

9.39
61811-1

GB

中国

国家

标准

汇编

中国国家标准汇编

93

GB 7877~7944

供官内查阅

1313A78/52



中国标准出版社

1 9 9 2

(京)新登字 023 号

中国国家标准汇编

93

GB 7877~7944

中国标准出版社总编室 编

*

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 48 插页 2 字数 1 520 000

1992 年 7 月第一版 1992 年 7 月第一次印刷

印数 1—9 500〔精〕 定价 31.50 元〔精〕
2 900〔平〕 26.00 元〔平〕

*

ISBN 7-5066-0458-2/TB·187〔精〕

ISBN 7-5066-0459-0/TB·188〔平〕

*

标目 185—11〔精〕
185—12〔平〕

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 93 分册,收入了国家标准 GB 7877~7944 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1991 年 10 月

目 录

GB 7877—87	森林土壤有效硼的测定	(1)
GB 7878—87	森林土壤有效钼的测定	(3)
GB 7879—87	森林土壤有效铜的测定	(7)
GB 7880—87	森林土壤有效锌的测定	(10)
GB 7881—87	森林土壤有效铁的测定	(13)
GB 7882—87	森林土壤交换性锰的测定	(15)
GB 7883—87	森林土壤易还原锰的测定	(17)
GB 7884—87	森林植物与森林枯枝落叶层样品的制备	(19)
GB 7885—87	森林植物与森林枯枝落叶层粗灰分的测定	(20)
GB 7886—87	森林植物与森林枯枝落叶层全氮的测定(凯氏法)	(22)
GB 7887—87	森林植物与森林枯枝落叶层全硅、全铁、全铝、全钙、全镁、全钾、全钠、全磷、 全硫、全锰、全铜、全锌的测定(硝酸-高氯酸消煮法)	(27)
GB 7888—87	森林植物与森林枯枝落叶层全氮、全磷、全钾、全钠、全钙、全镁的测定(硫 酸-高氯酸消煮法)	(44)
GB 7889—87	森林植物与森林枯枝落叶层全氯的测定	(46)
GB 7890—87	森林植物与森林枯枝落叶层全硼的测定	(48)
GB 7891—87	森林植物与森林枯枝落叶层全钼的测定	(50)
GB 7892—87	森林土壤水化学分析	(52)
GB 7893—87	电工圆铝线及圆铝合金线 铝镁硅系合金圆线	(75)
GB 7894—87	水轮发电机基本技术条件	(78)
GB 7895—87	人造光学石英晶体	(86)
GB 7896—87	人造光学石英晶体试验方法	(90)
GB 7897.1—87	钢丝网水泥用砂浆力学性能试验方法 总则	(95)
GB 7897.2—87	钢丝网水泥用砂浆力学性能试验方法 抗折强度试验	(97)
GB 7897.3—87	钢丝网水泥用砂浆力学性能试验方法 抗压强度试验	(100)
GB 7897.4—87	钢丝网水泥用砂浆力学性能试验方法 劈裂抗拉强度试验	(103)
GB 7898—87	杠杆式吨位天平	(106)
GB 7899—87	焊接、切割及类似工艺用气瓶减压器	(112)
GB 7902—87	乒乓球台	(121)
GB 7903—87	乒乓球网	(127)
GB 7904—87	乒乓球网架	(130)
GB 7905—87	油桐丰产林	(135)
GB 7906—87	油茶丰产林	(148)
GB 7907—87	核桃丰产与坚果品质	(154)
GB 7908—87	林木种子	(166)
GB 7909—87	造纸木片	(174)

GB 7910.1—87 木质活动地板 定义和术语 (178)

GB 7910.2—87 木质活动地板 技术要求和检验规则 (180)

GB 7910.3—87 木质活动地板 集中载荷的测定 (183)

GB 7910.4—87 木质活动地板 系统电阻的测定 (185)

GB 7911.1—87 热固性树脂装饰层压板 技术条件 (187)

GB 7911.2—87 热固性树脂装饰层压板 试件尺寸的规定 (194)

GB 7911.3—87 热固性树脂装饰层压板 耐沸水煮性能的测定 (202)

GB 7911.4—87 热固性树脂装饰层压板 耐干热性能的测定 (205)

GB 7911.5—87 热固性树脂装饰层压板 耐冲击性能的测定 (207)

GB 7911.6—87 热固性树脂装饰层压板 滞燃性性能的测定 (209)

GB 7911.7—87 热固性树脂装饰层压板 表面耐磨性能的测定 (211)

GB 7911.8—87 热固性树脂装饰层压板 表面耐污染性能的测定 (214)

GB 7911.9—87 热固性树脂装饰层压板 抗拉强度的测定 (216)

GB 7911.10—87 热固性树脂装饰层压板 耐香烟灼烧性能的测定 (218)

GB 7911.11—87 热固性树脂装饰层压板 耐开裂性能的测定 (220)

GB 7911.12—87 热固性树脂装饰层压板 尺寸稳定性性能的测定 (223)

GB 7911.13—87 热固性树脂装饰层压板 耐老化性能的测定 (226)

GB 7912—87 食品添加剂 栀子黄(粉末、浸膏) (228)

GB 7913—87 卫生洁具铜排水配件通用技术条件 (231)

GB 7914—87 卫生洁具铜排水配件结构型式和连接尺寸 (237)

GB 7915—87 陶瓷工业隧道窑热平衡热效率 测定与计算方法 (243)

GB 7916—87 化妆品卫生标准 (297)

GB 7917.1—87 化妆品卫生化学标准检验方法 汞 (329)

GB 7917.2—87 化妆品卫生化学标准检验方法 砷 (332)

GB 7917.3—87 化妆品卫生化学标准检验方法 铅 (337)

GB 7917.4—87 化妆品卫生化学标准检验方法 甲醇 (342)

GB 7918.1—87 化妆品微生物标准检验方法 总则 (345)

GB 7918.2—87 化妆品微生物标准检验方法 细菌总数测定 (347)

GB 7918.3—87 化妆品微生物标准检验方法 粪大肠菌群 (350)

GB 7918.4—87 化妆品微生物标准检验方法 绿脓杆菌 (353)

GB 7918.5—87 化妆品微生物标准检验方法 金黄色葡萄球菌 (356)

GB 7919—87 化妆品安全性评价程序和方法 (359)

GB 7920.1—87 建筑机械通用术语 (386)

GB 7920.2—87 建筑卷扬机术语 (397)

GB 7920.3—87 升降机术语 (401)

GB 7920.4—87 混凝土机械术语 (404)

GB 7920.5—87 压路机和夯实机术语 (414)

GB 7920.6—87 桩工机械术语 (417)

GB 7920.7—87 翻斗车术语 (426)

GB 7920.8—87 铲运机术语 (428)

GB 7920.9—87 平地机术语 (432)

GB 7920.10—87 稳定土搅拌机机械术语 (436)

GB 7920.11—87 沥青混凝土搅拌设备术语 (438)

GB 7920.12—87	沥青混凝土摊铺机术语	(441)
GB 7920.13—87	混凝土路面铺筑机械与设备术语	(444)
GB 7920.14—87	沥青喷洒机术语	(448)
GB 7920.15—87	沥青贮存、熔化和加热装置术语	(451)
GB 7920.16—87	石料摊铺机械术语	(453)
GB 7920.17—87	钢筋加工机械术语	(455)
GB 7920.18—87	装修机械术语	(461)
GB 7921—87	均匀色空间和色差公式	(476)
GB 7922—87	照明光源颜色的测量方法	(488)
GB 7923—87	立轴矩台平面磨床 参数	(497)
GB 7924—87	光学曲线磨床 参数	(499)
GB 7925—87	电火花线切割机 参数	(501)
GB 7926—87	电火花线切割机 精度	(503)
GB 7927—87	手扶拖拉机 振动测量方法	(510)
GB 7928—87	地下铁道车辆通用技术条件	(517)
GB 7929—87	1:500,1:1000,1:2000 地形图图式	(522)
GB 7930—87	1:500,1:1000,1:2000 地形图航空摄影测量内业规范	(605)
GB 7931—87	1:500,1:1000,1:2000 地形图航空摄影测量外业规范	(626)
GB 7932—87	气动系统 通用技术条件	(651)
GB 7933—87	单活塞杆液压缸两腔面积比	(661)
GB 7934—87	二通插装式液压阀 技术条件	(663)
GB 7935—87	液压元件 通用技术条件	(666)
GB 7936—87	液压泵、马达空载排量 测定方法	(669)
GB 7937—87	液压气动用管接头及其附件公称压力系列	(675)
GB 7938—87	液压缸及气缸公称压力系列	(676)
GB 7939—87	液压软管总成 试验方法	(677)
GB 7940—87	五气口气动方向控制阀 安装面	(681)
GB 7942—87	反射放映银幕分类	(684)
GB 7943—87	摄影器材中的滤光镜尺寸	(691)
GB 7944—87	电影机械术语	(693)

森林土壤有效硼的测定

GB 7877—87

Determination of available boron in forest soil

本标准适用于森林土壤微量元素分析中有效硼（0~10mg/10ml）的测定。

本标准采用沸水浸提—甲亚胺比色法。

1 方法要点

上样经沸水浸提5min，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0~10mg/10ml内符合朗伯—比尔定律，灵敏度为0.0013mg/cm²），一般在显色1h后比色，显色稳定时间长达3h。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。

2 试剂

2.1 0.9%甲亚胺溶液：称取0.9g甲亚胺和2g抗坏血酸，加100ml纯水，微热溶解（分析时当天配用）。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。

2.2 1%H酸溶液：在室温下溶解1g1-氨基-8-萘酚-3,6-二磺酸氢钠于100ml无离子水中；然后加入2g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。

2.3 0.04%水杨醛溶液：每100ml80%乙醇中加入水杨醛0.04ml。

2.4 0.5mol/L氯化钙溶液：5.55g氯化钙（分析纯），加水100ml溶解。

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

2.6 硼标准溶液：将0.5716g干燥的硼酸（优级纯）溶于水中，定容至1L，此液为100ppm硼标准贮存液。将此硼标准贮存液稀释10倍，即为10ppm硼标准溶液。吸取10ppm硼标准液0、1、2、3、4、5ml，定容成50ml，配成浓度为0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ppm的一组硼标准系列溶液，贮存在塑料瓶中备用。

3 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10ml刻度的试管；锥形瓶及小冷凝管。

4 测定步骤

4.1 待测溶液的制备：取20.00g风干并通过2.0mm尼龙筛的土样于250ml锥形瓶中，按土水比1:2，加40ml纯水，连接冷凝管，文火煮沸5min（从沸腾时计算，用秒表计时），准确5min取下，立即冷却。煮沸过的土壤溶液中，加入4滴0.5mol/L CaCl₂溶液，移入离心管中，离心5~10min（4000r/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）。

4.2 测定：取1ml1%H酸溶液于10ml干净试管中，加2ml水杨醛溶液，摇匀。再加入3ml缓冲液，立即加4ml待测液，摇匀后放置1h，选分光光度计420~430nm波长，用试剂空白溶液调吸收值到零，测显色液的吸收值。

4.3 工作曲线的绘制：取标准系列溶液0.2、0.4、0.6、0.8、1.0ppm硼(B)于不同试管中，按4.2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。

5 结果计算

$$\text{有效硼 (B, ppm)} = c \times r \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——由工作曲线查得硼的ppm数；

r——液土比， $r = \text{浸提时浸提剂毫升数} / \text{土壤克数} = 40 / 20 = 2$ 。

6 允许偏差

按下表规定。

森林土壤微量元素结果允许偏差

测定值 ppm	绝对偏差 ppm	相对偏差 %
300~100	<15	5~9
100~50	<8	9~11
50~10	<5	11~13
<10	<1.5	13~20

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。用扣除空白的方法来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20ppm，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盐酸溶解残渣，吸取1.00ml溶液进行比色测定硼。

⑤ 若土壤中的水溶性硼含量过低，比色发生困难，可以准确吸取较多的溶液，移入蒸发皿中，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5.00ml)的0.1 mol/L盐酸溶解，吸取1.00ml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；

$$\text{相对偏差 (\%)} = \frac{\text{测定值} - \text{平均值}}{\text{平均值}} \times 100。$$

附加说明：

本标准由中华人民共和国林业部提出，由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准由中国科学院林业土壤研究所、中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室负责起草。

森林土壤有效钼的测定

Determination of available molybdenum in forest soil

本标准适用于森林土壤微量元素分析中有效钼的测定。

1 草酸-草酸铵浸提-硫氰酸钾比色法

1.1 方法要点

土壤中的钼可区分为四部分：水溶性钼、交换性钼、难溶性钼及有机结合态钼，能被植物吸收的钼，可用草酸-草酸铵溶液（Tamm溶液）浸提，该浸提剂的缓冲容量较大，基本上适用于各种反应的土壤。

土壤浸出液中钼的测定可用比色法、极谱法、原子吸收分光光度法。比色法多用硫氰酸钾法，其灵敏度较高，但对显色条件有严格的要求；目前以硫氰酸钾法应用较为广泛。

在酸性溶液中，硫氰酸钾（KCNS）与五价钼在有还原剂存在的条件下形成橙红色络合物 $\text{Mo}(\text{CNS})_5$ ，或 $[\text{MoO}(\text{CNS})_5]^{2-}$ ，用有机溶剂（异戊醇等）萃取后比色测定。其最大吸收峰在波长470 nm处；溶液的酸度和硫氰酸钾的浓度都影响颜色的强度和稳定性。盐酸浓度应小于或等于4 mol/L，硫氰酸钾浓度至少应保持0.6%。

1.2 试剂

1.2.1 草酸-草酸铵浸提剂：24.9g草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ，分析纯与12.6g草酸 $(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ，分析纯）溶于水，定容成1 L。酸度应为pH 3.3，必要时在定容前用pH计校准。

1.2.2 6.5 mol/L 盐酸溶液：用重蒸馏过的盐酸配制。

1.2.3 异戊醇-四氯化碳混合液：异戊醇 $[(\text{CH}_3)_2\text{CH} \cdot \text{CH}_2\text{CH}_2 \cdot \text{OH}]$ ，分析纯，加等体积四氯化碳（分析纯）作为增重剂，使密度大于1 g/ml。为了保证测定结果的准确性，应先将异戊醇加以处理：将异戊醇盛在大分液漏斗中，加少许硫氰酸钾和二氯化锡溶液，振荡几分钟，静置分层后弃去水相。

1.2.4 柠檬酸试剂（分析纯）。

1.2.5 20%硫氰酸钾溶液：20g硫氰酸钾（KCNS，分析纯）溶于水，稀释至100 ml。

1.2.6 10%二氯化锡溶液：10g未变质的二氯化锡 $(\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ，分析纯）溶解在50 ml浓盐酸中，加水稀释至100 ml。由于二氯化锡不稳定，应当天配制。

1.2.7 0.05%三氯化铁溶液：0.5g三氯化铁 $(\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ ，分析纯）溶于1 L 6.5 mol/L 盐酸中。

1.2.8 1 ppm钼标准溶液：0.2522g钼酸钠 $(\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ ，分析纯）溶于水，加入1 ml浓盐酸（优级纯），用水稀释成1 L，成为100 ppm钼的贮备标准溶液。吸取5 ml 贮备标准溶液，准确稀释至500 ml，即为1 ppm钼的标准溶液。

1.3 主要仪器

往复振荡器；高温电炉；125 ml分液漏斗；分光光度计；石英或硬质玻璃器皿。

1.4 测定步骤

1.4.1 待测液的制备：称取25.00g风干土（通过2 mm尼龙筛），盛在塑料瓶中，加250 ml草酸-草酸铵浸提剂。瓶塞盖紧，在振荡机上振荡3 h或过夜。过滤（用经6 mol/L盐酸处理过的滤纸），过滤时弃去最初的10~15 ml混浊滤液。

1.4.2 测定:取200ml 滤液(含钼不超过6 μ g)在烧杯中,于电炉上蒸发至小体积,移入石英蒸发皿或50ml 硬质玻璃烧杯中,继续蒸发至干。加强热破坏部分草酸盐后,移入高温电炉中于450 $^{\circ}$ C灼烧,破坏草酸盐和有机物。冷却后加10ml 6.5 mol/L 盐酸溶解残渣。移入125ml 分液漏斗中,加水至体积约为45ml。

加1g 柠檬酸和2~3ml 异戊醇-四氯化碳混合液。摇动2min。静置分层后弃去异戊醇-四氯化碳层。加入3ml 硫氰酸钾溶液,混合均匀,于是溶液呈现 $\text{Fe}(\text{CNS})_3$ 的血红色。加2ml 二氯化锡溶液,混合均匀,这时红色逐渐消失。准确加入10.0ml 异戊醇-四氯化碳混合液,振荡2~3min,静置分层后,用干滤纸将异戊醇-四氯化碳层过滤到比色槽中,在波长470nm处比色测定。

1.4.3 工作曲线的绘制:吸取1ppm 钼标准溶液0、0.1、0.3、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0ml 分别放入125ml 分液漏斗中,各加10ml 0.05%三氯化铁溶液,按上述步骤显色和萃取比色(系列比色液的浓度为0~0.6ppm 钼),绘制工作曲线。

1.5 结果计算

$$\text{有效钼 (Mo, ppm)} = \frac{c \times V \times ts}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——由工作曲线查得比色液钼的ppm数;

V ——显色液体积, 10ml;

ts ——分取倍数, $ts = \text{浸提时所用浸提剂体积 (ml)} / \text{测定时吸取浸出液体积 (ml)} = 250 / 200$;

m ——土壤样品质量, 25g。

1.6 允许偏差

按GB 7877—87《森林土壤有效硼的测定》第6章表的规定。

注: ① 由于有机溶液中络合物的颜色比在水溶液中稳定, 并且试样含钼量一般都很低, 常用有机溶剂如异戊醇、异戊醇乙酯、甲基异丁酮、乙酸乙酯或乙醚萃取浓缩。为了萃取操作方便, 常以四氯化碳作为增重剂, 将四氯化碳与其他有机溶剂混合, 使混合液的密度大于1g/ml。测定的结果与使用单一的有机溶剂时相同。在异戊醇或异戊醇-四氯化碳中钼含量在0.16~6ppm时符合比尔定律。

② 显色时溶液的酸度应严格控制, 只有在文中所述的酸度下, 过量的二氯化锡才会使 Mo^{6+} 还原成 Mo^{3+} 。在更高的酸度时则 Mo^{3+} 会进一步被还原, Mo^{3+} 的络合物是无色的。酸度的变化对颜色的稳定性影响很大, 应尽量保持一致。

③ 显色时试剂加入的顺序不宜改变, 硫氰酸钾必须先加入, 其浓度至少应当保持在0.6%; 而后加入二氯化锡。如果先加入二氯化锡, 则形成了钼的含氯络合物, 可能是 $\text{K}_2(\text{MoOCl}_4)$ 、 $\text{K}_2(\text{MoO}_2\text{Cl}_4)$ 或 $\text{K}_2(\text{MoCl}_6)$, 即使再加入硫氰酸钾也难于使其转化成硫氰酸钼。

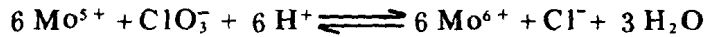
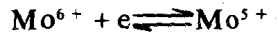
④ Fe^{3+} 被还原成 Fe^{2+} , 不但不干扰钼的测定, 反而会使硫氰酸钼的颜色加深, 并可以增加五价钼的稳定性。因此, 在测定不含铁或含铁很少的试样时, 应加入三氯化铁溶液, 溶液的含铁量或三氯化铁的加入量, 应当等于或大于溶液的含钼量。钨的干扰则可加入柠檬酸消除。

2 极谱法

2.1 方法要点

利用钼-苯乙酸-氯酸盐-硫酸体系的极谱催化波来测定微量钼的效果很好, 测定结果远较硫氰酸钾(KCNS)比色法灵敏(最低可检出0.06ppb钼)、稳定而且易于掌握。

Mo^{6+} 在滴汞电极上被还原成 Mo^{3+} , Mo^{3+} 立即又被 ClO_3^- 氧化成 Mo^{6+} 。由于苯环的存在, 大大地提高了被 ClO_3^- 氧化成 Mo^{6+} 的反应速度, 从而使扩散电流大大增强。 Mo^{3+} 起着催化活性物质的作用, 其主要反应如下:



同时，钼与苯乙酸等形成的络合物在电极上有一定的吸附浓集现象，与电极发生强烈的吸附作用，产生吸附电流，更进一步地提高了灵敏度。这样，电极反应与化学反应反复进行，从而获得了很大的催化电流。催化波的波形呈峰形，其峰值电位为 -0.22V 。

铁锰含量高时，干扰钼的测定，可以用阳离子交换树脂除去铁和锰后用本法测定。铁锰含量不高时，则可取 $5 \sim 10 \text{ml}$ 土壤浸出液，破坏草酸盐和有机质后，不经分离，直接用本法测定。

2.2 试剂

2.2.1 草酸—草酸铵浸提剂：同1.2.1。

2.2.2 6mol/L 盐酸溶液：即 $1:1$ 盐酸溶液。

2.2.3 0.3mol/L 盐酸溶液： 24.6ml 浓盐酸，加水至 1L ，摇匀。

2.2.4 钼标准溶液：同1.2.8。

2.2.5 1mol/L 硫酸溶液： 56.0ml 浓硫酸（优级纯）逐滴加到水中，稀释至 1L 。

2.2.6 0.4mol/L 苯乙酸（苦杏仁酸，分析纯）。

2.2.7 $50\% (m/V)$ 氯酸钠溶液（分析纯）。

2.2.8 732* 强酸性阳离子交换树脂。新树脂需经过活化后使用；使用过的树脂经过再生处理后可继续使用。再生时先用 2mol/L 氢氧化钠溶液处理，用水洗去碱后，再用 2mol/L 盐酸处理，用水洗尽酸，沥干后备用。

2.3 主要仪器

极谱仪；余同1.3。

2.4 测定步骤

2.4.1 土壤有效钼的浸提同1.4.1。吸取 $5.0 \sim 10.0 \text{ml}$ 浸出液（含钼 $0.02 \sim 0.24 \mu\text{g}$ ），移入 50ml 硬质玻璃烧杯中，在电炉上于低温下蒸干，移入高温电炉中，在 450°C 下灰化 4h ，取出冷却。

石灰性土壤或是有机质少的砂质土等的浸出液蒸干后，灼烧成的残渣成灰白色或灰黄色时，可不分离铁、锰，直接加 2.5ml 1mol/L 硫酸、 2.5ml 0.4mol/L 苯乙酸溶液和 5.0ml 50% 氯酸钠（ NaClO_3 ）溶液溶解残渣。半小时后，移入电解杯中，在极谱仪上从 -0.1V 开始记录钼的极谱波，测量峰后波的波高。从工作曲线上查得钼的浓度，换算成土壤中的有效钼含量，以 ppm 表示。

2.4.2 酸性土壤或浸出液中铁、锰含量高的土壤，需要分离铁锰后测定。

阳离子交换树脂法，经灰化后的残渣加 1ml $1:1$ 盐酸溶解，在电炉上于低温下蒸发至干。加 10ml 0.3mol/L 盐酸和 1g 732* 强酸性阳离子交换树脂，摇动数次，放置过夜，次日将清液倾至另一只烧杯中。加 $3 \sim 5 \text{ml}$ 0.3mol/L 盐酸清洗树脂，洗出液并入烧杯中。如此洗涤 $7 \sim 8$ 次，将洗出液在电炉上于低温下蒸干，按2.4.1的步骤测定。

2.4.3 工作曲线的绘制：将 1ppm 钼标准溶液用水稀释成 0.02ppm 钼标准溶液，分别吸取含 0.02 、 0.04 、 0.08 、 0.16 、 $0.24 \mu\text{g}$ 钼的标准溶液于 50ml 烧杯中，加 1ml $1:1$ 盐酸，在电炉上于低温下蒸干，加 10ml 0.3mol/L 盐酸和 1g 732* 阳离子交换树脂（如按2.4.1直接测定钼时，则此处也不加树脂），按2.4.2的同样步骤操作。以波高为纵坐标，钼含量（ μg ）为横坐标，绘制工作曲线。

2.5 结果计算

$$\text{有效钼 (Mo, ppm)} = \frac{c \times ts}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——由工作曲线查得钼的 ppm 数；

ts ——分取倍数， $ts = \text{浸提时所用浸提剂体积 (ml)} / \text{测定时吸取浸出液体积 (ml)}$ ；

m ——土壤样品质量, g。

2.6 允许偏差

按GB 7877—87第6章表的规定。

注: ① 极谱催化波受温度的影响比较大, 温度系数为4.4%, 因此极谱测定应在同一温度下进行。

② 用阳离子交换树脂分离铁锰时, 盐酸的浓度应保持为0.3 mol/L, 树脂的用量也要控制在1g(干树脂)左右。标准溶液必须同样用树脂处理。

③ 草酸-草酸铵溶液所浸提的钼在0.15~0.20ppm以下时, 在酸性土壤上的豆科植物对钼肥可能有一定的反应。对于其他植物来说, 上述临界有待进一步的验证。除植物种类以外, 在评价分析结果时, 有必要同时考虑土壤酸度, 不同的土壤酸度下, 钼的可给性不同。植物所吸收的钼随土壤pH的增高而迅速增多。有的研究者认为, 在酸性土壤上, 可用下述“钼值”作评价土壤中钼的供给情况的指标:

$$\text{土壤的钼值} = \text{pH值} + \text{有效钼含量} (\text{ppm} \times 10)$$

土壤的钼值小于6.2时, 表示钼的供给不足; 6.2~8.2之间, 表示钼的供给中等; 大于8.2时, 表示钼的供给充足。

附加说明:

本标准由中华人民共和国林业部提出, 由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准由中国科学院林业土壤研究所、中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室负责起草。

森林土壤有效铜的测定

Determination of available copper in forest soil

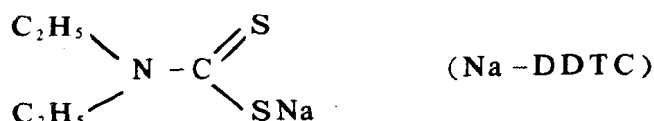
本标准适用于森林土壤微量元素分析中有效铜的测定。

1 DDTC比色法

1.1 方法要点

土壤中有效铜常用一定浓度的强酸或螯合剂浸提。酸性土壤或中性土壤常用0.1 mol/L 盐酸浸提，而石灰性土壤则常用EDTA或DTPA溶液浸提。浸出液中的铜，可以用比色法、极谱法和原子吸收分光光度法进行测定。

铜的显色剂应用较广的有双硫腙和DDTC（二乙基二硫代氨基甲酸钠，又称铜试剂）。DDTC钠盐可用作 Cu^{2+} 的显色试剂：



DDTC与 Cu^{2+} 在pH 4~11间形成棕黄色络合物，用有机溶剂萃取后比色测定。在三氯甲烷或四氯化碳溶液中，此络合物的最大吸收峰在波长435~440nm处；浓度在0.1~5 ppm铜范围内符合比尔定律；摩尔吸收系数 $\epsilon_{435-440} = 1.30 \times 10^4 \sim 1.60 \times 10^4$ 。使用DDTC的钠盐时，选择性较差，铁、锰、钴、镍等元素干扰铜的测定。铁(Fe^{3+})与DDTC生成棕黑色化合物或沉淀，一般可加入柠檬酸掩蔽铁。但多于5 mg的铁应分离除去。在柠檬酸盐存在下，加入掩蔽剂EDTA能消除铁、锰、钴、镍的干扰，但应注意控制溶液的酸度，使之保持在pH 8.0~8.8。pH > 9时，EDTA将使铜的萃取不完全。Cu-DDTC络合物对光敏感，但在强光下至少在30min内稳定，在漫射光下则可在数小时内稳定。

1.2 试剂

1.2.1 0.1 mol/L 盐酸：8.2 ml 浓盐酸稀释至1 L。

1.2.2 DTPA浸提剂（pH 7.30）：其成分为0.005 mol/L DTPA - 0.01 mol/L CaCl_2 - 0.1 mol/L TEA。1.967 g DTPA（二乙基胺五乙酸， $[(\text{HOCOCH}_2)_2\text{NCH}_2 \cdot \text{CH}_2]_2\text{NCH}_2\text{COOH}$ ，分析纯）溶于14.92 g（或13.3 ml）TEA〔三乙醇胺， $(\text{HOCH}_2\text{CH}_2)_3 \cdot \text{N}$ ，分析纯〕和少量水中；再将1.47 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ （分析纯）溶于水中，一并转入1 L容量瓶中，加水至约950 ml，在pH计上用6 mol/L 盐酸调节pH至7.30（每升浸提剂约需加6 mol/L 盐酸8.5 ml），最后用水定容，贮于塑料瓶中，几个月内不会变质。

1.2.3 20%柠檬酸铵溶液：用分析纯试剂配制，并需用双硫腙-四氯化碳萃取，除去金属杂质，萃取时溶液用柠檬酸调节至pH 2.5。

1.2.4 5% EDTA二钠盐溶液：用分析纯配制。

1.2.5 0.1%酚酞指示剂溶液。

1.2.6 DDTC-氯化钠混合粉剂：1份DDTC与9份氯化钠（分析纯）在玛瑙研钵中磨细混匀，贮于玻璃塞瓶中。

1.2.7 四氯化碳（ CCl_4 ，分析纯）。

1.2.8 10 ppm铜标准溶液：0.3928 g 硫酸铜（未风化的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，分析纯）溶于0.5 mol/L

硫酸中，用0.5mol/L硫酸定容成1L，成为浓度为100ppm铜的贮备标准溶液。将此溶液用水再稀释成10ppm铜标准溶液。

1.3 主要仪器

往复振荡机；125ml分液漏斗；分光光度计；硬质玻璃烧杯和锥形瓶；塑料瓶（150~180ml，有塞）。

1.4 测定步骤

1.4.1 待测液的制备：酸性土用0.1mol/L盐酸浸提。称取10.0g通过2mm尼龙筛的风干土放入150~180ml塑料瓶中，加50.0ml 0.1mol/L盐酸，用振荡机振荡1.5h，过滤得清液。

石灰性土用DTPA浸提剂：称取25.0g通过2mm尼龙筛的风干土放入150~180ml塑料瓶中，加50.0ml DTPA浸提剂，在25℃时用振荡机振荡2h，过滤得清液。

1.4.2 测定：吸取25.0ml清液（含铜50μg以下）于50ml硬质烧杯中，在电炉上小心蒸干。移入高温电炉中，在450℃灰化，冷却后用6mol/L盐酸溶解残渣，将全部灰分溶液转移到125ml分液漏斗中。加10ml 20%柠檬酸铵溶液、10ml 5%EDTA溶液和3滴酚酞指示剂，加氨水使溶液颜色刚刚开始变红。加0.3gDDTC-氯化钠混合粉剂，稍加摇动使完全溶解。约10min后反应完全。准确地加入10.00ml四氯化碳，振荡5min，放置分层后，放出四氯化碳层，用干滤纸直接滤入比色杯中，于435nm波长处比色测定。

1.4.3 工作曲线的绘制：吸取10ppm铜标准溶液0、1、2、3、4、5ml分别放入分液漏斗中，按上述步骤进行比色测定，绘制工作曲线。

1.5 结果计算

$$\text{有效铜 (Cu, ppm)} = \frac{c \times V \times ts}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——由工作曲线查得铜的ppm数；

V——显色液体积，10ml；

ts——分取倍数，ts = 浸提时所用浸提剂体积（ml）/测定时吸取浸出液体积（ml）= 50/25；

m——土壤样品质量，g。

1.6 允许偏差

按GB 7877—87《森林土壤有效硼的测定》第6章表的规定。

注：① 由于土壤含铜量低，而铜又是常用的金属，试样的采集和处理过程中应注意避免污染。采样工具、包装、贮存、风干、粉碎和过筛都应尽量避免使用金属制品，尤其是铜制品。试剂也应注意检验和纯化。

② 用DTPA溶液浸提石灰性土壤有效铜时，浸提条件必须标准化：即土壤盛在150~180ml塑料瓶中，使用往复振荡机，每分钟往复振荡180次，浸提时室温应保持在25℃左右，浸提剂的pH值应为7.30，浸提时间为2h，都要严格遵守。

③ 萃取工作应在漫射光下进行，避免强光直接照射。

2 原子吸收分光光度法

2.1 方法要点

在乙炔-空气火焰中，用原子吸收分光光度法测定铜并无干扰，不受火焰和灯电流强弱的影响，常被用作校验仪器工作情况和分析步骤的标准。铜的共振线很多，都可以用作分析线。可以按照铜的浓度范围选择适当的铜线。溶液中铜的浓度较高时，可选择灵敏度较低的共振线而不必稀释待测液。常用的铜线和灵敏度如下表：

铜线, nm	灵敏度 (1%吸收), 含铜 $\mu\text{g/ml}$
324.7	0.1
327.4	0.3
222.6	2
249.2	10
444.2	55

2.2 试剂

同1.2。

2.3 主要仪器

往复振荡机; 原子吸收分光光度计。

2.4 测定步骤

2.4.1 土壤有效铜的浸提方法同1.4.1, 浸出液可直接用原子吸收分光光度计在324.7nm波长处测定铜。

2.4.2 工作曲线的绘制: 用0.1 mol/L 盐酸或DTPA溶液配制浓度为0.1~4 ppm铜标准系列溶液, 在原子吸收分光光度计上于同样条件下测定吸收值后绘制工作曲线。

2.5 结果计算

$$\text{有效铜 (Cu, ppm)} = c \times r \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——由工作曲线查得铜的ppm数;

r ——液土比, $r = \text{浸提时浸提剂毫升数} / \text{土壤克数}$ 。

2.6 允许偏差

按GB 7877—87第6章表的规定。

附加说明:

本标准由中华人民共和国林业部提出, 由中国林业科学研究院林业研究所归口。

本标准由中国科学院林业土壤研究所、中国林业科学研究院林业研究所森林土壤研究室负责起草。

森林土壤有效锌的测定

Determination of available zinc in forest soil

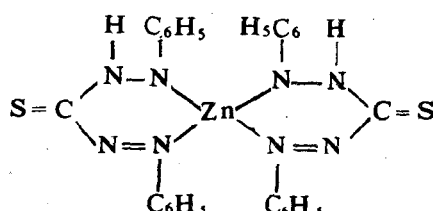
本标准适用于森林土壤微量元素分析中有效锌的测定。

1 双硫脲比色法

1.1 方法要点

本方法酸性土壤用0.1mol/L盐酸浸提；石灰性和中性土壤用DTPA浸提。

锌与双硫脲（简作D₂）反应生成红色螯合物——双硫脲的酮型盐，即第一双硫脲盐Zn(HD₂)₂，结构如下：



Zn(HD₂)₂不溶于中性水溶液和无机酸的水溶液，能溶于四氯化碳或三氯甲烷中，使溶液呈现紫红色，可利用作锌的比色测定。其最大吸收值的波长在538nm处；对含柠檬酸的溶液来说，用双硫脲—三氯甲烷溶液萃取锌的最适pH为8.2~8.5，在其他pH时的萃取百分率降低。因此，必须严格控制酸碱度。同时萃取出的元素如铜、钴、镍、铅等能干扰锌的比色测定。由于Zn(HD₂)₂在稀酸中（例如0.01mol/L盐酸）能被破坏，Zn²⁺即进入水相（称为用酸反萃取），而铜及一些干扰元素的双硫脲盐则对酸稳定，仍然存在于有机相中，故可使干扰元素与Zn分离。然后再用DDTC掩蔽水相中的其他干扰元素，继续萃取后比色测定。由于D₂能与多种金属离子反应，专一性不强，也可以用调节溶液酸度的办法使Zn与其他金属分离，例如先在pH 2.5时萃取分离铜，再在pH 8.3时萃取Zn进行测定。

1.2 试剂

1.2.1 0.1mol/L盐酸溶液：8.2ml盐酸（分析纯）用去离子水稀释至1L。

1.2.2 DTPA浸提剂：同GB 7879—87《森林土壤有效铜的测定》1.2.2。

1.2.3 40%柠檬酸铵溶液：400g柠檬酸铵（分析纯）溶于约900ml纯水中，用1:1氨水调节到pH 8.3，加水至1L。用双硫脲—四氯化碳溶液萃取数次，以除去锌及其他杂质，最后用四氯化碳洗涤溶液，弃去四氯化碳。将溶液过滤于塑料瓶中贮存。滤纸应事先用水润湿。

1.2.4 DDTC—氯化钠混合粉剂：同GB 7879—87中1.2.6。

1.2.5 0.1%酚酞指示剂。

1.2.6 四氯化碳（CCl₄，分析纯）。

1.2.7 双硫脲—四氯化碳溶液：双硫脲（二苯基硫卡巴脲，简作D₂）常含有金属杂质，应在配制溶液时进行纯化，将金属杂质除去。将0.1g双硫脲溶于1L四氯化碳中，按下法提纯：取此双硫脲—四氯化碳溶液200ml盛于500ml分液漏斗中，加等量水，加氨水至碱性，充分振荡，此时D₂转入水相，静置分层后，弃去四氯化碳相；再每次加入10ml四氯化碳，洗涤水相数次，至四氯化碳相几近无色。加入200ml四氯化碳，并加盐酸使溶液呈酸性，充分振荡，此时D₂重新转入四氯化碳相；静置分层后，将四氯化碳相放入一洁净的500ml分液漏斗中，加入100ml水洗涤四氯化碳相，必要时