文章编号: 0254 - 5357(2011)05 - 0566 - 06

王水溶样 - 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定铁铜铅锌硫化物矿石中 8 个元素

温宏利, 马生凤, 马新荣, 王 蕾, 范 凡, 巩爱华
(国家地质实验测试中心, 北京 100037)

摘要: 建立了王水溶样 - 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定铁、铜、铅、锌硫化物矿中 Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素的分析方法。确定了方法的溶矿及测定条件,用国家一级标准物质 GBW07162(多金属贫矿石)和 GBW07164(多金属矿石)进行精密度实验,除个别元素外,大多数的元素精密度(RSD,n = 11)小于 5%,准确度(RE)小于 10%。通过一系列硫化物矿石标准物质进行方法验证,检测结果基本都在标准值的误差范围内,符合地质矿产开发的要求。方法简单,同时测定元素较多,线性范围宽,检出限低,尤其有利于硫化物矿石中的亲硫元素 As、Ag、Hg 的分析,实用性强。

关键词: 铁铜铅锌硫化物矿石; 电感耦合等离子体发射光谱法; 王水溶样

Simultaneous Determination of 8 Elemental Components of Fe, Cu, Zn and Pb in Sulfide Ores by ICP-AES with Aqua Regia Digestion

WEN Hong-li, MA Sheng-feng, MA Xin-rong, WANG Lei, FAN Fan, GONG Ai-hua
(National Research Center for Geoanalysis, Beijing 100037, China)

Abstract: A method is presented in this paper for examining sulphide ores, in order to determine Cu, Pb, Zn, As, Ag, Cd, Hg and Mo within Fe, Cu, Pb and Zn contained in the ores. This method utilizes Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) with aqua regia digestion. The technique for sample dissolution and measuring conditions is also presented. The accuracy and precision of the method were examined by analyzing reference materials GBW07162 (multi-metal lean ore) and GBW07164 (multi-metal ore). The test results indicate that the relative standard deviation (RSD, n = 11) of most elemental components is less than 5% and the accuracy (RE) is less than 10% for most elements. The method was validated by different reference materials and the results were in good agreement with the certified values, thereby meeting the requirements of mineral exploitation. The method has the advantage of providing a simple, simultaneous determination of multiple elements, along with having a wide linearity range and low detection limit, especially for the determination of As, Ag and Hg.

Key words: iron-copper-lead-zinc sulfide ores; inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry; aqua regia digestion

收稿日期: 2010 - 02 - 22; **接受日期**: 2010 - 06 - 04
基金项目: 国土资源地质大调查项目(1212010816027); 国家地质实验测试中心基本科研业务费项目(121235068101801)
作者简介: 温宏利,高级工程师,长期从事岩石矿物化学分析测试方法研究。E-mail: wenhonglimail@ yahoo. com. cn。

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn

随着地质科学的发展,由研究矿物来指导找矿成为一个方向。通过对矿物分析可以了解矿床成因,评价矿床规模。硫化物矿中微量元素的含量对判断有色金属成矿成因和寻找隐伏矿床有一定的指导意义。目前对硫化物矿物分析的工作量较大,要求分析的元素也越来越多,因此建立一个快速、简单的分析硫化物矿石的方法很有意义。

电感耦合等离子体发射光谱法(ICP - AES)是地质样品中多元素同时分析的重要技术,在各种硫化物矿石分析中得到了较多应用,已经建立了许多硫化物矿石和矿物的 ICP - AES 分析方法[1-13],但这些分析方法测定元素不多,即使有些分析方法测定元素多,但分析流程复杂。为了适应分析测试的新要求,本文探讨了王水溶样 - ICP - AES 同时测定铁、铜、锌、铅硫化物矿石中 Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等8 个元素,方法简单,流程时间短,尤其有利于硫化物矿石中的亲硫元素 As、Ag、Hg 的分析,实验分解铁、铜、铅、锌矿石及其多金属矿的国家一级标准物质矿物样品,使用电荷注入检测器(CID)的中阶梯光栅 ICP - AES 测定,Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素的精密度和准确度符合《地质矿产实验室测试质量管理规范》(DZ/T 0130—2006)的要求。

1　实验部分

1.1　仪器及分析条件

IRIS - Advantage 电感耦合等离子体光谱仪(美国 Thermo 公司),采用同心雾化器及旋流雾室。仪器参数为:ICP 射频功率 1150 W,辅助气流量 0.5 L/min,雾化气压力 0.19 MPa,冷却气流量 15.0 L/min;曝光时间:短波 20 s,长波 10 s。溶液提升量 2 mL/min。

1.2　标准溶液及试剂

国家一级标准物质 GBW07162(多金属贫矿石)、GBW07163(多金属矿石)、GBW07164(富铜银矿石)、GBW07165(富铅锌矿石)、GBW07166(铜精矿)、GBW07167(铅精矿)、GBW07168(锌精矿)、GBW07233(铜矿石)、GBW07234(铜矿石)、GBW07235(铅矿石)、GBW07236(铅矿石)、GBW07237(锌矿石)、GBW07286(铜铅锌矿石)、GBW07287(铅锌矿石)。

各元素标准溶液及混合标准溶液:由单元素标准储备溶液(ρ = 1.000 mg/mL,国家标准物质研究中心研制)逐级稀释,组合配制为标准工作溶液(见表 1)。

50%(体积分数,下同)的王水,所用 HNO_3、HCl 均为优级纯。

高纯水:蒸馏水经 Mili - Q 纯化系统纯化,电导率达到 18 MΩ · cm。

1.3　样品分解

称取 0.1000 g 样品,在 25 mL 比色管(塑料、玻璃均可)中加入新配制的 50% 的王水 10 mL,在沸水水浴中分解样品 2 h 后,取下比色管,冷却至室温后,用高纯水定容至 25 mL,待测。

表 1　元素标准工作溶液浓度及组合

Table 1　Concentration of the elements in calibration standard solution

溶液编号	元素	元素浓度 ρ_B/(μg · mL^{-1})	溶液介质
混标 1	Fe,Al,Mg	500	20% 的王水
	Ti	50	
混标 2	Cu,Pb,Zn,Mo Ag,Cd	10	20% 的王水
		10	20% 的王水
混标 3	Hg	5	20% 的王水
	As	10	
标准 4	Cu	100	20% 的王水
标准 5	Zn	100	20% 的王水 +0.05% 的 H_2SO_4
标准 6	Pb	100	20% 的王水
标准 7	Cu	300	20% 的王水
标准 8	Zn	300	20% 的王水 +0.05% 的 H_2SO_4
标准 9	Pb	300	20% 的王水

1.4　样品测定

待 ICP - AES 在最佳条件下稳定 0.5 h 后,以配制的 20% 王水空白作为低点,用一个或多个标准校准溶液作为高点,以两点或多点建立标准曲线,然后对样品溶液进行测定。测定过程中,每隔几个样品测定一个标准样品,对检测结果进行监控。

2　结果与讨论

2.1　样品用酸的选择

文献[12 - 13]报道用王水溶矿测定 Ag、Cd、In 等元素。范凡等[13]采用王水溶样 - 等离子体质谱法同时测定地质样品中砷、锑、铋、银、镉、铟,称样 0.500 g,加入 10 mL 50% 的王水沸水水浴 2 h 测定,结果与传统的四酸溶矿 - 石墨炉原子吸收光谱法测定 Ag、四酸溶矿 - 石墨炉原子吸收光谱法测定 Cd、四酸封闭溶矿

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn

-质谱法测定 In 进行比较,基本符合标准值。

针对铁、铜、铅、锌硫化物矿石的特点,结合前人的溶矿经验,实验对 GBW07162(多金属贫矿石)、GBW07163(多金属矿石)、GBW07164(富铜银矿石)、GBW07165(富铅锌矿石)分别用纯王水和 50% 的王水进行多次实验,发现 50% 的王水效果好于用纯王水,同时进行用酸量实验,称取样品 0.1000 g 于比色管中,分别加入 50% 的王水 5 mL、7.5 mL、10 mL,在沸水水浴条件下分解样品 2 h,然后定容至 25 mL,用 ICP-AES 测定,结果显示用酸量为 7.5 mL 时,Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素即可全部溶出。为了保证方法适用于多种样品,本实验分解样品的用酸量为 50% 的王水 10 mL,即最终溶液的介质浓度约为 20% 的王水。

2.2　溶矿时间

同样用标准物质 GBW07162(多金属贫矿石)、GBW07163(多金属矿石)、GBW07164(富铜银矿石)、GBW07165(富铅锌矿石),分别加入 50% 的王水 10 mL,以 30 min 为间隔段,分别在 30 min、60 min、90 min、120 min、150 min、180 min 进行测定。从测定结果来看,样品在 30 min 已基本分解完全,但由于实际样品很复杂,为了充分保证样品被分解,在易挥发元素不损失的情况下,尽可能溶样时间长。因此本文确定溶矿时间为 2 h。

从实验现象来看,王水不能完全分解硫化物矿石,有少量的沉淀,但通过分析测定结果,少量的沉淀不影响 Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素的测定。

表 2　王水分解时间实验

Table 2　Experiment of dissolution time

分解时间	w_B/(μg·g^{-1})						w_B/%	
	Ag	As	Cd	Cu	Hg	Mo	Zn	Pb
30 min	143	0.15	358	954	107	<3	13.90	4.87
60 min	147	0.15	370	975	107	<3	13.96	4.98
90 min	141	0.15	354	939	104	<3	13.12	5.01
120 min	143	0.15	352	943	106	<3	13.79	5.07
150 min	140	0.15	379	961	105	<3	13.65	5.13
180 min	137	0.15	364	951	106	<3	13.79	5.10
标准值	148±6	0.15±0.02	400±15	960±70	114±9	1.9	13.9±0.2	5.13±0.08

2.3　等离子体发射光谱测定

王水溶矿方法,用 ICP-AES 可同时测定铁、铜、铅、锌等硫化物矿石及其多金属矿中Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 共计 8 个元素,由于 Cu、Fe、Mg、Ti、Mn 等 5 个元素对测定元素 Ag、As、Pb 有干扰,所以必须同时测定。本方法使用元素的波长、强度、背景扣除和干扰扣除等信息见表 3。当遇有 Cu、Pb、Zn 等元素为高矿化的样品时,需选择相应元素的高浓度标准校准溶液(标准 6~标准 11)参与校准,以保证相应元素测定的准确度。

2.3.1　干扰及扣除

为扣除共存元素对各分析元素的干扰,采用干扰元素校正系数法,即求出共存元素对各元素的干扰校正系数k_{ij},将 k_{ij} 带入下式对分析结果进行校正。

$$w_i = w_{i0} - \sum_{j=1}^{n} k_{ij} w_j \quad (1)$$

式中:w_i—校正后分析元素的分析结果;w_{i0}—未校正的分析元素的分析结果;k_{ij}—干扰元素 j 对待测元素 i 的干扰校正系数;w_j—干扰元素的浓度。

其中 w_i、w_{i0}、w_j 为氧化物时,计量单位为%;为元素态是 μg/g。由于使用了干扰校正系数,基本上消除了共存元素的谱线干扰。另外对于背景干扰采用背景校正的办法消除。

本实验选择铁、铜、铅、锌等硫化物矿石中的高含量元素进行干扰实验,根据干扰实验确认干扰元素和被干扰元素,并求出干扰系数的初步值。即分别用 1000 μg/mL的 Fe、Al、Mn、Cu、Pb、Zn,500 μg/mL 的 Ca、Mg、Ti,400 μg/mL 的 Mo、Th 单元素溶液进行干扰实验。从实验结果来看,最主要干扰元素有 Fe、Ti、Mn 和 Th 等 4 个元素;被干扰元素虽然很多,但实际不能避开的干扰很少,所以只有少部分元素需要真正进行干扰校正。元素 Ti、Mn 对 Ag 的干扰,Fe 对 As 的干扰,Mg、Cu、Ti 对 Pb 216.999{154}谱线的干扰以及 Ti 对 Pb 220.353{152}谱线的干扰,具体干扰元素及校正系数见表 3。根据公式(1)对干扰元素进行结果校正。

2.3.2　分析方法参数

3 次溶样的流程空白,共计 10 份溶液,对测定结果计算标准偏差,10 倍的标准偏差计算分析方法检出限。表 3 列出了王水分解方法的测定元素及方法检出限,稀释因数为 250 倍条件下的测定上限和下限。一般测定下限为检出限的 3~5 倍[14],为了保证测定结果的准确性,上述元素在分析方法中测定下限为铁、铜、铅、锌硫化物矿石边界品位[17]的 0.25 倍。

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn

2.4　方法精密度和准确度

本方法的精密度,进行两种不同的统计估量。首先根据在同一实验室使用王水分解方法独立分析国家一级标准物质 GBW07162(铜、铅、锌多金属矿)及 GBW07164(富银铜、铅、锌多金属矿)11 次,结果见表 4。大部分元素检测结果的相对标准偏差(RSD) < 5%,准确度相对误差(RE) < 10%。

表 3　等离子体光谱测定方法使用元素的波长、检出限、背景扣除和干扰扣除

Table 3　Wavelength detection limits, background deduction and interference deduction of elements used in the method

元素	波长/nm {级次}	谱线强度	方法检出限/($\mu g \cdot g^{-1}$)	方法测定下限/($\mu g \cdot g^{-1}$)	测定上限/%	背景扣除		干扰扣除	
						左	右	干扰元素	系数
Ag	328.068{102}	1500	0.8	3.2	0.5	1	12	Mn	-0.0001
								Ti	0.005
As	189.042{177}	150	4	12	10	1	13	Fe	0.000004
Cd	228.802{147}	2000	0.5	1.5	1	3	12		
Cu	217.894{154}	300	10	500	10	1	15		
	324.754{103}	5000	1	500	2	1	15		
Hg	184.950 {181}	360	1	3	0.5	1	15		
Mo	202.030{166}	400	0.85	2.6	0.4	1			
Pb	216.999{154}	90	28	1000	20	1	15	Cu	0.0021
								Mg	-0.0004
								Ti	-0.0005
	220.353 {152}	120	1.2	500	1	1	15	Ti	0.00054
Zn	213.856{157}	3000	0.7	500	1	1	15		
	334.502{100}	40	15	1000	15	1	15		

表 4　方法精密度

Table 4　Precision tests of the method

元素	波长 λ/nm	GBW07162(GSO-1)				GBW07164(GSO-3)			
		$w_B/(\mu g \cdot g^{-1})$		RSD/%	RE/%	$w_B/(\mu g \cdot g^{-1})$		RSD/%	RE/%
		标准值	平均值			标准值	平均值		
Ag	328.068	18.3 ±1.3	16.5	1.5	-9.8	1010 ±20	980	2.07	-3.0
As	189.042	430 ±50	422	0.61	-1.9	260 ±30	254	2.3	15.5
As	193.759	430 ±50	411	0.65	-4.4	260 ±30	221	2.42	0.5
Cd	214.438	32 ±2	30.3	0.94	-5.3	7.4 ±0.8	7.68	2.02	3.8
Cd	226.502	32 ±2	29.2	0.47	-8.8	7.4 ±0.8	7.09	2.66	-4.2
Cu	217.894	2640 ±80	2612	1.8	-1.1	28000 ±900	26098	1.84	-6.8
Cu	324.754	2640 ±80	2468	0.53	-6.5	28000 ±900	25551	1.8	-8.7
Hg	184.950	4.2 ±0.3	4.1	-2.4	8.24	-	<3	-	-
Mo	202.030	28 ±3	27.2	0.4	-2.9	137 ±17	125	1.87	-8.8
Pb	216.999	4300 ±200	4452	0.99	3.5	560 ±50	576	2.18	2.9
Pb	220.353	4300 ±200	4130	1.5	-4.0	560 ±50	491	1.09	-12.3
Zn	213.856	8300 ±400	8187	1.8	-1.4	1430 ±60	1381	2.75	-3.4

利用本实验方法实验条件对 GBW07163(多金属矿石)、GBW07165(富铅锌矿石)、GBW07166(铜精矿)、GBW07167(铅精矿)、GBW07168(锌精矿)、GBW07233(铜矿石)、GBW07234(铜矿石)、GBW07235(铅矿石)、GBW07236(铅矿石)、GBW07237(锌矿石)、GBW07286(铜铅锌矿石)、GBW07287(铅锌矿石)等国家一级标准物质进行分析测试,验证其方法准确度,分析结果见表 5。

从表 5 结果来看,王水能够有效地分解非单矿物及精矿的一般硫化物矿石,Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素的 ICP - AES 测定结果基本都在标准值范围内,能够满足地质分析的需要。单矿物及其精矿如铅精矿 GBW07167 及锌精矿 GBW07168 中的 Pb、Zn 超过该方法的测定上限,不能准确测定。

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn

表 5　国家一级标准物质验证结果①

Table 5　Analytical results of elements in different reference materials analyzed by ICP-AES

元素	单位	GBW07163		GBW07165		GBW07166	
		测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值
Ag	μg/g	208	220 ± 10	142	148 ± 6	42.4	43.6 ± 2.2
As	%	0.27	0.28 ± 0.03	0.15	0.15 ± 0.02	0.18	0.17 ± 0.03
Cd	μg/g	153	172 ± 8	381	400 ± 15	2.89	4
Cu	%	0.98	1.05 ± 0.03	0.098	0.096 ± 0.007	24.01	24.2 ± 0.2
Hg	μg/g	14.8	17 ± 3	109	114	<3	–
Mo	μg/g	29.7	24 ± 5	<3	1.9	2086	2240 ± 130
Pb	%	2.03	2.17 ± 0.07	5.01	5.13 ± 0.08	0.046	0.040 ± 0.005
Zn	%	3.90	4.26 ± 0.15	13.78	13.9 ± 0.2	0.061	0.057

元素	单位	GBW07167		GBW07168		GBW07233	
		测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值
Ag	μg/g	593	626 ± 16	228	217 ± 6	3.86	3.9 ± 0.7
As	μg/g	1800	1730 ± 140	677	640 ± 60	<15	4.2 ± 1.8
Cd	μg/g	85.0	90 ± 5	1100	1290 ± 50	<3	0.42 ± 0.10
Cu	μg/g	241	280 ± 70	1400	1380 ± 80	11500	11500 ± 400
Hg	μg/g	45.8	46 ± 5	519	560 ± 80	<3	–
Mo	μg/g	12.3	4	33.5	–	<3	1.4 ± 0.3
Pb	%	21.05	57.1 ± 0.3	1.38	1.44 ± 0.03	12.7 *	9.1 ± 2.9 *
Zn	%	2.91	3.3 ± 0.1	55.89	52.7 ± 0.3	533 *	590 ± 70 *

元素	单位	GBW07234		GBW07235		GBW07236	
		测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值
Ag	μg/g	<4	0.70 ± 0.19	13.9	14.7 ± 1.5	2.97	5.6 ± 1.2
As	μg/g	<15	1.5 ± 0.4	87.6	85.1 ± 7.9	38.8	43.2 ± 5
Cd	μg/g	<3	0.14 ± 0.04	3.37	3.2 ± 0.4	2.40	2.6 ± 0.4
Cu	μg/g	2100	1900 ± 100	1875	2000 ± 100	342	350 ± 20
Hg	μg/g	<3	–	<3	–	<3	–
Mo	μg/g	<3	2.4 ± 0.5	2.09	1.6 ± 0.2	0.32	1.3 ± 0.2
Pb	μg/g	15.8	13 ± 3.7	40510	41700 ± 1000	6083	6100 ± 300
Zn	μg/g	137	130 ± 10	560.4	620 ± 50	1055	920 ± 70

元素	单位	GBW07237		GBW07286		GBW07287	
		测定值	标准值	测定值	标准值	测定值	标准值
Ag	μg/g	15.2	13.5 ± 1.3	50.75	42.4 ± 2.1	64.61	61.3 ± 3.4
As	μg/g	8.34	12.4 ± 1.4	1275	1300 ± 100	855.3	860 ± 20
Cd	μg/g	30.7	29.3 ± 1.8	150	150 ± 10	152.4	160 ± 20
Cu	μg/g	7200	7100 ± 200	2212	2200 ± 100	287.2	280 ± 40
Hg	μg/g	<3	–	1.417	–	49.4	–
Mo	μg/g	<3	2.8 ± 0.5	228.5	230 ± 20	9.409	–
Pb	μg/g	2500	2500 ± 100	12570	12700 ± 700	32350	33800 ± 1000
Zn	μg/g	2.82	2.75 ± 0.09	24790	25100 ± 500	63570	62000 ± 1600

① 带 * 号数据单位为 μg/g。

3　结语

本文探讨了王水分解铁、铜、锌、铅硫化物矿石，电感耦合等离子体发射光谱测定其中 8 个元素的方法。方法简单、快速，测定的元素较多，经硫化物矿石国一级标准物质的验证，大部分元素检测结果的相对标准偏差（RSD）<5%，相对误差（RE）<10%，测定值基本在标准值的允许范围内，符合《地质矿产实验室测试质量管理规范》[16] 的要求，是测定铁、铜、锌、铅硫化物矿石样品中 Cu、Pb、Zn、As、Ag、Cd、Hg 和 Mo 等 8 个元素快速有效的分析方法。

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn

4　参考文献

[1] 曾惠芳,戢朝玉,袁玄晖. 等离子体直读光谱法分析以 Pb、Zn、Cu、Fe 为基体的硫化矿物的研究[J]. 岩矿测试,1986,5(4):269 - 274.

[2] 袁玄晖,曾惠芳. 等离子体直读光谱法分析单矿物初探[J]. 中国地质科学院院报,1990(14):125 - 127.

[3] 硫化物矿物标准物质研制小组. 硫化物矿物标准物质的研制[J]. 岩矿测试,1995,14(2):81 - 112.

[4] 夏月莲,温宏利. 辉锑铋单矿物的主次痕量元素分析[J]. 岩矿测试,1995,14(4):245 - 249.

[5] 常平,王松君,孙春华,苏维娜,王丽娟. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定黄铁矿中微量元素[J]. 岩矿测试,2002,21(4):304 - 306.

[6] 冯伟,梁成,郭月芳,张万宝. ICP - AES 法直接测定锌精矿中铅、铜、镉等 10 种杂质元素[J]. 甘肃冶金,2003,25(Z1):162 - 163.

[7] 王松君,常平,王璞珺,侯天平. 电感耦合等离子体发射光谱法直接测定黄铜矿中多元素[J]. 岩矿测试,2004,23(3):228 - 230.

[8] 叶家瑜,江宝林. 区域地球化学勘查样品分析方法[M]:北京:地质出版社,2004:119 - 125.

[9] 王松君,常平,王璞珺,侯天平,侯悦. ICP - AES 测定闪锌矿中 9 种元素的方法[J]. 吉林大学学报:理学版,2006,44(6):993 - 996.

[10] 王松君,常平,王璞珺,侯天平,侯悦. ICP - AES 法测定方铅矿中多元素的方法研究[J]. 分析试验室,2007,26(3):39 - 42.

[11] 冯宝艳. ICP - AES 测定铜精矿中 As,Sb,Bi,Ca,Mg,Pb,Co,Zn 和 Ni[J]. 分析试验室,2008,27(Z1):67 - 68.

[12] 周丽萍,李中玺. 王水提取 - 电感耦合等离子体质谱法同时测定地质样品中微量银、镉、铋[J]. 分析试验室,2005, 24(9): 20 - 25.

[13] 范凡,温宏利,屈文俊,曹亚萍. 王水溶样 - 等离子体质谱法同时测定地质样品中砷锑铋银镉铟[J]. 岩矿测试,2009,28(4):333 - 336.

[14] 高若梅,刘鸿皋. 检出限问题讨论——IUPAC 及其检出限的定义的综合探讨和实验论证[J]. 分析化学,1993 21(10):1232 - 1236.

[15] 蒋明蔚,元晓梅. 强化碘食品中碘含量测定方法的研究[J]. 食品与发酵工业, 2001, 27(11): 21 - 26.

[16] DZ/T 0130—2006,地质矿产实验室测试质量管理规范[S].

[17] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析(第三分册)[M]. 4 版. 北京:地质出版社,2011:8 - 19,55,73 - 74.

All rights reserved. http://www.ykcs.ac.cn