

Deutsche  
Demokratische  
Republik

CHEMISCHE BODENUNTERSUCHUNG  
Bestimmung des Borgehaltes

**TGL**

25418/12

Gruppe 940400

Химические исследования почв

Определение содержания бора

Chemical Soil Testing

Determination of Boron Content

Deskriptoren: Bodenuntersuchung; Chemische Methode; Borgehalt

Verbindlich ab 1.8.1979

Dieser Standard gilt für die Bestimmung des im Heißwasser extrahierbaren Bors.

1. **PROBENAHME**

nach TGL 25418/01

2. **PROBENVORBEREITUNG**

nach TGL 25418/02

3. **PRÜFMITTEL**

3.1. Geräte

Quarskolben NS 29 100 ml

Rückfluschkühler NS 29

Messkolben 1000 ml

Vollpipette 2, 5 und 10 ml

Bürette 10 ml

Quarzdampfschalen, d etwa 65 mm

Zentrifugenbecher aus Polyäthylen

Exsikkator

Faltenfilter, Sorte 390

Permanentautomaten 2 und 20 ml

Spektralphotometer, z. B. Spekol

Zentrifuge, z. B. Typ T 23

Stehen keine Quarzgeräte zur Verfügung, sind borarme Gerätegläser zu verwenden. Boralgias ist nicht zulässig.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Verantwortlich/bestätigt: 30. 11. 1978, Akademie der Landwirtschaftswissenschaften der DDR, Berlin

## 3.2. Chemikalien

Magnesiumsulfat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ), z.A., 10%ige Lösung

Diammoniumhydrogenphosphat  $\left[ (\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4 \right]$ , z.A., 10%ige Lösung

Schwefelsäure, z.A., konzentriert, D 1,84

Ammoniumperoxidisulfat  $\left[ (\text{NH}_4)_2 \text{S}_2\text{O}_8 \right]$ , z.A.

Hydrazinsulfat ( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ ), z.A.

Borsäure, z.A.

1,1'-Dianthrimidlösung 0,01%ig: 0,35 g 1,1'-Dianthrimid sind in einem Gemisch aus 1800 ml konzentrierter Schwefelsäure und 200 ml Wasser zu lösen. Die Lösung ist vor Tageslicht zu schützen.

Bei nicht ausreichender Qualität des 1,1'-Dianthrimid ist dieses wie folgt umkristallisieren: 3 g 1,1'-Dianthrimid sind mit 300 ml Nitrobenzol 5 min am Rückfluß zu kochen, 24 h in den Kühlschrank zu stellen, abzusaugen und mit Nitrobenzol nachzuwaschen. Der Vorgang ist zu wiederholen. Abschließend ist mit Nitrobenzol und Azeton zu waschen und bei 70 °C im Trockenschrank zu trocknen.

Die Behandlung mit Nitrobenzol ist unter dem Abzug vorzunehmen.

## 4. DURCHFÜHRUNG

Jede Probe ist doppelt anzusetzen.

Im Quarzkolben sind 1 Teil Boden, mindestens 15 g  $\pm$  100 mg, mit der zweifachen Menge bidestilliertem Wasser genau 5 min vom Beginn des Siedens an am Rückflußkühler zu kochen. Nach dem Erkalten sind 5 Tropfen 10%ige Magnesiumsulfatlösung hinzuzugeben und nach Dekantieren bei einer Drehzahl von 6000 min<sup>-1</sup> 10 min zu zentrifugieren oder durch ein Faltenfilter zu filtrieren. Vom Zentrifugat oder Filtrat sind vorsichtig je nach Borgehalt 2, 5 oder 10 ml in Quarzdampfschalen zu pipettieren, 1 ml 10%ige Diammoniumhydrogenphosphatlösung zuzusetzen und nach Umschwenken auf dem Wasserbad zur Trockne einzudampfen.

Nach Zugabe von 2 ml konzentrierter Schwefelsäure aus einem Permanentautomaten ist der Rückstand umzuschwenken und in den auf etwa 100 °C geheizten Trockenschrank zu stellen. Nach 15 min sind etwa 0,5 g Ammoniumperoxidisulfat hinzuzugeben, wobei die Lösung farblos werden muß. Anderenfalls ist noch etwas Peroxidisulfat hinzuzugeben und wieder in den Trockenschrank zu stellen. Nach weiteren 20 min sind etwa 0,15 g Hydrazinsulfat zuzugeben. Es ist vorsichtig umzuschwenken und noch weitere 20 min im Trockenschrank zu lassen.

Anschließend sind bei gedämpftem Tageslicht 20 ml Dianthrimidlösung aus einem Permanentautomaten zuzugeben. Nach Umschwenken ist die Schale zur Anfärbung 3 h in einen auf 85 °C geheizten Trockenschrank zu stellen und in einem abgedunkelten Exsikkator abzukühlen. Die grüne Lösung ist am Spekol je nach Farbtintensität in einer 1- bis 3-cm-Küvette bei einer Wellenlänge von 630 nm gegen Wasser zu messen. Bei jeder Messerie sind 1 oder 2 Bodenproben mit bekannten Gehalten doppelt anzusetzen.

## 5. AUSWERTUNG

### 5.1. Aufstellen der Eichkurve

0,5715 g Borsäure sind mit bidestilliertem Wasser zu lösen und auf 1000 ml aufzufüllen.

10 ml dieser Lösung sind in einen 1-l-Meßkolben zu pipettieren und auf 1000 ml mit bidestilliertem Wasser aufzufüllen. Diese Stammlösung enthält 1 µg Bor je ml.

Für die Eichreihe sind 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 und 4,0 ml der Stammlösung in Quarzabdampfschalen zu pipettieren und nach Zugabe von Diammoniumhydrogenphosphatlösung nach Abschnitt 4. aufzuarbeiten.

### 5.2. Blindwert

Anstelle des Bodenextraktes sind die entsprechenden ml Wasser nach Abschnitt 4. weiter zu bearbeiten. Der Blindwert ist jeweils doppelt anzusetzen und vom Meßwert abzuziehen.

### 5.3. Berechnung

Der Borgehalt ist nach folgender Formel zu berechnen:

$$\text{Borgehalt in ppm} = \frac{C \cdot V}{B \cdot E}$$

C unter Berücksichtigung des Blindwertes aus der Eichkurve abgelesener Borgehalt in µg

V Extraktionslösung in ml

B vom Zentrifugat oder Filtrat abpipettierter aliquoter Filtratanteil in ml

E Einwaage in g

### 5.4. Zulässige Abweichung

Bei Doppelbestimmungen dürfen die Abweichungen bei Gehalten

bis 0,20 ppm Bor	0,02 ppm Bor
bis 0,50 ppm Bor	0,04 ppm Bor
über 0,50 ppm Bor	0,06 ppm Bor

nicht überschreiten.

### 5.5. Ergebnis

Als Ergebnis ist der arithmetische Mittelwert zweier Bestimmungen in ppm mit zwei Dezimalen anzugeben, z. B. Gehalt an Bor nach TGL 25418/12: 0,37 ppm.

Bei Gehalten  $> 1$  ppm ist nur eine Dezimale anzugeben.

### 6. PRÜFPROTOKOLL

Die Ergebnisse sind in Attestform zu erfassen.

### Hinweise

Ersatz für TGL 25418/15 Ausg. 5.72

Änderungen gegenüber Ausg. 5.72: Inhaltlich und redaktionell überarbeitet.

Im vorliegenden Standard ist auf folgende Standards Bezug genommen:

TGL 25418/01 Chemische Bodenuntersuchung;  
Entnahme von Bodenproben

TGL 25418/02 -; Probenvorbereitung