

氢化物发生-原子荧光光谱法测定地球化学样品中 硒总量影响因素探讨

蒲海钦^{1*}, 黄雪莲²

(1. 四川省西冶检测科技有限公司, 成都 611730; 2. 四川省冶勘设计集团检测有限公司, 成都 610000)

摘要: **目的** 提高原子荧光光谱法测定硒总量精密度和准确度。**方法** 本文通过对氢化物发生-原子荧光光谱法测定地球化学样品中硒总量影响因素进行分析, 探讨了样品消解、仪器自身清洁度、共存离子干扰三个方面影响因素。优化了样品消解过程, 总结了样品测定过程中仪器应注意的问题以及判断和消除共存离子干扰的常用方法。**结果** 通过13个国家一级标准物质验证了方法的可行性, 方法检出限为0.006 mg/kg, 低于DZ/T 0279.14—2016的检出限(0.01 mg/kg), 测试标准物质的相对标准偏差为1.9%~7.9%, $|\Delta \lg C|$ 均小于0.1, 精密度和准确度满足DZ/T 0011—2015《地球化学普查规范(1:50000)》中的要求。**结论** 有效解决了原子荧光光谱法测定硒总量质量不稳定的情况, 提高了精密度和准确度。

关键词: 氢化物发生-原子荧光光谱法; 硒; 影响因素; 地球化学样品

Discussion on the influencing factors of total selenium content in geochemical samples determined by hydride generation atomic fluorescence spectrometry

PU Hai-Qin^{1*}, HUANG Xue-Lian²

(1. Sichuan Xiye Testing Technology Co., Ltd., Chengdu 611730, China; 2. Sichuan Yekan Design Group Testing Co., Ltd., Chengdu 610000, China)

ABSTRACT: Objective To improve the precision and accuracy of atomic fluorescence spectrometry for the determination of total selenium content. **Methods** This article analyzes the factors affecting the determination of total selenium in geochemical samples by hydride generation atomic fluorescence spectrometry, and explores three influencing factors: sample digestion, instrument cleanliness, and coexisting ion interference. Optimized the sample digestion process, summarized the issues that should be noted in the instrument during the sample determination process, as well as the common methods for identifying and eliminating coexisting ion interference. **Results** The feasibility of the method has been verified through 13 national first level standard reference materials, the detection limit of the method is 0.006 mg/kg, which is lower than the detection limit of DZ/T 0279.14-2016 (0.01 mg/kg). The relative standard deviation of the test standard substance were 1.9%~7.9%, and $|\Delta \lg C|$ were all less than 0.1. The precision and accuracy meet the requirements of DZ/T0011-2015 *Geochemical Census Specification (1:50000)*. **Conclusion** Effectively solved the problem of unstable quality in the determination of total selenium by atomic fluorescence spectroscopy, and improved precision and accuracy.

KEY WORDS: hydride generation-atomic fluorescence spectrometry; selenium; influencing factors; geochemical samples

0 引言

硒是稀散元素, 地壳丰度为 0.05×10^{-6} 。它是人体必需的重要微量元素之一, 也是其他动植物新陈代谢必不可少的生命元素。硒被广泛应用于玻璃工业、冶金工业、电子工业、国防工业、

化工、医学和农业等^[1-2], 故准确测定硒含量具有重要意义。

目前, 测定硒的方法有: 原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法、分光光度法、极谱法以及色谱法、电化学分析法等其他方法^[3-4]。原子荧光光谱法以灵敏度高、线性范围宽、检出限低、仪器价格便宜等优点成为测定硒的主要方法之一^[5-7]。在样品实际分析

* 通信作者: 蒲海钦, 工程师, 研究方向: 实验室分析检测。E-mail: 1091205491@qq.com

*Corresponding author: PU Hai-Qin, Engineer, Sichuan Xiye Testing Technology Co., Ltd., Chengdu 611730, China. E-mail: 1091205491@qq.com

测试过程中,由于样品消解关键点难把握,导致溶样效果不理想;同时原子荧光光谱法测硒往往存在共存离子的干扰,包括Cu、Co、Ni等过渡金属元素,Au、Pt、Pd等贵金属和As、Bi等可形成氢化物的元素^[8-10],导致测定结果不稳定。

本文主要从样品消解、共存离子干扰、仪器自身清洁度三个方面进行探讨,进行酸体系选择试验以及样品蒸干程度试验来优化样品消解过程,总结了样品测定过程中仪器应注意的问题以及判断和消除共存离子干扰的常用方法,尽可能将产生的误差降至最低,提高硒测定的精密度和准确度。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

AFS-8520型双道原子荧光光谱仪(北京海光仪器有限公司);硒高强度空心阴极灯,型号HFA-2(北京有色金属研究总院);可控温电热板。

硒标准储备溶液(1000 mg/L)(国家有色金属及电子材料分析测试中心);硒标准工作溶液:将硒标准储备溶液逐级稀释至0.1 μg/mL。

硼氢化钾(2%)溶液:称取20 g KBH₄(分析纯,成都金山化学试剂有限公司)溶于1 L KOH(分析纯,成都金山化学试剂有限公司)溶液(5 g/L)中,现配现用;硝酸(分析纯,成都金山化学试剂有限公司);氢氟酸(分析纯,成都金山化学试剂有限公司);高氯酸(分析纯,成都金山化学试剂有限公司);盐酸(优级纯,成都金山化学试剂有限公司);铁盐溶液(10 mg/mL):称取24.36 g 三氯化铁(分析纯,成都金山化学试剂有限公司)于250 mL烧杯中,加入40 mL(1+1)盐酸,溶解后稀释至500 mL;实验用水为去离子水(电阻率18.1 MΩ·cm)。

1.2 标准曲线的配制

标准系列溶液:分别移取0.10 μg/mL Se标准工作溶液0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、8.00 mL于100 mL容量瓶中,分别加入20 mL HCl,加入10 mL铁盐溶液(10 mg/mL),用去离子水定容,配制成0.00、0.25、0.50、1.00、2.00、4.00、8.00 ng/mL的标准系列溶液。

1.3 样品前处理

1.3.1 硝酸-氢氟酸-高氯酸-盐酸

准确称取0.1~0.5 g(精确至0.0001 g)样品于50 mL聚乙烯烧杯中,用少量水润湿,依次加入10 mL HNO₃、5 mL HF、1 mL HClO₄,于低温电热板上加热至高氯酸白烟刚刚冒尽,取下冷却,用少量水冲洗杯壁,加入10 mL(1+1)HCl于低温电热板加热至盐类溶解,取下冷却,加入2.5 mL铁盐溶液,转移至25 mL比色管中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,待测。

1.3.2 硝酸-高氯酸-盐酸

准确称取0.1~0.5 g(精确至0.0001 g)样品于50 mL烧杯中,用少量水润湿,加入10 mL HNO₃、1 mL HClO₄,于低温电热板上加热至高氯酸白烟刚刚冒尽,取下冷却,用少量水冲洗杯壁,加入10 mL(1+1)HCl于低温电热板加热至盐类溶解,取下冷却,加入2.5 mL铁盐溶液,转移至25 mL比色管中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,待测。

1.4 仪器工作条件

AFS-8520型双道原子荧光光谱仪工作条件:负高压290 V;灯电流80 mA;载气:400 mL/min;屏蔽气:900 mL/min;原子化高度:10 mm;载液:5% HCl。

2 结果与分析

2.1 酸体系的选择

硒是亲硫元素。在地球化学样品中,部分硒被硫酸盐、硅酸盐包裹,且硒易被有机质吸附^[2,11-13]。本试验考查了硝酸-氢氟酸-高氯酸-盐酸和硝酸-高氯酸-盐酸两种酸溶体系对地球化学样品测定硒结果的影响,选用国家一级标准物质

GBW07105、GBW07106、GBW07402、GBW07404、GBW07430、GBW07449、GBW07453、GBW07457、GBW07364、GBW07365、GBW07366、GBW07304a、GBW07305a分别进行试验,试验结果见表1。结果显示采用硝酸-氢氟酸-高氯酸-盐酸体系溶样效果较好,能将样品消解更完全,盐酸、氢氟酸可以与硫酸盐和硅酸盐充分反应,使包裹在其中的硒释放出来,硝酸与高氯酸可有效破坏样品中的有机质,同时高氯酸的加入,降低后续氢氟酸、硝酸的赶酸温度。测定值与推荐值基本相符,|ΔlgC|均小于0.10,准确度较好。

表1 酸体系选择试验

Table 1 Acid system selection experiment

标准物质	溶样方式① (mg/kg)	溶样方式② (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	ΔlgC	
GBW07105	0.065	0.034	0.073±0.024	0.05	0.33
GBW07106	0.078	0.045	0.08±0.03	0.01	0.25
GBW07402	0.16	0.10	0.16±0.03	0.00	0.20
GBW07404	0.68	0.36	0.64±0.14	0.03	0.25
GBW07430	0.50	0.43	0.51±0.05	0.01	0.07
GBW07449	0.92	0.78	0.90±0.10	0.01	0.06
GBW07453	0.19	0.16	0.20±0.03	0.02	0.10
GBW07457	0.47	0.34	0.44±0.05	0.03	0.11
GBW07364	1.53	1.24	1.55±0.34	0.01	0.00
GBW07365	0.22	0.16	0.21±0.01	0.02	0.12
GBW07366	0.72	0.49	0.69±0.08	0.02	0.15
GBW07304a	0.45	0.35	0.43±0.04	0.02	0.09
GBW07305a	0.35	0.29	0.37±0.04	0.02	0.11

2.2 样品蒸干程度试验

样品加混酸进行消解后,蒸至何种程度取下才能满足要求。温度低了,样品未完全溶出,测定值偏低;硝酸未除净,降低硒的荧光强度,测定值偏低;蒸至过干,导致硒挥发损失,测定值偏低。标准NY/T 1104—2006中是冒白烟1~2 min后取下;DZ/T 0279.14—2016中是蒸至刚冒白烟取下,蒸干程度不一致。本试验就加入1 mL HClO₄前提下,就蒸干程度进行试验,试验分为:①刚冒白烟取下;②冒白烟1~2 min取下;③刚冒尽白烟取下;④冒尽白烟1~2 min取下。试验结果见表2。结果显示:刚冒尽白烟时取下,溶样效果最佳,样品需要冒尽1 mL HClO₄才能将硒完全溶出,但样品蒸至太干,也会导致硒部分挥发损失。

表2 样品蒸干程度试验

Table 2 Sample drying degree experiment

标准物质	刚冒烟①	冒白烟	刚冒尽	冒尽白烟	标准值
	(mg/kg)	1~2 min ② (mg/kg)	白烟③ (mg/kg)	1~2 min ④ (mg/kg)	
GBW07105	0.035	0.058	0.075	0.054	0.073±0.024
GBW07106	0.05	0.064	0.085	0.055	0.08±0.03
GBW07402	0.11	0.14	0.15	0.14	0.16±0.03
GBW07404	0.48	0.58	0.65	0.64	0.64±0.14
GBW07430	0.4	0.48	0.52	0.5	0.51±0.05
GBW07449	0.65	0.84	0.92	0.89	0.90±0.10
GBW07453	0.14	0.18	0.21	0.17	0.20±0.03
GBW07457	0.37	0.41	0.43	0.45	0.44±0.05
GBW07364	1.17	1.38	1.56	1.48	1.55±0.34
GBW07365	0.15	0.18	0.2	0.18	0.21±0.01
GBW07366	0.57	0.66	0.7	0.65	0.69±0.08
GBW07304a	0.36	0.42	0.43	0.42	0.43±0.04
GBW07305a	0.29	0.34	0.36	0.33	0.37±0.04

2.3 方法检出限、精密度和准确度

对 11 份空白溶液进行测定并计算, 根据 $MDL=3S/K$ 得到 $DL(Se)=0.06 \mu\text{g/L}$ 。当称样量 0.2500 g, 定容体积为 25 mL 时, $DL(Se)=0.006 \text{ mg/kg}$, 检出限略低于 DZ/T 0279.14—2016 的检出限 (0.01 mg/kg)。13 个标准物质采用硝酸-高氯酸-氢氟酸-盐酸体系溶样, 高氯酸白烟刚冒尽时取下, 每个标准物质平行处理 12 份。实验结果见表 3。结果显示: 相对标准偏差为 1.9%~7.9%, $|\Delta\lg C|$ 均小于 0.1, 精密度、准确度满足 DZ/T 0011—2015《地球化学普查规范(1:50000)》中的要求: 检测项目含量介于检出限三倍以上与 1% 之间, 精密度不大于 10%, 准确度 $|\Delta\lg C|$ 不大于 0.11。

表 3 精密度、准确度试验

Table 3 Precision and accuracy experiment

标准物质	平均值(12次) (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	RSD (%)	$ \Delta\lg C $ (%)
GBW07105	0.064	0.073±0.024	6.5	0.06
GBW07106	0.076	0.08±0.03	7.9	0.02
GBW07402	0.16	0.16±0.03	4.8	0.00
GBW07404	0.68	0.64±0.14	1.9	0.03
GBW07430	0.52	0.51±0.05	2.5	0.01
GBW07449	0.94	0.90±0.10	3.8	0.02
GBW07453	0.18	0.20±0.03	5.8	0.05
GBW07457	0.43	0.44±0.05	5.4	0.01
GBW07364	1.46	1.55±0.34	3.9	0.03
GBW07365	0.20	0.21±0.01	4.3	0.02
GBW07366	0.73	0.69±0.08	7.3	0.02
GBW07304a	0.45	0.43±0.04	6.8	0.02
GBW07305a	0.38	0.37±0.04	6.3	0.01

2.4 仪器清洁程度

由于地球化学样品基体复杂, 在样品测定过程中会在仪器反应块、传输管路和原子化器上产生不同成分的残留物。随着实践经验的不断积累, 作者发现在原子荧光光谱法测定大量 As、Sb、Bi、Hg 样品后, 未对仪器配件例如反应块、传输管道、原子化器进行及时、彻底清洗或更换, 即使后续测定 As、Sb、Bi、Hg 正常的情况下, 换测 Se 时, 经常会出现标准曲线低点偏高、高点偏低导致线性较差的情况; 样品在测定过程中经常会出现峰形拖尾等异常峰形情况, 影响结果的精密度和准确度。

何贵^[14]等人在仪器残留物对氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒和碲的影响探讨实验中发现仪器反应块、传输管路和原子化器上的残留物中的某些成分积累到一定量时就会显著地影响硒碲测定, 而且残留物的不同成分对硒碲影响的方式和程度不同。为了提高硒测定的精密度和准确度, 故在测定硒之前, 应对管路用稀酸进行清洗或更换相关配件来保证仪器的清洁程度满足要求。在测定硒之后应用稀酸对管路进行及时清洗, 对相关配件应用酸浸泡处理以备后续使用。在样品测定过程中遇到样品存在干扰的情况时, 应用空白溶液或酸溶液将仪器管道清洗干净或更换相关配件, 当仪器空白、灵敏度恢复正常后再进行后续样品测定, 否则会继续干扰后续样品的测定。

2.5 共存离子干扰的判断及消除

氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒时, 主要干扰元素来

自 VIII、IB、IIB 族以及能形成氢化物的元素^[8-9]。过渡金属和贵金属元素在氢化反应阶段形成高度分散的游离金属微粒, 吸附和分解硒化氢, 降低硒的荧光强度。砷、铋等可氢化元素易与自由氢基结合, 减少自由氢基数量, 降低了硒与自由氢基结合的概率, 从而产生干扰, 同时有些元素与硒在液相生成难溶的硒化物, 如当铋存在时, 可能形成 BiSe_2 的沉淀^[15]。对于一般的地球化学样品, 贵金属含量较低, 其干扰基本可忽略; 在日常生产过程中, 笔者发现原子荧光测硒普遍存在的干扰来自于 Cu 和 Pb 的干扰。Cu²⁺ 被还原为 Cu 单质, 吸附、分解硒化物, 产生负干扰; Pb 由于采用硒铅合金阴极的硒空心阴极灯测定硒时, 发生氢化反应, 由于采用的是非色散检查器, 生成 PbH_4 特征荧光谱线与待测元素硒的分析线的荧光信号均进入光电倍增管检测器被转化为电信号输出, 因而导致了样品中的铅被误测定为硒产生正干扰^[16]。郭小伟^[8,15]等人研究表明在 2N 盐酸酸度下, 可用 Fe^{3+} 抑制过渡金属 (Cu、Co、Ni 等) 的干扰, 由于 Fe^{3+} 氧化还原电位高于干扰元素, 可以减慢干扰元素金属的生成速度, 从而可以明显克服一些金属离子的干扰; 不同的盐酸酸度, Fe^{3+} 掩蔽干扰的能力不同。13 个国家一级标准物质结果显示: 对于一般地球化学样品, 盐酸酸度为 20% 时, 加入三价铁盐 (10 mg/mL) 基本能够达到抑制干扰的目的。

2.5.1 共存离子干扰的判断

对于未知样品, 判断是否存在共存离子干扰对于其结果的准确度显得尤为重要。目前判断干扰的主要方式有:

①观察样品峰形, 正常无干扰样品的峰形为图 1, 在保证正确进样的前提下, 若出现图 2 (a、b) 等异常峰形, 一般表示样品存在干扰, 当然峰形正常的样品也有可能存在干扰;

②观察废液颜色, 正常无干扰样品测定后废液颜色呈无色, 若样品测定后废液呈黑色则表明样品存在干扰;

③观察仪器漂移情况, 仪器正常稳定测定过程中, 仪器漂移一般小于 10%, 若仪器在测定过程中突然漂移较大, 排除仪器本身问题后, 一般表示该样品存在干扰;

④稀释结果与原液结果比较, 样品用加铁盐的空白溶液稀释测定与原溶液结果比对 (前提是样品含量未超过线性范围), 若稀释结果与原液测定结果基本一致, 表示该样品无干扰; 若稀释结果与原液结果相差较远则表示该样品存在干扰。

通常将四种方式相结合来判断样品是否存在干扰会比较可靠。

2.5.2 共存离子干扰的消除

当样品溶液盐酸酸度为 20%, 加入三价铁盐 (10 mg/mL) 后依旧存在干扰的情况下, 常用以下几种消除干扰方法。

(1) 在满足方法检出限的条件下, 采用减少称样量、增大定容体积或采用空白溶液稀释的方式来减小干扰物的绝对量从而消除干扰。以标准物质 GBW07164 为例, 其 Cu 含量 2.8%, 当称样量为 0.2 g, 定容体积为 25 mL, 测定 Se 时, Cu 产生严重负干扰, 测定值为 7.76 mg/kg, 较标准值 (24±5) mg/kg 相差较远, 将样品用空白溶液稀释 10 倍, 其测定结果为 24.8 mg/kg, 与标准值基本符合; 当称样量为 0.1 g, 定容体积为 50 mL 时, 其测定值为 23.3 mg/kg, 与标准值基本符合;

(2) 适当增大酸度。由于溶液中细小的金属沉淀会产生严重干扰, 适当增大酸度可以加大金属微粒的溶解度, 从而较好地克服某些金属离子的干扰。与此同时, 硼氢化钾还原电位强烈依赖 pH, 酸度较低时, 可以被还原的元素较多, 引起的干

扰也较严重。以标准物质 GBW07405、GBW07311 为例,其 Pb 含量分别为 552、636 mg/kg,当样品溶液酸度为 20% HCl 时,测定值分别为 1.99、0.28 mg/kg,较标准值 (1.6±0.2) mg/kg、(0.20±0.05) mg/kg 均偏高,Pb 产生正干扰,当溶液酸度增大到 40% HCl 时,其测定值分别为 1.65、0.23 mg/kg,其测定值均在其不确定度范围之内。

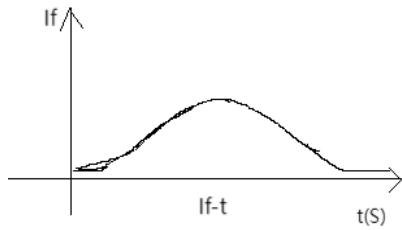


图1 正常峰形
Fig.1 Normal peak shape

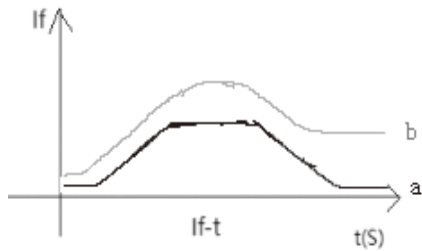


图2 异常峰形
Fig.2 Abnormal peak shape

(3) 加入络合剂。络合剂能与干扰元素形成稳定的络合物,降低了它的氧化-还原电位,硼氢化钾/钠能将其还原为元素态(或减少还原的程度),从而有效地消除干扰。李刚^[17]等人采用 Fe³⁺ 盐与 1,10-二氮杂菲作联合掩蔽剂,消除浓度高达 800 mg/L Cu²⁺ 对 Se 的干扰。苟体忠^[18]等人在氢化物发生-原子荧光光谱法测定植物样中的硒的实验中,采用 2% EDTA 作为掩蔽剂消除共存离子的干扰,效果明显。

(4) 分离干扰元素。当样品中被测元素含量较低,干扰元素含量较高,采用上述等方式均不能完全消除干扰时,可以采用分离与富集的方式进行分析。苏文峰^[19]等人采用艾斯卡试剂 (Na₂CO₃ 和 ZnO) 半熔法分解,沸水提取,使 Se 与其他干扰离子分离,过渡金属元素和贵金属对 Se 测定的干扰得到有效抑制。马万平^[20]等人采用巯基棉富集分离方法处理富含有机质及硫化物样品,使用双 TCF 柱法,通过两次吸附减少有机质的干扰;通过增加 TCF 的用量或者减少称样量来提高硒的回收率,方法满足分析要求,适用于有机质和硫化物地质样品中的痕量硒 (ng/g~μg/g 级) 分析要求。

3 结论

本文以硝酸-氢氟酸-高氯酸为消解体系,高氯酸烟刚冒尽时取下,采用盐酸还原六价硒,三氯化铁掩蔽干扰,其检出限低于 DZ/T 0279.14—2016 的检出限,对岩石、土壤、水系沉积物三大类地球化学样品国家标准物质进行验证,其精密度、准确度满足 DZ/T 0011—2015 质量控制要求。为了提高硒测定的精密度和准确度,测定样品之前应确保仪器自身相关配件(石英管、反应块)及管路清洁程度满足要求,对于一些基体较复

杂的样品,当溶液盐酸酸度为 20%,加入三价铁盐 (10 mg/mL) 后依旧存在干扰时,可优先采用减少称样量、增大定容体积或采取空白溶液稀释、适当增大酸度的方式解决,若还不能完全消除干扰,则需加入其他络合剂掩蔽干扰元素或采用焙烧分离等方式分离干扰元素。

参考文献

- [1] 刘家军,冯彩霞,郑明华. 硒矿资源研究现状[J]. 科学前沿与学术评论,2001,23(05):19-21.
- [2] 冯彩霞,刘家军,刘燊,等. 硒资源及其开发利用概况[J]. 地质与资源,2002,11(03):152-156.
- [3] 史丽英. 微量元素硒的测定方法综述[J]. 微量元素与健康研究,2007,24(04):63-65.
- [4] 朱明华. 仪器分析(第三版)[M]. 北京:高等教育出版社,2002.
- [5] 刘强,胡晓蓉. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定富硒丹参中的硒[J]. 光谱实验室,2012,29(02):1113-1117.
- [6] 王丹君. 原子荧光光谱法测定土壤中的硒[J]. 理化检验(化学分册),2014,50(07):126-127.
- [7] 柴昌信,陈世焱,陈月源. 氢化物发生-原子荧光光谱法直接测定多金属矿中的硒和碲[J]. 岩矿测试,2009,28(02):143-146.
- [8] 郭小伟,张文琴,杨密云. 氢化物-无色散原子荧光法测定地质样品中微量硒及碲[J]. 岩石矿物及测试,1983,2(04):288-292.
- [9] 徐宝玲. 氢化物-原子荧光法测定硒时元素的干扰及消除[J]. 分析化学,1985,13(01):29-33.
- [10] 张锦茂,范凡,任萍. 氢化物-原子荧光法测定岩石中痕量硒的干扰及消除[J]. 岩矿测试,1993,12(04):264-267.
- [11] 陈炳翰,丁建华,叶会寿,等. 中国硒矿成矿规律概要[J]. 矿床地质,2020,39(06):1063-1077.
- [12] 徐文,唐文浩,邝春兰,等. 海南省土壤中硒含量及影响因素分析[J]. 安徽农业科学,2010,38(06):3026-3027.
- [13] 郑雄伟,倪倩,郑国权,等. 洪湖市峰口-万全地区土壤重金属和硒元素形态组成特征[J]. 华东地质,2018,39(04):311-318.
- [14] 何贵,常继秀,周晓润,等. 仪器残留物对氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒和碲的影响探讨[J]. 岩矿测试,2013,32(02):229-234.
- [15] 郭小伟,李立. 氢化物-原子吸收和原子荧光中的干扰及其消除[J]. 分析化学,1986,14(02):151-158.
- [16] 陶琛,李春生,初威澄,等. 非色散原子荧光光谱法同时检测硒和铅的光源干扰校正方法研究[J]. 分析化学,2019,1(01):163-168.
- [17] 李刚,李文莉. 氢化物-原子荧光法测定铜矿中微量硒和碲[J]. 岩矿测试,2002,21(03):223-236.
- [18] 苟体忠,唐文华,张文华,等. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定植物样品中的硒[J]. 光谱学与光谱分析,2012,32(05):1401-1404.
- [19] 苏文峰,李刚. 焙烧分离-氢化物发生-原子荧光光谱法测定土壤样品中的微量硒[J]. 岩矿测试,2008,27(02):120-122.
- [20] 马万平,温汉捷,叶琴,等. 巯基棉富集分离-原子荧光光谱法测定高碳高硫地质样品中痕量硒[J]. 岩矿测试,2021,40(04):550-560.

作者简介

蒲海钦,工程师,研究方向:实验室分析检测。