

Determination of Available Boron in Soil Samples by Inductively Coupled Plasma

Shujuan Zhao Meifang Liu Xiang Liu Yuwei Jia

The Fifth Geological Survey Institute of Jilin Province, Changchun, Jilin, 130103, China

Abstract

In this paper, a method for determination of effective boron in soil samples by inductively coupled plasma mass spectrometry has been established. The determination of effective boron in soil according to the national standard (NY/T 1121.8—2006) has been studied, a simple, rapid and accurate method for the determination of effective boron in soil samples has been developed, which successfully solves the problems of complicated operation and low sensitivity in the national standard. The method was validated by using soil reference materials HTSB-1 to HTSB-5 from five countries, the precision and accuracy of the results obtained from 12 times of analysis and determination meet the requirements of the ministry of agriculture for the analysis and testing of agricultural soil samples, the method can be used for the determination of available boron in soil samples of farmland and forest.

Keywords

Inductively coupled plasma; soil samples; available boron

电感耦合等离子体质谱法测定土壤样品中的有效硼

赵淑娟 刘美芳 刘祥 贾雨薇

吉林省第五地质调查所, 中国·吉林 长春 130103

摘要

论文通过实验建立了一种电感耦合等离子体质谱法测定土壤样品中有效硼的分析方法, 实验对国家标准(NY/T 1121.8—2006)土壤有效硼的测定进行了一系列的研究, 成功解决国家标准中使用比色法操作烦琐、灵敏度不足等问题, 建立了一种十分简便、快速、准确的测定土壤样品中的有效硼的分析方法。本方法使用五个国家黄土土壤标准物质HTSB-1至HTSB-5进行了方法验证, 分别进行12次分析测定所得结果的精密度、准确度均符合农业农村部对农业土壤样品的分析测试标准要求, 可用于大批量农田区土壤、森林土壤样品中有效硼的测定。

关键词

电感耦合等离子体质谱法; 土壤样品; 有效硼

1 引言

硼元素是核糖核酸形成的必需品, 而核糖核酸是构成生命的重要基础构件。硼对于地球上生命的起源很重要, 因为它可以使核酸稳定, 核酸是核糖核酸的重要成分。在早期生命中, 核糖核酸被认为是脱氧核糖核酸的信息前体。硼普遍存在于蔬果中, 是维持骨的健康和钙、磷、镁正常代谢所需要的微量元素之一。而有效硼, 则是指土壤中可被植物吸收利用的硼的总称(约占土壤全量硼的5%), 也就是人体可以通过食物链可摄入体内的硼元素。因此, 土壤中有效硼含量的高低也是评价土壤的一个重要指标。

2 原理

样品经煮沸硫酸镁溶液提取, 干过滤溶液, 使用电感耦合等离子体质谱仪测定有效硼的含量。由样品基体产生的仪器响应抑制或增强效应以及仪器的漂移, 使用内标溶液进行补偿消除^[1]。

3 仪器和设备及工作条件

3.1 仪器和设备

仪器: 美国赛默飞世尔公司电感耦合等离子体质谱仪(XSERIES 2 ICP-MS)。

设备: 恒温电热板、石英回流冷凝装置。

3.2 仪器工作条件

PC 检测器电压: 3460V;

模拟检测器电压: 1800V;

仪器功率: 1400W;

采样深度: 160 μm;

【作者简介】赵淑娟(1989—), 女, 中国山东临沂人, 工程师, 从事工业分析与检验。

冷却气用量：14L/min；
 辅助气用量：0.8L/min；
 雾化器压力：0.90Psi；
 质荷比的选择：B¹¹、Re¹⁸⁵；
 扫描方式：跳峰；

进样系统：聚四氟乙烯高效同心雾化器（内径1.0mm，含电子制冷器）结合旋流雾化室，可拆式石英炬管，标准磨口中心管。

3.3 试剂及器皿

①试剂：本方法中使用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

硫酸镁溶液（ $\rho(\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})=1\text{g/L}$ ），称取 1.0g 分析纯硫酸镁（ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，稀释至 1L。

②器皿：250mL 石英或其他无硼锥形瓶，100mL 聚乙烯塑料容量瓶，25mL 聚乙烯塑料比色试管，聚乙烯塑料漏斗。

4 试验方法

4.1 样品的化学处理

准确称取 10.00g（通过 2mm 孔径尼龙筛风干）样品于 250mL 石英或其他无硼玻璃锥形瓶中，准确加入 20.00mL 硫酸镁溶液（3.1），装好回流冷凝器，以文火煮沸并微沸 5min（以沸腾时开始准确计时），取下锥形瓶，稍冷，一次完全倒入滤纸上进行干过滤，滤液承接于 25mL 聚乙烯塑料比色

管中（如最初滤液浑浊时可弃去，滤液有 5mL 即可），待测^[2]。

4.2 标准溶液及标准系列溶液的配制

4.2.1 标准溶液的配制

使用硼元素国家液体标准物质，逐级稀释至浓度为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的硼标准物质溶液。

4.2.2 标准系列溶液的配制

准确吸取 4.2.1 溶液 0.00mL、1.00mL、2.00mL、5.00mL、10.00mL、20.00mL 于 100mL 容量瓶中，以硫酸镁溶液（3.1）稀释刻度，摇匀。分别相当于样品浓度 0.00mg/kg、0.20mg/kg、0.40mg/kg、1.00mg/kg、2.00mg/kg、4.00mg/kg。

4.3 内标元素溶液的配制

使用铷元素国家液体标准物质，逐级稀释至浓度为 10ng/mL 的铷元素标准物质内标溶液。

4.4 仪器测定

按照仪器条件进行空白实验溶液、标准系列溶液（见图 1）和样品溶液的测定，计算样品中有效硼的含量。

5 结果与讨论

5.1 方法的精密度与准确度分析

使用国家黄土土壤有效态标准物质 HTSB-1、HTSB-2、HTSB-3、HTSB-4、HTSB-5 进行分析，每个标准物质称取十二份，以论文中制定的分析步骤，测定有效硼的含量，进行方法验证。所得有效硼测定结果与推荐值之间进行比较，其平均值、标准差、精密度见表 1。

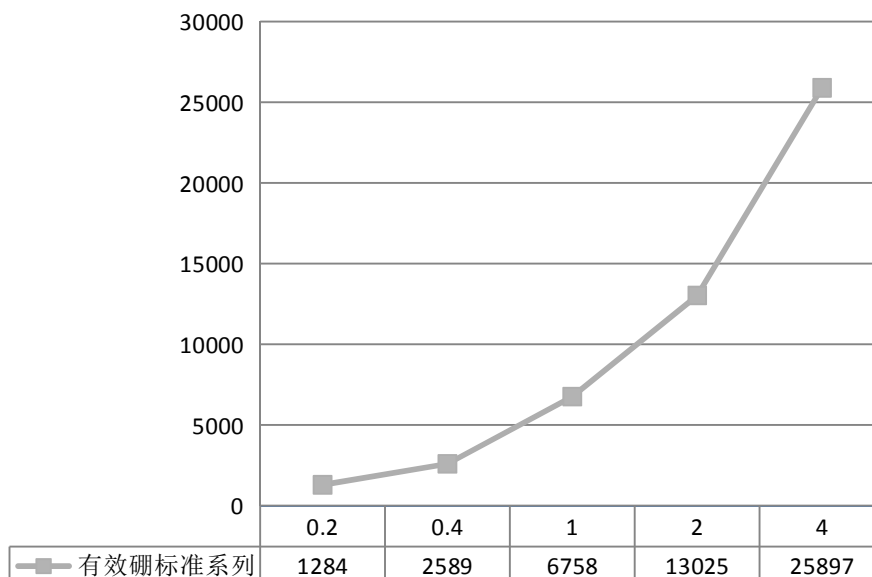


图 1 有效硼标准系列测定结果曲线（ $\omega(W)=\text{mg/kg}$ ）

表2中数据说明,在本方法制定的测试条件下,进行方法验证,测得有效硼的分析结果与推荐值十分接近,测定结果的相对标准偏差(RSD)均小于5.0%,精密度和准确度均能满足对农业土壤样品分析测试要求(见表2)。

5.2 电感耦合等离子体质谱法与甲亚胺—H比色法的比较

国家标准方法甲亚胺—H比色法所使用试剂种类较多(共六种),造成分析试剂成本较高,加之分光光度法精密度较低,操作步骤繁琐(所产生污染物较多,废渣废液的处理也费时费力,其产生人为误差环节也较多),分析效率过低,不适合大批量样品分析时使用,尤其是对样品要求的快速分析测定时。但是甲亚胺—H比色法测定有效硼,因其具有分析仪器价格廉价的优点,所以甲亚胺—H比色法测定有效硼较为普遍^[3]。

电感耦合等离子体质谱法与甲亚胺—H比色法相比,具有试剂成本极低(仅使用硫酸镁一种试剂),操作简便,重现性好,精密度高,准确度高,实验废弃物产生量极少,检出限低可达到0.001mg/kg等优点,但仪器购置成本较高。

6 结语

论文所研究的电感耦合等离子体质谱法测定土壤样品中的有效硼,在现今天对分析测试要求越来越高的情况下,具有很高的经济价值。本方法具有灵敏度高、质谱干扰少、动态线性范围宽的特点,前处理方法极为简便,对于不同含量的样品均可以直接进行测定,方法简单实用,分析效率极高,克服样品含量范围跨度大等问题。因此,论文对现行的标准分析方法(NY/T 1121.8—2006)进行了改进,开发出一种可以快速、准确测定大量土壤中有效硼样品的分析方法。

表1 12次有效硼测定结果与推荐值之间进行比较,其平均值、标准差、相对偏差($\omega(W)=\text{mg/kg}$)

| 标准物质名称 | | HTSB- ¹ | HTSB- ² | HTSB- ³ | HTSB- ⁴ | HTSB- ⁵ |
|-----------------|-------|--------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| 真值 | | (1.41)(0.54)(2.08)(1.07)(1.54) | | | | |
| 序号 | | | | | | |
| 1 | 1.28 | 0.49 | | 1.98 | 1.01 | 1.48 |
| 2 | 1.37 | 0.56 | | 2.21 | 1.08 | 1.55 |
| 3 | 1.38 | 0.51 | | 2.07 | 1.05 | 1.53 |
| 4 | 1.37 | 0.52 | | 2.17 | 1.07 | 1.57 |
| 5 | 1.45 | 0.53 | | 2.12 | 1.07 | 1.49 |
| 6 | 1.41 | 0.53 | | 2.18 | 1.10 | 1.60 |
| 7 | 1.40 | 0.53 | | 2.07 | 1.08 | 1.59 |
| 8 | 1.49 | 0.52 | | 2.09 | 1.09 | 1.56 |
| 9 | 1.45 | 0.51 | | 2.12 | 1.10 | 1.55 |
| 10 | 1.40 | 0.53 | | 2.16 | 1.05 | 1.60 |
| 11 | 1.40 | 0.53 | | 2.12 | 1.06 | 1.58 |
| 12 | 1.46 | 0.52 | | 2.19 | 1.05 | 1.59 |
| 平均值(x) | 1.40 | 0.52 | | 2.12 | 1.07 | 1.56 |
| 标准差(σ) | 0.061 | 0.016 | | 0.070 | 0.027 | 0.038 |
| 精密度%RSD | 3.883 | 3.068 | | 1.625 | 2.440 | 2.291 |

表2 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 |

参考文献

- [1] 唐碧玉.超声加热浸提—电感耦合等离子体质谱法测定土壤中的有效硼[J].矿产与地质,2019(10):15.
- [2] 张增强.电感耦合等离子体原子发射光谱法直接测定土壤中有
- 效硼[J].湖北地矿,2001(12):30.
- [3] 高玉花,宋传洪,张同生,等.低温密闭碱熔—电感耦合等离子体发射光谱法测定岩石矿物中二氧化硅[J].化学分析计量,2021,30(10):42-45.