



刘雪梅, 汤磊, 傅中华, 龙开明. 纳克级铅同位素分析中硅胶-高铼酸发射剂体系的建立[J]. 岩矿测试, 2014, 33(2):178~185

纳克级铅同位素分析中硅胶-高铼酸发射剂体系的建立

[下载全文](#) [查看/发表评论](#) [下载PDF阅读器](#)

Application of a New Silica Gel Ionization Intensifier on Nanogram Lead Isotope Analysis

投稿时间: 2013-10-11 最后修改时间: 2014-01-10

DOI:

中文关键词: [热电离质谱](#) [纳克级铅](#) [铅同位素](#) [硅胶-高铼酸发射剂](#) [电离效率](#)

英文关键词: [Thermo Ionization Mass Spectrometry](#) [nanogram lead](#) [lead isotope](#) [silica gel-perrhenic acid emitter](#) [ionization efficiency](#)

基金项目: 中国工程物理研究院面上发展基金项目(2011B0103012)

作者	单位
刘雪梅	中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621900
汤磊	中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621900
傅中华	中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621900
龙开明	中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川 绵阳 621900

摘要点击次数: 93

全文下载次数: 156

中文摘要:

核取证分析中需要实施纳克级 (ng) 铅的同位素全谱分析, 质谱测量中要求铅的电离效率较高 (大于 10^{-3})。传统硅胶-磷酸技术多用于微克级 (μg) 铅分析, 电离效率一般为 $10^{-4}\sim 10^{-3}$; 尽管后来发展的硅胶-硼酸技术可以得到 10^{-3} 以上的发射效率, 但是由于铅在电离过程中存在离子流反复升高-衰减的过程, 导致离子流发射不稳定, 质谱测量条件难以掌握。本文改进了传统的硅胶发射剂, 建立了一种新型硅胶加载体系——硅胶-高铼酸体系。与硅胶-硼酸技术相比, 采用硅胶-高铼酸体系可显著提高铅的发射效率并获得稳定的离子流。对于1 ng铅的同位素质谱全谱测量, $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 、 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 、 $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 的相对标准偏差分别为0.4%、0.2%和0.1%, 测试精度优于采用其他硅胶技术。通过实验比较了硅胶-高铼酸体系与多种传统硅胶发射剂体系对铅离子流的发射效果, 优化了硅胶试剂用量为 $0.5\sim 3.0\ \mu\text{L}$, 采用“夹心饼干”的涂样顺序, 对1~100 ng铅样品的发射效率达到 $6.0\times 10^{-3}\sim 4.6\times 10^{-2}$, 比传统硅胶-磷酸体系的发射效率 ($10^{-4}\sim 10^{-3}$) 高了近10倍, 与硅胶-硼酸技术的发射效率相当 ($10^{-3}\sim 10^{-2}$), 但铅离子发射更为稳定。本文建立的硅胶-高铼酸体系在测量精度上可满足核取证研究中铅作为地域指示剂的需求。

英文摘要:

In nuclear forensics the amount of Pb to be analyzed is usually in the order of several nanograms; that is $>10^{-3}$ of ionization efficiency is required for mass spectrometry measurements. The traditional silica-gel-phosphoric acid loading technique is typically used to measure microgram amounts of Pb, and the ionization efficiency is in the order of $10^{-4}\sim 10^{-3}$. Although the boron-silica gel technique could increase the ionization efficiency to 10^{-3} or higher, it is also difficult to handle measurement conditions as the ion flow repeatedly increased and decay process in the ionization of Pb resulting in the ion emission instability. A new silica gel-perrhenic acid loading reagent method has been developed and

exhibits a significant enhancement in the ionization efficiency of Pb. Compared with the boron-silica gel technique, the emission of Pb ions is very stable with this new technique. The measurement Relative Standard Deviation of $^{204}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ was 0.4%, 0.2% and 0.1%, respectively from 1 ng of pb, which is an improvement over the precision with other silica gel techniques. The enhancement effect on the ion emission of Pb was compared with the silica gel-perrhenic acid and some other traditional silica gel techniques. The reagent amount of the silica gel was optimized to 0.5-3.0 μL and the ‘sandwich biscuit’ loading sequence was used. The ionization efficiency of the Pb reached 6.0×10^{-3} - 4.6×10^{-2} for 1100 ng Pb. The ionization efficiency was close to the boron-silica gel technique, whereas it was about ten times higher than the traditional silica gel-phosphoric acid technique. A stable ion current was obtained by use of the silica gel-perrhenic acid technique, and the measurement accuracy meets the requirements for region indicators on nuclear forensic analysis.

主管单位：中国科学技术协会

主办单位：中国地质学会岩矿测试专业委员会
国家地质实验测试中心

版权所有《岩矿测试》编辑部

通讯地址：北京市西城区百万庄大街26号

E-mail: ykcs_zazhi@163.com; ykcs_zazhi@sina.com

京ICP备05032737号-2

技术支持：北京勤云科技发展有限公司

邮 编：100037

电 话：010-68999562 68999563

传 真：010-68999563