

# 原子吸收分光光度法测定有机肥料中铬元素含量

王影,查琳,王国明,张益恺,白钰,宋莹莹,郭畅冰,徐芳菲\*

(吉林人参研究院,吉林省长春市,130033)

**摘要** 采用原子吸收分光光度法对比三种不同前处理方法对有机肥料中铬元素检测结果的影响,并进行方法验证。结果表明:采用湿法消解进行样品前处理,结合原子吸收分光光度法检测有机肥料中铬元素的含量,操作方法简单,待测元素损失小。经方法学实验结果表明,铬元素在0.00~1.00mg/L浓度范围内,与吸光度值呈良好线性关系,相关系数为0.9998,检出限为0.0074mg/L,定量限为0.022mg/L,精密度RSD为1.615%,重复性RSD为1.18%,样品加标回收率为103.94%~108.94%。该方法准确、灵敏且方便迅速,适用于有机肥料中重金属铬元素的测定,可为有机肥料中重金属及有害元素的检测与控制提供参考。

**关键词** 有机肥料;湿法消解;原子吸收分光光度法;重金属;铬

中图分类号:0657.31 文献标识码:B

文章编号:1008-0899(2026)06-0012-03

我国是农业大国,人口众多。近年来随着环保意识的不断提升,有机肥料作为农业生产的重要肥料之一,越来越多地被使用。有机肥料富含有机酸、有机质、糖类及作物生长必需的营养元素等物质。有机肥料的使用,对于培肥地力,土壤的改良,增加农作物产量,生态农业的发展,起到非常重要的作用<sup>[1-2]</sup>。

随着有机肥料来源和种类的增加,成分越来越复杂,质量参差不齐,甚至一些有机肥产品存在着重金属严重超标的问题。铬是有机肥料中常见的重金属元素,在环境中不能被降解,有很强的氧化性、蓄积性和污染性,对人体具有很强的致敏和致癌作用,长时间摄入能够引起肺癌等多种疾病,对人体产生严重危害。因此,对有机肥料中铬的准确检测和评价极为重要<sup>[3-5]</sup>。本文比较了湿法消解、微波消解和干灰化法三种不同前处理方法对有机肥料中铬检测结果的影响,采用原子吸收分光光度法进行方法验证,并对30批有机肥料进行制样、测试和分析,旨在对有机肥料中重金属的监督检测工作

提供参考依据和数据支持。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器

原子吸收分光光度计(配空气-乙炔燃烧器,安捷伦,240FSAA),电子分析天平(赛多利斯,SQP型),电热板(上海邦西,DB-XAB),超纯水机(威立雅水处理技术,ELGA DI),电热鼓风干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司,DHG-9140A),电热消解仪(莱伯泰科,ED54),微波消解仪(麦尔斯通,ETHOS UP),马弗炉(雅马拓,FO410C)。

### 1.2 材料与试剂

铬(Cr)标准液(1000 $\mu$ g/mL,国家有色金属及电子材料分析测试中心),硝酸(西陇科学股份有限公司,优级纯),盐酸(西陇科学股份有限公司,优级纯),高纯乙炔(长春巨洋气体有限责任公司,纯度 $\geq$ 99.99%),有机肥料(购于通化县),有机肥料质控样(萘析精选,RMH-F140)。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 样品前处理方法

##### 1.3.1.1 湿法消解

称取有机肥料试样0.5g,于50mL消解容器中,加硝酸1mL、盐酸3mL,加盖子缓慢加热,剧烈反应之后,盖子那个缝隙再加热,让酸挥发临近干涸,将硝酸赶尽。待冷却之后,加0.5mol/L的盐酸溶液5mL,继续进行加热,最后冷却到室温,转至25mL容量瓶内,用水定容,混匀后过滤,滤液备用。同法制

作者简介:王影(1986~),女,吉林德惠人,硕士,助理研究员,研究方向:食品科学、植物化学。

通讯作者:徐芳菲(1982~),女,吉林集安人,硕士,正高级工程师,研究方向:植物化学。

备空白溶液和质控样品溶液。

### 1.3.1.2 微波消解

称取有机肥料试样0.5g,放入消解罐里,加入5mL硝酸,浸泡过夜,消解罐安装完毕放入微波消解仪中。消解结束之后,取出在电热板上进行加热,直到红棕色酸蒸汽挥发尽后,继续慢慢加热剩约2mL,冷至室温,转至25mL容量瓶内,用水定容,摇匀备用。同法制备空白溶液和质控样品溶液。

### 1.3.1.3 干灰化法

称取0.5g有机肥料试样于干净的坩埚中,在电炉子上小火加热,碳化直至无烟,再放入马弗炉里,500℃灰化6h,拿出放冷;若样品未灰化完全,在坩埚内再加硝酸3mL,放电炉子上继续小火缓慢蒸干,再放马弗炉里500℃灰化1h,直到样品呈灰白色完全灰化。冷却至室温后,用1%硝酸溶液将灰分充分溶解,转至25mL容量瓶内,用水定容,摇匀备用。同法制备空白溶液和质控样品溶液。

### 1.3.2 标准溶液的配制

使用标准物铬(Cr)配制标准溶液,溶剂为0.5mol/L盐酸溶液,配制成浓度为0.00mg/L、0.05mg/L、0.20mg/L、0.40mg/L、1.00mg/L的标准溶液。

### 1.3.3 仪器参数

波长357.9nm,狭缝0.2nm,灯电流5.0mA。

### 1.3.4 样品测定

吸取标准溶液、空白溶液、样品溶液,测定其吸光度,以铬标准溶液浓度和对应的吸光度绘制标准曲线,计算试样中铬的含量。

### 1.3.5 方法学实验

#### 1.3.5.1 线性关系考察

配制系列浓度标准溶液,分别进样分析,以铬(Cr)浓度为横坐标(X),对应吸光度为纵坐标(Y),绘制标准曲线。

#### 1.3.5.2 检出限和定量限

样品进行处理后制备平行空白试剂溶液进样分析,计算检出限、定量限。

#### 1.3.5.3 精密度实验

采用铬(Cr)标准溶液进行检测,连续进样6次,计算相对标准偏差RSD值。

#### 1.3.5.4 重复性实验

称取有机肥料样品平行6份,依1.3.1.1法处理后进样,计算试样中铬(Cr)的平均含量及RSD值。

#### 1.3.5.5 准确度实验

称取有机肥料样品平行6份,分别加入铬标准溶液,依1.3.1.1法处理后进样,按照公式计算回收率。

## 2 结果与分析

### 2.1 样品前处理方法比较

通过实验对比三种不同的前处理方法对有机肥料中铬检测结果的影响,结果见表1。采用湿法消解和微波消解处理过的质控样品,其测量值在质控范围内,而用干灰化法进行前处理的质控样品其测量值未在质控范围内,且湿法消解处理的平行样品重复性较好,RSD为三种前处理方法中最小,RSD仅为1.18%。湿法消解还具有消解完全、低残留、干扰少、成本低和操作简便等多方面优势。综合评价最终选择湿法消解进行样品前处理,并结合原子吸收分光光度法对有机肥料中铬元素检测进行方法验证实验。

表1 三种前处理方法对比(n=6)

方法	湿法消解	微波消解	干灰化法
平均值 (mg/kg)	18.04	18.53	14.58
相对标准偏差RSD(%)	1.18	1.35	1.77
质控样品* (mg/kg)	18.9	19.35	15.45
消解效果	消解完全	消解完全	消解不完全
设备成本	较低设备成本	较高设备成本	较低设备成本

注:质控样品\*的质控值为19.6±3.8。

### 2.2 线性关系考察

结果表明铬(Cr)元素在0.00~1.00mg/L浓度范围内,与吸光度值呈良好线性关系,回归方程为Abs=0.03838C-0.00130,相关系数为0.9998。

### 2.3 检出限和定量限

检出限和定量限均采用基于响应值标准偏差和标准曲线斜率法进行分析。检出限根据LOD=3.3σ/S公式进行计算;定量限根据LOQ=10σ/S公式进行计算,式中σ为测定空白响应值的标准偏差,S为标准曲线斜率。检出限和定量限结果见表2。

### 2.4 精密度、重复性、准确度实验

精密度实验RSD为1.615%,重复性实验平均含

量为18.04mg/kg, RSD为1.18%, 准确度实验回收率在103.94%~108.94%之间, 平均回收率为106.86%。表明仪器精密度良好, 重复性高, 回收率良好, 结果见表2。

表2 方法验证实验测定结果

元素	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	精密度 (RSD/%)	重现性 (RSD/%)	准确度 (平均回收率/%)
铬	0.0074	0.022	1.615	1.18	106.86

### 2.5 样品测定

取30个不同批次的有机肥料样品, 依1.3.1.1法处理后进样, 通过公式计算各个试样中铬(Cr)的含量, 测定结果见表3。

表3 样品测定结果(mg/kg)

批次	铬(Cr)(mg/kg)	批次	铬(Cr)(mg/kg)
1	9.3	16	19
2	11.6	17	21.1
3	16.1	18	18.85
4	20.7	19	12.9
5	31.6	20	19.75
6	6.85	21	25
7	7.4	22	17.15
8	14.3	23	46.35
9	27.45	24	23.4
10	21.9	25	16.85
11	18.1	26	26.6
12	14.95	27	36.75
13	41.5	28	8.65
14	22.6	29	17.8
15	15.6	30	29.65

### 3 结果与讨论

有机肥料是我国农业生产中非常重要的肥料, 发挥着极其重要的作用。然而, 近年来一些有机肥料重金属含量存在超标问题, 掌握重金属含量状况是有机肥料安全施用的重要保障。

本文采用湿法消解、微波消解和干灰化法分别进行样品前处理, 探究三种前处理方法对有机肥料中铬检测的影响。实验结果表明, 湿法消解对样品处理的条件和试剂选择性比较灵活, 消解完全且时间较短, 可提高样品检测的准确性和效率。湿法消解具有使用设备简单、对实验操作要求低、消解温度低、对样品基质适用性广、适用性强、应用广泛等优点, 且可以同时处理多个样品, 是目前操作较为容易、危险性较低且成本较低的一种操作技术, 被广泛应用于样品重金属检测的前处理。李跃彬<sup>[6]</sup>探讨干灰化法和湿法消解两种方式对测铅的影响。结果证明湿法消解比干灰化法的效果更好。

### 4 结论

本文采用湿法消解结合原子吸收分光光度法测定有机肥料中铬的含量, 并进行了系统的方法学研究。结果表明, 铬元素在0.00~1.00mg/L浓度范围内, 与吸光度值呈良好线性关系, 检出限、定量限分别为0.0074mg/L、0.022mg/L, 精密度、重复性RSD均<2%, 回收率为103.94%~108.94%。该法稳定、准确、干扰少, 操作简便, 成本较低, 为有机肥料的重金属检测工作和质量控制奠定了基础。

### 参考文献

- [1] 周小淋. X荧光光谱法测定有机肥中的金属元素砷、铬、铅[J]. 山西化工, 2024, 218(1):54-55.
- [2] 范珊珊, 刘继远, 高飞, 等. 北京商品有机肥重金属含量与污染程度分析[J]. 安徽农业科学, 2021, 49(10):83.
- [3] 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.
- [4] 胡引. 遵义市常用有机肥料重金属含量分析及污染风险评估[J]. 安徽农业科学, 2022, 50(7):55-58.
- [5] 王国琴, 江俊, 袁荣辉, 等. 六价铬的分析方法研究进展[J]. 理化检验-化学分册, 2017, 53(4):494-496.
- [6] 李跃彬. 原子吸收分光光度法测定铅的两种前处理方法比较研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(8):3124-3128.