郭家泽,姚瑞,程江,等. 热水浴浸提 - 电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中有效硼[J]. 岩矿测试,2022,41(4):614-620. GUO Jiaze, YAO Rui, CHENG Jiang, et al. Determination of Available Boron in Soil by ICP - OES with Hot Water Bath Extraction [J]. Rock and Mineral Analysis,2022,41(4):614-620. 【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.202108200103】

## 热水浴浸提 - 电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中有效硼

郭家泽1,姚瑞1,程江2\*,杨国军1,李飞1,周文轩1

- (1. 中国地质调查局昆明自然资源综合调查中心, 云南 昆明 650100;
  - 2. 中国地质调查局成都地质调查中心,四川 成都 610081)

摘要:目前土壤有效硼分析方法主要有分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)。分光光度法流程长、操作繁琐,分析效率较低且易带来环境污染,对分析人员的经验要求高,测定结果不稳定。现有的 ICP-OES 法主要有浸提时间长、浸提温度高等缺点,对大批量样品分析效率低、浪费电能且操作时存在烫伤危险。本文使用聚乙烯具塞塑料瓶代替石英锥形瓶加回流装置,加入超纯热水作为浸提剂,在热水浴中浸提后使用 ICP-OES 法测定有效硼的含量。通过实验确定了最佳提取条件为:使用  $85^{\circ}$  超纯热水作为浸提剂,土液比 1:2,水浴浸提温度  $85^{\circ}$  、浸提时间 6min,趁热离心后使用 1CP-OES 法测定有效硼含量。方法检出限为 0.02mg/kg,相对标准偏差 (RSD, n=12) 小于  $3^{\circ}$  ,对土壤有效态成分分析标准物质 10 NSA-11、NSA-12、NSA-13、NSA-16 以及 12 GBW07497 (HTSB-15)、13 GBW07498 (HTSB-16) 进行实验,有效硼测定结果相对误差均小于 13 13 与标准值基本相符。

关键词:有效硼;土壤;热水浴;电感耦合等离子体发射光谱法

## 要点:

- (1) 采用具塞聚乙烯瓶代替石英冷凝回流装置提取土壤中有效硼,降低了土壤有效硼的测定方法空白值及样品分析成本。
- (2) 采用85℃超纯水作为浸提剂,可降低浸提温度,缩短土壤中有效硼的提取时间,趁热离心可缩短冷却时间,提高分析效率。
- (3) 电感耦合等离子体发射光谱仪代替分光光度计测定有效硼,高效便捷。

中图分类号: 0657.31 文献标识码: B

硼是植物生长必需的营养元素之一,土壤中的水溶性硼、能被植物所吸收利用的部分硼称为有效硼。硼能促进植物生长和正常发育,保证作物产量,如果土壤中硼缺失,会导致植物出现只开花不结果的现象,影响农作物的产量和质量[1-4]。而土壤中硼含量超标则会发生植物硼中毒现象,此时土壤就需要进行脱硼处理。由此可见,土壤中有效硼含量是土壤质量的重要指标,随着全国土地质量地球化学调查、生态地球化学调查、农业地质调查的推进,有必要建立一种便捷、快速、高效、节能的土壤有效

硼含量的分析方法。

传统的土壤有效硼提取方式主要参照国家林业行业标准《森林土壤有效硼的测定》(LY/T 1258—1999)或国家农业行业标准《土壤检测 第8部分:土壤有效硼的测定》(NY/T 1121.8—2006)采用石英锥形瓶加回流装置进行提取<sup>[5]</sup>,这些方法较好地解决了普通玻璃器皿会带来硼污染问题,但是石英锥形瓶价格昂贵,操作繁琐,不适于大批量样品分析。据杨红霞等<sup>[6]</sup>、张鹏鹏<sup>[7]</sup>报道,采用塑料器皿来代替传统的石英玻璃器皿也可带来较好的空白

收稿日期: 2021-08-20; 修回日期: 2021-09-29; 接受日期: 2021-11-05

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目(DD20211577, DD20208075)

第一作者: 郭家泽,助理工程师,主要从事分析测试工作。E - mail: 1156650534@ qq. com。

值。常用的土壤有效硼的测定方法主要有分光光度法、电化学法、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)等<sup>[8-9]</sup>。分光光度法的流程长、操作繁琐,对于大批量样品的分析效率较低且易带来环境污染,同时对分析人员的经验要求较高<sup>[10]</sup>。马玲等<sup>[11]</sup>采用沸水浴浸提,ICP-OES 法测定土壤有效硼,虽能满足测定要求,但浸提时间长,批量分析时效率低,且浪费电能。而采用超声加热或振荡加热浸提,ICP-MS进行测定的方法可以降低浸提温度<sup>[12-13]</sup>,但是 ICP-MS 更低的稀释倍数容易造成空白过高,且该方法同样存在浸提时间过长的问题。

本文采用聚乙烯塑料瓶加盖代替玻璃器皿,主要是基于聚乙烯塑料瓶不易变形,操作简单,空白值较低,且价格便宜,能满足大批量分析测试要求。从不同的方面,主要是对浸提剂初始温度、水浴温度、浸提时间、冷却时间等实验条件进行优化。通过实验,考虑采用85℃的超纯水代替常温超纯水作为浸提剂,保证了水浴温度也为85℃,可大大提高浸提效率,同时降低了浸提温度,减少能耗。本文方法旨在解决现有方法中存在的操作繁琐、分析效率慢、能耗高等问题,为测定土壤中的有效硼提供较好的方法选择。

## 1 实验部分

#### 1.1 主要仪器设备及参数

Thermo ICP 6000 Series 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 ThermoFisher 公司),主要工作参数为: 频射发生器功率 1150W;辅助气流速 0.5L/min;雾化器压力 30psi;泵速 50r/min;分析线 208.9nm。

数显恒温水浴锅:购自天津市滨海新区大港红 杉实验设备厂。

低速离心机:购自湖南湘立科学仪器有限公司。

#### 1.2 主要试剂

硼酸(优级纯);超纯水。

硼标准储备溶液(0.100mg/mL): 称取 0.5716g 经 60℃干燥的优级纯硼酸于塑料烧杯中,加水溶解后转入 1000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,转入塑料容量瓶中,备用。

硼标准溶液(1.00μg/mL):逐级稀释硼标准储备溶液进行配制。

#### 1.3 标准物质及样品处理

#### 1.3.1 标准物质信息

实验所用的土壤有效态成分分析标准物质主要用于全国耕地调查与质量评价样品分析的参比标准与质量监控,NSA系列、GBW07497及GBW07498均为有效态成分参比标准物质,两个系列标准物质均采自中国主要土壤类型的代表性区域的耕作层土壤。各标准物质信息见表1。

#### 表1 土壤有效态成分分析标准物质信息

Table 1 Standard material information for soil active component analysis

序号	标准物质 编号	土壤性质	研制单位	测试项目
1	NSA – 1	黑龙江 黑土	中国地质科学院地球物理 地球化学勘查研究所	土壤有效态
2	NSA – 2	河北 潮土	中国地质科学院地球物理 地球化学勘查研究所	土壤有效态
3	NSA – 3	陕西 黄绵土	中国地质科学院地球物理 地球化学勘查研究所	土壤有效态
4	NSA - 6	广东韶关 红壤土	中国地质科学院地球物理 地球化学勘查研究所	土壤有效态
5	GBW07497 (HTSB - 5)	青海 栗钙土	陕西地质研究所	土壤有效态
6	GBW07498 (HTSB - 6)	新疆 棕漠土	陕西地质研究所	土壤有效态

#### 1.3.2 样品处理

称取 10.00g 风干、过 10 目筛的土壤标样于50mL 聚乙烯瓶中,加入 20mL 85℃超纯水,拧紧瓶盖,摇匀,使样品与水充分混匀,将塑料瓶放入 85℃ (保持加入超纯水的温度与水浴锅温度一致)水浴锅中浸提 6min,此时要保证瓶内液面要在水浴锅液面之下。趁热取出塑料瓶,将样品倒入 50mL 离心管中,于低速(4000r/min)离心机中离心 7min 后取出(若离心清液还不能满足测定要求,可将离心清液过滤),冷却待测。空白与样品同流程制备。

#### 2 结果与讨论

#### 2.1 浸提剂初始温度实验

以往报道的文献中,提取时以加入常温水为主,也有学者采用加入热水后再振荡的方式进行提取,这些方法虽然都可以满足提取要求,但是都存在提取时间长的问题。为对比在样品中加入常温超纯水与热超纯水的浸提效果,采用土壤有效态成分分析标准物质物质NSA-1、NSA-2、NSA-6进行12次

平行实验,测定这三个土壤样品中的有效硼。分别加入 25℃、85℃ 的超纯水作为浸提剂,其余步骤同1.3.2节样品处理,实验结果见表 2。实验结果显示,加入 25℃常温水时,水对有效硼的浸提效率低,提取不完全,如果需要完全提取则需要延长浸提时间,影响分析效率;当加入 85℃热水时,即可在 6min 时将样品中有效硼提取完全。

#### 表 2 浸提剂初始温度下有效硼测定结果

Table 2 Analytical results of available boron at extractant temperature

标准物质	有效硼标准值	85℃测定平均值	25℃测定平均值
编号	(mg/kg)	(mg/kg)	(mg/kg)
NSA – 1	$0.5 \pm 0.07$	0.51	0.36
NSA - 2	$0.93 \pm 0.18$	0.96	0.74
NSA - 6	$0.16 \pm 0.04$	0.16	0.13

#### 2.2 水浴温度实验

据朱江等[14]报道,水浴浸提温度可低至60℃, 同时采用振荡的方式浸提,虽然能将土壤中的有效 硼提取出来,但提取时间长,影响效率。为比较浸提 时水浴温度对样品有效硼的浸提效果的影响,采用 土壤有效态成分分析标准物质 NSA - 1、NSA - 2、 NSA-6 进行实验,测定这三个土壤样品中的有效 硼。浸提温度分别为 75℃、85℃及 95℃,其余步骤 同1.3.2 节样品处理。实验结果(表3)显示,当温 度升高时,有效硼的浸提效率随之升高,当温度达到 85℃时,已可将土壤中的有效硼浸提完全。当水温 达到95℃时,水已接近沸腾,实验测定结果会略微 偏高,原因是土壤中的硼元素通常以不同形态如水 溶态、有机结合态、交换态存在[15-16],随着水浴浸提 温度上升,除了水溶性硼(即有效硼)被提取出来, 有机结合态和交换态的硼也可能被提取出来。所以 采用85℃的水浴温度即可满足分析要求,且水浴锅 水面平稳,危险性降低,同时兼顾了节能。

#### 表 3 不同水浴温度下有效硼测定结果

Table 3 Analytical results of available boron at different water bath temperature

NSA - 1 $0.5 \pm 0.07$ $0.35$ $0.51$ $0.56$ NSA - 2 $0.93 \pm 0.18$ $0.76$ $0.96$ $1.17$ NSA - 6 $0.16 \pm 0.04$ $0.14$ $0.16$ $0.2$	标准物质 编号	有效硼 标准值 (mg/kg)	75℃测定 平均值 ( mg/kg)	85℃测定 平均值 (mg/kg)	95℃测定 平均值 ( mg/kg)
	NSA – 1	$0.5 \pm 0.07$	0.35	0.51	0.56
$NSA - 6$ 0. $16 \pm 0.04$ 0. $14$ 0. $16$ 0. $2$	NSA-2	$0.93 \pm 0.18$	0.76	0.96	1.17
	NSA - 6	$0.16 \pm 0.04$	0.14	0.16	0.2

#### 2.3 浸提时间实验

据李雪莲等[17]研究表明水浴浸提时间可缩短至 6min。为比较浸提时间对样品中有效硼浸提效果的影响,采用土壤有效态成分分析标准物质NSA-1、NSA-2、NSA-6进行实验,浸提时间分别为3、6、7、8、10、15min,其余步骤同"1.3.2样品处理",结果见图1。可以看出,当浸提时间延长时,土壤中有效硼的浸提量随之增加;当浸提时间在6~10min时,土壤有效硼的提取量不随着浸提的时间延长而明显上升;当浸提时间继续延长时,浸提液中硼浸提量还会增加,原因是随着浸提时间延长,除了水溶性硼(即有效硼)被提取出来,有机结合态和交换态的硼也可能被提取出来。从实验结果来看,本着节约成本、提高效率的原则,浸提时间 6min 已经满足浸提效果。

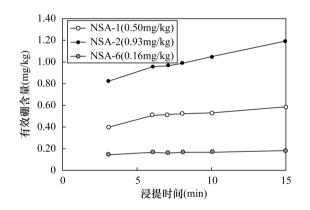


图 1 不同浸提时间下有效硼测定结果

Fig. 1 Analytical results of available boron at extraction time

#### 2.4 冷却时间实验

在以往的报道中,样品浸提后大多是经冷却再过滤,但是这种方法影响分析效率,并且冷却后有效硼的提取量是否受影响并未讨论。为比较浸提后趁热离心与冷却后离心对有效硼的浸提效果,采用土壤有效态成分分析标准物质 NSA - 1、NSA - 2、NSA - 6进行实验,冷却时间分别为 0、30、60min,其余步骤同"1.3.2 样品处理"。实验结果(表 4)表明,有效硼的浸提量随着冷却时间增加而减少。原因可能是由于有效硼的浸提是一个双向的过程,随着浸提液的温度下降,已经被浸提出来的有效硼又被交换回到土壤胶体中,导致有效硼测定结果偏低。趁热离心的结果与标准值较为接近,且趁热离心可最大限度地保证分析效率。

#### 表 4 不同冷却时间下有效硼测定结果

Table 4 Analytical results of available boron at different colding time

标准物质编号	标准值 (mg/kg)	0min 测定 平均值 (mg/kg)	30min 测定 平均值 (mg/kg)	60min 测定 平均值 ( mg/kg)
NSA - 1	$0.5 \pm 0.07$	0.51	0.24	0.28
NSA - 2	$0.93 \pm 0.18$	0.96	0.55	0.61
NSA - 6	$0.16 \pm 0.04$	0.16	0.08	0.08

#### 2.5 分析方法评价

#### 2.5.1 方法精密度和准确度

实验选取 6 个土壤有效态成分分析标准物质 NSA - 1、NSA - 2、NSA - 3、NSA - 6,以及 GBW07497(HTSB-5)、GBW07498(HTSB-6)按照 方法最佳条件对样品进行 12 次平行测定,以相对标准偏差(RSD)考察方法的精密度,以相对误差考察方法准确度。从表 5 可以看出,RSD 小于 3%,相对误差小于 4.0%,该方法满足分析要求。

#### 表 5 方法精密度和准确度

Table 5 Precision and accuracy tests of the method

序号	标准物质 编号	硼含量标准值 (mg/kg)	硼含量测定 平均值 (mg/kg)	RSD (%)	相对误差 (%)
1	NSA - 1	$0.50 \pm 0.07$	0.51	1.3	2.0
2	NSA-2	$0.93 \pm 0.07$	0.96	0.9	3.2
3	NSA - 3	$0.33 \pm 0.07$	0.34	1.4	3.0
4	NSA-6	$0.16 \pm 0.07$	0.16	2.1	0.0
5	HTSB - 5	$1.54 \pm 0.12$	1.52	0.6	-1.9
6	HTSB - 6	$4.41 \pm 0.22$	4.56	1.5	2.7

实验通过与其他方法对比,具体数据见表 6。 方法的精密度、准确度、检出限等都与其他方法相差 不大,可作为较好的方法选择。

表 6 方法对比

Table 6 Comparison between methods

方法参数	本文方法	煮沸浸提,ICP – OES 光谱法	煮沸浸提, 比色法
方法精密度 (RSD,%)	<3.0 (n = 12)	< 8.5 ( n = 3 )	<6.0 (n=6)
方法准确度(%)	<4	< 10.3	<1.6
检出限(mg/kg)	0.02	0.0049	-
浸提时间(min)	6	12	15

#### 2.5.2 标准曲线及方法检出限

分别配制  $0.00 \times 0.10 \times 0.20 \times 0.40 \times 0.60 \times 0.80 \times 1.00 \mu g/mL$  硼的标准系列溶液,储存于塑料瓶中。以硼的质量浓度为横坐标,对应强度值为纵坐标绘制标准曲线,标准曲线线性方程为:  $y=370.1x+1.32(R^2=0.9999)$ 。实验采用平行制备 12 次空白样品,统计 12 次测量的标准偏差,采用 3 倍标准偏差作为方法检出限,本文方法检出限为 0.02 mg/kg,满足标准方法的要求。

### 3 结论

本文方法对 ICP - OES 法测定土壤中有效硼的 浸提剂初始温度、水浴温度、浸提时间、冷却时间进行了优化,确定了浸提剂温度为 85℃,水浴温度为 85℃,浸提时间为 6min,浸提后趁热离心,离心液直接用 ICP - OES 测定,测定结果符合要求,为土壤有效硼的测定提供了较好的方法选择。

本文方法与现有的传统方法相比,采用聚乙烯 具塞瓶代替石英冷凝回流装置,节省了分析测试成 本;采用超纯热水作为浸提剂,可缩短浸提时间、降 低浸提温度,采用趁热过滤解决了传统方法分析效 率较低、能耗高的问题。目前,本文方法还存在有效 硼的浸提量随着时间的延长或温度的升高而增加的 问题,要解决该问题,还需进一步研究土壤中硼的存 在形态以及不同形态的硼与水的交换关系。

## 4 参考文献

[1] 穆童,卢秀萍,许自成,等.罗平烟区土壤有效硼、钼含量与烟叶硼、钼含量的关系分析[J].中国土壤与肥料,2020(6):44-50.

Mu T, Lu X P, Xu Z C, et al. The relationship between the contents of available boron and available molybdenum in soil with the contents of boron and molybdenum of tobacco leaf in Luoping[J]. Soiland Fertilizer Sciences in China, 2020(6):44 – 50.

[2] 张世昌,张加明,冯发华,等. 福建耕地土壤有效硼空间分布及影响因素[J]. 中国农技推广,2021,37(5): 47-50.

Zhang S C, Zhang J M, Feng F H, et al. Spatial distribution and influencing factors of soil available boron on cultivated land in Fujian [J]. China Agricultural Technology Extension, 2021, 37(5):47 – 50.

[3] 王慧,王峰. 土壤有效品的测定方法及注意事项[J]. 现代农业科技,2008(16);223-225.

- Wang H, Wang F. Determination method of soil available boron and matters needing attention [ J ]. Modern Agricultural Science and Technology, 2008 (16): 223 225.
- [4] 张敏敏,徐详玉,张映杰,等. 攀枝花烟区土壤有效硼含量极其硼肥适宜用量研究[J]. 江苏农业科学, 2019,47(16):293-296.

  Zhang M M, Xu X Y, Zhang Y J, et al. Study on the content of soil available boron and the appropriate amount of boron fertilizer in Panzhihua Tobacco area[J]. Jiangsu Agricultural Sciences, 2019,47(16):293-296.
- [5] 王佳佳,王雪峰,王勍勍,等. 快速测定土壤有效硼的方法[J]. 湖南农业科学,2021(7):80-83.
  Wang J J, Wang X F, Wang Q Q. A fast method for determination of available boron in soil [J]. Hunan Agricultural Science,2021(7):80-83.
- [6] 杨红霞,李冰,郭琳. 直接煮沸和水浴浸提 电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效硼的对比研究[J]. 质谱学报,2004,25(4):217-220.

  Yang H X, Li B, Guo L. Determination of available boron in soil by direct seething and boiling water bath using inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Chinese Spectrometry Society, 2004, 25(4): 217-220.
- [7] 张鹏鹏,胡梦颖,陈进力,等. 沸水浸提 电感耦合等离子体发射光谱仪测定土壤中的有效硼[J]. 光谱学与光谱分析,2021,41(6):1926 1929.

  Zhang P P, Hu M Y, Chen J L, et al. Determination of available boron in soil by ICP OES with boiling water extraction[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis,2021,41(6):1926 1929.
- [8] 唐友云,李海露,孙玉桃,等. 土壤有效硼测定研究进展[J]. 湖南农业科学,2019(8):120 123.

  Tang Y Y,Li H L,Sun Y T, et al. Research progress on determination of available boron in soil [J]. Hunan Agricultural Sciences,2019(8):120 123.
- [9] 周李倩,沈云飞,孙晨悦. 聚乙烯水浴浸提 比色法测定土壤有效硼[J]. 广州化工,2020,48(21):92 93.

  Zhou L Q,Shen Y F,Sun C Y. Determination of available boron in soil by water bath extraction colorimetry with polyethylene centrifuge tube [J]. Gaungzhou Chemical Industry,2020,48(21):92 93.
- [10] 刘宇,魏双. 关于硼的测定综述[J]. 微量元素与健康研究,2018,35(2):74-76.
  Liu Y, Wei S. A summary of the determination of boron [J]. Studies of Trace Elements and Health, 2018, 35 (2):74-76.

- [11] 马玲,刘军,程丽娅. 沸水浸提 ICP 法直接测定土壤有效硼[J]. 安徽地质,2007,17(3):193 195.

  Ma L, Liu J, Cheng L Y. Boiling water extraction ICP method directly used for measurement of effective boron in soil[J]. Geology of Anhui,2007,17(3):193 195.
- [12] 唐碧玉,唐荣盛,阳兆鸿,等. 超声加热浸提 电感耦合等离子体质谱法测定土壤有效硼[J]. 矿产与地质,2019,33(5):910-914.

  Tang B Y, Tang R S, Yang Z H, et al. Analysis of effective boron in soil by ultrasonic heating soaking extraction combined with inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Mineral Resources and Geology, 2019,33(5):910-914.
- [13] 易田芳,彭礼枚,向勇.水浴加热振荡提取 电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中有效硼[J]. 理化检验(化学分册),2019,55(8):972 975.

  Yi T F, Peng L M, Xiang Y. Determination of effective boron in soil by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with heating water bath and vibration extraction[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chamical Analysis), 2019, 55(8): 972 975.
- [14] 朱江,邹德伟,张美华,等. ICP AES 法同时测定土壤中有效态的硫和硼[J]. 分析试验室,2013,32(9): 108-111.

  Zhu J, Zou D W, Zhang M H, et al. Simultaneous determination of available sulfur and boron in soil by ICP AES[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2013,32(9):108-111.
- [15] 宋时奎,李文华,严红,等. 土壤性质与硼有效性的关系[J]. 东北农业大学学报,2013,35(1):113-118.

  Song S K, Li W H, Yan H, et al. The cocreation between soil characters and boron availability [J]. Journal of Northeast Agricultural University, 2013, 35 (1): 113-118.
- [16] 宋伟娇,代世峰,赵蕾,等. 微波消解 电感耦合等离子体质谱法测定煤中的硼[J]. 岩矿测试,2014,33(3):327-331.

  Song W J, Dai S F, Zhao L, et al. Determination of boron in coal samples with microwave digestion by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis,2014,33(3):327-331.
- [17] 李雪莲,梁惠贞. 青海某区域土壤中有效硼的测定 [J]. 当代化工,2017,46(9):1954 1956.

  Li X L, Liang H Z. Determination of available boron in soil in a certain area of Qinghai [J]. Contemporary Chemical Industry,2017,46(9):1954 1956.

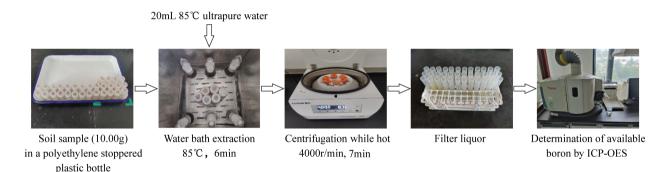
# Determination of Available Boron in Soil by ICP – OES with Hot Water Bath Extraction

GUO Jiaze<sup>1</sup>, YAO Rui<sup>1</sup>, CHENG Jiang<sup>2\*</sup>, YANG Guojun<sup>1</sup>, LI Fei, ZHOU Wenxuan<sup>1</sup>

- (1. Kunming Center of Natural Resources Comprehensive Survey, China Geological Survey, Kunming 650100, China;
- 2. Chengdu Center, China Geological Survey, Chengdu 610081, China)

#### **HIGHLIGHTS**

- (1) A polyethylene bottle with a stopper was used instead of a quartz condensing reflux device to extract available boron from the soil, which reduced the blank value of the determination method and the cost of sample analysis.
- (2) Using 85℃ ultrapure water as the extractant can reduce the extraction temperature and shorten the extraction time of available boron in the soil. Centrifuging while it is hot can shorten the cooling time and improve the analysis efficiency.
- (3) The inductively coupled plasma emission spectrometer rather than the spectrophotometer was used to determine the effective boron, which was efficient and convenient.



#### **ABSTRACT**

**BACKGROUND:** At present, the main methods of soil available boron analysis are spectrophotometry and inductively coupled plasma – optical emission spectrometry (ICP – OES). The spectrophotometric method has a long process, cumbersome operation, low analysis efficiency and easy environmental pollution, high requirements on the experience of the analyst, and unstable measurement results. The existing ICP – OES method has shortcomings such as long extraction time and high extraction temperature. It has low efficiency in analyzing large quantities of samples, wastes electrical energy and has the risk of scalding during operation.

**OBJECTIVES:** In order to improve the ICP – OES method with water bath extraction for determination of available boron in soil.

**METHODS:** The polyethylene stoppered plastic bottle was used instead of a quartz conical flask and a reflux device. Ultrapure hot water was added as the extractant. After leaching in a hot water bath, the ICP – OES method was used to determine the available boron content.

**RESULTS:** The optimal extraction conditions were determined through experiments: using 85% ultrapure hot water as the extractant, soil – liquid ratio of 1:2, water bath extraction temperature of 85%, extraction time of 6min, using ICP – OES method after hot centrifugation to determine the available boron content. The detection limit of the method was 0.02mg/kg, the precision (RSD, n=12) was less than 3%, and the standard substances NSA – 1, NSA – 2, NSA – 3, NSA – 6 and GBW07497 (HTSB – 5) and GBW07498 (HTSB – 6) were tested, and the relative errors of the measurement results were all less than 4%, which was consistent with the recommended value.

**CONCLUSIONS:** This method can be used to determine available boron in soil with quick, efficient, safe and cost – effective potentials.

**KEY WORDS:** available boron; soil; hot water bath; inductively coupled plasma – optical emission spectrometry