

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2024.04.004

电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法 在地质样品测定中的研究进展

颜巧丽¹ 杨远² 聂小力¹ 杨天信¹ 刘贤红^{1*} 姚慧敏¹ 陈美华¹

(1. 中国地质调查局长沙自然资源综合调查中心,长沙 410600;

2. 湖南农业大学资源环境学院,长沙 410128)

摘要 电感耦合等离子体发射光谱仪在地质样品中无机元素分析测试时是常用仪器,具有灵敏度高,干扰小,测定线性范围广、稳定性好等优点。对电感耦合等离子体发射光谱法测定地质土壤,岩石样品时采用的酸溶法、碱熔法、烧结法三种消解体系各自特点及消解剂的特性进行综述;详细分析了样品测定时外标法、内标法、标准加入法的选择及应用;探讨了样品测试时仪器条件的优化措施,同时分析了电感耦合等离子体发射光谱仪的干扰校正方法。最后,对电感耦合等离子体发射光谱测定技术在地质样品中非金属元素分析物测定的应用及未来发展进行了展望。

关键词 电感耦合等离子体发射光谱;消解体系;条件优化;干扰校正

中图分类号:O657.31 O657.39 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2024)04-0401-09

Research Progress of Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry(ICP-OES) in the Determination of Geological Sample

YAN Qiaoli¹, YANG Yuan², NIE Xiaoli¹, YANG Tianxin¹,

LIU Xianhong^{1*}, YAO Huimin¹, CHEN Meihua¹

(1. Changsha Natural Resources Comprehensive Survey, China Geological Survey, Changsha, Hunan 410600, China;

2. College of Resources and Environment, Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128, China)

Abstract Inductively coupled plasma optical emission spectrometer is commonly used in the analysis of inorganic elements in geological samples. It has the advantages of high sensitivity, low interference, wide linear range, and good stability. In this paper, the characteristics of acid-dissolution, alkali melting and sintering digestion systems and the properties of digestion agents are reviewed for the determination of soil and rock samples by inductively coupled plasma emission spectrometry. The selection and application of external standard method, internal standard method and standard addition method in sample determination are analyzed in detail. The optimization measures of instrument conditions for sample testing are discussed,

收稿日期:2023-07-15 修回日期:2024-01-04

基金项目:中国地质调查局自然资源综合调查项目(DD20230479)

作者简介:颜巧丽,女,工程师,主要从事地球化学分析测试研究。E-mail:Yanqiaoli321@126.com

* 通信作者:刘贤红,女,高级工程师,主要从事地质测试研究和矿产勘察研究。E-mail:49236838@qq.com

引用格式:颜巧丽,杨远,聂小力,等. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法在地质样品测定中的研究进展[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(4): 401-409.

YAN Qiaoli, YANG Yuan, NIE Xiaoli, et al. Research Progress of Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry(ICP-OES) in the Determination of Geological Sample[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(4): 401-409.

and the interference and correction of inductively coupled plasma emission spectrum are analyzed. Finally, the application and future development of inductively coupled plasma emission spectrometry in the determination of nonmetallic analytes in geological samples are prospected.

Keywords inductively coupled plasma emission spectrum; resolution system; condition optimization; interference correction

地质样品含有丰富的矿物质。化学风化、机械风化等作用影响元素的迁移,使其化学组成元素的含量都有很大的差异。目前地质实验分析配套方法主要有X射线荧光光谱法(XRF)、原子吸收光谱法(AAS)、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)、电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)及原子荧光光谱法(AFS)。其中,ICP-OES法测定多元素时具有灵敏度高、干扰小、测定线性范围宽、稳定性好等优点。在20世纪70年代,就广泛用于地质^[1-3]、化工^[4-6]、生物医药^[7-8]、食品^[9-10]、环境^[11-12]等领域。但是地质样品基体十分复杂,除痕量元素外,一些主量、微量元素含量可能有数量级差别,分析手段复杂,测试难度大。本文着重对ICP-OES法测定地质样品的消解方法、消解试剂选择、分析干扰消除、分析方法选择及优化仪器应用条件的研究工作进行总结和评述,并对其在地质样品非金属一些参数的检测提出展望。

1 样品消解方法

采用电感耦合等离子体发射光谱法在测定土壤及岩石样品中多元素时,由于地质样品结构、组成等性质不同,分解方法主要有酸溶分解、熔融分解、烧结等三种方式^[13-19]。在选择这三种分解方式分解样品时,应使样品分解完全,且过程中不能引入待测组分,也不能使待测组分有所损失,要注意分解所用试剂及反应产物对后续的测定不能产生干扰。

1.1 酸溶分解及消解剂的选择

地质样品酸溶分解主要有电热板消解、水浴消解、高压密闭溶矿消解法,选择的酸常有氢氟酸、硝酸、高氯酸、盐酸、磷酸、硫酸等。根据地质样品测试的成分选择合适的试剂,一般用这几种酸的组合,很少单独用某一种酸来分解样品,以免导致样品分解不完全,或者消解试剂与待测成分形成沉淀,或者反应剧烈、或是带来新的干扰。常用的混酸组合有:1)盐酸+硝酸+氢氟酸+高氯酸;2)硫酸+硝酸+氢氟酸;3)硝酸+氢氟酸+磷酸。

氢氟酸可以有效地分解大多数硅酸岩石,而不能分解锆石、黄玉、刚玉等矿物。它能够与样品中硅结合,生成易挥发的四氟化硅,常与其他酸结合使用

用于样品的前处理。使用氢氟酸溶样时,一般使用铂金坩埚或者聚四氟乙烯塑料坩埚,并且要在高温下除去,以免影响电感耦合等离子体发射光谱仪雾化室、雾化器及矩管等玻璃器件。

盐酸一般在地质样品酸溶高温赶酸后,与硝酸一起加入到坩埚内复溶样品。或者是在测定磷矿石、铁矿石、锰矿石中全铁、锰、钴、镍、铜等项目时分解样品。主要是因为盐酸在分解样品的过程中具有一定的还原性及挥发性,能与样品中金属形成易溶于水的氯化物。同时,氯离子对一些金属离子有配位作用,一些配合物可以用于离子交换或者萃取分离。

一般样品酸解过程中首选硝酸,它在样品消解过程中可使样品中的金属氧化为相应的可溶于水的硝酸盐,分解样品的过程中除了有很强的酸效应以外,还有很强的氧化性,随着浓度及温度等条件不同,分解反应的历程不同。

高氯酸是一种强氧化剂,腐蚀性极强,对有机物质具有极强的分解能力。加热时浓高氯酸与有机物、易氧化的无机物反应剧烈,容易发生爆炸。使用高氯酸分解地质样品时,需加少量的水润湿试样,再加入一定量的硝酸氧化样品中的还原性物质,以免引起剧烈的氧化还原反应至发生爆炸。

磷酸沸点150℃且不稳定,加热时会聚合失去水分,并生成无固定分子量和熔点的聚磷酸。适于分解许多氧化物,多数硫化物矿物和铁矿石、铬铁矿及碱金属。

1.2 熔融分解及熔剂的选择

熔融法是将试样和熔剂在坩埚内混匀,在高温下进行熔融,使地质样品完全分解。测定地质样品中的高温元素钨、钼、铌及氟化物等项目,常常加氢氧化钠或氢氧化钾或过氧化钠熔融。选择熔剂的基本原则是:酸性样品用碱性熔剂,盐基性(碱性)样品用酸性熔剂,但也有例外。杨赟金等^[20]用过氧化钠熔融样品,再使用盐酸(1+1)提取,将溶液稀释,使用钠盐匹配标准溶液基体绘制校准曲线,建立了ICP-OES测定富锡渣中铈的方法。张丽萍等^[21]建立了偏硼酸锂-四硼酸锂熔融,向标准溶液中加入偏硼酸锂-四硼酸锂-盐酸基体溶液消除基体对测试结果的影响,建立了电感

耦合等离子体原子发射光谱法同时测定石膏中氧化钙、三氧化硫、三氧化二铝、氧化铁、氧化镁等化学成分含量的方法。肖细炼等^[22]针对香花岭矿区锡铅锌矿床

样品的特殊性,建立了碱熔锡铅锌矿床样品,电感耦合等离子体发射光谱法同时测定锡铅锌的分析方法。地质实验样品测试中熔融法常用的熔剂见表1。

表1 常用熔剂及熔点

Table 1 Common fluxes and melting points

Fluxes	Melting points/°C	Application/Characteristics
Na ₂ O	851	Decompose barite, kaolin, niobium tantalite, iron ore, manganese ore, etc. The loss of mercury, thallium, selenium and arsenic is greater by carbonate melting method, while the loss of fluorine, chlorine and bromine is smaller. It can be used to decompose samples for the determination of halogen elements. Platinum crucible is generally used, and corundum, iron and nickel crucible can also be selected according to sample characteristics and melting temperature.
NaOH	314/360	It can melt kaolin, refractory, slag, etc., and can completely melt and decompose silicates. Also can melt lead, vanadium, niobium tantalum and boron minerals and fluorine, fluorite, etc. Commonly used silver, nickel, iron, graphite crucible.
Na ₂ O ₂	675	It is mainly used to decompose chromium iron, chromium ore, ilmenite, niobium tantalite and chromium, tin, zirconium ore. Platinum, nickel, iron, silver and corundum crucible are generally used.
BLiO ₂	845	Mainly used for minerals that are difficult to decompose, such as corundum, zircon, cryolite and so on. Lithium metaborate is a special reagent for X-ray fluorescence analysis, and the melting vessel is generally a platinum crucible.
K ₂ S ₂ O ₇	414	It is mainly used for melting decomposition of aluminum, iron, chromium, titanium, zirconium, tantalum, and niobium oxide ore. Platinum and fused quartz crucible are commonly used.
Mixed solvent		Sodium carbonate or sodium hydroxide mixed with oxidizing agents such as sodium peroxide, potassium nitrate, potassium chlorate, potassium permanganate, etc. Improving oxidation capacity, melt decomposition of raw ore, concentrate and tailings.

1.3 烧结分解

烧结法是试样与熔剂在低于熔剂熔点温度下反应。该方法常用于岩石矿物、植物样品及环境样品的消解。烧结分解的温度较熔融法低,加热时间长,不易损坏坩埚。常用的烧结分解剂有过氧化钠和碳酸钠,过氧化钠具有极强的分解能力,在500℃左右的低温,能够分解多数难分解的地质样品,但若温度控制不严格,则对坩埚的侵蚀作用比较大,因此高温炉仪器一定要经过严格的校正,碳酸钠用于烧结分解样品时,常常是与二价金属氧化物混合使用。影响样品分解效果的因素主要由所用试剂的粒度、烧结温度、时间所决定。刘晓峰等^[23]用碳酸钠-氧化锌半熔分解法测定含重晶石、单质硫的铁矿石、锰矿石、铜铅锌矿石等样品中的硫,测定三类矿石样品中重晶石和单质硫的加标回收率均满足要求。陈虹等^[24]用无水碳酸钠、草酸、硝酸钾混合熔剂烧结分解样品,采用ICP测定青石中的锶、钡、钙、镁等多元素。李秋霞等^[25]利用碳酸钙和氯化铵烧结法分解金属锂真空精炼后炉渣。

2 分析方法的选择

电感耦合等离子体发射光谱仪在测定样品多元素

时常用外标法、内标法、标准加入法^[13-14,26-30](图1)。通常情况下外标法在电感耦合等离子体发射光谱法中应用较多,它是相对的分析方法,即未知样品与标准样品比较后计算出定量分析结果,使用该方法时标准与样品基体一致。该方法一般采用多元素混合标准溶液建立一组不同浓度的校准曲线。多元素在混合的过程中容易发生沉淀或氧化还原反应,需分组配制,如氢氟酸元素组、非金属元素组、贵金属元素组。杨萍等^[15]以盐酸-磷酸-氢氟酸-硝酸-高氯酸消解矽卡岩型多金属钨矿,采用电感耦合等离子体原子发射光谱外标法测定钨、钼、铋的含量。王文芳等^[26]为解决多金属矿石的传统分析方法中样品前处理冗长复杂等缺点,通过考察样品溶解体系、仪器测试条件、干扰及消除,建立了电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)外标法同时测定Cu、Pb、Zn、Mo四种元素的方法。

内标法常与外标法搭配使用,用于校正电感耦合等离子体发射光谱的基体效应。内标元素要选择待测样品中不含或极少含有,且干扰待测元素测定的元素,其谱线的发射强度要较大,且测量精度高。此外,电弧光源和火花光源分析时,要求内标元素与分析元素的蒸发速度、原子量、电离能要接近,内标线和分析线的激发能和波长接近,两谱线无自

吸现象。无机元素分析时常用 Y 作为内标元素。杜宝华等^[2]在线加入钇元素作为内标物,采用电感耦合等离子体发射光谱法测定石膏样品中氧化钙和三氧化硫。张艳等^[31]用混合熔剂熔融样品,用盐酸

溶解浸出熔块,加入内标元素钇后,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪对烧结矿中 CaO、MgO、MnO、SiO₂ 等成分进行分析,测定结果与国家标准方法比对没有显著性差异。

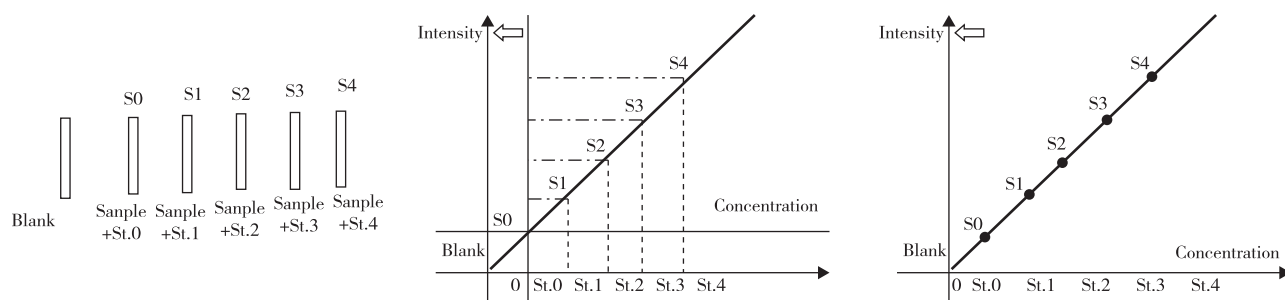


图 1 标准加入法原理图

Figure 1 Schematic diagram of the standard addition method.

标准加入法能够有效校正基体干扰。当样品基体比较复杂时,采用标准加入法能够有效解决高盐基体干扰,提高样品测量的准确性。在标准加入法中,加标量要比样品的分析物元素含量适当高,也就是说标样浓度的增量与样品的含量要相当,否则校准曲线会趋于平坦。此外,标准加入法也可以与内标法一起使用校正基体效应及仪器漂移。罗勉等^[32]通过标准加入法消除了基体等因素的干扰,采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高岭土中多元素含量。张磊等^[33]采用酸溶法分解样品,采用 ICP-AES 标准加入法进行测定,解决了钨精矿及烟道灰中的铼结果易偏低的问题。杨利峰等^[34]采用标准加入法配制系列标准工作溶液,建立校正曲线,消除样品基体对目标物检测结果的影响,建立了电感耦合等离子体原子发射光谱标准加入法测定铜精矿中 Zn、Pb、As、Cu、Bi、MgO 等化学成分。

3 应用仪器条件优化

电感耦合等离子体发射光谱法在地质样品主量元素和痕量元素测定中均有应用。谱线选择对于结果影响非常大,一般微量元素分析,选用灵敏度较高的线;高含量元素,选用次灵敏线。对于一些非金属的检测灵敏度较差,但是还是能够比较好地检测高含量的磷、硫、硼、砷、硒等元素。

在金属元素检测时,样品类型不同及分析元素不同,分析测试最佳条件也不同,需要通过实验优化分析方法工作条件参数,从而使分析结果的准确度与精密度满足要求。实验主要对以下参数进行优化,如仪器泵速、泵夹松紧、雾化器压力、RF 功率、等离子体观测高度、辅助气及冷却气流量等。

使用电感耦合等离子体发射光谱的物理干扰与样品的雾化和传输过程有关,黏度和表面张力的变化会造成显著误差。如果存在物理干扰,必须通过稀释样品、优化蠕动泵的使用等来减少干扰,蠕动泵夹压力设置不当直接影响样品的分析结果(图 2)。如果太松样品提升量会不稳,使结果漂移不准确;如果太紧会使精密度下降。谯斌宗等^[35]通过实验发现在蠕动泵进样中,试液提升量不遵守 Hagen-Poiseuille 公式。样品溶液的提升量与蠕动泵速度相关,与雾化器的压力、溶液酸度的相关性不大,使用蠕动泵进样可控制样品溶液黏度、浓度对提升量的影响,从而抑制基体干扰。葛菲^[36]研究蠕动泵速对谱线强度及信噪比影响,结果表明,蠕动泵转速由 15 r/min 增加至 20 r/min 时,Cd、Cr 元素谱线信号强度分别增加 5% 和 2%,Cd、Fe、Zn 的信背比分别增加 11.6%、10.1% 和 5.9%。

RF 功率对等离子体的温度及离子化的程度有直接的影响,进而改变元素测定的灵敏度和精确度,增大高频功率,提高 ICP 温度,使谱线强度增强,但同时背景也增大,信噪比下降,射频功率过低则会影响待测元素原子蒸发。雾化器压力影响氩气通过雾化器的速度,进而影响样品引入速度和雾化效果。样品测试时雾化器压力增大,待测元素雾化量会相应增加,待测元素谱线信号强度也会增强,雾化器压力增加到一定值时,雾化产生的气溶胶在炬管中心来不及激发便被氩气带走,使得待测元素谱线信号强度达到一定峰值下降^[37]。通过调节雾化器压力,将待测元素灵敏度及精密度达到最高。曹立峰等^[38]在选择待测元素的分析谱线及背景校正方式基础上,考察了雾化气流量分别在 1.0、0.6、0.5、0.4 L/min 时对

钾、钠、钙、钛等多元素的谱线强度、测定结果精密度以及校准曲线线性的影响,实验表明,雾化气流量为 0.5 L/min 时各元素谱线强度最高。赵英等^[39]利用电感耦合等离子体发射光谱仪,结合以正交设计安排实验,通过对蠕动泵速、载气压力、射频功率、观

测高度等因素进行考察,得出仪器的最佳工作条件。何晋浙等^[40]对 ICP 仪器 RF 功率、雾化器压力、试液提升量进行了优化选择。结果表明,电离电位能较高的元素适当增加射频发生器 RF 功率、降低雾化器压力,可提高各元素信背比,降低检出限。

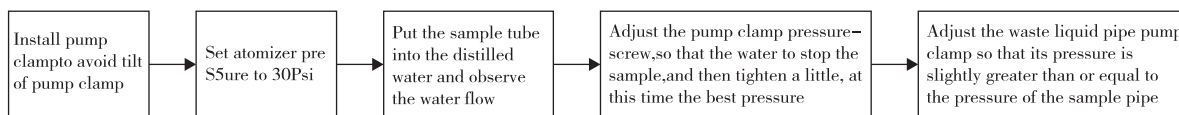


图 2 蠕动泵泵夹优化调节步骤

Figure 2 Steps of optimizing adjustment of peristaltic pump clamp.

4 仪器的干扰及校正

电感耦合等离子体发射光谱法干扰主要分为光谱干扰和非光谱干扰(图 3)。一般非光谱干扰相对较少,而测试样品时使标准溶液与试样溶液介质保持一致,采用内标校正法或标准加入法,可以克服较严重的基体效应(非光谱干扰)。光谱干扰主要有背景连续光谱以及杂散光造成的非线性背景干扰、共存元素谱线重叠造成的线性谱线干扰两大类。光谱干扰对低浓度分析物的测定影响较大,需对背景及谱线干扰进行正确校正。校正常采用的方法有干扰校正系数法、扣背景法、对照线法、多普拟合法四种方法。在地质样品测试时,常用离线扣背景法进行干扰校正。一般背景位置应遵循以下原则:1)扣背景位置尽量选择平坦区域;2)扣背景位置尽可能在离分析谱线较远的地方,不受谱峰两翼的影响;3)倾斜的线性背景采用峰两侧等距离的平均值扣除,左右背景强度的平均值尽可能与谱峰背景强度一致;4)简单弯曲背景比较复杂,只能采用两个离峰点做

近视背景校正,会出现扣过头或者没扣的情况;5)具有极大或极小的中等结构背景,如采用双波长技术,在背景形状保持不变的情况下,两波长处的信号差就是待测物的值。刘德金等^[41]研究选取了 Cr 三条谱线,根据铁、铝、钙、镁含量,设计不同浓度元素干扰实验,结果表明,铁对 Cr 283.563 nm 谱线测定有较大的正干扰,钙对三条谱线均有较大的负干扰。通过多元素复合干扰实验结果与同元素干扰加和结果比较,两者相差约为 8%~10%。以多元素复合干扰实验溶液作为基体,基体匹配法测定可消除干扰影响,可以提高 ICP-OES 测定水泥熟料中铬的准确度。于英杰等^[42]选用 Nb 269.706 nm 作为分析谱线,采用多元谱线拟合(MFS)校正谱线干扰,建立了 ICP-OES 测定钢中铌的方法。肖芳等^[43]采用氢氧化镁共沉淀法将铈与样品中干扰元素(铁、钛、钒、铬、钠、硅和铝等)分离,避免了基体的干扰,采用电感耦合等离子体发射光谱法测定钒钛磁铁矿样品中铈,结果与分光光度法的测定结果一致。

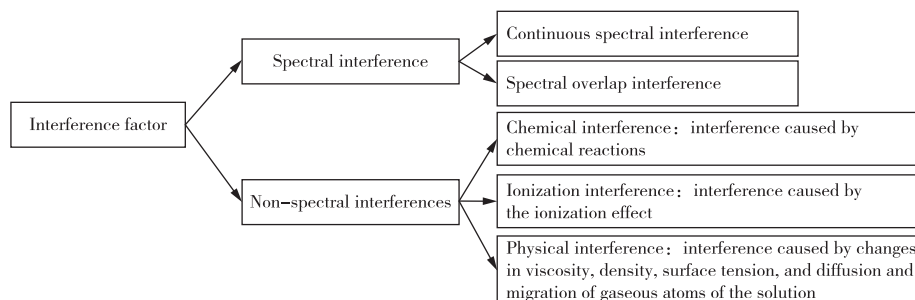


图 3 光谱干扰分类

Figure 3 Spectral interference classification.

5 总结及展望

电感耦合等离子体发射光谱法广泛用于地质岩

石样品重金属元素的检测。近年来,仪器不断改进,使得电感耦合等离子体发射光谱仪在测定非金属元素及稀土元素方面有了新的进展,提高了测定过程

中的灵敏度,改善了非金属元素的检出限。同时,电感耦合等离子体发射光谱仪测定土壤、环境、冶金、制冷材料、半导体材料和红外材料中非金属元素硫、磷、硼、硅、硒、砷、碲、碳和卤素均有应用。

综上所述,电感耦合等离子体发射光谱仪在地质样品中的应用主要研究在复杂样品测定时,仪器出现各种干扰问题,影响元素结果测量的准确性,如何智能有效地消除干扰,扩大测定元素的范围,是 ICP 光谱应用于地质样品测试发展过程中需要解决的主要问题。

参考文献

- [1] 高会艳. ICP-MS 和 ICP-AES 测定地球化学勘查样品及稀土矿石中铌钽方法体系的建立[J]. 岩矿测试, 2014, 33(3): 312-320.
GAO Huiyan. Determination systems of Nb and Ta in geochemical samples and rare earth ores by ICP-MS and ICP-AES[J]. Rock and Mineral Analysis, 2014, 33(3): 312-320.
- [2] 杜宝华, 曹宇, 王帅清, 等. ICP-OES 内标法测定地质勘查石膏样品中氧化钙和三氧化硫[J]. 分析试验室, 2021, 40(1): 100-104.
DU Baohua, CAO Yu, WANG Shuaiqing. Determination of calcium oxide and sulfur trioxide in gypsum geological exploration samples by ICP-OES internal standard method[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2021, 40(1): 100-104.
- [3] 赵伟, 李梧庆, 周洪, 等. 敞口酸溶-电感耦合等离子体发射光谱法测定地质样品中的硫[J]. 化学分析计量, 2022, 31(7): 63-68.
ZHAO Wei, LI Wuying, ZHOU Hong, et al. Determination of sulfur in geological samples by open acid dissolution-inductively coupled plasma optical emission spectrometry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2022, 31(7): 63-68.
- [4] 刘芳美, 赖秋祥, 廖彬玲, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定粗二氧化碲中铜、铅、铋、铊、砷和硒[J]. 中国无机分析化学, 2022, 12(2): 56-60.
LIU Fangmei, LAI Qiuxiang, LIAO Binling, et al. Determination of copper, lead, antimony, bismuth, arsenic and selenium in crude tellurium dioxide by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(2): 56-60.
- [5] 辛希奕. 电感耦合等离子体质谱法测定儿童洗手液中 17 种有害元素的不确定度评定[J]. 化学分析计量, 2022, 31(5): 89-94.
XIN Xiyi. Evaluation of uncertainty of determination of 17 toxic elements in children's hand sanitizer by ICP-MS[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2022, 31(5): 89-94.
- [6] 韩涛, 余晓平, 郭亚飞, 等. 高盐样品中锂的电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2020, 40(4): 1214-1220.
HAN Tao, YU Xiaoping, GUO Yafei, et al. Determination of lithium in high salinity samples by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES)[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2020, 40(4): 1214-1220.
- [7] 孙玲玲, 宋金明, 刘瑶, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)测定海洋浮游生物中总磷的方法优化[J]. 海洋科学, 2020, 44(3): 85-92.
SUN Lingling, SONG Jinming, LIU Yao, et al. Optimization of ICP-OES for the determination of total phosphorus in marine plankton[J]. Marine Sciences, 2020, 44(3): 85-92.
- [8] 赵良成, 姜云军, 郭秀平, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法/质谱法检测地衣样品中主次微量元素方法优化[J]. 光谱学与光谱分析, 2016, 36(10): 3320-3325.
ZHAO Liangcheng, JIANG Yunjun, GUO Xiuping, et al. Optimization of ICP-AES and ICP-MS techniques for the determination of major, minor and micro elements in lichens [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2016, 36(10): 3320-3325.
- [9] 乔晴, 李辰, 宋菲菲, 等. 超级微波消解-ICP-OES 法测定婴幼儿配方食品中 8 种营养元素[J]. 中国乳品工业, 2021, 49(12): 51-55.
QIAO Qing, LI Chen, SONG Feifei, et al. Determination of 8 minerals in infant and children formula by ultrawave digestion-ICP-OES [J]. China Dairy Industry, 2021, 49(12): 51-55.
- [10] 陈晞, 王乐, 郑新华, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定食品膨松剂中的滑石粉[J]. 中国食品添加剂, 2022, 33(8): 159-162.
CHEN Xi, WANG Le, ZHENG Xinhua, et al. Determination of talcum powder in food leavening agent by microwave digestion-ICP-OES[J]. China Food Additives, 2022, 33(8): 159-162.
- [11] 赵青峰, 张文龙. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定地表水中的钡、钴、铝、镍、钼重金属残留[J]. 化学工程师, 2021, 35(2): 17-19.
ZHAO Qingfeng, ZHANG Wenlong. Simultaneous determination of barium, cobalt, aluminum, nickel, molybdenum heavy metals in surface water by ICP-AES[J]. Chemical Engineer, 2021, 35(2): 17-19.
- [12] 宋爽, 王小康, 闫慧芳. 工作场所空气中钨及其不溶性

- 化合物测定的电感耦合等离子体发射光谱法[J]. 中华劳动卫生职业病杂志, 2019, 37(11): 858-861.
- SONG Shuang, WANG Xiaokang, YAN Huifang. Determination of tungsten and insoluble compounds in the air of workplace by ICP-OES[J]. Chinese Journal of Industrial Hygiene and Occupational Diseases, 2019, 37(11): 858-861.
- [13] 韩晓, 方迪. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定岩矿中锂的含量[J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(2): 36-39.
- HAN Xiao, FANG Di. Determination of lithium in rock and ore by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry(ICP-AES)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2021, 11(2): 36-39.
- [14] 潘钢, 雷勇. 敞口酸溶-电感耦合等离子体发射光谱法测定锑精矿中的砷[J]. 矿产综合利用, 2021(4): 201-205.
- PAN Gang, LEI Yong. Determination of arsenic in antimony concentrate by open-mouth acid dissolution inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources, 2021(4): 201-205.
- [15] 杨萍, 党铭铭, 郭永艳, 等. 五酸消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定矽卡岩型多金属钨矿中钨、钼、铋的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2022, 58(7): 773-776.
- YANG Ping, DANG Mingming, GUO Yongyan, et al. Determination of W, Mo and Bi in skarn type polymetallic tungsten ores by ICP-OES with penta acid digestion[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2022, 58(7): 773-776.
- [16] 王力强, 王家松, 魏双, 等. 偏硼酸锂熔融-电感耦合等离子体发射光谱法测定钨钼矿石中钨钼及11种伴生元素[J]. 岩矿测试, 2021, 40(5): 688-697.
- WANG Liqiang, WANG Jiasong, WEI Shuang, et al. Determination of W, Mo and 11 other elements in tungsten-molybdenum ores by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with lithium metaborate fusion [J]. Rock and Mineral Analysis, 2021, 40(5): 688-697.
- [17] 刘俊竹. 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定铬铁矿中的硅和磷[J]. 有色矿冶, 2022, 38(5): 55-56, 59.
- LIU Junzhu. Determination of silicon and phosphorus in chromite by alkali fusion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Non-ferrous Mining and Metallurgy, 2022, 38(5): 55-56, 59.
- [18] 肖柳婧, 汤行, 吴玉华, 等. 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定锡矿石中锡[J]. 中国无机分析化学, 2018, 8(5): 38-40.
- XIAO Liuqing, TANG Xing, WU Yuhua, et al. Determination of tin in tin ores by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry with alkali fusion[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018, 8(5): 38-40.
- [19] 姜云军, 李星, 姜海伦, 等. 碱熔-离子交换树脂分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钨钼矿石中的钨、钼、硼、硫和磷[J]. 理化检验-化学册, 2018, 54(9): 1030-1034.
- JIANG Yunjun, LI Xing, JIANG Hailun, et al. Determination of tungsten, molybdenum, boron, sulfur and phosphorus in tungsten molybdenum ores by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry combined with alkali fusion and separation using ion exchange resin [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2018, 54(9): 1030-1034.
- [20] 杨赞金, 程婧娴, 余波, 等. 过氧化钠碱熔-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定富锡渣中锑[J]. 冶金分析, 2023, 43(1): 49-53.
- YANG Yunjin, CHENG Jingxian, YU Bo, et al. Determination of antimony in tin-riched slag by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with sodium peroxide alkali fusion [J]. Metallurgical Analysis, 2023, 43(1): 49-53.
- [21] 张丽萍, 孙启亮, 姚明星. 偏硼酸锂-四硼酸锂熔融-电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定石膏中多组分含量[J]. 中国无机分析化学, 2023, 13(7): 741-747.
- ZHANG Liping, SUN Qiliang, YAO Mingxing. Determination of multicomponent content in gypsum by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) with lithium metaborate and lithium tetraborate melting [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023, 13(7): 741-747.
- [22] 肖细炼, 夏金龙, 李小丹, 等. 碱熔-电感耦合等离子体发射光谱法测定湖南香花岭矿区锡铅锌矿床中的锡铅锌[J]. 岩矿测试, 2023, 42(1): 125-135.
- XIAO Xilian, XIA Jinlong, LI Xiaodan, et al. Determination of tin, lead and zinc in a tin-lead-zinc deposit in Xianghualing mining area, Hunan province by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with alkali fusion [J]. Rock and Mineral Analysis, 2023, 42(1): 125-135.
- [23] 刘晓峰, 李子尚, 张志勇, 等. 半熔分解硫酸钡重量法测定各类含重晶石矿样中的硫[J]. 矿冶工程, 2015(1): 101-102, 106.
- LIU Xiaofeng, LI Zishang, ZHANG Zhiyong, et al.

- Determining sulfur in various ore samples containing barite by semi-molten decomposition barium sulfate gravimetric method [J]. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2015(1):101-102,106.
- [24] 陈虹,孙丰全. 混合熔剂半熔 ICP-AES 测定天青石矿中的锶、钡、钙、镁和铁[J]. *光谱实验室*, 2009, 26(4): 1043-1045.
CHEN Hong, SUN Fengquan. Determinations of Sr, Ba, Ca, Mg and Fe in celestine by ICP-AES with mixed semi-molten flux[J]. *Chinese Journal of Spectroscopy Laboratory*, 2009, 26(4):1043-1045.
- [25] 李秋霞,杨猛. 碳酸钙-氯化铵烧结法测定真空炼锂炉渣中锂的含量[J]. *云南化工*, 2001, 28(1):48-49.
LI Qiuxia, YANG Meng. Determination of lithium in slag refined by vacuum with calcium carbonate and ammonium chloride agglomeration [J]. *Yunnan Chemical Technology*, 2001, 28(1):48-49.
- [26] 王文芳,汪永顺,混合酸溶-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法同时测定多金属矿石中铜铅锌钼[J]. *中国无机分析化学*, 2023, 13(3):256-262.
WANG Wenfang, WANG Yongshun. Simultaneous determination of copper, lead, zinc and molybdenum in polymetallicores by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with mixed acid dissolution[J]. *Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*, 2023, 13(3):256-262.
- [27] 韩俊丽,王景凤,隆英兰,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定多金属矿石中氧化钙、氧化镁、砷[J]. *化学分析计量*, 2021, 30(3):18-21.
HAN Junli, WANG Jingfeng, LONG Yinglan, et al. Simultaneous determination of calcium oxide, magnesium oxide and arsenic in polymetallic ores by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. *Chemical Analysis and Meterage*, 2021, 30(3):18-21.
- [28] 马兵兵,弥海鹏,王亚森,等. ICP-AES 标准加入法测定铝酸钠溶液中硫酸钠含量[J]. *分析仪器*, 2016(6): 45-48.
MA Bingbing, MI Haipeng, WANG Yasen, et al. Determination of sodium sulfate in sodium aluminate solution by ICP-AES standard addition method [J]. *Analytical Instrumentation*, 2016(6):45-48.
- [29] 罗策,李剑,刘婷,等. ICP-OES 标准加入法测定铌炉灰中的铌[J]. *化学工程师*, 2016, 30(8):33-34,10.
LUO Ce, LI Jian, LIU Ting, et al. Determination of niobium in niobium furnace ash by the method of ICP-OES standard addition [J]. *Chemical Engineer*, 2016, 30(8):33-34,10.
- [30] 高喜凤,韩晓晓,赵寅,等. ICP-OES 内标法及标准加入法测定食品中铝[J]. *食品工业*, 2023, 44(5):308-311.
GAO Xifeng, HAN Xiaoxiao, ZHAO Yin, et al. Determination of aluminum in food by inductively coupled plasma emission spectrometry internal standard method and standard addition method [J]. *The Food Industry*, 2023, 44(5):308-311.
- [31] 张艳,沈健,孙韦青. 内标-电感耦合等离子体原子发射光谱法在烧结矿中 Al_2O_3 、CaO、MgO、MnO 和 SiO_2 含量测定中的应用[J]. *宝钢技术*, 2022(1):22-26.
ZHANG Yan, SHEN Jian, SUN Weiqing. Application of determination of alumina, calcium oxide, magnesia, manganese oxide, silica content in the sinter by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometer with internal standard [J]. *Baosteel Technology*, 2022(1):22-26.
- [32] 罗勉,王贵超,罗芝雅,等. ICP-OES 对高岭土中多种杂质元素的标准加入测定法研究[J]. *湖南有色金属*, 2020, 36(6):70-74.
LUO Mian, WANG Guichao, LUO Zhiya, et al. Research of standard addition method for various impurity elements in kaolin by ICP-OES [J]. *Hunan Nonferrous Metals*, 2020, 36(6):70-74.
- [33] 张磊,李波,孙宝莲,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱标准加入法测定钼精矿及烟道灰中的铼[J]. *分析化学*, 2011, 39(8):1291-1292.
ZHANG Lei, LI Bo, SUN Baolian, et al. Determination of rhenium in molybdenum ores and flue dust by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry-standard addition method [J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2011, 39(8):1291-1292.
- [34] 杨利峰,刘国军,高艳梅,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱标准加入法测定铜精矿中锌、铅、砷、铜、铋、氧化镁[J]. *化学分析计量*, 2022, 31(1):65-69.
YANG Lifeng, LIU Guojun, GAO Yanmei, et al. Determination of Zn, Pb, As, Cu, Bi, MgO in copper concentrate by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with standard addition method [J]. *Chemical Analysis and Meterage*, 2022, 31(1):65-69.
- [35] 譙斌宗,杨元,杨小媛,等. ICP-AES 中醋酸溶剂对进样系统影响的研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2008, 18(10): 1948-1949,1976.
QIAO Binzong, YANG Yuan, YANG Xiaoyuan, et al. Investigation of influence of acetic acid solvent on sample introduction system in ICP-AES [J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2008, 18(10): 1948-1949,1976.
- [36] 葛菲. ICP-AES 法测定土壤重金属及其干扰的研究[D]. 苏州:苏州科技学院, 2013.

- GE Fei. Study on determination of heavy metals and their disturbance in soil by ICP-AES [D]. Suzhou: Suzhou University of Science and Technology, 2013.
- [37] 李晓倩, 李铁, 朱茂旭. 等离子体发射光谱法中微量雾化器的应用[J]. 中国海洋大学学报(自然科学版), 2014, 44(2): 78-84.
- LI Xiaoqian, LI Tie, ZHU Maoxu. Application of microflow nebulizer in inductive coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Periodical of Ocean University of China, 2014, 44(2): 78-84.
- [38] 曹立峰, 连文莉, 于亚辉. 雾化气流量对 ICP-AES 测定钾长石中钾、钠、钙、镁、铝、铁和钛的影响[J]. 冶金分析, 2014, 34(11): 73-76.
- CAO Lifeng, LIAN Wenli, YU Yahui. Effect of nebulization gas flow on determination of potassium, sodium, calcium, magnesium, aluminum, iron and titanium in potash feldspar by ICP-AES [J]. Metallurgical Analysis, 2014, 34(11): 73-76.
- [39] 赵英, 王春义, 江新标, 等. ICP-AES 法在测量胶质瘤细胞硼含量中的应用[J]. 中华神经外科疾病研究杂志, 2005, 4(6): 508-511.
- ZHAO Ying, WANG Chunyi, JIANG Xinbiao, et al. Determination of boron in rats glioma cells by ICP-AES [J]. Chinese Journal of Neurosurgical Disease Research, 2005, 4(6): 508-511.
- [40] 何晋浙, 刘文涵, 杨开, 等. ICP-AES 法分析测定多种鱼肉中有害元素的研究[J]. 光谱学与光谱分析, 2007, 27(6): 1214-1217.
- HE Jinzhe, LIU Wenhan, YANG Kai, et al. Determination of harmful elements in various fish tissues by ICP-AES [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2007, 27(6): 1214-1217.
- [41] 刘德金, 田荣, 吴思聪, 等. 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定水泥熟料中铬的干扰研究[J]. 中国无机分析化学, 2022, 12(4): 45-50.
- LIU Dejin, TIAN Rong, WU Sicong, et al. Study on the interference in the determination of chromium in cement clinker by ICP-OES [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(4): 45-50.
- [42] 于英杰, 李辉, 张重远. 多元谱线拟合-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钢中微量铌[J]. 冶金分析, 2022, 42(5): 74-79.
- YU Yingjie, LI Hui, ZHANG Zhongyuan. Determination of trace niobium in steel by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with multi-component spectral fitting [J]. Metallurgical Analysis, 2022, 42(5): 74-79.
- [43] 肖芳, 倪文山, 毛香菊, 等. 碱熔-共沉淀富集分离-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛磁铁矿中痕量钪[J]. 冶金分析, 2021, 41(3): 56-61.
- XIAO Fang, NI Wenshan, MAO Xiangju, et al. Determination of trace scandium in vanadium-titanium magnetite by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry combined with alkali fusion and co-precipitation enrichment separation [J]. Metallurgical Analysis, 2021, 41(3): 56-61.