

# 铁同位素窄电离带质谱分析

邓中国 李华璋 刘炳寰

(原子能研究所, 北京)

本工作采用 0.4 mm 宽的窄电离带, 减小了由于电离带表面高温热辐射引起的本底干扰。在电离带和样品带的加热电流分别为 4.0 A 和 1.8 A 条件下, 用 5  $\mu\text{g}$  氧化铁样品可以获得  $10^{-18}$  A 稳定的离子束流近 1 小时。用这种方法测定了电磁分离器生产的各种浓缩铁同位素产品的丰度, 测定精度为 0.1%。

关键词: 铁同位素, 窄电离带, 丰度。

## 一、引言

铁是高电离电位元素 (7.87 eV), 用热表面电离技术较难电离, 因而在早期是用电子轰击源进行同位素质谱分析的<sup>[1,2]</sup>。后来, 俊藤秀弘<sup>[3]</sup>用双带热表面电离源进行了铁同位素质谱分析, 他是通过添加在高温条件下蒸汽压很低的镧、钍和铀的氧化物作载体而获得了稳定的离子束流。

本工作使用 0.4 mm 宽的窄电离带作电离带, 减小了热功率消耗和热辐射表面积, 有效地降低了电离带附近的电离盒、拉出板等因电离带高温热辐射而蒸发出来的铁, 铬和镍的干扰, 获得了较好的测量结果。

## 二、样品的化学形态和锻烧

选用  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  样品进行铁同位素质谱分析。在粉末状的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  样品里加入适量的硝酸和蒸馏水制成悬浮状溶液, 以备涂样使用。也可以用硝酸铁进行同位素质谱分析, 但由于在涂样和锻烧时产生热分解, 使样品容易剥落, 缩短了稳定束流的持续时间。

样品涂在带上之后应放入予烘烤系统内锻烧。锻烧分两阶段进行, 低温锻烧 40 分钟, 电离带和样品带的加热电流分别为 2.5 A 和 0.5 A, 高温锻烧 5 分钟, 电离带的加热电流为 4.0 A, 样品带不加热。锻烧不但耗去了低沸点和易电离的杂质而降低本底干扰, 还可以将样品烧结在样品带上, 对获得稳定的离子束流和延长持续时间是很有利的。

## 三、窄电离带技术

由于铁是高电离电位元素, 为了获得较高的电离效率, 电离带表面的温度必须很高, 而电离盒、拉出板等又是铁质元件。这样由于电离带表面的热辐射从这些铁质元件蒸发出大量的铬、镍和铁的本底, 使质谱峰形变坏和干扰测量。

为此, 我们使用近 0.4 mm 宽的窄电离带取代 0.7 mm 宽的原电离带。窄电离带的加热电流为 4.0 A 时, 它的表面温度与宽带的加热电流为 7.0 A 时相近。这样, 就降低了功耗、减少了热辐射表面积, 而电离带的温度还仍然较高。因此, 有效地降低了本底干扰、改善了质谱峰形, 电离效率也很高。在电离带表面温度约为 2200°C 时, 使用宽电离带和窄电离带获得的天然铁同位素质谱峰示于图 1。

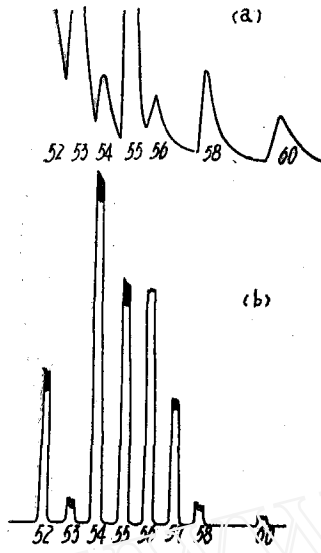


图 1 天然铁同位素质谱峰(~2200°C)  
a——宽电离带; b——窄电离带。

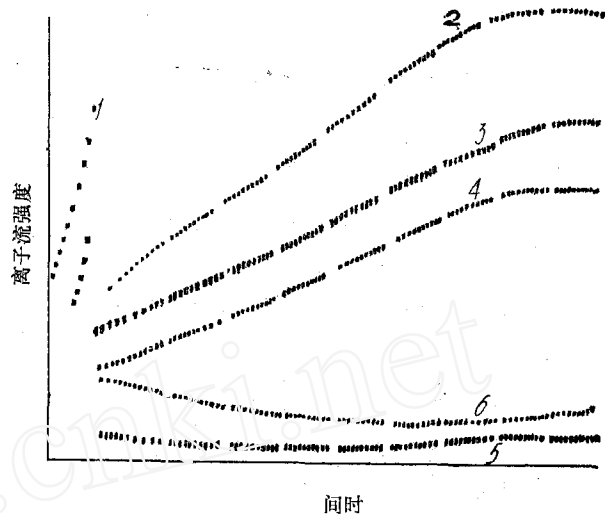


图 2 铁同位素和 Cr<sup>52</sup> 离子流变化曲线  
1——Fe<sup>56</sup> 离子流加速增长曲线; 2~5——Fe<sup>56</sup>, Fe<sup>57</sup>, Fe<sup>54</sup> 和 Fe<sup>58</sup> 离子流曲线; 6——Cr<sup>52</sup> 离子流曲线。

使用窄电离带进行铁同位素质谱分析时需要特别注意控制电离带表面的温度,既要使它处于较高的温度状态以获得较高的电离效率,又要避免产生较强的本底,影响质谱峰形和干扰测量,还要保证电离带不被烧断。为此,在测量过程中要特别注意铁同位素和铬-52 离子流的变化情况和掌握获取数据的时机。铁同位素和铬-52 离子流强度曲线示于图 2。从图 2 的曲线(1)可知,当铁离子流加速增长时,它表明电离带将被烧断,必须立即略略降低电离带的加热电流,使之变得比较平稳;当铁离子流逐渐下降而铬-52 离子流反而上升时,它表明电离带温度过高,或者是随测量时间增长,由于热辐射积累使环境造成的本底逐渐增强。因此,应在铁离子流平稳增长而铬-52 离子流略有下降的区段获取数据,这时峰形好本底干扰小,分馏效应的影响也小。

#### 四、测量结果和讨论

在 CH-4 和 MAT-260 质谱计上采用窄电离带技术,其电离带和样品带的加热电流分别为 4.0 A 和 1.8 A 时,使用 5 μg 铁样品可得到 10<sup>-13</sup>A 的离子流,持续时间近 1 小时。在上述条件下 Fe-57-05 和 Fe 58 的分析结果分别列于下表,测量精度为 0.1%。

表 1 Fe-57-05 同位素丰度表

序号	丰度, %	54	56	57	58
1		0.217	8.86	90.85	0.077
2		0.219	8.88	90.82	0.078
3		0.221	8.88	90.82	0.078
4		0.220	8.90	90.80	0.079
5		0.218	8.89	90.81	0.079
平均值		0.219 ± 0.7%	8.88 ± 0.2%	90.82 ± 0.02%	0.078 ± 1.1%

表 2 Fe-58 同位素丰度表

序 号	丰度, %	54	56	56	58
1		0.92	31.99	3.00	64.09
2		0.90	31.92	3.04	64.17
3		0.92	31.98	3.09	63.99
4		0.94	31.95	3.10	64.01
5		0.94	32.00	3.11	63.95
6		0.94	31.89	3.13	63.97
7		0.93	31.89	3.14	64.04
8		0.93	31.90	3.14	64.04
9		0.92	31.88	3.12	64.08
平均 值		0.93±1.4%	31.93±0.2%	3.09±1.5%	64.05±0.1%

为了控制分馏效应的影响,应在离子流曲线的前半部分获取数据。 $\text{Cr}^{54}$  和  $\text{Ni}^{58}$  的干扰,通过测量  $\text{Cr}^{52}/\text{Fe}^{56}$  和  $\text{Ni}^{60}/\text{Fe}^{56}$  的值,按天然  $\text{Cr}^{54}/\text{Cr}^{52}$  和  $\text{Ni}^{58}/\text{Ni}^{60}$  的关系从  $\text{Fe}^{54}/\text{Fe}^{56}$  和  $\text{Fe}^{58}/\text{Fe}^{56}$  的测量值中扣除。

## 参 考 文 献

- [1] White, J. R., *Phys. Rev.* **74**, 991(1948).  
 [2] Roll, W. et al., *Nucl. Energy, B293*, p 117(1967).  
 [3] 俊藤秀弘, 分析化学, 17, p.1509(1968).

(编辑部收到日期: 1983年2月18日)

## 铈 同 位 素 质 谱 分 析

傅淑纯 张思红 李思林 刘永福

(原子能研究所, 北京)

在热表面电离型离子源中采用三种样品蒸发电离方式。对铈同位素质谱分析灵敏度进行了比较。选择了合适的带工作电流和测量方法,对天然铈和电磁法制备的浓缩铈同位素丰度进行了质谱分析。

关键词: 铈, 同位素分析, 质谱分析

## 一、实验条件与方法

实验工作是在 MAT-260 型质谱计上进行的。离子加速电压为 10 千伏, 磁场扫描记录被测元素的金属离子( $\text{M}^+$ )和氧化物离子( $\text{MO}^+$ )质谱。用法拉第筒接收离子。计算机程序控制测量。

用于分析的样品形态是硝酸盐和氯化物。使样品蒸发和电离的铈带厚为 0.04 毫米, 宽为 0.7 毫米, 带使用前在真空装置中通以 5 A 电流加热 15 分钟, 除去杂质。

实验中, 采用双带和单带两种热表面电离方法。双带法是将样品溶液小心地涂覆在平行双带结构的一条侧带中央处, 在空气中通以 1.8 A 电流加热烘干后, 连同电离带组装好