Vol.45 No.9 September, 2019

doi: 10.11857/j.issn.1674-5124.2019040085



ICP-AES/ICP-MS 快速测定垃圾焚烧飞灰样品中金属元素含量

巩海娟,谢芸欣,段英楠(唐林省地质科学研究所,吉林长春130021)

摘 要: 为准确分析垃圾焚烧飞灰中金属元素含量,解析元素污染特性,建立采用 HNO3+HF+HCIO4体系湿法消解样品,电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES)和电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)测定样品中金属元素含量的方法。采用国家标准物质 GBW07423 模拟基体复杂的垃圾焚烧飞灰样品,验证方法的准确度和精密度,进行过程质量控制。研究结果表明,各元素线性拟合良好,分析结果与标准值吻合。实际样品分析中,ICP-AES测试的相对标准偏差为 0.76%~6.91%; ICP-MS测试的相对标准偏差为 0.50%~3.40%,测试精密度良好。该方法具有前处理流程简单、多元素同时测定、线性范围宽、分析效率高等优点,可满足不同类型垃圾焚烧飞灰样品中金属元素含量的分析。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法; 电感耦合等离子体质谱法; 飞灰; 垃圾焚烧; 金属元素

中图分类号: X705; O657

文献标志码: A

文章编号: 1674-5124(2019)09-0054-06

Rapid determination of metal elements in waste incineration fly ash samples by ICP-AES/ICP-MS

GONG Haijuan, XIE Yunxin, DUAN Yingnan (Jilin Institute of Geological Sciences, Changchun 130021, China)

Abstract: Accurate analysis of metal content and pollution characteristics of elements of fly ash provides important scientific basis for comprehensive utilization of resources. A method for the determination of metal elements in waste incineration fly ash samples by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) with HNO₃+HF+HClO₄ system was established. The national standard substance GBW07423 was used to simulate the fly ash samples with complex matrix. The accuracy and precision of the method were verified and the process quality control was carried out. The results show that the linear fitting of each element is good, and the analysis results are in good agreement with the standard values. In actual sample analysis, the relative standard deviation of ICP-AES test is 0.76%-6.91%, which of ICP-MS test is 0.50%-3.40%. The precision of the method is good. The method has the advantages of simple pretreatment process, simultaneous determination of multiple elements, wide linear range and high analysis efficiency, and can be used for the analysis of metal elements in fly ash samples of different types of waste incineration.

Keywords: ICP-AES; ICP-MS; fly ash; waste incineration; metal elements

0 引言

垃圾焚烧技术具有减容、减量、回收热量等优点,已经成为垃圾处理的重要途径。但垃圾焚烧产生的飞灰富集了大量的可溶性盐、重金属和二噁英等有害物质^[1-3],对地下水体、周围生态环境和人体健康构成了潜在的威胁,被视为一种危险废弃物,环保部将其列为"不宜用危险废物的通用方式进行管理和处理,而需要特别注意的危险废物"。研究分析垃圾焚烧飞灰中金属元素的含量,解析相应污染成分的来源,可以为垃圾有效安全处置和资源综合利用等方面提供重要的科学依据。

目前垃圾焚烧飞灰中金属元素的测定方法主要有火焰原子吸收法 (AAS)^[4-6]、电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-AES)^[7-9]、电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)^[10-12]、X射线荧光光谱仪 (XRF)^[13]等。AAS 方法单次只能分析一种元素,分析效率低,无法满足多元素快速分析检测的要求; XRF 方法虽然可用于环境样品中多元素同时分析,但元素分析种类受限,满足不了多组分痕量元素分析的要求; ICP-AES 和 ICP-MS 是近年得到迅速发展和应用的无机元素分析技术,具有高灵敏度、低检出限、宽线性范围、多元素同时测定等特点,对复杂的垃圾焚烧飞灰样品中金属元素准确、快速地分析,获得多组分有效监测数据具有明显优势。

本文结合最新相应环境标准 [14-15],采用 $HNO_3+HF+HCIO_4$ 体系湿法消解样品, ICP-AES 和 ICP-MS 分析垃圾焚烧飞灰样品中金属元素的含量,采用国家标准物质 GBW07423 进行质量控制,分析结果和标准值具有良好的一致性。

1 实验部分

1.1 主要仪器及工作条件

IRIS Intrepid II XSP 型电感耦合等离子体发射光谱仪 (美国热电公司), 配盐雾化器, 其工作参数: 功率 1~150~W, 载气压力 55~psi(1~psi=6.895~kPa), 辅助气流量 1.0~L/min, 样品提升量 2.0~mL/min, 积分时间:长波 5~s, 短波 10~s。

X series ^{II}型电感耦合等离子体质谱仪 (美国热电公司), 其主要工作条件为: 射频功率 1 400 W, 雾化器流量 0.86 mL/min, 冷却气流量 14 L/min, 辅助气流量 0.8 mL/min, 采样锥孔径 1.0 mm, 截取锥孔径 (Xt接口)0.75 mm, 扫描方式为跳峰, 测量点/峰为 3点, 扫描次数为 40, 检测器模式为模拟/脉冲。

1.2 标准物质和主要试剂

各单元素标准储备溶液(1000 mg/L): 国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院; 铑单元素内标溶液(1000 mg/L): 国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院; 硝酸和氢氟酸(BV-III): 北京化学试剂研究所; 盐酸和高氯酸(GR): 上海国药集团化学试剂有限公司; 高纯氩气(纯度>99.999%): 长春氧气厂; 实验室纯水超纯水系统 LAB-LB-100(电阻率>18.2 MΩ): 长春莱博帕特科技发展有限公司; 国家标准物质GBW07423(洪泽湖积物): 地球物理地球化学勘察研究所; 垃圾焚烧飞灰样品(棕色玻璃瓶 6 份): 环境保护部标准样品研究所提供。

1.3 分析方法

称取 0.1 g(精确至 0.1 mg)垃圾焚烧飞灰样品,置于 30 mL 聚四氟乙烯坩埚中,用少量水润湿样品,加入 3.0 mL 硝酸, 3.0 mL 氢氟酸, 0.5 mL 高氯酸,置于电热板上以 200 ℃ 加热。当加热至冒浓白烟时,加盖使黑色有机碳化物分解。待坩埚壁上的黑色有机物消失后,开盖,驱赶白烟至坩埚内容物呈粘稠状。取下坩埚稍冷,加入 3.0 mL(2+8)硝酸溶解可溶性残渣,加热至溶液澄清时取下冷却。将溶液转移至 25.0 mL 容量瓶中,用高纯水清洗坩埚并定容至标线,摇匀,静置待测。同时做样品空白。

ICP-AES 用于测定溶液中 Na、Mg、Al、K、Ca、Fe、Ti、Sr、Mn、Cu、Zn、Pb、Ba 元素的含量; ICP-MS, 以铑为内标, 用于测定溶液中 Be、V、Cr、Co、Ni、Cd、Tl、Mo、Sb 元素的含量。

1.4 标准系列配置

所有元素标准工作溶液均由 1 000 mg/L 单个元素标准溶液逐级稀释, 分类配置, 见表 1。

2 结果与讨论

2.1 样品预处理条件的优化

结合相关环境标准^[14-15],选用 GBW07423 模拟基体复杂的垃圾焚烧飞灰样品,按照 1.3 分析方法消解,讨论在 HNO₃+HF+HClO₄ 体系下,改变加酸量各元素的含量变化,结果见表 2。可以看出,改变不同酸的加入量,测定值均在不确定度范围内。当HClO₄ 用量从 3 mL 降至 0.5 mL,个别样品的坩埚底部有少量黑色不溶物,但从测定结果看,对待测元素的影响可以忽略。HNO₃, HClO₄ 都是强氧化剂,用于去除有机质,消除基体干扰。同时 HClO₄的高沸点,在蒸干的过程中,尽可能赶尽 HF,消除

± .	せいた ズ ちじかいたいか 広	
衣I	校准系列溶液浓度	

350 2 -2 - 2 -2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-2-	_ *		系列浓度					
测试方式	元素	单位	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
ICP-AES	钠(Na)、镁(Mg)、铝(Al)、钾(K)、钙(Ca)、铁(Fe)、钛(Ti)、锶(Sr)、锰(Mn)、铜(Cu)、锌(Zn)、铝(Pb)、钡(Ba)	mg/L	0.00	0.50	1.00	5.00	10.0	20.0
ICD MC	钼(Mo)、锑(Sb)、铍(Be)、铊(Tl)、镉(Cd)	$\mu g/L$	0.00	0.10	1.00	10.0	50.0	100
ICP-MS	钒(V)、铬(Cr)、钴(Co)、镍(Ni)	$\mu g/L$	0.00	1.00	10.0	100	500	1 000

表 2 不同加酸量对各元素测定值的影响1)

		七次 <i>古</i>	不同加酸量的测定值/(mg·kg ⁻¹)						
测试方式	元素	标准值/ (mg·kg ⁻¹)	5 mLHNO ₃ +5 mLHF + 3 mLHClO ₄	4 mLHNO ₃ +4 mLHF + 2 mLHClO ₄	3 mLHNO ₃ +3 mLHF+ 1 mLHClO ₄	3 mLHNO ₃ +3 mLHF+ 0.5 mLHClO ₄			
	Na*	0.95±0.04	0.95	0.95	0.93	0.94			
	Mg*	0.92±0.11	0.93	0.92	0.92	0.90			
	Al*	7.03±0.06	7.04	7.03	6.98	7.00			
	К*	1.64±0.04	1.66	1.69	1.64	1.65			
	Ca*	3.57±0.07	3.61	3.62	3.56	3.59			
	Fe*	3.36 ± 0.07	3.39	3.43	3.35	3.37			
ICP-AES	Ti₩	0.424±0.023	0.43	0.43	0.42	0.42			
	Sr	172±9	156	167	175	179			
	Mn	520±24	546	519	524	525			
	Cu	25±3	23.4	25.1	25.0	24.8			
	Zn	61±5	57.6	59.5	60.8	60.1			
	Pb	25±3	22.9	24.2	24.0	23.6			
	Ba	520±43	544	530	524	530			
	Ве	2.2±0.1	2.20	2.42	2.40	2.33			
	V	90±12	94.0	90.8	89.8	91.3			
	Cr	75±5	76.9	75.9	72.0	74.3			
	Co	14±2	14.1	14.0	14.0	14.0			
ICP-MS	Ni	33±3	33.6	33.7	33.1	33.2			
	Cd	0.10 ± 0.02	0.11	0.10	0.10	0.10			
	Tl	0.6±0.1	0.60	0.59	0.64	0.61			
	Mo	0.4±0.1	0.40	0.43	0.42	0.40			
	Sb	0.85±0.13	0.84	0.86	0.85	0.85			

注:1)标注"※"为%含量。

HF 对仪器的腐蚀。实验选用 3.0 mL 硝酸, 3.0 mL 氢氟酸, 0.5 mL 高氯酸酸预处理样品。

2.2 方法的干扰与消除

在 ICP-AES 测定中, 存在的干扰主要有光谱干扰和非光谱干扰。光谱干扰包括连续背景干扰和谱线重叠干扰。连续背景干扰可通过仪器操作软件自

动校正消除; 谱线重叠干扰可通过从信号响应值、 共存干扰、稳定性等方面选择合适的分析波长, 尽 量减少或消除。非光谱干扰主要是基体干扰, 在测 定过程中, 进行合适的稀释, 降低含盐量, 可在一定 程度上减少干扰。

在 ICP-MS 测定中, 存在的干扰主要有质谱干

扰和非质谱干扰。非质谱干扰主要指基体干扰,可以通过在线内标校正消除;质谱干扰主要包含同量异位素、氧化物、双电荷、多原子离子等。氧化物和双电荷离子干扰,可以通过优化仪器参数,控制氧化物和双电荷离子产率小于3%,忽略对结果的影响。同量异位素和多原子离子干扰则需要通过校正方程解决。实验分别采用单个基体元素测定对应的质量数的信号强度,计算出对应质量数的等效浓度,求得相应的干扰校正因子。

比如, Cd 常选用¹¹⁴Cd 作为待测元素, 其干扰项

主要有 114 Sn(114 Sn 0.65%), 98 Mo 16 O(98 Mo 24%)。通过实验,得到干扰校正方程: 114 Cd= 114 M-0.2507× 118 Sn $^{-0.002}$ × 98 Mo; 51 V 受到 35 Cl 16 O 的干扰,理论校正方程: 51 V= 51 M-3.046× 53 ClO, 53 ClO= 53 M-0.114× 52 Cr。

2.3 各元素的标准曲线和相关性

ICP-AES 和 ICP-MS 分别测试 1.4 配置的标准 系列点,以质量浓度为横坐标,强度值为纵坐标,建 立标准曲线见表 3。由表可知,各元素的线性拟合良好,相关系数(R)均大于 0.999,能够满足分析要求,可以准确定量。

		表 3 名	5元素系列浓度	、 标准曲	线及相关性			
元素	分析波长/nm 一	ICP-AES		二字	日仕事	ICP-MS		
儿系	分析级长/nm —	标准曲线	R	元素	同位素 -	标准曲线	R	
Na	589.592	y=51.8x+43.3	0.999 9	Be	9	y=1 669x+35.5	0.999 9	
Mg	285.213	y=32.8x+10	0.999 8	V	51	<i>y</i> =10 979 <i>x</i> +120	0.999 7	
Al	396.152	y=8.5x-4.52	0.999 8	Cr	52	<i>y</i> =10 070 <i>x</i> +142	0.999 8	
K	766.491	y=10x+3.1	0.999 9	Co	59	<i>y</i> =12 465 <i>x</i> +71.8	0.999 9	
Ca	317.933	y=19.5x+7.03	0.999 9	Ni	60	<i>y</i> =2 332 <i>x</i> +59.7	0.999 8	
Fe	259.940	y=38.4x+5.86	0.999 9	Cd	114	<i>y</i> =8 123 <i>x</i> +25.5	0.999 9	
Ti	334.9	y=31.8x+84.3	0.999 9	Tl	205	y=41 085x+163	0.999 9	
Sr	407.771	<i>y</i> =1 913 <i>x</i> +39.6	0.999 8	Mo	98	y=6 023x+26	0.999 9	
Mn	257.610	y=350x+0.45	0.999 7	Sb	121	$y=10\ 050x+28$	0.999 7	
Cu	324.7	y=63x+0.53	0.999 4					
Zn	213.856	y=220x+1.01	0.999 8					
Pb	220.353	y=10x+0.02	0.999 2					
Ba	233.53	y=39x+0.24	0.999 9					

表 3 各元素系列浓度、标准曲线及相关性

2.4 方法检出限和测定下限

按照 1.3 分析方法, 制备 11 份样品空白, 分别用 ICP-AES 和 ICP-MS 测试, 以检测结果的 3 倍标准偏差(3s)计算方法的检出限, 10 倍标准偏差(10s)计算方法的测定下限。ICP-AES 测定的方法检出限为 (mg/kg): Na(7.4)、Mg(6.0)、Al(10.6)、K(8.3)、Ca(7.1)、Fe(7.0)、Ti(2.0)、Sr(1.0)、Mn(2.0)、Cu(0.4)、Zn(1.0)、Pb(1.3)、Ba(3.5), 测定下限为(mg/kg): Na(24.7)、Mg(20.1)、Al(35.3)、K(27.7)、Ca(23.8)、Fe(23.3)、Ti(6.7)、Sr(3.3)、Mn(6.5)、Cu(1.3)、Zn(3.4)、Pb(4.4)、Ba(11.7); ICP-MS测定的方法检出限为 (mg/kg): Be(0.02)、V(0.02)、Cr(0.4)、Co(0.03)、Ni(0.3)、Cd(0.03)、Tl(0.02)、Mo(0.1)、

Sb(0.02), 测定下限为 (mg/kg): Be(0.08)、V(0.08)、Cr(1.6)、Co(0.1)、Ni(1.2)、Cd(0.1)、Tl(0.08)、Mo(0.4)、Sb(0.08)。方法检出限低于或接近于环境标准^[14-15]的要求。

2.5 方法准确度和精密度

目前没有垃圾焚烧飞灰的国家标准物质,为考察方法的准确度和精密度,选用 GBW07423 模拟垃圾焚烧飞灰样品。按照 1.3 分析方法消解样品,平行制备 6 份, ICP-AES 和 ICP-MS 分别测定。方法的准确度以 6 次分析结果的平均值与标准值之间的相对误差(RE,%)表示,方法的精密度以 6 次分析结果的相对标准偏差(RSD,%)表示,结果见表 4。由表可知, ICP-AES 测定的 RE(%) 为 0.66%~5.72%,

表 4 方法的准确度和精密度1)

元素		ICP-AES			元素	ICP-MS				
儿系	标准值/(mg·kg ⁻¹)	测定值/(mg·kg ^{-l})	RE/%	RSD/%	儿系	标准值/(mg·kg ⁻¹)	测定值/(mg·kg ⁻¹)	RE/%	RSD/%	
Na*	0.95	0.94	1.01	2.32	Be	2.2	2.33	5.87	3.63	
Mg*	0.92	0.89	2.90	3.21	V	90	91.3	1.45	1.72	
Al₩	7.03	7.12	1.29	7.25	Cr	75	74.3	0.89	3.34	
К*	1.64	1.63	0.83	3.34	Co	14	14.0	0.11	0.74	
Ca*	3.57	3.55	0.66	1.62	Ni	33	33.2	0.52	1.39	
Fe ₩	3.36	3.38	0.68	3.51	Cd	0.10	0.102	2.24	3.95	
Ti₩	0.424	0.43	1.42	5.12	Tl	0.6	0.61	0.99	3.28	
Sr	172	178	3.49	5.63	Mo	0.4	0.39	2.50	2.51	
Mn	520	525	0.94	2.42	Sb	0.85	0.80	5.88	5.12	
Cu	25	24.8	0.85	2.81						
Zn	61	60.1	1.48	2.52						
Pb	25	23.6	5.72	3.45						
Ba	520	530	1.99	1.86						

注:1)标注"※"为%含量。

表 5 垃圾焚烧飞灰样品金属测定结果1)

3mL2 -1	元素			单次测定值	平均值/	RSD/			
测试方式		1	2	3	4	5	6	$(mg \cdot kg^{-1})$	%
	Na*	25.2	25.9	25.9	26.0	26.2	26.4	25.9	1.56
	Mg ₩	0.46	0.47	0.47	0.47	0.49	0.48	0.47	1.92
	Al*	0.69	0.69	0.71	0.70	0.73	0.71	0.71	2.08
	K*	0.75	0.76	0.77	0.77	0.78	0.78	0.77	1.33
	Ca*	3.15	3.21	3.22	3.21	3.28	3.27	3.22	1.47
	Fe*	1.18	1.20	1.20	1.19	1.23	1.22	1.20	1.61
ICP-AES	Ti ₩	1.00	1.02	1.01	1.01	1.02	1.02	1.01	0.96
	Sr	187	180	204	175	203	178	188	6.91
	Mn	408	420	402	423	405	418	413	2.12
	Cu	797	780	789	783	774	769	782	1.31
	Zn ₩	1.02	1.01	1.00	1.01	1.01	1.02	1.01	0.76
	Pb	981	1007	972	992	996	1001	992	1.28
	Ba	1358	1317	1338	1346	1365	1327	1342	1.36
	Be	0.49	0.48	0.47	0.52	0.48	0.47	0.49	3.40
	V	47.7	47.4	46.9	47.3	47.4	47.4	47.3	0.50
	Cr	156	158	158	151	161	154	156	2.08
	Co	6.64	6.66	6.66	6.73	6.79	6.73	6.70	0.86
ICP-MS	Ni	31.9	31.7	32.4	31.9	32.5	32.3	32.1	1.00
	Cd	12.7	12.7	12.7	12.9	12.7	12.9	12.8	0.72
	Tl	0.43	0.43	0.43	0.42	0.43	0.43	0.43	0.73
	Mo	2.35	2.31	2.30	2.35	2.36	2.36	2.34	1.10
	Sb	134	136	135	136	136	137	136	0.65

注:1)标注"※"为%含量。

RSD(%) 为 1.62%~7.25%; ICP-MS 测 定 的 RE(%) 为 0.11%~5.88%, RSD(%) 为 0.74%~5.12%。 方法 的精密度和准确度满足环境标准^[14-15] 要求, 表明本 方法准确、可靠, 适用于垃圾焚烧飞灰样品中金属 元素含量的测定。

2.6 实际样品分析

按照 1.3 分析方法消解样品, 6 份相同的样品, 每一份样品平行消解 4 份, 测试取平均值, 结果见表 5。由表可知, 实际样品中金属元素的含量范围在 0.4×10⁻⁶~25×10⁻² 之间, 含有大量的可溶性盐类, Na 含量高达 25%, 重金属元素 Cr、Cd、Cu、Zn、Pb 富集明显。ICP-AES 测定金属元素的相对标准偏差 (RSD, %) 为 0.76%~6.91%; ICP-MS 测定金属元素的相对标准偏差 (RSD, %) 为 0.50%~3.40%, 测试精密度良好。

ICP-AES 和 ICP-MS 方法相结合测试,可以根据样品中金属元素含量高低,随时调整金属元素的测定方法,两者可以相互补充验证。

3 结束语

本文建立了采用 HNO₃+HF+HClO₄ 体系湿法 消解样品, ICP-AES 和 ICP-MS 相结合测试垃圾焚 烧飞灰样品中金属元素含量的方法。ICP-AES 和 ICP-MS 测试技术特性相近, 两者相结合, 可以获得 更宽浓度变化范围内的多元素同时测定, 两者能够 相互补充、相互验证, 获得理想的分析结果。

测试过程中,采用铑为内标元素,克服基体效应和信号漂移对元素测定的影响;选取灵敏度高,稳定性好的检测谱线和干扰小、丰度大的同位素作为待测元素;改变不同的加酸量,优化样品的预处理;选用 GBW07423 模拟垃圾焚烧飞灰样品,验证方法的准确度和精密度,并进行过程质量控制;实际样品分析中,ICP-AES 测定的相对标准偏差为0.76%~6.91%,ICP-MS 测定的相对标准偏差为0.50%~3.40%,精密度良好。

该方法前处理流程简单、精密度好、准确度高、

多元素同时测定,分析效率高,为不同类型垃圾飞灰中金属元素含量的分析提供了一种可靠的方法, 具有很强的实用性。

参考文献

- [1] 李建陶, 曾鸣. 生活垃圾焚烧飞灰矿物学特征及重金属分布 [J]. 环境化学, 2018, 39(10): P4834-4840.
- [2] 田志鹏, 田海燕, 张冰如, 等. 城市生活垃圾焚烧飞灰物化性质及重金属污染特性 [J]. 环境污染与防治, 2016, 38(9): 80-85
- [3] 刘思辰, 江长胜, 李庆玲, 等. 重庆市垃圾焚烧飞灰中重金属含量及浸出毒性分析 [J]. 西南师范大学学报 (自然科学版), 2013(1): 101-107.
- [4] 唐永, 姚晓青. 微波消解-FAAS 法测定城市生活垃圾焚烧飞灰中的重金属元素含量 [J]. 山东化工, 2018, 47(3): 67-68.
- [5] 段伟亚, 杨桂香, 孙友宝, 等. 微波消解原子吸收法测定垃圾 焚烧飞灰中的金属元素含量 [J]. 环境化学, 2013, 12(32): 2416-2417.
- [6] 封素萍, 裘娜, 沈永, 等. 微波消解-火焰原子吸收法测定垃圾焚烧中的金属含量 [J]. 中国测试技术, 2008, 34(3): 91-94
- [7] 徐国津, 李申杰, 胡财平, 等. ICP-AES 测定垃圾焚烧飞灰中重金属浸出率 [J]. 环境科技, 2016, 29(4): 70-73.
- [8] 孙友宝, 马晓玲, 李剑, 等. 微波消解 ICP-AES 法测定飞灰中的多种金属元素 [J]. 环境化学, 2014, 33(4): 701-703.
- [9] 郭玉文, 蒲丽梅, 乔玮, 等. ICP-AES 在分析飞灰中重金属化学形态上的应用 [J]. 光谱学与光谱分析杂志, 2006, 8: 1540-1543.
- [10] 周裕敏, 田衎, 封跃鹏, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定煤飞灰中 14 种金属元素 [J]. 冶金分析, 2016, 36(9): 42-46.
- [11] 邓建, 李浩洋, 李蓉, 等. ICP-AES 和 ICP-MS 测定稻壳 14 中化学元素 [J]. 食品工业, 2017(7): 301-304.
- [12] 胡圣虹, 王秀季, 葛文, 等. 电感耦合等离子体光谱/质谱联机同时测定多金属结核中常量、微量、痕量元素 [J]. 分析化学, 2004, 32(9): 1139-1144.
- [13] 余召辉, 张瑞娜. 利用 X 射线荧光光谱定量检测飞灰中重金属总量的方法研究 [J]. 环境与可持续发展, 2018(2): 78-81.
- [14] 固体废物 金属元素的测定 电感耦合等离子体质谱法: HJ 766-2015[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2015.
- [15] 固体废物 22 中金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法: HJ 781-2016[S] 北京: 中国环境科学出版社, 2016.

(编辑:莫婕)