

doi: 10.11838/sfsc.1673-6257.22784

微波消解 – 电感耦合等离子体质谱法测定有机肥中 镉、砷、汞、铅、铬含量

官 迪, 陈 山, 田发祥, 纪雄辉, 龙世平, 吴家梅*

(湖南省农业科学院 / 农业农村部长江中游平原农业环境重点实验室 / 农田土壤重金属污染防控与
修复湖南省重点实验室, 湖南 长沙 410125)

摘 要: 采用电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定, 比较湿法消解 30 min, 湿法消解至近干和微波消解等不同前处理方法对有机肥料中镉、砷、汞、铅、铬元素的提取效果, 建立了一种基于 ICP-MS 测定有机肥料多种重金属元素含量的方法。结果表明: 湿法消解至近干和微波消解法对有机肥料多元素成分分析标准物质 (RMH-F001) 中 5 项重金属含量的测试结果均满足标准要求, 方法定量值、标准值偏差分别低于 6.3%、5.7%; 硝酸 / 过氧化氢体系 – 微波消解处理下, 样品结果稳定性最佳, 相对标准偏差为 0.8% ~ 6.8%, 相对偏差为 1.1% ~ 9.0%, 相对相差为 2.2% ~ 18.0%, 加标回收率为 99.4% ~ 102.9%。硝酸 / 过氧化氢体系 – 微波消解 – ICP-MS 法可作为有机肥料中 5 项重金属统一化测定的常规方法。

关键词: 湿法消解; 微波消解; 重金属; 有机肥; 统一化测定

有机肥含有作物所必需的营养元素, 以及对作物根际营养起特殊作用的微生物群落和大量有机物质及其降解产物^[1]。有机肥的施用有利于土壤团聚体的形成, 改善土壤理化性质; 同时大量可溶性有机质与土壤金属离子的螯合作用提高了重金属的活性和在土壤中的迁移能力^[2]。研究表明, 我国农用地土壤中超一半以上的重金属来源于包括猪粪在内的畜禽粪便, 其中有机肥对菜地重金属的贡献占 80%^[3-4]。同时, 随机对 663 个商品有机肥养分、重金属等指标进行监测, 产品不合格率为 25%, 其中重金属镉 (Cd)、铅 (Pb)、砷 (As) 超标情况较为突出^[5]。由此可见, 科学合理地选择和施用有机肥, 对作物安全高效生产至关重要。

有机肥一般以畜禽粪便、秸秆等有机废弃物为原料, 经腐熟发酵堆肥而成。按 NY/T 525—2021 要求规定^[6], 有机肥中镉、砷、汞 (Hg)、铅、铬 (Cr) 的限量值分别为 3、15、2、50、150 mg/kg。目

前有机肥中重金属含量测定主要参考 NY/T 1978—2022^[7]、GB/T 18877—2020^[8] 和 GB/T 23349—2020^[9], 以盐酸 – 硝酸对样品进行湿法消解, 采用原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪等设备进行测定, 上述标准均不是针对有机肥样品的测定, 且相关前处理方法主要仅为单一或部分元素的监测, 不能同时快速进行统一化测试以满足高效生产需求。

样品的消解前处理方法对化学元素分析检测结果尤为关键, 肥料中重金属测试的前处理方法通常有湿法消解^[10]、干灰化法^[11]、电化学法^[12]等; 前两种方法消解时间长、取样量多、消解过程复杂且相关分析物易损失, 电化学法在快速检测方面具备一定优势, 但测试电极的灵敏性、抗干扰和稳定性方面有待提升。本研究通过比较盐酸 / 硝酸混合湿消解法以及硝酸 / 过氧化氢 – 微波消解法结合电感耦合等离子质谱仪测定有机肥中镉、砷、汞、铅、铬的含量, 旨在筛选出高效快速的统一化测试方法, 为有机肥料重金属污染的防控与监测提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

仪器: 电感耦合等离子质谱仪 (i Cap-Q, 赛默飞世尔科技公司, 美国); 微波消解仪 (MARS

收稿日期: 2022-12-14; 录用日期: 2023-03-06

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2022YFD1700105); 湖南省重点研发计划项目 (2021NK2029); 湖南省农业科技创新资金项目 (2017QN33)。

作者简介: 官迪 (1988-), 助理研究员, 硕士, 从事农田重金属污染修复与监测工作。E-mail: guandi127@126.com。

通讯作者: 吴家梅, E-mail: waloel@163.com。



6, CEM 公司, 美国); 万分之一电子分析天平 (ME 104E, 精密度 0.1 mg, 梅特勒-托利多公司, 瑞士); 石墨电热板 (HD-350B, 湖南昊德仪器设备有限公司, 中国)。

试剂: 硝酸 (65%)、盐酸 (37%)、过氧化氢 (30%), 上述试剂购自国药集团化学试剂有限公司, 优级纯; 氩气 (Ar): 高纯氩气 (>99.999%), 氦气 (He): 高纯氦气 (>99.999%), 汞溶液标准物质 [GBW (E) 081593, 1000 $\mu\text{g/mL}$, 国家标准物质中心]; 多元素标准溶液 (GSB 04-1767-2004, 100 $\mu\text{g/mL}$, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 质谱调谐液 (Ce, Co, ^6Li , Mg, Ti, Y, 1 $\mu\text{g/L}$), 实验室所用水为超纯水 (电阻: 18 $\text{M}\Omega/\text{cm}$)。

1.2 仪器工作条件

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS): 采用质谱调谐液对设备进行自动调谐校准, 使其分辨率, 氧化物比值, 特征元素信号值 (灵敏度) 符合仪器测定要求。测试过程中: 雾化器流速 1.01 L/min, 雾化室温度 3 ~ 4 $^{\circ}\text{C}$, 冷却气流速 14.00 L/min, 取样深度 8.0 mm, 等离子体高频入射功率 1550 W, 检测器电压 -2550.0 V, 炬管水平位置 -0.88 mm, 垂直位置 -0.30 mm。每个样品数据采集 3 个点, 间隔时间 0.01 s, 重复 3 次, 扫描 120 次; 测试过程中选用 KED 抗干扰模式, 碰撞反应气体为氦气, 气体流速 4.85 mL/min; 样品提取时间 50 s, 冲洗时间 20 s。

1.3 样品制备与检测

微波消解法: 称取约 0.15 g 的有机肥样品 (过 0.149 mm 筛) 置于微波消解管中, 加入 6 mL 硝酸, 摇匀后静置过夜, 加入 1 mL 过氧化氢, 混匀。微波消解升温程序如下: 第一阶段: 室温至 120 $^{\circ}\text{C}$, 保持 10 min; 第二阶段: 120 ~ 150 $^{\circ}\text{C}$, 保持 10 min; 第三阶段: 150 ~ 185 $^{\circ}\text{C}$, 保持 40 min。消解完全冷却后转移至 50 mL 容量瓶定容待测; 做空白实验。

湿法消解: 称取约 0.40 g 有机肥样品 (过 0.149 mm 筛) 于 100 mL 烧杯中, 加入 15 ~ 20 mL 王水 (盐酸与硝酸体积比 3 : 1 混合, 放置 30 min 后使用), 盖上表面皿, 静置过夜后置于 150 ~ 190 $^{\circ}$ 可调节电热板消化 30 min, 取下冷却, 转移至 50 mL 容量瓶定容待测。同时, 取同批样品, 前处理同上, 待样品在电热板微沸 30 min 后

移开表面皿, 蒸至近干, 取下冷却, 加入 2 mL 硝酸, 溶解后转移至 50 mL 容量瓶定容待测; 做空白实验。

移取 10 mL 多元素标液 (100 $\mu\text{g/mL}$) 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸, 定容摇匀 (中间液 1, 10 $\mu\text{g/mL}$), 以相同方式依次稀释, 得到中间液 2 (1 $\mu\text{g/mL}$)。单元素汞标准溶液: 移取 10 mL 汞标准溶液 (1000 $\mu\text{g/mL}$) 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸, 定容摇匀; 随后多次稀释得到汞标准溶液 (0.1 $\mu\text{g/mL}$)。

混标配置: 分别移取 0.00、0.10、1.00、2.00、5.00、10.00、20.00、50.00 mL 混合中间液 2 于 100 mL 容量瓶中, 同时移取 0.00、0.25、0.50、1.00、4.00、10.00、20.00、0.00 mL 汞标准溶液于上述容量瓶中, 采用与样品同浓度稀酸定容, 曲线浓度分别为 (铬, 砷, 铅, 镉/汞): 0.00/0.00、1.00/0.25、10.00/0.50、20.00/1.00、50.00/4.00、100.00/10.00、200.00/20.00、500.00/0.00 $\mu\text{g/L}$ 。

1.4 统计与分析

实验数据采用 Excel 2019 和 SPSS 20.0 进行统计分析。采用单因素方差分析 (Duncan 法, $P < 0.05$) 对不同处理下各元素含量差异显著性进行分析。

2 结果与分析

2.1 分析元素质量数的选择

根据电感耦合等离子体质谱仪元素分析特性, 综合选择 ^{52}Cr 、 ^{75}As 、 ^{111}Cd 、 ^{202}Hg 和 ^{208}Pb 作为分析对象。

2.2 方法检出限和定量限

由表 1 可知, 各个元素在 0 ~ 500 $\mu\text{g/L}$ 范围内具有较好的线性, 所有元素 r 值均大于 0.99985, 其中 Pb 的相关系数 r 为 0.99999; 所有溶液中参数浓度与信号值均呈一次函数。通过对 7 次独立空白样品测试, 计算得到方法检出限, 同时以 4 倍方法检出限计算得到定量限。与 NY/T 1978—2022 相比, 3 种不同消解处理下, 各元素方法定量限均符合标准中对相关元素的检出限要求; 镉、砷、汞的测试中, 湿法消解近干处理下方法定量限最低 (0.0021 ~ 0.040 mg/kg), 其次是湿法消解 30 min 处理; 铅、铬的测试中, 湿法消解 30 min 处理下方法定量限最低 (分别为 0.10、0.31 mg/kg)。

表 1 方法检出限、定量限实验结果

元素	处理	线性范围 (μg/L)	线性相关系数 <i>r</i>	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	校准曲线
镉	A	0 ~ 200	0.99988	0.0030	0.012	$y=4213.7x + 3219.9$
	B			0.0018	0.0072	
	C			0.024	0.097	
	D			0.50		
砷	A	0 ~ 200	0.99989	0.052	0.21	$y=1101.2x + 1108.3$
	B			0.010	0.040	
	C			0.10	0.41	
	D			0.50		
汞	A	0 ~ 20	0.99986	0.0049	0.020	$y=14068x - 577.5$
	B			0.00052	0.0021	
	C			0.0023	0.0093	
	D			0.20		
铅	A	0 ~ 500	0.99999	0.025	0.10	$y=73773x + 91890$
	B			0.030	0.12	
	C			0.033	0.13	
	D			1.00		
铬	A	0 ~ 500	0.99982	0.079	0.31	$y=7128.6x + 24410$
	B			0.13	0.51	
	C			0.081	0.32	
	D			1.00		

注：A 为湿法消解 30 min 处理；B 为湿法消解至近干；C 为微波消解；D 为 NY/T 1978—2022 方法检出限；*n*=7。

2.3 标准样品分析

采用电感耦合等离子体质谱仪测定有机肥中多元素成分分析标准物质（RMH-F001）中镉、砷、汞、铅、铬含量。肥料重金属元素的测定中，实验室常见的方法包括混酸-湿消解法和微波消解法，湿消解法的消解时间及终点选择影响最终测试结果。本实验对上述 3 种前处理方法进行了比较，由表 2 可见，参照有机肥标样参考值，湿法消解 30 min 处理下样品中砷、汞、铅元素含量均在参考值范围内，其中铅的偏离度为 9.1%，结果略高于标准样品下限；而样品中镉、铬元素含量均低于参考值下限。湿法消解至近干和微波消解处理下标准样品中镉、砷、汞、铅、铬含量均在参考值范围之内，其中微波消解处理下各元素的结果与参考值偏离度最小；与前人采用微波消解-ICP-MS 测定灌木枝叶（GBW07603）多元素相比^[13]，不同微波升温程序结合不同混酸消解酸体系均能准确测定目

标元素含量，可见微波消解体系对样品测定元素提取能力较好。

3 种消解处理下，标准平行样品间元素的相对标准偏差均小于 6%，相对偏差均符合 GB 23349—2020 中对平行样品结果误差的要求，稳定性好，微波消解处理条件下相对标准偏差最小（<3.2%），与前人研究结果一致^[14-15]；微波消解处理下标准样品平行值的相对相差符合 NY/T 1978—2022 中对平行样品结果误差的要求，湿法消解 30 min 处理下样品砷、铅以及湿法消解至近干处理下汞平行值的相对相差略高于 NY/T 1978—2022 要求，其他参数均符合 NY/T 1978—2022 标准要求。相较湿消解法而言，微波消解法为全程密闭高温高压处理，样品不易损失，操作简单，不易带来污染，消解更为充分。从标准样品结果准确度来看，有机肥中常见的 5 项重金属检测过程中，湿法消解至近干及微波消解法均能满足测试需求；微波消解法前处理过程无



需人工监控,可高效快速对有机肥样品进行批量预处理,硝酸/过氧化氢体系相比盐酸/硝酸混合处

理,对消解后样品基体干扰最小,平行测定结果误差符合相关标准要求,可优先选择。

表 2 3 种不同前处理下有机肥标准样品 (RMH-F001) 测定值和平行误差

元素	处理	测定值 (mg/kg)	相对标准偏差 (%)	相对偏差 (%)	相对相差 (%)	认定值 (mg/kg)
镉	A	5.31b	4.9	6.8	13.6	6.26 ± 0.61
	B	5.87a	3.5	4.7	9.4	
	C	5.90a	2.9	4.2	8.4	
砷	A	25.1	5.5	7.3	14.7	25.50 ± 2.74
	B	24.0	3.1	4.2	8.5	
	C	25.0	1.9	2.8	5.5	
汞	A	8.80a	3.4	4.9	9.8	8.58 ± 1.05
	B	8.35b	4.3	5.4	10.8	
	C	8.49ab	3.2	3.6	7.2	
铅	A	55.8b	3.6	5.4	10.7	61.4 ± 5.8
	B	64.8a	2.8	3.4	6.8	
	C	63.5a	1.7	2.2	4.4	
铬	A	182b	3.2	3.9	7.8	203 ± 18
	B	203a	4.4	5.0	9.9	
	C	201a	1.5	2.0	3.9	

注: A 为湿法消解 30 min 处理; B 为湿法消解至近干; C 为微波消解; n=6; 小写字母为 Duncan 检测结果,不同字母表示处理间存在显著差异 (P<0.05)。下同。

2.4 样品检测

对 4 个不同浓度有机肥样品的 5 个元素独立

消解测试 7 次,结果见表 3。所选有机肥类型分别为: S1 (牛粪-统糠有机肥)、S2 (鸡粪有机

表 3 4 个批次有机肥样品中 5 种元素的含量测定值和平行误差

批次	处理	镉				砷				汞				铅				铬			
		测量值	标准	相对	相对	测量	相对	相对	相对	测量值	标准	相对	相对	测量	相对	相对	相对	测量	相对	相对	相对
		(mg/kg)	偏差	(%)	(%)	(mg/kg)	偏差	(%)	(%)	(mg/kg)	偏差	(%)	(%)	(mg/kg)	偏差	(%)	(%)	(mg/kg)	偏差	(%)	(%)
S1	A	0.0481b	7.2	9.3	18.5	5.60	6.2	7.1	14.1	0.0110b	10.4	13.9	27.9	14.5b	2.7	3.8	7.5	35.5c	2.4	2.9	5.7
	B	0.0707a	2.6	3.4	6.8	5.32	3.4	4.5	9.0	0.0127a	10.7	16.5	32.9	16.2a	2.4	3.4	6.8	41.5b	1.5	2.2	4.5
	C	0.0705a	2.0	2.7	5.4	5.54	2.1	2.6	5.1	0.0130a	6.0	7.4	14.8	15.9a	1.9	3.1	6.3	42.8a	0.8	1.1	2.2
S2	A	0.536	11.6	17.5	35.0	2.30a	6.0	7.0	14.0	0.0532	12.5	17.6	35.2	4.11b	5.3	8.6	17.2	28.3b	14.0	18.1	36.1
	B	0.570	5.2	6.5	13.1	1.99c	4.7	6.2	12.5	0.0536	11.3	15.5	31.0	4.35a	8.1	10.7	21.4	34.7a	2.9	4.2	8.4
	C	0.557	1.4	2.0	3.9	2.14b	3.4	5.0	10.0	0.0527	3.6	4.4	8.8	4.31a	3.7	5.0	10.0	33.5a	2.2	3.2	6.5
S3	A	0.107c	3.8	4.9	9.8	8.96	5.2	5.9	11.7	0.0326b	3.7	5.0	9.9	23.3b	4.1	5.2	10.3	55.8c	2.3	2.8	5.6
	B	0.138a	2.7	3.7	7.5	8.89	2.2	2.9	5.8	0.0343a	4.1	6.4	12.8	26.4a	3.8	5.7	11.4	64.8b	1.4	2.2	4.4
	C	0.129b	1.3	1.7	3.4	8.89	1.8	2.1	4.3	0.0347a	2.4	2.9	5.8	25.7a	2.2	2.9	5.9	66.4a	1.1	1.5	3.0
S4	A	0.619	8.0	12.1	24.3	2.39a	5.3	6.1	12.3	0.109	11.1	15.7	31.3	7.20b	8.0	9.9	19.8	22.5b	14.6	21.0	42.1
	B	0.656	3.6	4.5	9.1	2.11c	4.0	5.3	10.7	0.110	10.1	13.8	27.6	7.90a	6.2	8.9	17.8	27.8a	3.0	4.4	8.8
	C	0.645	0.9	1.3	2.7	2.25b	2.9	4.3	8.6	0.108	3.2	3.9	7.8	7.93a	6.8	9.0	18.0	26.8a	2.3	3.4	6.7

注: n=7。

肥)、S3(微生物源氨基酸有机肥)、S4(羊粪有机肥);A、B、C处理下各元素相对标准偏差分别为2.3%~14.6%、1.4%~11.3%、0.8%~6.7%;其中,B、C处理下平行样品的相对偏差和相对相差值符合GB 23349—2020、NY/T 1978—2022中对平行样品结果误差的要求,A处理下待测样品中铬(S2、S4)、砷(S3)参数平行测定结果误差高于相关标准要求;镉、铅、铬、汞元素测定中,在 $P<0.05$ 水平下,微波消解和湿法消解至近干处理下元素消解提取效率高于湿法消解30 min处理;砷元素测定中,在 $P<0.05$ 水平,微波消解处理下元素消解提取效率高于湿法消解至近干处理。微波消解处理样品各元素测试结果相对标准偏差在3种预处理方法中最小,结果稳定性好。

2.5 加标回收

按照实验方法进行样品前处理,分别向装有样品消解液的容器中加入3个不同剂量的重金属混合溶液,进行回收率测试,结果见表4。结果表明,ICP-MS法对试样中各元素的平均回收率为99.4%~102.9%,准确度高,加标回收率符合GB/T 27417—2017^[16]的要求。

表4 加标回收率测试

元素	背景值 (μg)	添加量 (μg)	测定量 (μg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
镉	14.5	5.0	18.8	96.6	99.4
		10.0	25.1	102.5	
		20.0	34.2	99.2	
砷	11.7	5.0	17.9	107.3	102.9
		10.0	22.3	102.9	
		20.0	31.2	98.5	
汞	2.22	1.0	3.3	103.1	100.9
		2.0	4.1	97.4	
		3.0	5.3	102.1	
铅	43.5	20.0	64.5	101.6	102.3
		50.0	96.2	102.9	
		80.0	126.5	102.5	
铬	52.6	20.0	74.6	102.7	101.4
		50.0	101.4	98.8	
		80.0	136.2	102.7	

3 结论

本研究比较了几种常见有机肥重金属检测前处理方法,湿法消解至近干-电感耦合等离子体质

谱法和微波消解-电感耦合等离子体质谱法均适用于测定有机肥中镉、砷、汞、铅、铬的含量,其测试结果准确,精密度高。微波消解法相较传统湿法消解而言,操作高效便捷,检出限低,测试结果稳定性好,有机肥标准样品中各元素测试结果相对标准偏差为1.5%~3.2%,结果偏离度低;4个不同类型有机肥7次平行样品测试结果相对标准偏差为0.8%~6.8%,相对偏差为1.1%~9.0%,相对相差为2.2%~18.0%,平行样品的相对偏差和相对相差均符合GB 23349—2020及NY/T 1978—2022中对平行样品结果误差的要求;微波消解结合ICP-MS法可准确定量有机肥中含量大于0.097 mg/kg的镉、0.41 mg/kg的砷、0.0093 mg/kg的汞、0.13 mg/kg的铅和0.32 mg/kg的铬,该方法的定量限远低于有机肥标准中关于上述5种元素的要求限值^[6],能有效快速监测有机肥料生产、施用过程中重金属的含量阈值,为有机肥原料的科学筛选提供技术保障,同时为有机肥料中镉、砷、汞、铅、铬等元素的统一化检测提供参考。

参考文献:

[1] 施梦馨,王豪吉,土馨雨,等.施用有机肥对碱性土壤理化特征与作物生长的影响[J].云南师范大学学报(自然科学版),2022,42(1):50-57.

[2] 安雨丽,李顺晋,张育文,等.有机肥施用年限对菜地重金属累积迁移的影响[J].西南大学学报(自然科学版),2022,44(9):41-51.

[3] Xu Q T, Zhang M K. Source identification and exchangeability of heavy metals accumulated in vegetable soils in the coastal plain of eastern Zhejiang province, China[J]. Ecotoxicology and Environmental Safety, 2017, 142: 410-416.

[4] Zhen H Y, Jia L, Huang C D, et al. Long-term effects of intensive application of manure on heavy metal pollution risk in protected-field vegetable production[J]. Environmental Pollution, 2020, 263: 114552.

[5] 孙玉桃,黄凤球,杨茜,等.湖南省商品有机肥料质量与重金属污染程度分析[J].中国土壤与肥料,2020(3):176-181.

[6] NY/T 525—2021,有机肥料[S].

[7] NY/T 1978—2022,肥料汞、砷、镉、铅、铬、镍含量的测定[S].

[8] GB/T 18877—2020,有机无机复混肥料[S].

[9] GB/T 23349—2020,肥料中砷、镉、铬、铅、汞含量的测定[S].

[10] 李亚丽,张育维,孙蓟锋,等.肥料中重金属元素镍含量测定方法的研究[J].中国土壤与肥料,2022(9):216-223.

- [11] Doner G, Ege A. Evaluation of digestion procedures for the determination of iron and zinc in biscuits by flame atomic absorption spectrometry [J]. *Analytica Chimica Acta*, 2004, 520 (1-2): 217-222.
- [12] 巩佳第, 章路, 孙玉梅, 等. 微波消解-ICP-MS法测定有机肥料中8种元素[J]. *中国土壤与肥料*, 2022 (9): 235-242.
- [13] 梁莹, 王红梅, 张玲玉, 等. 五种常见重金属的电化学检测研究进展[J]. *分析实验室*, 2022, 41 (5): 600-608.
- [14] 李兴根, 陆杰, 黄银波. 电感耦合等离子体质谱法测定有机肥料中砷、镉、铅、铬、汞的含量[J]. *理化检验 (化学分册)*, 2017, 53 (7): 792-795.
- [15] 吴玉萍, 林小峰, 孔光辉, 等. 微波消解-ICP-MS法快速测定有机肥中砷、铅、镉、镍和铬[C]. *云南省烟草学会优秀论文集*, 2015: 339-343.
- [16] GB/T 27417—2017, 合格评定 化学分析方法确认和验证指南[S].

Determination of cadmium, arsenic, mercury, lead and chromium in organic fertilizer by microwave digestion combined with inductively coupled plasma mass spectrometry

GUAN Di, CHEN Shan, TIAN Fa-xiang, JI Xiong-hui, LONG Shi-ping, WU Jia-mei* (Hunan Academy of Agriculture Sciences/ Ministry of Agriculture Key Laboratory of Agriculture Environment in Middle Reach Plain of Yangtze River/ Key Lab of Prevention, Control and Remediation of Soil Heavy Metal Pollution in Hunan Province, Changsha Hunan 410125)

Abstract: Inductively couple plasma mass spectrometry (ICP-MS) was used to compare the extraction effects of wet digestion for 30 min, wet digestion to near-dry and microwave digestion on cadmium, arsenic, mercury, lead and chromium from organic fertilizers, and a method for the determination of multiple heavy metal elements from organic fertilizers for the unified measurement by ICP-MS was established. The results indicated that after the wet digestion to near-dry digestion and microwave digestion, the method quantification and standard value deviation of five heavy metals content in standard material for multielement composition analysis of organic fertilizer (RMH-F001) from standard value were less than 6.3% and 5.7%, respectively, and the estimated values were in line with the standard value range. The stability of data under the treatment of microwave digestion with nitric acid-hydrogen peroxide system was the best, the relative standard deviation was 0.8%–6.8%, the relative deviation was 1.1%–9.0%, relative difference values was 2.2%–18.0% and the standard addition recoveries was 99.4%–102.9%. The microwave digestion combined with ICP-MS could be used as a conventional method for the unified measurement of five heavy metals in organic manure.

Key words: wet digestion; microwave digestion; heavy metal; organic fertilizer; unified detection