

文章编号: 0254-5357(2016)01-0032-05

DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.2016.01.006

高压密闭酸溶-电感耦合等离子体质谱法测定花岗闪长岩中的微量锆

黎卫亮¹, 程秀花¹, 余娟², 刘欢³

(1. 中国地质调查局西安地质调查中心, 陕西 西安 710054;

2. 陕西省石油产品质量监督检验二站, 陕西 西安 710075;

3. 中国地质大学(武汉)材料与化学学院, 湖北 武汉 430074)

摘要: 采用高压密闭酸溶处理样品, 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)测定岩石中的多种微量、痕量元素是地质分析中普遍采用的一种分析方法, 但在分析花岗闪长岩样品时, 由于锆赋存在难溶的副矿物(锆石、金红石)中, 会出现锆溶出率偏低的现象。针对这一现象, 本研究增加了赶硅的预处理过程, 加大氢氟酸用量, 在溶液介质中引入氟离子使锆形成氟络离子改善了锆的稳定性, 将锆的溶出率提高到95%左右, 实现了花岗闪长岩中微量锆的准确测定。本方法的精密度(RSD, $n=11$)小于5%, 检出限为0.052 $\mu\text{g/g}$ 。应用于分析克拉玛依地区花岗闪长岩中的锆, 测定值与过氧化钠、偏硼酸锂碱熔以及X射线荧光光谱法的测定值有良好的一致性, 且基体效应小、检出限低, 还可以满足锂、铍、铀等其他多种微量元素的同时测定。

关键词: 花岗闪长岩; 微量锆; 高压密闭酸溶; 电感耦合等离子体质谱法

中图分类号: P588.122; O614.412; O657.63

文献标识码: A

锆元素的信息在岩石成因、构造演化、地球化学等地质环境研究中具有重要的意义^[1]。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)因其灵敏度高、检测限低、线性动态范围广等特点而被运用于地质样品中锆元素的分析^[2-4]。对于大部分地质样品用密闭溶样罐酸溶分解, 其中锆元素的溶出率在90%~95%之间^[5-9], 但是在花岗闪长岩中, 锆是高场强元素(HFSE), 主要赋存在少量难溶的副矿物相(如锆石、金红石等)中^[10], 如果采用普通的密闭溶样罐酸溶处理, 样品分解并不完全, 锆的溶出率往往只有75%左右, 而且锆元素在稀硝酸介质中不稳定^[11], 与固体样品的分析技术如火花源质谱(SSMS)、X射线荧光光谱法(XRF)、中子活化分析法(INAA)相比, 分析结果往往偏低。因此前人通常采用过氧化钠碱熔^[12-13]、偏硼酸锂碱熔^[14]方法进行样品预处理, 此类方法虽然可以较好地溶解锆, 但是存在本底高、基体效应严重的缺点, 且引入较多的杂质离子, 不适宜其他微量元素的同时测定。

本文在原有密闭溶样罐酸溶方法的基础上, 增加了去硅的预处理过程, 改变氢氟酸和硝酸的加入

量和比例, 并且在溶液里引入氟离子, 使其与锆形成氟络离子, 建立了高压密闭酸溶, ICP-MS法测定花岗闪长岩中微量锆的分析方法, 并应用于克拉玛依地区花岗闪长岩样品的分析, 实现了锆元素的准确测定。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

X-Series II型电感耦合等离子体质谱仪(美国ThermoFisher公司)。主要工作条件为: 射频功率1400 W, 雾化气流量0.85 L/min, 冷却气流量14.0 L/min, 辅助气流量0.75 L/min, 采样锥孔径1.0 mm, 截取锥孔径0.7 mm, 扫描方式为跳峰, 积分时间0.5 s, 进样时间30 s。

SK3200H型超声振荡器(上海科导超声仪器有限公司)。

1.2 标准溶液和主要试剂

锆元素标准溶液由100 mg/L标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心)按实验要求逐

收稿日期: 2015-07-01; 修回日期: 2015-10-31; 接受日期: 2015-11-10

作者简介: 黎卫亮, 硕士, 工程师, 主要从事电感耦合等离子体质谱分析研究。E-mail: lennon444520@163.com。

级稀释,溶液介质为 2% 硝酸和 0.1% 氢氟酸。

氢氟酸为 MOS 纯,硝酸为优级纯再进行亚沸蒸馏。氢氧化钠、偏硼酸锂、过氧化钠均为分析纯。

实验用水:由 GN-RO-100 纯水机(北京双峰众邦科技发展有限公司生产)制备的高纯水(电阻率 $>18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)。

1.3 实验样品和分析方法

本文以克拉玛依地区花岗闪长岩为研究对象,它的矿物组成以斜长石为主,含有角闪石和少量辉石,以及富钙的榍石、锆石等副矿物^[15]。实验所选样品见表 1。

表 1 实验研究样品情况

Table 1 Experimental samples in this study

样品编号	岩石名称
1	岩浆混合强的花岗闪长岩
2	岩浆混合中等的花岗闪长岩
3	岩浆混合较强烈的花岗闪长岩
4	花岗闪长岩
5	花岗闪长岩
6	花岗闪长岩
7	花岗闪长岩

为了验证本文实验方法的准确性,还采用过氧化钠碱熔、偏硼酸锂碱熔 ICP-MS 分析以及粉末压片 X 射线荧光光谱法(XRF)分析结果进行对比研究。各类分析方法详述如下。

(1) 密闭酸溶分解样品,ICP-MS 分析:称取 50 mg 样品于密闭溶样罐中,分别加入 1 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸,在电热板上加热蒸干,再次加入 1 mL 硝酸和 2 mL 氢氟酸,装入密闭罐中,放置于 180℃ 烘箱中加热 36 h。待溶样罐冷却至室温后,开盖,并置于低温电热板上缓慢蒸干,赶净氢氟酸,然后加入 1.5 mL 硝酸,蒸发至干,加入 4 mL 50% 的硝酸,封闭后置于 150℃ 烘箱中加热 12 h,冷却至室温,再将溶液定容至 50 mL 聚酯(PET)塑料瓶中,滴加 0.1% 氢氟酸,采用 ICP-MS 测定。

(2) 过氧化钠熔融分解样品,ICP-MS 分析:称取 100 mg 样品于刚玉坩埚中,加入 1 g 过氧化钠,用细玻璃棒充分搅拌均匀后,再覆盖一层过氧化钠,置于 700℃ 马弗炉中熔融 15 min,取出,待冷却至室温后,将样品连同刚玉坩埚倒入已盛有 30 mL 水的玻璃烧杯中,在电热板上加热 5 min 左右,取下后冲洗坩埚,将熔融物转移至 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸酸化使沉淀完全溶解,定容至 100 mL 容量瓶中,澄清后分取该溶液 10 mL 定容至 100 mL 容量

瓶中,采用 ICP-MS 测定。

(3) 偏硼酸锂熔融分解样品,ICP-MS 分析:称取 100 mg 样品于石墨坩埚中,加入 400 mg 已烘干的偏硼酸锂,充分搅拌均匀,放入预先升温至 1000℃ 的马弗炉中,在此温度下熔融 15 min,取出后加入 15 mL 热的 10% 硝酸,使用超声波振荡溶解 30 min 左右,待固体完全溶解后,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,再用 10% 硝酸稀释至刻度,摇匀。然后分取该溶液 10 mL 定容至 100 mL 容量瓶中,采用 ICP-MS 测定。

(4) 粉末压片,XRF 分析:波长色散 X 射线荧光光谱仪(Axios 型,荷兰帕纳科公司),钨丝铈靶光管功率 4.0 kW,用于方法比对。主要分析步骤为:称取 4 g 样品,用低压聚乙烯镶边垫底,在 35 t 压力下制成内径为 31 mm、外径为 40 mm 的圆片,待测。

2 结果与讨论

2.1 ICP-MS 分析中内标与同位素的选择

采用内标校正可以补偿由于仪器信号漂移和基体效应造成的灵敏度漂移。ICP-MS 分析中,内标元素选择的原则是被测溶液使内标元素受到干扰因素尽可能少,质谱行为尽可能与被测元素一致。实验选择了 10 ng/mL 的¹⁰³Rh 溶液作为内标进行校正。

上机时需选择丰度大、干扰小、灵敏度高的同位素进行测定,⁹⁰Zr 的丰度明显高于其他同位素的质量数,且无严重的多原子离子干扰,实验选择分析同位素为⁹⁰Zr。

2.2 高压密闭酸溶实验条件的选择

花岗闪长岩中锆石(ZrSiO_4)是锆的主要寄主矿物,而锆石的抗溶蚀性非常强,其次,锆在稀硝酸介质中不稳定,改善其稳定性的主要方法是加入适量盐酸或氢氟酸^[16]。氟离子是活性最强的元素,极易与锆形成氟络离子,锆的氟络合物离子形态的存在使其稳定性显著改善、反应活性增大,从而导致 ICP 中锆的离子强度显著增加。而引入氯离子,会在同时测定钒、铬等元素时造成多原子干扰。因此本法根据花岗闪长岩中锆的存在方式以及锆在氢氟酸介质中的稳定性,选用花岗闪长岩标准物质 GBW07111 作为分析对象,在原有密闭溶矿^[17]的基础上作出以下改变。

(1) 针对锆石强的抗溶蚀性,增加赶硅的前处理步骤。经实验证实,样品预先用氢氟酸、硝酸蒸发赶硅,然后加酸封闭溶解,与不经赶硅,直接加酸封闭溶解,锆元素的溶出率提升 4% 左右,故应先加酸

预先赶硅。

(2)因氢氟酸可较好地分解硅酸盐,所以溶矿过程中增加了氢氟酸的加入量并且改变了氢氟酸与硝酸的比例。具体是:在原来高压密闭酸溶方法的基础上做了系列实验,加酸量分别为:1 mL 氢氟酸和0.5 mL 硝酸、1.5 mL 氢氟酸和0.5 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸和0.5 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸和1 mL 硝酸,锆的溶出率依次是75%、82%、90%、92%。由锆的溶出率可以看出,当氢氟酸加入量为2 mL时,锆已经有较好的溶出率,在此基础上增加了硝酸的加入量,因其较强氧化性,可使锆的溶出率略微提高。因此本文选择的氢氟酸和硝酸加酸量的组合为:2 mL 氢氟酸和1 mL 硝酸。

(3)本实验分别利用2%硝酸、2%硝酸-0.1%氢氟酸介质进行分析测试,锆的溶出率分别为91%和94%。因此,本法的溶液介质选择为2%硝酸-0.1%氢氟酸。

2.3 本法与碱熔预处理方法溶样效果比较

将本文所建立的方法获得的分析结果与过氧化钠碱熔 ICP-MS、偏硼酸锂碱熔 ICP-MS 以及 XRF 法的分析结果进行对比,由表2可以看出,几种预处理方法测定锆的结果基本一致,表明本法和过氧化钠碱熔碱熔、偏硼酸锂碱熔均可以很好地溶解花岗闪长岩中含锆副矿物,而实验选用的波长色散 X 射线荧光光谱法采用的靶材是铯,它的 $K\alpha$ 线所释放的能量刚好是在锆的吸收边,使得锆的激发效率较高,元素铯、钽对锆的重叠干扰可采用铯靶 $K\alpha$ 线的康普顿散射作内标校正基体效应,并用经验系数法校正 Fe、Ca 等基体对分析线的影响^[18],所以该方法可以准确测定锆元素的含量,与本文方法具有可比性。

表2 采用不同溶样、分析方法测定锆的结果对比

Table 2 Comparison of analytical results of Zr obtained by different sample-digestion and analytical methods

样品 编号	锆含量测定值($\mu\text{g/g}$)			
	高压密闭酸溶, ICP-MS 法 (本法)	过氧化钠碱熔, ICP-MS 法	偏硼酸锂碱熔, ICP-MS 法	X 射线荧光 光谱法
1	147	149	146	150
2	210	214	209	213
3	79.2	82.3	76.7	81.1
4	142	144	139	144
5	138	142	141	143
6	233	239	226	236
7	202	206	197	204

2.4 方法检出限

检出限是指对全流程空白溶液连续测定 11 次所得结果标准偏差的 3 倍所对应的浓度值。采用本文的高压密闭酸溶、过氧化钠碱熔以及偏硼酸锂碱熔进行 ICP-MS 分析,获得的检出限($\mu\text{g/g}$)分别为:0.052、4.64、0.41。由此可知,过氧化钠碱熔的检出限最高,而本实验方法的检出限最低。

2.5 方法精密度、准确度和方法实用性评价

按本文实验方法(高压密闭酸溶)、过氧化钠碱熔以及偏硼酸锂碱熔的实验流程,分别称取 GBW07111 标准样品 11 份进行分析测定,计算测定方法的精密度以及准确度,结果见表3。三种方法的精密度(RSD)均小于5%,相对误差也均小于5%,都取得了满意的结果。

表3 方法精密度和准确度

Table 3 Precision and accuracy tests of the method

测定方法	GBW07111 中锆含量		相对误差 (%)	RSD (%)
	标准值 ($\mu\text{g/g}$)	测定值 ($\mu\text{g/g}$)		
高压密闭酸溶, ICP-MS 分析(本法)	224	215	4.01	3.4
过氧化钠碱熔, ICP-MS 分析	224	231	3.13	4.1
偏硼酸锂碱熔, ICP-MS 分析	224	228	1.78	3.2

具体来说,过氧化钠碱熔对于熔解难溶副矿物非常有效,但是溶液中会含有大量碱金属离子,使得基体效应增大,仪器易漂移,并且需要扩大稀释倍数,使得各元素检出限增高,过程复杂,空白值高。偏硼酸锂碱熔法易操作,空白值较低,但是高温熔融后会形成难以分解的玻璃体,引入过多的盐量,容易堵塞雾化器和接口部分,不适合大量样品的分析工作,而且引进了大量的杂质离子,影响仪器对锂和铍的测定。而本法在分析锆元素的同时,还可分析 GBW07111 中的其他微量元素,如锂、铍、钕等(见表4),相对误差均在10%以内,所以本方法可以适用于花岗闪长岩中锆和其他微量元素的同时测定。

3 结论

本文针对原有高压密闭酸溶, ICP-MS 分析花岗闪长岩中的微量锆测定结果偏低的现象,且含锆副矿物难溶这一难点,增加了赶硅的预处理步骤,并调整加酸量为 2 mL 氢氟酸、1 mL 硝酸,溶液介质为 2% 硝酸和 0.1% 氢氟酸,使锆的溶出率提高到 95% 左右,检出限为 0.052 $\mu\text{g/g}$,建立了新的高压密闭酸溶, ICP-MS 分析花岗闪长岩中锆和其他微量元

表 4 本法分析标准物质 GBW07111 中锆和其他微量元素的测定结果

Table 4 Analytical results of zirconium and other trace elements in GBW07111 provided by the method

元素	测定值 ($\mu\text{g/g}$)	标准值 ($\mu\text{g/g}$)	元素	测定值 ($\mu\text{g/g}$)	标准值 ($\mu\text{g/g}$)
Zr	215	224	La	58.1	60.5
Li	15.3	16.2	Ce	110	112
Be	1.98	2.11	Pr	12.9	13.2
Sc	9.84	10.3	Nd	47.5	48.1
V	97.2	104	Sm	7.65	7.74
Cu	10.1	8.8	Eu	1.86	1.91
Zn	83.1	85.4	Gd	4.99	5.09
Co	14.9	15.6	Tb	0.65	0.68
Nb	10.2	10.6	Dy	3.03	3.20
Ta	0.58	0.62	Ho	0.57	0.60
Hf	5.01	5.2	Er	1.49	1.57
Pb	18.6	19.8	Tm	0.24	0.26
Th	11.2	10.9	Yb	1.51	1.56
U	1.37	1.40	Lu	0.22	0.24
Y	14.9	15.5			

素的方法,具有精密度、准确度高,检出限低,微量元素可一次性同时测定等技术特点,获得的高精度测试数据对合理分析花岗闪长岩的岩浆成因及大地构造背景具有重大意义。

4 参考文献

- [1] 曾惠芳,戟朝玉,鲁锦英. 电感耦合等离子体质谱法同时测定岩石中痕量元素的研究[J]. 岩矿测试, 1995, 14(3):173-178.
Zeng H F, Ji C Y, Lu J Y. Simultaneous Determination of Trace Elements in Rock Samples by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis, 1995, 14(3):173-178.
- [2] 李冰,杨红霞. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术在地学研究中的应用[J]. 地学前缘, 2003, 10(2): 367-377.
Li B, Yang H X. Applications of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry in Earth Science [J]. Earth Science Frontiers, 2003, 10(2):367-377.
- [3] 李冰,杨红霞编著. 电感耦合等离子体质谱原理和应用[M]. 北京:地质出版社, 2005:144-147.
Li B, Yang H X. Principle and Application of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [M]. Beijing: Geological Publishing House, 2005:144-147.
- [4] 王小如编著. 电感耦合等离子体质谱应用实例[M]. 北京:化学工业出版社, 2005:66-78.
Wang X R. Application Example of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005:66-78.
- [5] Qi L, Hu J, Gregoire D C. Determination of Trace Ele-

ments in Granites by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [J]. Talanta, 2000, 51:507-513.

- [6] 侯振辉,王晨香. 电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中 35 种微量元素[J]. 中国科技大学学报, 2007, 37(8):940-944.
Hou Z H, Wang C X. Determination of 35 Trace Elements in Geological Samples by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry [J]. Journal of University of Science Technology of China, 2007, 37(8):940-944.
- [7] 孙德忠,何红蓼. 封闭酸溶-等离子体质谱法分析超细粒度地质样品中 42 个元素[J]. 岩矿测试, 2007, 26(1):21-25.
Sun D Z, He H L. Determination of Elements in Ultra-fine Geological Samples by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Pressurized Acid Digestion [J]. Rock and Mineral Analysis, 2007, 26(1):21-25.
- [8] Zhang W, Hu Z C, Liu Y S, et al. Reassessment of HF/HNO₃ Decomposition Capability in High Pressure Digestion of Felsic Rocks for Multi-element Analysis by ICP-MS [J]. Geostandards and Geoanalytical Research, 2012, 36(3):271-289.
- [9] 刘晔,第五春荣,柳小明,等. 密闭高温高压溶 ICP-MS 测定 56 种国家地质标准物质中的 36 种痕量元素——对部分元素参考值修正和定值的探讨[J]. 岩矿测试, 2013, 32(2):221-228.
Liu Y, Diwu C R, Liu X M, et al. Determination of 36 Trace Elements in 56 Chinese National Standard Reference Materials by ICP-MS with Pressurized Acid-digestion [J]. Rock and Mineral Analysis, 2013, 32(2):221-228.
- [10] 刘勇胜,胡圣虹,柳小明,等. 高级变质岩中 Zr、Hf、Nb、Ta 的 ICP-MS 的准确分析[J]. 地球科学——中国地质大学学报, 2003, 28(2):151-156.
Liu Y S, Hu S H, Liu X M, et al. Accurate Analysis of Zr, Hf, Nb and Ta in High-grade Metamorphic Rocks with ICP-MS [J]. Earth Science—Journal of China University of Geosciences, 2003, 28(2):151-156.
- [11] Xie Q, Jian J, Sun M. ICP-MS Analysis of Basalt BIR-1 for Trace Elements [J]. Geostandards Newsletter, 1994, 18(1):53-63.
- [12] 时晓露,刘洪青,孙月婷,等. 电感耦合等离子体质谱法测定岩石样品中的锆、铌、钽、钼两种预处理方法的比较[J]. 岩矿测试, 2009, 28(5):427-430.
Shi X L, Liu H Q, Sun Y T, et al. Comparison of Two Different Sample Pretreatment Methods in Determination of Zr, Nb, Hf, Ta in Rocks by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis, 2009, 28(5):427-430.
- [13] 王蕾,何红蓼,李冰. 碱熔沉淀-等离子体质谱法测定地质样品中的多元素[J]. 岩矿测试, 2003, 22(2):86-92.

- Wang L, He H L, Li B. Multi-element Determination in Geological Samples by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry after Fusion-precipitation Treatment [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2003, 22(2): 86-92.
- [14] 闫欣, 许荣华. 等离子体质谱法测定岩石中的锆、铪、铌、钽[J]. *矿物岩石地球化学通报*, 2001, 20(4): 458-460.
- Yan X, Xu R H. Determination of Zr, Hf, Nb, Ta in Rocks by ICP-MS[J]. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 2001, 20(4): 458-460.
- [15] 贺敬博, 陈斌. 西准噶尔克拉玛依岩体的成因: 年代学、岩石学和地球化学证据[J]. *地学前缘*, 2011, 18(2): 191-211.
- He J B, Chen B. Petrogenesis of Karamay Plutons in the West Junggar: Constraints from Geochronology, Petrology and Geochemistry [J]. *Earth Science Frontiers*, 2011, 18(2): 191-211.
- [16] Munker C. Nb/Ta Fractionation in a Cambrian Arc/Back Arc System, New Zealand: Source Constraints and Application of Refined ICPMS Techniques [J]. *Chemical Geology*, 1998, 144: 23-45.
- [17] 何红蓼, 李冰, 韩丽荣, 等. 封闭压力酸溶-ICP-MS法分析地质样品中47个元素的评价[J]. *分析实验室*, 2002, 21(5): 8-12.
- He H L, Li B, Han L R, et al. Evaluation of Determining 47 Elements in Geological Samples by Pressurized Acid Digestion-ICPMS [J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2002, 21(5): 8-12.
- [18] 李国会. X射线荧光光谱法测定土壤和水系沉积物中的痕量铪和锆[J]. *岩矿测试*, 2001, 20(3): 217-219.
- Li G H. Determination of the Trace Hafnium and Zirconium in Stream Sediments and Soils by X-ray Fluorescence Spectrometry [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2001, 20(3): 217-219.

Determination of Trace Zirconium in Granodiorite by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry with Sealed Acid Digestion at High Pressure

LI Wei-liang¹, CHENG Xiu-hua¹, YU Juan², LIU Huan³

(1. Xi'an Center of Geological Survey, China Geological Survey, Xi'an 710054, China;

2. Shaanxi Petroleum Products Quality Supervision and Inspection Station, Xi'an 710075, China;

3. Faculty of Material Science and Chemistry, China University of Geosciences (Wuhan), Wuhan 430074, China)

Abstract: Determination of trace elements in rocks by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry with sealed acid digestion at high pressure is widely used in geological analysis. Zirconium occurs as insoluble accessory minerals such as zircon and rutile in granodiorite, so the recovery of zirconium is always low. This study adds the pretreatment process of removing silicon, increasing the amount of hydrofluoric acid and introducing fluoride ions in the solution to form zirconium fluorine complex ions which improves the stability of zirconium. These steps improve the recovery of zirconium (up to 95%) and achieve an accurate determination of trace zirconium in granodiorite. The precision of this method is less than 5% (RSD, $n=11$) and the detection limit is 0.052 $\mu\text{g/g}$. Zirconium content of granodiorite in the Karamay area is determined by this method, which is consistent with the results determined by the alkaline fusion of Na_2O_2 , LiBO_2 and XRF method. Furthermore, this method has a small matrix effect and low detection limit, which can analyze various trace elements (Li, Be, Sc, for example) simultaneously.

Key words: granodiorite; trace zirconium; sealed acid digestion at high pressure; Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry

本文引用格式: 黎卫亮, 程秀花, 余娟, 等. 高压密闭酸溶-电感耦合等离子体质谱法测定花岗闪长岩中的微量锆[J]. *岩矿测试*, 2016, 35(1): 32-36.

LI Wei-liang, CHENG Xiu-hua, YU Juan, et al. Determination of Trace Zirconium in Granodiorite by Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry with Sealed Acid Digestion at High Pressure [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2016, 35(1): 32-36. DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.2016.01.006.