

ICP-MS 对土壤样品中有效硼的测定

王艳泽¹, 施燕支^{1*}, 张 华¹, 王英锋¹, 陈玉红²

1. 首都师范大学分析测试中心, 北京 100037
2. 安捷伦科技有限公司(中国), 北京 100022

摘 要 文章建立了一种用 ICP-MS 测定土壤中有效硼(B)的方法。与常规检测方法相比,该方法无须过滤,避免了样品的沾污。并简便快捷,具备良好的精密度和准确度。方法检出限为 $0.009 \text{ ng} \cdot \text{g}^{-1}$, 相对标准偏差为 2.66%, 回收率为 93.0%~102.0%。

主题词 ICP-MS; 有效硼; 土壤

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-0593(2006)07-1334-02

引 言

硼(B)是一种以硅酸盐矿物中氧化态阴离子存在的非金属轻元素,土壤中大部分硼存在于土壤矿物晶体结构之中,只具有少量有效态硼,其含量直接影响植物的生长。用水作有效态硼提取剂的技术已被广泛采用,土壤是否缺硼是以热水提取来确定的。国标 GB 12298-90 中土壤中有效硼的测定亦是以热水浸提取,姜黄素分光光度法测定硼,试液处理和显色条件控制的手续冗长^[1,2]。本文用石英容器处理,电感耦合等离子体质谱法直接测定土壤中有效硼,无须过滤,方法简便、快速,灵敏度高,检出限低。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

石英锥瓶,石英漏斗,Agilent 7500c 电感耦合等离子体质谱仪(Agilent Technologies Co. Ltd., USA),Milli-Q 超纯水系统(millipore, bedford MA)。

1.1.2 试剂

土壤有效态成分分析标准物质(GBW 07416),硼标准储备液: $1000 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (钢铁研究总院),实验中使用超纯水($18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$),由 Milli-Q 超纯水系统制得。

1.2 仪器工作条件

雾化器: Agilent babington 型高盐雾化器,雾化室: 石英双通道, Piltier 半导体控温于 $(2 \pm 0.1)^\circ\text{C}$, 炬管: 石英一体化, 2.5 mm 中心通道, 正向功率: 1500 W, 冷却气流速: $15 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 载气流速: $1.26 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$, 采样深度: 8.2 mm, 样品提升速度: $0.4 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, 采样锥孔直径: 1.0

mm, 截取锥孔直径: 0.4 mm, 采样锥、截取锥材料: Ni, 分析模式: 全定量, 积分时间: 0.3 s, 重复次数: 3, 在线内标: 用 ^{109}Rh 作 B 的内标元素。

ICP-MS 仪器的工作参数为仪器全自动优化条件给出,满足仪器标准要求的灵敏度、背景值、稳定性等各项参数。本实验采用仪器内设的 EPA200.8 标准干扰校正方程作为校正干扰方法。

1.3 标准曲线的绘制

水介质将硼储备液逐级稀释为 0.5, 2, 20, 50 $\text{ng} \cdot \text{mL}^{-1}$, 得到硼标准溶液系列。在优化的实验条件下,采集空白及标准溶液系列,仪器自动绘制标准曲线。相关系数 $r = 1$, $Y = 2.331 \times 10^{-4} X + 9.341 \times 10^{-4}$, X : Conc. Y : Ratio。

1.4 样品前处理

准确称取 10 g 土壤,置于 250 mL 石英锥瓶中,加入 20 mL 超纯水,容器上口放置石英漏斗,电热板加热,保持微沸 10 min,移开热源^[3-7],趁热转入 50 mL PET 瓶定容,静置,待测。

2 结果与讨论

2.1 前处理方法的选择

本实验采用电热板加热,保持微沸 10 min,移开热源后趁热过滤和直接定容两种方法处理样品,结果表明,直接定容可以大大缩短前处理过程,避免了因过滤引入的沾污,并且测试结果更令人满意。

2.2 方法的检出限

在优化的实验条件下,平行测定试剂空白溶液的结果 11

次, 得到方法的检出限为 $0.009 \text{ ng} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

Table 1 Results of soil available B

样品号	样品量 /g	定容质量/g	测定值 / ($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$)	GBW 07416 / ($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$)	RSD / %
1	9.99	53.96	0.37		
2	10.02	55.62	0.39		
3	10.04	56.30	0.41		
4	10.05	55.03	0.39	0.34 ± 0.14	2.66
5	10.05	54.00	0.38		
6	10.08	54.36	0.38		
7	10.08	54.36	0.38		
8	9.99	53.96	0.38		

Table 2 Results of recovery test

加标实验	加标量 / ($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$)	测定量 / ($\text{ng} \cdot \text{g}^{-1}$)	回收率 / %
1	200.000	207.521	101.3
2	200.000	195.636	97.5
3	200.000	203.246	100.6
4	200.000	197.432	99.6
5	200.000	190.584	98.4
6	400.000	378.362	94.6
7	400.000	366.694	93.3
8	400.000	360.580	94.2
9	400.000	408.754	101.1
10	400.000	388.300	98.5

2.3 方法的精密度

将上述方法应用于土壤标准物质中有效 B 含量的测定 (见表 1), 测定值均在标准物质的规定范围内, 相对标准偏差为 2.66%。

2.4 方法的加标回收实验

对土壤有效态成分分析标准物质 (GBW 07416) 进行加标回收实验 (见表 2), 结果令人满意, 回收率为 93.0% ~ 102.0% 之间。

3 结 论

本研究通过对仪器操作条件的优化试验和干扰的校正, 建立了用 ICP-MS 测定土壤中有效硼的方法。与传统方法相比, 该方法无须过滤, 避免了样品的沾污, 操作快速简便, 测定准确可靠, 能满足大批量及超痕量土壤样品中有效硼的快速测定。

参 考 文 献

- [1] XIONG Cai-hua, XIONG Yu-xiang, YANG Bei-yong, et al (熊采华, 熊玉祥, 杨波涌, 等). Hubei Geology and Mineral Resources (湖北地矿), 2001, 15(4): 125.
- [2] LIU Yong-ming, GONG Ben-ling, XU Yu-li, et al (刘永铭, 宫本玲, 徐毓丽, 等). Spectroscopy and Spectral Analysis (光谱学与光谱分析), 1995, 15(1): 75.
- [3] TAO Xiao-qiu, HUANG Mei (陶晓秋, 黄玫). Tobacco Science and Technology/Tobacco Chemistry (烟草科技/烟草化学), 2003, (7): 30.
- [4] MA Man-zhuang, SUN Ying-bo (马曼庄, 孙映波). Journal of Guangdong Agricultural Sciences (广东农业科学), 1998, (3): 30.
- [5] WANG Zhao-min, WANG Nen-liang, WU Long-gao, et al (王赵民, 王嫩良, 吴隆高, 等). Forest Research (林业科学研究), 1995, 8(6): 634.
- [6] SHEN Yun-he, ZHAO Wei, SUN Yu-wen (沈运河, 赵伟, 孙玉文). Journal of Anhui Agricultural Sciences (安徽农业科学), 1995, 23(4): 365.
- [7] ZHU Duan-wei, PI Mei-mei, LIU Wu-ding, et al (朱端卫, 皮美美, 刘武定, 等). Journal of Huazhong Agricultural University (华中农业大学学报), 1994, 13(3): 262.

Study on the Method for the Determination of Soil Available B by ICP-MS

WANG Yan-ze¹, SHI Yan-zhi^{1*}, ZHANG Hua¹, WANG Ying-feng¹, CHEN Yu-hong²

1. The Analysis Test Center, Capital Normal University, Beijing 100037, China

2. Agilent Technologies Co. Ltd., Beijing 100022, China

Abstract A method was established for the determination of soil available B by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Compared to the traditional method for B analysis, the recommended method does not need filtration, so it escapes the contamination. The method not only proved simple and rapid, but also showed satisfying precision and accuracy. The detection limit of this method is $0.009 \text{ ng} \cdot \text{g}^{-1}$. The relative standard deviation is 2.66%, and the recovery is 93.0%–102.0%.

Keywords ICP-MS; Available boron soil

(Received Jan. 28, 2005; accepted Apr. 20, 2005)

* Corresponding author