◆分析与检测◆

基于自制标物标定-X射线荧光光谱法测定磷石膏中硅、铝、铁、钙、镁、钾、磷

舒顺顺，刘贝叶，韩　薇，雷　甜

（资源与生态环境地质湖北省重点实验室 湖北省地质局第八地质大队，湖北 襄阳　441000）

［摘　要］磷石膏是湿法磷酸工业产生的大宗固体废弃物，其成分分析对资源化利用和环境风险评估至关重要。本研究建立了一种基于自制标准物质标定、快速测定磷石膏中硅、铝、铁、钙、镁、钾、磷7种元素含量的X射线荧光光谱（XRF）分析方法。以高纯二氧化硅、氧化铝、氧化铁、二水硫酸钙、氧化镁和磷酸氢二钾为原料，按梯度比例混合制备系列标准物质，通过熔片法制备待测样片并建立工作曲线。方法学验证结果表明，7种元素的工作曲线相关系数均大于0.998 8，方法检出限在0.03%～0.10%，精密度在0.14%～2.06%。通过与电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-AES）对比，12个实际磷石膏样品各元素测定结果的相对偏差最大值均小于10%，证实了方法的准确性。此外，对该方法进行了不确定度评定，量化了天平称量、测量重复性、工作曲线回归及标准物质纯度等因素对结果的影响，其中工作曲线回归是主要不确定度来源。该方法操作简便、快速、准确，克服了传统化学分析法步骤烦琐、耗时长的缺点，为磷石膏的大批量快速成分分析及资源化利用提供了可靠的技术支持。

［关键词］X射线荧光光谱法；自制标准物质；多元素分析；不确定度评定

［中图分类号］O657.34　　［文献标志码］A　　［文章编号］2097-4566（2026）06-0115-06

Determination of silicon, aluminum, iron, calcium, magnesium, potassium, and phosphorus in phosphogypsum by XRF based on self-made standard materials

SHU Shunshun, LIU Beiye, HAN Wei, LEI Tian

(*No. 8 Geological Brigade, Hubei Provincial Geological Survey, Hubei Key Laboratory of Resources and Eco-Environmental Geology, Xiangyang* 441000, *China*)

Abstract: Phosphogypsum is a major solid waste generated by the wet-process phosphoric acid industry, and its compositional analysis is crucial for resource utilization and environmental risk assessment. An XRF analytical method based on self-made standard materials calibration is developed for rapid determination of seven elements—silicon, aluminum, iron, calcium, magnesium, potassium, and phosphorus in phosphogypsum. Using high-purity silicon dioxide, aluminum oxide, iron oxide, calcium sulfate dihydrate, magnesium oxide, and dipotassium hydrogen phosphate as raw materials, a series of standard materials are prepared by gradient mixing. Test samples are prepared via the fused pellet method, and working curves are established. Methodological validation results show that the correlation coefficients of the working curves for all seven elements exceed 0.998 8, with detection limits ranging from 0.03% to 0.10% and precision between 0.14% and 2.06%. Comparative testing of 12 actual phosphogypsum samples with inductively coupled plasma emission spectrometry (ICP-AES) reveals that the maximum relative deviation of measured results for each element is less than 10%, confirming that the method is accuracy. Additionally, uncertainty evaluation is conducted, quantifying the impact of factors such as balance weighing, measurement repeatability, working curve regression, and standard material purity, with working curve regression identified as the primary source of uncertainty. This method is simple, rapid, and accurate, overcoming the drawbacks of traditional chemical analysis methods, such as complex procedures and lengthy timelines, providing reliable technical support for large-scale rapid compositional analysis and resource utilization of phosphogypsum.

收稿日期:2025-03-19

作者简介:舒顺顺(1989—　),男,河南商丘人,工程师,研究方向为化学、金属学及金属工艺。

通信作者:刘贝叶(1985—　),女,湖北宜昌人,高级工程师,研究方向为资源环境检测技术。

Key words: X-ray fluorescence spectrometry (XRF); self-made standard materials; multi-element analysis; uncertainty evaluation

磷石膏是磷肥工业生产过程中产生的大宗固体废弃物，每生产磷酸1 t产生磷石膏4.5～5.5 t[1-2]。全球每年产生的磷石膏量超过2亿t，我国作为全球最大的磷肥生产国，年产生磷石膏约8 000万t[3-4]。大量磷石膏堆存不仅占用土地资源，还可能对环境和人类健康造成严重危害[5-7]。

磷石膏成分分析是其资源化利用的基础[8]。首先，检测磷石膏成分可以评估磷石膏的环境风险，为制定合理的处置方案提供依据；其次，通过检测可以了解磷石膏的化学成分，为其资源化利用提供基础数据；再次，定期检测可以监控磷石膏堆场对环境的影响，及时发现和预防污染事故；最后，检测结果可以为磷肥生产工艺优化提供反馈，从源头上减少有害物质产生[9-12]。然而，传统的磷石膏成分检测方法存在诸多局限性。化学分析法虽然准确度高，但操作步骤复杂、耗时长，且需要使用大量化学试剂，可能产生二次污染。原子吸收光谱法和电感耦合等离子体质谱法虽然灵敏度高，但仪器昂贵、维护成本高，且样品前处理步骤复杂[13-14]。这些方法的局限性限制了磷石膏检测的效率和规模，难以满足大规模、快速检测的需求。

笔者旨在建立基于基准试剂标定-X射线荧光光谱（XRF）法的磷石膏成分分析方法，并对测量结果进行不确定度评定，为磷石膏成分分析提供一种可靠的方法，为磷石膏的环境管理和资源化利用提供有力支持，并为相关标准的制定提供参考依据。

1 实验部分

1.1 实验仪器

ZSXPrimusIV-S型X射线荧光光谱仪，日本理学株式会社，管电压60 kV，管电流60 mA，视野光栏直径30 mm。样品均在真空条件下测定，其他测定条件见表1。

表1 X射线荧光光谱仪工作参数

Table 1 Working parameters of X-ray fluorescence spectrometer

组分	准直器	晶体	探测器	脉冲高度	样品测量		背景	
					角度/(°)	时间/s	角度/(°)	时间/s
Si	S4	PETH	PC	100～300	109.07	20	不测量	不测量
Al	S4	PETH	PC	100～300	144.86	20	140.16	10
Fe	S2	LiF(200)	SC	70～375	57.50	20	55.00	10
Ca	S4	LiF(200)	PC	100～300	113.12	20	110.00	10
Mg	S4	RX26	PC	100～325	37.81	20	40.66	10
K	S4	LiF(200)	PC	100～300	136.70	20	140.00	10
P	S4	GeH	PC	95～300	141.00	30	144.00	10

BSA124S-CW型万分之一电子天平，德国赛多利斯公司；CNRY-02C型全自动熔样机，洛阳超耐实验设备有限公司。

1.2 实验材料

四硼酸锂-偏硼酸锂，助熔剂，四硼酸锂、偏硼酸钾质量比67:33；碳酸钠；二氧化硅，质量分数≥99.99%；氧化铝，质量分数≥99.99%；氧化铁，质量分数≥99.99%；二水硫酸钙，质量分数≥99.0%；氧化镁，质量分数≥99.99%；磷酸氢二钾，质量分数≥99.99%。

1.3 工作曲线的创建

1） 梯度混合自制标物

将二氧化硅、氧化铝、氧化铁、二水硫酸钙、氧化镁、磷酸氢二钾6种化合物按照表2梯度比例混合，混合后总质量为1.000 0 g。

表2 自制标物中各元素质量分数

Table 2 Mass fraction of each element in self-made standard materials

序号	称取化合物质量/mg						各元素质量分数/%						
	SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	$CaSO_4·2H_2O$	MgO	KH_2PO_4	Si	Al	Fe	Ca	Mg	K	P
1	200.0	60.0	30.0	560.0	30.0	120.0	13.99	3.18	2.10	13.04	1.81	3.45	2.73
2	100.0	50.0	25.0	700.0	25.0	100.0	6.99	2.65	1.75	16.30	1.51	2.87	2.28
3	80.0	40.0	20.0	790.0	20.0	50.0	5.60	2.12	1.40	18.40	1.21	1.44	1.14
4	60.0	30.0	15.0	840.0	15.0	40.0	4.20	1.59	1.05	19.56	0.90	1.15	0.91
5	40.0	20.0	10.0	890.0	10.0	30.0	2.80	1.06	0.70	20.73	0.60	0.86	0.68
6	20.0	10.0	7.5	935.0	7.5	20.0	1.40	0.53	0.52	21.78	0.45	0.57	0.46
7	10.0	5.0	5.0	965.0	5.0	10.0	0.70	0.26	0.35	22.47	0.30	0.29	0.23
8	5.0	2.5	2.5	982.5	2.5	5.0	0.35	0.13	0.17	22.88	0.15	0.14	0.11

2） 样片的制备

先准确称取四硼酸锂-偏硼酸锂（助熔剂，其中四硼酸锂、偏硼酸钾质量比67:33）7 g于铂金坩埚中，然后将自制标物置于助熔剂上，用聚四氟乙烯搅拌棒搅拌均匀，再加入0.25 mL溴化氨作为脱模剂，最后将铂金坩埚置于熔融机上进行熔片。熔样条件为：熔融温度1 050 ℃，预热时间2 min，熔融时间10 min，熔样期间自动中速摇摆，熔样结束后静置30 min，夹出铂金坩埚，待样片自然冷却后脱模成型。

3） 工作曲线的绘制

按照仪器工作曲线建立流程，逐个分析8个自制标物，以谱线强度为纵坐标，样品中元素标准值为横坐绘制工作曲线。

1.4 样品测定

先准确称取助熔剂7 g于铂金坩埚中，再称取磷石膏样品1.000 0 g置于助熔剂上，按照1.3节方法制备样片，用X射线荧光光谱仪测量其中硅、铝、铁、钙、镁、钾、磷含量。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线

在优化的实验条件下，按照1.3节3）的步骤通过最小二乘法拟合工作曲线，得到回归方程$I=a+bx$，式中：I为响应强度，a为截距，b为斜率，x为样品中组分质量分数。各元素工作曲线相关值如表3所示。

表3 工作曲线相关值

Table 3 Related values of working curve

序号	元素	a	b	曲线范围w/%	校正因数
1	Si	2.145 1	7.129 5	0.35 ~ 13.99	0.999 4
2	Al	4.027 7	8.939 6	0.13 ~ 3.18	0.998 9
3	Fe	−6.652 8	73.011	0.17 ~ 2.10	0.998 8
4	Ca	−13.989	28.760	13.04 ~ 22.88	0.999 3
5	Mg	0.397 3	2.285 5	0.15 ~ 1.81	0.999 0
6	K	0.618 4	25.833	0.14 ~ 3.45	0.999 9
7	P	0.680 3	26.775	0.11 ~ 2.73	0.999 8

由表3可知，7种元素的浓度曲线涵盖了对应磷石膏中的典型含量范围。各元素工作曲线校正因数均大于0.999，表明各元素质量分数与谱线强度相关性极高，能满足样品分析要求。

2.2 检出限和精密度

在优化的熔样条件下，重复制备7个低浓度样品，分别采用XRF法进行测定，将所得的结果进行统计分析，检出限修约遵循只进不舍规则，结果如表4所示。

方法检出限计算公式如下：

$$MDL=t_{(n-1,0.99)}\times S。\tag{1}$$

方法精密度计算公式如下：

$$STD=\frac{S}{\bar{x}}。\tag{2}$$

式中：MDL为方法检出限；STD为方法精密度；n为样品的平行测定次数，本实验n=7；t为自由度为n−1、置信度为99%时的t分布值（单侧），本实验t=3.143；S为n次平行测定的标准偏差；$\bar{x}$为7次检测平均值。

表4 检出限和精密度

Table 4 Detection limit and precision

序号	元素	标准偏差/%	检出限w/%	精密度/%
1	Si	0.022	0.07	0.77
2	Al	0.014	0.05	1.34
3	Fe	0.012	0.04	1.64
4	Ca	0.029	0.10	0.14
5	Mg	0.010	0.03	1.59
6	K	0.021	0.07	2.06
7	P	0.017	0.06	1.07

由表4可知，7种元素的标准偏差为0.010% ~ 0.029%，检出限范围为0.03% ~ 0.10%，精密度范围为0.14% ~ 2.06%，均满足磷石膏样品分析检测要求。

2.3 准确度

分别采用传统方法与XRF法测定12个磷石膏样品（来自湖北省某几个磷石膏堆场），传统法选择电感耦合等离子体光谱仪法（ICP-AES法）。用相对偏差来表示两种方法的相关性，结果见表5。

相对偏差计算公式如下：

$$RD=\frac{|x_1-x_2|}{x_1+x_2}\times 100\%。\tag{3}$$

式中：RD为相对偏差；x_1为XRF法检测结果；x_2为ICP-AES法检测结果。

从表5可知，XRF法与ICP-AES法对7种元素的检测结果相对偏差最大值分别为硅1.68%、铝5.26%、铁3.23%、钙1.08%、镁7.89%、钾5.00%、磷4.48%，相对偏差最大值均<10%，这说明XRF法检测结果与传统法一致，能满足快速准确检测磷石膏的需要。

表5　ICP-AES法与XRF法结果对比

Table 5　Comparison of results between ICP-AES method and XRF method　%

样品编号	w(Si)			w(Al)			w(Fe)			w(Ca)			w(Mg)			w(K)			w(P)		
	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD	XRF法	ICP-AES法	RD
1	11.91	11.80	0.46	1.58	1.46	3.95	0.96	0.95	0.52	18.39	18.35	0.11	0.205	0.221	3.76	0.65	0.68	2.26	0.50	0.51	0.99
2	6.33	6.51	1.40	0.50	0.47	3.09	0.50	0.51	0.99	20.60	20.59	0.02	0.052	0.055	2.80	0.38	0.42	5.00	0.35	0.37	2.78
3	5.84	5.75	0.78	0.36	0.40	5.26	0.43	0.43	0	20.92	20.98	0.14	<0.03	0.024		0.40	0.44	4.76	0.35	0.37	2.78
4	6.55	6.62	0.53	0.49	0.46	3.16	0.48	0.45	3.23	19.93	19.83	0.25	0.156	0.145	3.65	1.80	1.65	4.35	1.27	1.17	4.10
5	6.78	6.76	0.15	0.58	0.61	2.52	0.50	0.51	0.99	19.60	19.81	0.53	0.156	0.157	0.32	1.07	1.17	4.46	0.81	0.81	0
6	8.60	8.68	0.46	2.49	2.40	1.84	0.66	0.64	1.54	18.03	18.25	0.61	0.190	0.182	2.15	0.98	1.04	2.97	0.84	0.82	1.20
7	7.31	7.53	1.48	0.58	0.57	0.87	0.52	0.52	0	20.97	20.52	1.08	0.058	0.063	4.13	0.45	0.49	4.26	0.42	0.42	0
8	5.79	5.75	0.35	0.35	0.35	0	0.44	0.42	2.33	21.16	20.99	0.40	0.040	0.035	6.67	0.33	0.35	2.94	0.38	0.38	0
9	5.47	5.32	1.39	0.38	0.35	4.11	0.38	0.37	1.33	21.71	21.93	0.50	0.032	0.029	4.92	0.38	0.41	3.80	0.35	0.35	0
10	4.23	4.09	1.68	0.31	0.31	0	0.40	0.38	2.56	22.53	22.64	0.24	0.035	0.041	7.89	0.28	0.29	1.75	0.39	0.38	1.30
11	5.37	5.28	0.85	0.37	0.38	1.33	0.39	0.38	1.30	21.88	21.82	0.14	0.033	0.030	4.76	0.39	0.40	1.27	0.38	0.37	1.33
12	5.32	5.28	0.38	0.43	0.45	2.27	0.40	0.42	2.44	20.78	21.03	0.60	<0.03	0.012		0.51	0.54	2.86	0.59	0.65	4.48

注：<0.03表示Mg元素质量分数低于XRF的方法检出限。

2.4　方法不确定度分析

为识别本方法的误差来源，并采取相应措施减少误差，对方法进行不确定度分析。

2.4.1　不确定度分析用样品检测

按照1.4节方法重复制备7份样品，采用XRF法检测，样品分析结果见表6。

表6　样品分析结果

Table 6　Sample analysis results

项目	w(Si)/%	w(Al)/%	w(Fe)/%	w(Ca)/%	w(Mg)/%	w(K)/%	w(P)/%
1	2.851	1.048	0.732	20.810	0.622	1.018	1.586
2	2.849	1.046	0.733	20.811	0.631	1.016	1.589
3	2.847	1.045	0.732	20.805	0.628	1.017	1.590
4	2.839	1.049	0.734	20.817	0.627	1.017	1.583
5	2.839	1.050	0.733	20.809	0.621	1.018	1.586
6	2.850	1.054	0.734	20.808	0.618	1.018	1.588
7	2.837	1.053	0.735	20.805	0.622	1.019	1.588
平均值	2.845	1.049	0.733	20.809	0.624	1.018	1.587

2.4.2　不确定度来源

本方法测定结果不确定度主要来源见表7。

表7　XRF法不确定度来源

Table 7　Sources of uncertainty in XRF method

不确定度分量	不确定度来源	分布	不确定度分类
$u_{rel,1}$	天平称量	均匀	B类
$u_{rel,2}$	测量重复性	正态	A类
$u_{rel,3}$	工作曲线回归	正态	A类
$u_{rel,4}$	自制标物纯度	均匀	B类

2.4.3　天平称量引起的相对不确定度

天平称量的不确定度主要考虑天平分辨率引入的不确定度。天平称量分辨率为0.1 mg，即绝对不确定度为0.1 mg，称样1 000 mg，称量2次（一次空盘，一次称量），按均匀分布，天平称量引起的相对不确定度为：

$$u_{rel,1}=\frac{\sqrt{(0.1/\sqrt{3})^2\times 2}}{1\,000}=0.000\,082。\tag{4}$$

2.4.4　测量重复性引起的相对不确定度

不考虑从大批样品中取样，只考虑实验中2次取样引入的不确定度。设重复测量7次的标准偏差为S_1，按贝塞尔公式（见式（5）），标准偏差计算结果见表8。

$$S_1=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})^2}{n-1}}。\tag{5}$$

表8　测量重复性引起的相对不确定度

Table 8　Relative uncertainty caused by measurement repeatability

组分	S_1/%	S_2/%	$u_{rel,2}$
Si	0.006 00	0.004 24	0.001 490
Al	0.003 35	0.002 37	0.002 259
Fe	0.001 11	0.000 79	0.001 078
Ca	0.004 11	0.002 91	0.000 140
Mg	0.004 60	0.003 25	0.005 208
K	0.000 98	0.000 69	0.000 678
P	0.002 34	0.001 65	0.001 040

实验中对每个未知含量的样品测量2次，取两次平行测试结果的算术平均值作为报告结果，则测量重复性引入的相对不确定度用两次取样的算术平均值的标准偏差S_2计算（见式（6）（7），结果见表8。

$$S_2=\frac{S_1}{\sqrt{2}};\tag{6}$$

$$u_{rel,2}=\frac{S_2}{\bar{x}}。\tag{7}$$

2.4.5 工作曲线回归的相对不确定度

XRF法的工作曲线绘制采用8个自制标物，则由工作曲线变动引入的标准不确定度按式（8）计算。

$$u_1=\frac{S_3}{b}\sqrt{\frac{1}{m}+\frac{1}{n}+\frac{(x_0-\bar{x})^2}{\sum_{i=1}^{n}(x_i-\bar{x})^2}}。\tag{8}$$

其中，S_3为工作曲线的标准偏差，按公式（9）计算，结果见表9。

$$S_3=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}[I_i-(bx_i+a)]^2}{n-2}}。\tag{9}$$

式中：I_i为实测的荧光强度；m为被测样品测量次数，实验中取m=2；n为标样点的数目，实验中取n=8；x_0为未知样品测量的平均值，$\bar{x}$为工作曲线标样质量分数的平均值，x_i为工作曲线每个标样点的质量分数；a、b值见表3。

将数据代入公式（10）可求得$u_{rel,3}$。

$$u_{rel,3}=\frac{u_1}{x_0}。\tag{10}$$

表9 工作曲线回归和标准物质引起的相对不确定度

Table 9 Relative uncertainty caused by working curve regression and standard substances

组分	S_3	$u_{rel,3}$
Si	0.352 86	0.014 198
Al	0.093 32	0.008 118
Fe	0.117 10	0.001 785
Ca	1.038 83	0.001 416
Mg	0.063 02	0.036 050
K	0.355 47	0.012 764
P	0.107 50	0.002 064

2.4.6 自制标物纯度引起的相对不确定度

假设自制标物的纯度为P，不确定度为$\triangle P$=1-P，自制标物纯度引起的相对不确定度按公式（11）计算，结果见表10。

$$u_{rel,4}=\frac{\triangle P}{P\times x_0}。\tag{11}$$

表10 自制标物纯度引起的相对不确定度

Table 10 Relative uncertainty caused by the purity of self-made standards

组分	P/%	$\triangle P$/%	$u_{rel,4}$
Si	99.99	0.01	0.000 035
Al	99.99	0.01	0.000 095
Fe	99.99	0.01	0.000 136
Ca	99.00	1.00	0.000 485
Mg	99.99	0.01	0.000 160
K	99.99	0.01	0.000 098
P	99.99	0.01	0.000 063

2.4.7 合成不确定度

合成标准不确定度按公式（12）计算，结果见表11。

$$u_{rel}=\sqrt{u_{rel,1}^2+u_{rel,2}^2+u_{rel,3}^2+u_{rel,4}^2}。\tag{12}$$

合成不确定度按公式（13）计算，结果见表11。

$$u=\bar{x}\times u_{rel}。\tag{13}$$

表11 不确定度结果汇总

Table 11 Summary of uncertainty results

组分	u_{rel}	u/%	U/%	结果表示/%
Si	0.014 276	0.041	0.082	2.845 ± 0.082
Al	0.008 427	0.009	0.018	1.049 ± 0.018
Fe	0.002 091	0.002	0.004	0.733 ± 0.004
Ca	0.001 506	0.031	0.062	20.809 ± 0.062
Mg	0.036 425	0.023	0.046	0.624 ± 0.046
K	0.012 783	0.013	0.026	1.018 ± 0.026
P	0.002 314	0.004	0.008	1.587 ± 0.008

2.4.8 扩展不确定度

日常分析中仪器输出量的分布多为正态分布，取k=2，则扩展不确定度按公式（14）计算，结果见表11。

$$U=k\times u。\tag{14}$$

由表11可知，7种元素的扩展不确定度均满足日常分析要求。其中Mg元素标准不确定度最大，这可能是由于Mg元素的含量在7个元素中最低，含量较低的元素通常更容易受到测量误差的影响，从而导致较大的不确定度。

2.4.9 不确定度贡献值分析

7种元素中4种不确定度贡献值占比见表12。

表12 XRF法不确定度贡献值占比

Table 12 Proportion of uncertainty contribution value in XRF method

组分	不确定度贡献值占比/%			
	$u_{rel,1}$	$u_{rel,2}$	$u_{rel,3}$	$u_{rel,4}$
Si	0.01	9.43	89.83	0.22
Al	0.78	21.40	76.92	0.90
Fe	2.66	34.99	57.94	4.41
Ca	3.86	6.59	66.70	22.85
Mg	0.20	12.55	86.87	0.39
K	0.60	4.98	93.70	0.72
P	2.52	32.01	63.53	1.94

由表12可知，7种元素由天平称量引起的相对不确定度占比均最小；工作曲线回归引起的相对不确定度均占比最大；在实际工作中，应重点关注工作曲线的准确性和稳定性，可通过增加自制标物的数量、减小浓度梯度等，确保标准曲线的制备和拟合过程精确，减少回归误差。

Al、Fe和P元素由测量重复性引起的相对不确定度分别占总不确定度的21.40%、34.99%、32.01%，这表明在Al、Fe和P测量过程中可能存在较大的随机误差。应优化测量条件，提高仪器的稳定性，减少操作误差，必要时增加重复测量次数以降低不确定度。

Ca元素由自制标物纯度引起的相对不确定度占不确定度的22.85%。因此，应确保标物的纯度和准确性，或考虑使用更高纯度的标准物质来降低不确定度。

3 结论

使用自制标物标定-X射线荧光光谱法能快速、准确地测定磷石膏中硅、铝、铁、钙、镁、钾、磷的含量，克服了传统分析方法操作复杂、耗时长，且需要使用大量化学试剂、劳动强度大的缺点。7种元素的测量范围、检出限、精密度、准确度均满足大批量样品的快速检测需求。在实际工作中，可通过增加自制标物的数量、减小浓度梯度、增加重复测量次数、使用更高纯度的标准物质等措施来降低不确定度。

[参考文献]

[1] 陈汉昭,李德高,黄迪,等.磷石膏综合利用的研究进展[J].云南化工,2024,51(9):11-15.
CHEN H Z, LI D G, HUANG D, et al. Research Progress on Comprehensive Utilization of Phosphogypsum [J]. Yunnan Chemical Technology, 2024,51(9):11-15.

[2] 徐长忠,於金浩,李义连.磷石膏的预处理和综合利用研究进展[J].安全与环境工程,2024,31(1):260-270.
XU C Z, YU J H, LI Y L. Research Progress of Pretreatment and Comprehensive Utilization of Phosphogypsum [J]. Safety and Environmental Engineering, 2024,31(1):260-270.

[3] 李前均.α-石膏基自流平材料的制备与性能研究[D].贵阳:贵州大学,2017.

[4] 牛梦圆,张峻,叶光利,等.磷石膏中有价元素回收研究进展[J/OL].矿产综合利用[2025-03-19]. https://link.cnki.net/urlid151.1251.TD. 20241203.0958.002.
NIU M Y, ZHANG J, YE G L, et al. Research Progress on Recovery of Valuable Elements from Phosphogypsum [J/OL]. Multipurpose Utilization of Mineral Resources [2025-03-19]. https://link.cnki.net/urlid151.1251.TD.20241203.0958.002.

[5] 刘开义,方炎章,裴亚弟.工业副产磷石膏综合利用的根本出路——无害化处理排放[J].居业,2014(7):52-54.

[6] VILLA M, MOSQUEDA F, HURTADO S, et al.Contamination and restoration of an estuary affected by phosphogypsum releases[J]. Science of the Total Environment, 2009,408(1):69-77.

[7] 纪罗军,赵红林.从循环经济角度看工业副产石膏的资源化利用[J].硫酸工业,2021(9):1-8.
JI L J, ZHAO H L. Resource utilization of industrial waste sulphuric acid from the perspective of circular economy [J]. Sulphuric Acid Industry, 2021(9):1-8.

[8] 邓琪,王琪,黄启飞,等.磷石膏再生利用途径的综合评价[J].环境工程学报,2010,4(10):2327-2332.
DENG Q, WANG Q, HUANG Q F, et al. Comprehensive Evaluation of Approaches to Phosphogypsum Reutilization [J]. Chinese Journal of Environmental Engineering, 2010, 4 (10): 2327-2332.

[9] 陈未献,李金娟,刘文冬.磷石膏中主要元素的分布特征分析[J].地球与环境,2013,41(5):524-528.
CHEN W X, LI J J, LIU W D. Analysis of Distribution Characteristics of Major Elements in Phosphogypsum [J]. Earth and Environment, 2013,41(5):524-528.

[10] 张茹,李艳军,刘杰,等.磷石膏的综合利用及有害元素处理方法[J].矿产保护与利用,2015(2):50-54.
ZHANG R, LI Y J, LIU J, et al. Utilization of Phosphogypsum and Treatment of the Impure Elements [J]. Conservation and Utilization of Mineral Resources, 2015(2):50-54.

[11] 李春洪,秦钢,霍冀川.磷石膏的工业资源化利用进展[J].四川建材,2011,37(3):1-3,5.
LI C H, QIN G, HUO J C. Industrial Resource Recycling Progress of Phosphogypsum [J]. Sichuan Building Materials, 2011,37(3):1-3,5.

[12] 王雁芬,李军.XRF测定磷石膏中磷、铁、铝、镁、硫、钾、钠、硅[J].磷肥与复肥,2019,34(5):41-42.
WANG Y F, LI J. Determination of P_2O_5, Fe_2O_3, Al_2O_3, MgO, SO_3, K_2O, Na_2O, SiO_2 in Phosphogypsum by XRF [J]. Phosphate & Compound Fertilizer, 2019,34(5):41-42.

[13] 张丽萍,孙启亮,姚明星,等.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 L P, SUN Q L, YAO M X, et al. Determination of Multi-component Content in Gypsum by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry with Lithium Metaborate-Lithium Tetraborate Fusion [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2023,13(7):741-747.

[14] 车弟强,杜舜贤,林继英,等.火焰原子吸收光谱法测定磷矿石和磷石膏中铅含量[J].磷肥与复肥,2010,25(6):73.