

# 采用 ICP—AES 测定镉、铅、铜与锌过程中相互干扰关系研究

依艳丽, 袁春龙, 张大庚, 栗 杰

(沈阳农业大学 土地与环境学院, 辽宁 沈阳 110161)

**摘要:** 配制不同浓度镉、铅、铜与锌的混合溶液, 而后应用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP—AES)对这 4 种元素进行测定, 以研究应用 ICP—AES 测定镉、铅、铜与锌时, 镉、铅、铜与锌之间的干扰关系。结果表明: 镉、铅、铜与锌在一定的浓度范围内均存在一定的干扰。当被测元素镉、铅、铜的浓度为 0.01 mg/L 时, 干扰元素锌对这 3 种元素的干扰均较大; 当被测元素铅的浓度为 1 mg/L 时, 锌对铅的干扰较大, 对镉、铜这一浓度的干扰较小; 当被测元素镉、铅、铜的浓度为 10 和 100 mg/L 时, 锌对这 3 种元素干扰较小。当锌的浓度为 0.01, 1 mg/L 时, 镉、铅、铜 3 种元素对锌的干扰最大, 影响顺序为: 镉 > 铅 > 铜; 当被测元素锌浓度为 10 和 100 mg/L 时, 镉、铅、铜对锌测定影响较小。

**关键词:** ICP—AES; 镉; 铅; 铜; 锌; 干扰

**中图分类号:** O657.31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-3268(2008)11-0072-04

## Studies on the Interferences of Cd, Pb, Cu and Zn with ICP—AES

YI Yan-li, YUAN Chun-long, ZHANG Da-geng, LI Jie

(College of Land and Environment, Shenyang Agricultural University, Shenyang 110161, China)

**Abstract:** To study the interferences of Cd, Pb, Cu and Zn with method of ICP-AES, different concentration of Cd, Pb, Cu and Zn of mix solution were confected and evaluated by ICP—AES. Results showed that certain concentration of Cd, Pb, Cu and Zn has the interferences. When the density of Cd, Pb, Cu is 0.01mg/L, Zn has a bigger interference effect to these three kind of element's determination influence. When the density of Pb is 1mg/L, Zn has a bigger interference effect to the Pb determination influence, to Cd, Cu this density's determination influence is small. When the density of Cd, Pb, Cu is 10 and 100mg/L, Zn has a smaller interference effect to these three kind of element determination influence. When the density of Zn is 0.01 and 1mg/L, the Cd, Pb, Cu three kind of elements have a greatest interference effect to the Zn determination influence. The affect the order are: Cd > Pb > Cu. When the density of Zn is 10 and 100mg/L, Cd, Pb, the interference effect of Cu are smaller than the Zn determination influence.

**Key words:** ICP-AES; Cd; Pb; Cu; Zn; Interferences

目前, 土壤重金属污染日趋严重, 因此, 对土壤的重金属检测则愈显重要。测定重金属元素的方法很多, 如原子荧光法、原子吸收法等。但是这些方法分析速度较慢, 并且难于进行多元素分析。而近年来, 电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP—AES)因其具有分析速度快, 谱线选择范围宽, 检出

限低, 准确度和精度高等优点, 日益得到人们的青睐, 目前, 在各领域都有着广泛的应用。前人通过 ICP—AES 测定了水质<sup>[1, 2]</sup>、材料<sup>[3, 4]</sup>、环境物料和生物物料<sup>[5, 6]</sup>等中的多种微量元素, 对其回收率, 精密度进行了研究, 在应用于土壤方面也有一定的报道, 有人测定了土壤中的铜、铅、锌等元素<sup>[7, 8]</sup>, 还有一

收稿日期: 2008-05-27

作者简介: 依艳丽(1961-), 女, 辽宁沈阳人, 教授, 博士, 主要从事土壤物理和土壤重金属方面的研究。

些关于不同消煮方式对重金属测定结果影响的研究报道<sup>[9-10]</sup>。总体来说, ICP—AES 虽然在各领域都得到了广泛的应用, 在土壤分析上也有一些应用性的报道, 但具体的相关适用性条件研究并不多, 如在测定过程中, 哪些元素存在干扰, 产生干扰的浓度范围等。镉、铅、铜、锌是污染土壤中常见的几种重金属元素, 由于自然土壤的成分复杂, 因此, 本研究首先利用镉、铅、铜、锌的不同浓度纯溶液, 系统研究了锌元素与另 3 种元素之间的相互干扰作用, 旨在为 ICP—AES 更好的应用于土壤重金属检测提供一定的理论参考。

1 材料和方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器 电感耦合等离子体发射光谱仪

1.1.2 试剂 标准溶液: 由光谱纯试剂制备镉、铅、铜、锌混合标准溶液。样品溶液: 由分析纯试剂氯化镉、氯化锌、硝酸铅、氯化铜制备。

1.1.3 仪器工作参数 功率 1.00 kW, 等离子体气流量 15.0 L/min, 辅助气流量 1.50 L/min, 雾化器压力 200 kPa, 读数次数 3 次, 一次读数时间 5 s, 仪器稳定延时 15 s, 泵速 15 r/min。

1.2 试验设计

试验采用四因素四水平设计, 镉、铅、铜、锌分别设置 0.01, 1, 10, 100 mg/L 4 个浓度梯度。各元素检出谱线及检出限见表 1。

表 1 各元素的检测谱线及检出限

元素	谱线 (nm)	检出限 (mg/L)
Cd	228.802	0.0003
Pb	220.353	0.0025
Cu	224.700	0.0004
Zn	206.200	0.0003

2 结果与分析

2.1 锌对镉、铅、铜的干扰

2.1.1 锌对镉的干扰 由表 2 可知, 当被测元素镉含量为 0.01 mg/L 时, 不同浓度干扰元素锌对镉的测定均有较大的干扰, 当锌浓度为 0.01 mg/L 和 1 mg/L 时, 镉的含量未检出, 而当锌浓度为 10 mg/L 和 100 mg/L 时, 镉的含量又偏高, 测定值的误差率为 26% 和 48%。当镉含量为 1 mg/L 和 10 mg/L 时, 锌对镉测定结果的干扰相对较小。当镉含量为 100 mg/L 时, 镉测定结果的误差率较大, 均在 -28% 左右, 但不同浓度锌对镉干扰较小。

表 2 锌对镉测定结果的影响

处理 (mg/L)	Cd1 (0.01 mg/L)		Cd2 (1.0 mg/L)		Cd3 (10 mg/L)		Cd4 (100 mg/L)	
	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)
Zn1 (0.01)	0.0000	-100.00	1.0008	0.08	10.0116	0.12	70.2988	-29.70
Zn2 (1.0)	0.0000	-100.00	1.0190	1.90	10.0031	0.03	71.7475	-28.25
Zn3 (10)	0.0126	26.00	1.0236	2.36	10.0101	0.10	71.3356	-28.66
Zn4 (100)	0.0148	48.00	1.0646	6.46	9.9987	-0.01	71.1423	-28.86

2.1.2 锌对铅的干扰 由表 3 可知, 当被测元素铅的含量为 0.01 mg/L 时, 干扰元素锌对铅的测定均有较大的干扰, 测定值的误差率在 100% ~ 918%。因此, 锌在铅浓度较低的条件, 对其测定结果干扰

较大。当铅含量为 1 mg/L 时, 锌对铅的干扰也较大, 测定值的误差率在 -14.31% 到 -48.98% 之间。当铅的含量为 10 mg/L 和 100 mg/L 时, 铅测定结果的误差率较小, 在 -3.18% 到 1.26% 之间。

表 3 锌对铅测定结果的影响

处理 (mg/L)	Pb1 (0.01 mg/L)		Pb2 (1.0 mg/L)		Pb3 (10 mg/L)		Pb4 (100 mg/L)	
	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)	测定浓度 (mg/L)	误差率 (%)
Zn1 (0.01)	0.0200	100.00	0.5102	-48.98	9.6819	-3.18	101.2620	1.26
Zn2 (1.0)	0.0616	516.00	0.5601	-43.99	9.7825	-2.18	100.8210	0.82
Zn3 (10)	0.1001	901.00	0.8510	-14.90	9.7717	-2.28	100.2530	0.25
Zn4 (100)	0.1018	918.00	0.8569	-14.31	9.7015	-2.99	97.8626	-2.14

2.1.3 锌对铜的干扰 由表 4 可知, 当被测元素铜的含量为 0.01 mg/L 时, 不同浓度锌对铜的测定均有较大的干扰, 测定值的误差率在 36% ~ 92%。当铜的含量为 1 mg/L 时, 其误差率也较大, 在 -4.64%

和 -8.25% 之间, 当铜含量为 10 和 100 mg/L 时, 误差率较小, 表明高浓度的铜受锌的干扰较小。总体来讲, 随干扰元素锌含量的增加对铜的干扰有增加的趋势。

表 4 锌对铜测定结果的影响

处理(mg/ L)	Cu1(0.01mg/ L)		Cu2(1.0mg/ L)		Cu3(10mg/ L)		Cu4(100mg/ L)	
	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)
Zn1(0.01)	0.013 6	36.00	0.953 6	-4.64	9.971 5	-0.29	100.387 0	0.39
Zn2(1.0)	0.015 6	56.00	0.943 1	-5.69	9.982 5	-0.18	99.194 6	-0.81
Zn3(10)	0.017 6	76.00	0.924 7	-7.53	10.012 2	0.12	99.015 3	-0.99
Zn4(100)	0.019 2	92.00	0.917 5	-8.25	10.021 0	0.21	95.171 9	-4.83

2.2 镉、铅、铜对锌的干扰

2.2.1 镉对锌的干扰 由表 5 可知,当被测元素锌的含量为 0.01 和 1 mg/L 时,不同浓度镉对锌的测定均有较大的干扰,测定值的误差率在-33%和-100%之间。当锌含量为 10 和 100 mg/L 时,干扰

元素镉对锌测定结果的干扰相对较小,误差率在-0.20%和-1.12%之间。总体来讲,干扰元素镉在锌浓度较低条件下,对其测定结果干扰很大。另外,随着干扰元素镉含量的增加,其对锌的干扰呈明显增加的趋势。

表 5 镉对锌测定结果的影响

处理(mg/ L)	Zn1(0.01mg/ L)		Zn2(1.0mg/ L)		Zn3(10mg/ L)		Zn4(100mg/ L)	
	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)
Cd1(0.01)	0.006 7	-33.00	0.626 7	-37.33	9.980 1	-0.20	99.719 8	-0.28
Cd2(1.0)	0.000 0	-100.00	0.371 3	-62.87	9.977 1	-0.23	99.023 0	-0.98
Cd3(10)	0.000 0	-100.00	0.352 3	-64.77	9.976 5	-0.24	99.001 5	-1.00
Cd4(100)	0.000 0	-100.00	0.309 2	-69.08	9.965 3	-0.35	98.884 2	-1.12

2.2.2 铅对锌的干扰 由表 6 可知,当被测元素锌的含量为 0.01 mg/L 时,低浓度铅(1,0.01 mg/L)对锌的测定有较大的干扰,测定值的误差率为 32%和 46%。添加铅浓度为 100mg/L 时,对锌的干扰

也很大。当锌含量为 1mg/L 时,铅对锌测定结果的干扰也较大,在-15.51%和-57.96%之间。当锌含量为 10 和 100 mg/L 时,铅对锌测定结果的干扰相对较小,在-0.01%和-4.85%之间变化。

表 6 铅对锌测定结果的影响

处理(mg/ L)	Zn1(0.01mg/ L)		Zn2(1.0mg/ L)		Zn3(10mg/ L)		Zn4(100mg/ L)	
	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)
Pb1(0.01)	0.014 6	46.00	0.844 9	-15.51	9.998 7	-0.01	99.859 8	-0.14
Pb2(1.0)	0.013 2	32.00	0.841 1	-15.89	9.995 6	-0.04	98.613 9	-1.39
Pb3(10)	0.010 5	5.00	0.825 2	-17.48	9.987 8	-0.12	96.353 3	-3.65
Pb4(100)	0.000 0	-100.00	0.420 4	-57.96	9.881 8	-1.18	95.150 4	-4.85

2.2.3 铜对锌的干扰 由表 7 可知,当被测元素锌的含量为 0.01 mg/L 时,不同浓度铜对锌的测定均有较大的干扰,铜的添加量为低浓度时(0.01,1 mg/L),锌测定值的误差率为-41%和-11%,而铜添加量达到 10 和 100 mg/L 时,锌测定值的误差率为 21%和 49%,表明被测元素锌在浓度较低条件下,铜对其

测定结果干扰较大。当锌含量为 1mg/L 时,随着铜添加量的增加,铜对锌的干扰逐渐增强,误差率在-0.53%和-7.02%之间。当锌含量为 10mg/L 时,铜对锌干扰较小。当锌含量为 100 mg/L 时,铜对锌的测定仍有一定干扰,误差率在-5.28%和 1.82%之间。

表 7 铜对锌测定结果的影响

处理(mg/ L)	Zn1(0.01mg/ L)		Zn2(1.0mg/ L)		Zn3(10mg/ L)		Zn4(100mg/ L)	
	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)	测定浓度(mg/ L)	误差率(%)
Cu1(0.01)	0.005 9	-41.00	0.994 7	-0.53	10.012 8	0.13	101.820 0	1.82
Cu2(1.0)	0.008 9	-11.00	0.983 2	-1.68	10.001 7	0.02	96.760 6	-3.24
Cu3(10)	0.012 1	21.00	0.960 1	-3.99	9.991 3	-0.09	94.717 7	-5.28
Cu4(100)	0.014 9	49.00	0.929 8	-7.02	9.981 5	-0.19	94.804 8	-5.20

3 结论

3.1 锌对镉、铅、铜测定结果的影响

当镉、铅、铜的浓度为 0.01 mg/L 时,锌对这 3 种元素的干扰均较大。当铅的浓度为 1 mg/L 时,锌对铅干扰较大,对这一浓度镉、铜的干扰较小。当

镉、铅、铜的浓度为 10 mg/L 时,锌对这 3 种元素干扰较小。当镉的浓度为 100 mg/L 时,锌对镉干扰的误差率相对较大,但不同浓度锌对镉干扰的误差率差异较小,均在-28%左右,说明 ICP—AES 测定过程中,镉浓度较高时,测定结果本身存在较大的误差,而并不完全是其他元素的干扰作用。随干扰元

素锌浓度的增加, 对被测元素镉、铅、铜的干扰有一定的增加趋势。

### 3.2 镉、铅、铜对锌测定结果的影响

当锌的浓度为 0.01 mg/L 时, 镉、铅、铜 3 种元素对锌的干扰最大, 误差率最大为 100%。其中镉的干扰大于铅和铜。当锌的浓度为 1 mg/L 时, 镉、铅、铜 3 种元素对锌的干扰显著降低, 3 种元素干扰顺序为: 镉> 铅> 铜。当锌浓度为 10 mg/L 时, 3 种元素对锌干扰最小, 误差率仅在-1.18%和 0.13%之间, 其中铜的干扰最小。且 3 种元素浓度对锌干扰差异较小。当被测元素锌浓度为 100 mg/L 时, 3 种元素对锌的干扰误差率仅在-5.28%和 1.82%之间, 其中铜的干扰最大。

#### 参考文献:

[1] 陈建斌, 游宗保, 许斌. IRIS/AP—ICP—AES 法同时测定地表水中的铜、铅、锌、Mn 和镉[J]. 光谱实验室, 2002, 19(3): 367—370.  
[2] 纪桂芬, 赵晓晨. ICP—AES 法测定生活饮用水中铅、钡、钼等八种微量元素[J]. 现代科学仪器, 2000(6):

34—35.

[3] 周文勇, 付明. 用 ICP—AES 法测定氰化镀银溶液中铜、铁、铅、镉、钙、镁含量[J]. 材料保护, 2008, 41(1): 73—75.  
[4] 唐华应, 方艳, 刘惠丽, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨铁合金中铅锡铋[J]. 冶金分析, 2007, 27(12): 43—45.  
[5] 陈新, 李崇瑛, 陈子岩. ICP—AES 连测饲料中的 Ca, P, Cr, Cd, Pb, As[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14(3): 41—44.  
[6] 马仲武, 胡超涌, 韩鸿印, 等. 微波消解 ICP—AES 法测量铁锰结壳中的砷[J]. 分析实验室, 2007, 26(5): 50—52.  
[7] 徐爱列. ICP—AES 测定海娜植物及土壤中镉、铜、铅、铊[J]. 安徽农业科学, 2007, 35(21): 6353—6354.  
[8] 田晓娅, 陈超子. 应用 ICP—AES 法同时测定土壤中 27 种元素的方法研究[J]. 土壤通报, 1993, 24(4): 188—190.  
[9] 吴红文, 黄坚萍. 微波消解/ICP—AES 法测定土壤中的金属元素[J]. 上海水务, 2007, 23(4): 14—16.  
[10] 罗小红, 何靖, 林毓. 沸水浴王水提取土壤样品 Pb, Cr, Cd, As 的探讨[J]. 广西农业科学, 2007, 38(5): 547—549.

(上接第 63 页)

### 3 结论

1)  $X_1$  (株距)、 $X_2$  (氮肥用量)对总氮含量的影响为向上走势的直线效应, 总氮含量随株距的增大和氮肥用量的增大而增大。

2)  $X_3$  (打顶时间)、 $X_4$  (硼肥浓度)对总氮含量的影响为向下走势直线效应, 随  $X_3$  (打顶时间)的推迟和硼肥浓度的增大总氮含量减小。

3)  $X_5$  (IAA 浓度)对总氮含量影响较小或无影响。

4)  $X_2X_4$ ,  $X_2X_5$ ,  $X_3X_4$ ,  $X_3X_5$  交互效应对总氮含量影响显著。  $X_2X_4$  交互效应,  $X_2$  (氮肥用量)在-1~2 区间内变化时,  $X_4$  (硼肥浓度)与  $X_2$  (氮肥用量)对总氮的影响是拮抗效应。  $X_2X_5$  交互效应,  $X_2$  (氮肥用量)在-2~0 区间变化时,  $X_2$  (氮肥用量)与  $X_5$  (IAA 浓度)对总氮的互作效应是促进效应;  $X_2$  (氮肥用量)在 0~2 区间变化时,  $X_2$  (氮肥用量)与  $X_5$  (IAA 浓度)对总氮的互作效应是拮抗效应。  $X_3X_4$  交互效应,  $X_3$  (打顶时间)在-1~2 区间变化时,  $X_4$  (硼肥浓度)与  $X_3$  (打顶时间)对总氮的互作效应是拮抗效应。  $X_3X_5$  交互效应,  $X_3$  (打顶时间)在-2~0 区间变化时,  $X_5$  (IAA 浓度)与  $X_3$  (打顶时间)对总氮的互作效应是促进效应。

5) 最优栽培措施为株距 50 cm, 氮肥用量 80 kg/hm<sup>2</sup>, 打顶时间为现蕾后 10 d, 硼肥浓度为 6 g/kg, IAA 浓度为 30 mg/kg。

#### 参考文献:

[1] 徐茜. 不同氮肥用量形态对烤烟品质影响的研究[J]. 烟草科技, 1997(6): 38—40.  
[2] 中国农业科学院烟草研究所. 中国烟草栽培学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1987.  
[3] 赵宏伟, 邹德堂. 氮肥用量对烤烟生长发育及产质量影响的研究[J]. 黑龙江农业科学, 1997(5): 16—19.  
[4] 王承训, 王欣利. 微肥对提高烤烟品质 and 经济效益的研究[J]. 中国烟草, 1991(4): 9—14.  
[5] 陈国基, 王金友. 关于不同肥料用量及其配比对优质烟产量、质量的影响[J]. 中国烟草, 1985(2): 23—25.  
[6] 朱明哲. 田间试验及统计分析[M]. 北京: 农业出版社, 1995.  
[7] 王饮量, 程龙文. 氮肥用量对烤烟产量质量的相关关系的初步分析[J]. 安徽烟草科技, 1988(2): 27—33.  
[8] 李章海, 徐晓燕, 季学军, 等. 不同栽培条件对烤烟上部烟叶烟碱和总氮含量的影响[J]. 中国烟草科学, 2005(1): 28—30.  
[9] 杜咏梅, 郭承芳, 张怀宝, 等. 水溶性糖、烟碱、总氮含量与烤烟吃味品质的关系研究[J]. 中国烟草科学, 2000(1): 7—10.