mL 比色管中, 加入 0.5 mL 酸性高锰酸钾溶液, 摆匀, 放置 2 min~3 min, 加入 0.5 mL 抗坏血酸溶液(4.3), 摆匀, 待紫红色消褪且褐色的二氧化锰沉淀完全溶解后, 加入 5.00 mL 混合显色剂(4.6), 摆匀, 放置 1 h 后于波长 415 nm 处, 用 2 cm 光径比色皿, 以校准曲线的零浓度调节仪器零点, 读取吸光度。

### 5.3 绘制校准曲线

分别准确吸取含硼(B)0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 的标准系列溶液 4.00 mL 于 10 mL 比色管中, 与试液同条件显色、比色。读取吸光度, 绘制校准曲线或求出一元直线回归方程。

## 6 结果计算

有效硼的质量分数以(mg/kg)表示, 按式(1)计算:

$$\omega(B) = \frac{m_1 \times D}{m \times 10^3} \times 1000 \quad (1)$$

式中:

$\omega(B)$ ——土壤有效硼的质量分数, 单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_1$ ——由校准曲线查得显色液中硼的含量, 单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——试样质量, 单位为克(g);

$10^3$  和 1 000——换算系数;

$D$ ——分取倍数, 20/4。

重复试验结果用算术平均值表示, 保留两位小数。

## 7 精密度

表 1 重复试验结果允许绝对相差

有效硼含量, mg/kg	允许绝对相差, mg/kg
<0.2	≤0.03
0.2~0.5	≤0.05
>0.5	≤0.06

## 8 注释

1) 甲亚胺系在水溶液中显色, 灵敏度虽较姜黄素法为低, 但操作较简便快速, 可利用自动分析仪

代替手工操作,也适合较高浓度范围的测定。

- 2) 本法中用的硫酸必须是优级纯或高纯试剂。
  - 3) 测定中,甲亚胺的用量、显色酸度、显色温度等对测定有一定影响,必须严格按方法的规定进行。
  - 4) 甲亚胺的制备:
    - a) 称取 H 酸钠盐 20 g 于 100 mL 烧杯中,加水 50 mL,加(1+4)盐酸 1 mL,搅拌均匀,微热至 50℃。
    - b) 另取水扬醛 6 mL~6.5 mL 于小烧杯中,加乙醇 6 mL。
    - c) 在不断搅拌下,将 b 液加入到 a 液中,继续搅拌 10 min~20 min,放置过夜。将沉淀物移入布氏漏斗,抽气过滤,用乙醇洗涤沉淀物 4 次~5 次,每次 5 mL~10 mL,直至洗出液为浅黄色。将沉淀物连同漏斗移入恒温干燥箱中于 100℃~105℃ 烘 2 h~3 h。在干燥器中冷却后移入干净的容器中密封保存。