

同位素稀释质谱(IDMS)法测定痕量铅

黄 达 峰

(煤炭工业部规划设计总院环保处)

〔摘要〕 本文在概述痕量铅分析重要性的基础上,通过典型实例介绍了同位素稀释质谱法(IDMS)分析各种介质中痕量铅的国内外应用现状。全面论述了试剂纯化、样品处理和铅的分离浓集流程,并对质谱精密、准确测定铅的关键因素作了综述。

前 言

痕量铅的精确测定在环境保护^{〔1〕}、海洋科学^{〔2〕}、地质年代学^{〔3〕}、临床诊断^{〔4〕}、基础医学研究^{〔5〕}、核工业^{〔6〕}、宇宙科学^{〔7〕}、考古学和食品饮料工业中^{〔8-9〕}不仅具有实用价值,而且对一些开拓性的研究起着决定性的作用。例如,要测定月球样品的铅浓度和同位素组成时^{〔10〕},若称样量为1克,则从溶样和分离铅所消耗的高纯酸总量中算出铅的总空白为340毫微克,而月球样品中的铅浓度只有几个ppm,加之由试剂引入的铅又不同于月球样品中的铅同位素组成,如此高的空白值不仅使铅的浓度测量不准,而且一旦与样品中的铅混匀达成平衡后,样品中的铅同位素就被稀释或富集,测得的同位素组成与真实值不一致,这样就会导致月球科学研究中的许多错误结论。必须用特殊的纯化手段将铅空白降低到毫微克的水平才能获得可靠的分析结果。准确测定如此痕量的铅,非IDMS法不可。

要评价一种分析铅的方法的优劣,必须对铅的分析现状进行横向和纵向比较。由横向比较可以看出每种方法的特点和优越性,针对不同的测试对象和技术指标选用最佳测定方法。通过纵向比较可使测试者看到所选方法的分析现状、发展动向、主要改进措施和应用范围,据此制定出最适宜的分析流程。为此,本文拟从痕量铅的分析现状、IDMS法测定痕量铅、试剂纯化、样品处理、铅的分离浓集和质谱测定几方面逐一加以介绍。

一、痕量铅的分析状况

痕量铅的分析方法很多,为了便于横向比较,现将不同时期有代表性的分析方法列于表1。

表1所示的物理和化学分析方法虽能测定各种介质中的痕量铅,但唯有IDMS法能同时兼顾灵敏、准确两大优点,测定ppb—ppm量级的铅误差均 $< \pm 5\%$,是分析痕量铅公认的理想方法。

1986年4月10收

表1 痕量铅的分析状况

测定对象	分析方法	取样量	灵敏度	误差	文献
血样品	比色法	5ml	200—500 μ g	± 1.0 — 1.5μ g	11
血样品	比色法	1—2ml	10—100 μ g	± 1.0 — 1.5μ g	12
大气中的Pb	比色法	25m ³	8×10^{-5} mg/m ³	—	13
海水	光谱法	25ml	24.1 μ g/l	$\pm 4\%$	14
补血酥糖	光谱法	1—3g	0.21ppm	$\pm 19\%$	15
高纯碘化铯	光谱法	1g	0.15—10ppm	6—27%	16
土壤	原子吸收法	1—5g	1ppm	$\pm 29\%$	17
海水	原子吸收法	100ml	0.3ppb	± 0.2 ppb	18
胡椒叶	原子吸收法	5g	0.97ppm	$\pm 3.6\%$	19
天然水标准溶液	极谱法	5ml	5ppb	$\pm 19\%$	20
GSD地质标样	极谱法	0.5g	28.1ppm	$\pm 10\%$	21
工业废水	极谱法	20—100ml	27ppm	回收率94%	22
污水污泥	X射线荧光法	—	10ppm	—	23
工业废水	X射线荧光法	25ml	0.3ppm	5.4%	24
土壤	X射线荧光法	200mg	8.38ppm	5%	24
低合金钢	火花源质谱法	毫克级	2ppm	$\pm 20\%$	25
月球样品	火花源质谱法	毫克级	1—6ppm	$> \pm 20\%$	26
NBS—1632a	活化分析法	25—100mg	12.4ppm	$< \pm 10\%$	27
煤标样					
NBS1635煤标样	活化分析法	25—100mg	1.9ppm	$\pm 11\%$	28
海水、河水	活化分析法	100ml	1ppm	$\pm 20\%$	29
锌化物	IDMS法	毫克级	11.2 ± 0.5 ppm	$\pm 4.4\%$	30
北极雪	IDMS法	100ml	0.020ppb	$\pm 4\%$	31
高纯WO ₃	IDMS法	毫克级	0.19ppm	$\pm 5\%$	32

二、IDMB法测定各种介质中的痕量铅

IDMS法的原理、特点和在痕量分析中的优越性及其应用笔者已有报道^[33-35]。现仅将该法分析痕量铅的结果示于表2,以便进行纵向比较。

由表2可以看出IDMS法测定ppb—ppm之间的痕量铅的误差 $< \pm 10\%$,如此灵敏、准确是其它方法难以达到的。该法主要应用于地质标样、月球样品、高纯试剂、生物样品和水质检验等领域。

三、用超净化学流程消除铅的污染

铅的本底污染是准确测定的最大障碍,文献报道了用四组样品在八个实验室中以原子吸收法、阳极溶出伏安法、脉冲极谱法和IDMS法测定海水中铅的比对结果,其值在55—1300

表 2 IDMS 法测定各种介质中的痕量铅

测 试 对 象	稀 释 剂	灵 敏 度	误 差 %	参 考 文 献
矿物	^{206}Pb	0.2—nppm	—	36
锌化物	^{206}Pb	$11.2 \pm 0.5 \text{ ppm}$	± 4.4	30
高山雪水	^{206}Pb	$0.86 \pm 0.001 \text{ ppm}$	± 1.2	37
高纯HCl	^{208}Pb	0.07ppb	$\pm 10-30$	10
光谱纯HCl	^{208}Pb	0.5ppb	$\pm 10-30$	10
普通市售高纯HCl	^{208}Pb	<1ppb	$\pm 10-30$	10
高纯HNO ₃	^{208}Pb	0.02ppb	$\pm 10-30$	10
光谱纯HNO ₃	^{208}Pb	0.2ppb	$\pm 10-30$	10
市售高纯HNO ₃	^{208}Pb	0.3ppb	$\pm 10-30$	10
高纯HClO ₄	^{208}Pb	0.2ppb	$\pm 10-30$	10
光谱纯HClO ₄	^{208}Pb	>2ppb	$\pm 10-30$	10
市售高纯HClO ₄	^{208}Pb	16ppb	$\pm 10-30$	10
高纯H ₂ SO ₄	^{208}Pb	0.6ppb	$\pm 10-30$	10
光谱纯H ₂ SO ₄	^{208}Pb	0.5ppb	$\pm 10-30$	10
高纯HF	^{208}Pb	0.05ppb	$\pm 10-30$	10
光谱纯HF	^{208}Pb	0.8ppb	$\pm 10-30$	10
高纯水	^{208}Pb	0.008ppb	$\pm 10-30$	10
陨石	^{208}Pb	0.4—10ppm	< ± 10	38
玻璃材料	^{208}Pb	0.1—500ppm	< ± 10	38
过滤空气尘埃	^{208}Pb	0.01—8ppm	< ± 10	38
突尼斯鱼	^{208}Pb	0.4—0.7ppm	< ± 10	38
人血	^{208}Pb	0.4—0.8ppm	< ± 10	38
商业啤酒	^{208}Pb	1ppb	< ± 10	38
海水	^{208}Pb	0.12ppb	< ± 10	39
月球土样	^{204}Pb	2.5ppm	< ± 10	40
高纯水	^{208}Pb	0.002ppb	± 8	41
高纯HNO ₃	^{208}Pb	0.01ppb	± 8	41
地质样品	^{207}Pb	10ppb	± 10	42
北极雪	^{206}Pb	0.020ppb	± 4	31
海水	^{208}Pb	0.35ppb	± 8.6	43
润滑油	^{208}Pb	224ng	± 6	44
煤样	^{208}Pb	14ppm	3	45
高纯WO ₃	^{208}Pb	0.19ppm	5	32

毫微克/升之间,相差很大,除IDMS法外,试剂中的铅空白值都大于海水中的铅浓度^[39],如此高的空白,必然难以获得满意的比对结果。因此,用超净化单流程消除铅的污染是灵敏、准确测定痕量铅成败的关键^[46]。

铅的污染主要来自环境、器皿和各种试剂。超净实验室将空气中0.3—1毫米的尘埃过滤掉来消除铅的环境污染。全部操作均在有一定负压的超净台或手套箱中进行。所有器皿均用石英或专用塑料制成,并根据不同分析流程采取相应的清洗措施。常用1:1HNO₃、高纯水和0.05%的APDC(吡咯烷—N—硫代甲酸铵)热溶液反复清洗后备用^[47]。

试剂纯化是消除或降低铅污染源的又一重要措施,NBS提供了详细的纯化流程^[10]。现结合其他文献报道将主要试剂的典型纯化流程介绍如下。

1. 水的纯化

将普通蒸馏水经多级串联的阴阳离子交换柱后,引入石英蒸馏器蒸馏纯化。亦可用亚沸蒸馏法纯化,纯化后的高纯水铅空白低至0.008ppb^[10]。

2. 酸和碱的纯化

仅样品分解就要消耗十倍于样品量的无机酸,因此,无机酸的纯化对降低铅的污染尤为重要。对易挥发的HCl和NH₄OH常用等温吸附平衡法纯化,将未纯化的试剂与高纯水置于同一密闭容器中(常用保干器),使其在室温下达到平衡来纯化,该法简单易行,并能获得满意的纯化效果。

亚沸蒸馏法是纯化无机酸公认的最佳手段,表2给出了五种酸和水纯化后的铅浓度,并与光谱纯和市售相应高纯酸的铅含量进行了比较,纯化后的铅含量比相应光谱纯酸中的铅浓度低2—3个数量级,比市售高纯中的Pb浓度有时低4个数量级。不仅降低了铅空白,而且使其它16种杂质元素的总浓度降低了1—3个数量级。这对铅的准确测定至关重要,因为铅样品中杂质元素含量过高,将会使Pb的质谱测定无法进行^[48]。高纯化效率是由于加热器置于石英套管中利用红外线辐射加热,蒸馏组份收集在与蒸发器里的液体隔开的密闭锥形瓶中,避免了未精馏组份向上“爬行”而引起的杂质污染。对处于低蒸汽压下的金属离子的分离特别有效,从而获得了广泛的应用^[10]。

3. 硅胶的纯化

硅胶是质谱测定铅的发射剂,其纯度不仅影响分析灵敏度,而且会因纯度不高而无法测得稳定的铅离子流。将高纯硅胶粉末加高纯水在石英瓶中经超声波振荡配成硅胶溶液后,用1:19的HNO₃反复溶解蒸干的流程纯化^[38]。

4. 有机试剂的纯化

根据典型分析流程中常用的几种有机试剂,择其要点加以介绍。

(1) 401和Chelex100螯合树脂的纯化:用分离流程中淋洗铅的条件进行纯化^[49,50]。装柱前用水漂洗树脂,乙醇浸泡过夜以除去醇溶物。水洗至无醇,依次用二倍于树脂体积的2—5 M HNO₃和4 M HCl及2 M NH₄AC各浸渍2小时,并间歇搅拌4—5次,用水洗去游离铵盐后,用纯化后的上述相应试剂再重复前面的操作而达到纯化的目的。

(2) 双硫腙、四氯化碳和氯仿的纯化:这是萃取法富集血样品中的铅的主要试剂。将氯仿和四氯化碳溶液与20%的NaOH溶液混合,加少许晶体硫代硫酸钠进行蒸馏纯化后备用^[12]。双硫腙的纯化是用纯化后的四氯化碳溶液反复萃取而完成的^[12]。

(3) 八羟基喹啉、甲基异丁基酮(MIBK)和APDC的纯化:这三种试剂是萃取法富集各种水样品中痕量Pb的常用药品。将八羟基喹啉溶液在120℃下真空升华进入一个冷凝器中而获得纯化^[47]。MIBK用亚沸蒸馏法纯化^[47]。将APDC溶液通过0.3毫米的滤膜过滤器除去不溶物后,再用纯化过的MIBK反萃取而得到纯化,为了保持溶液的稳定性,可用氨水将溶液pH值调至9保存备用^[50]。

四、样 品 处 理

样品处理好坏会直接影响铅的测定准确度^[51-52]。其要点是样品完全分解、欲测的铅元素全部浸出到合适的溶液中、所用试剂尽可能地少以减小铅空白污染。现将不同样品的典型处理方法分述于后。

1. 固体样品

土壤样品的处理：取1至5克土样于100毫升高型硬质玻璃烧杯中，加少许水湿润，加10—20毫升王水，于电热板上加热保持微沸，至有机物剧烈反应后加2—10ml HClO_4 ，继续加热至冒白烟，强火加热直至土样品呈灰白色，小心除去 HClO_4 ，取下样品用1% HNO_3 溶解，过滤到容量瓶中备用^[53]。

海洋沉积物的处理：称取5或10克研碎的干样品，在400℃灼烧2小时以破坏有机物，灼烧后的样品置于烧杯中加40毫升6N HCl 在电热板上加热浸取2小时离心分离，残渣用6N HCl 洗涤三次，合并清液蒸干，用25毫升1.0N HCl 溶解蒸干物。如出现硅酸沉淀离心除去，用1.0N HCl 5毫升洗涤沉淀二次，洗涤液与前面清液合并供分离铅用^[54]。

2. 液体样品

血样品的处理：依次用5毫升高纯 HNO_3 对1至2毫升血样品进行四到六次湿法氧化，合併氧化后的血样在电热板上蒸至近干，分三次加10—15毫升 H_2O_2 ，加入每一份 H_2O_2 后逐渐加热至沸腾，撤去电热板，静置至激烈反应消失为止，最后将溶液蒸至近干备用^[12]。

水质样品的处理：取水样100—250毫升按下列情况分别处理：没有悬浮物的天然水样和清洁的地表水可直接供各种方法分离铅用；比较混浊的地表水和较清洁的废水，每100毫升水样加1毫升浓 HNO_3 加热15分钟，冷却后用快速定量滤纸过滤，滤液保存备用；较混浊的废水每100毫升加5毫升浓 HNO_3 ，加热蒸发至10毫升左右，盖上表皿蒸至1—2毫升冷却后，加10—20毫升水用快速定量滤纸滤去不溶物，滤液供分离纯化铅用^[49]。

3. 大气样品^[13]

用空气采样器获得的空气尘埃样品可用下列方法处理：氯仿溶解及 H_2SO_4 —灰化法可处理过氯乙烯滤膜吸附的样品；稀 HNO_3 浸出法可从过氯乙烯滤膜及玻璃纤维滤膜上定量地浸出铅。将滤膜置于分液漏斗中，加3—5毫升氯仿待滤膜完全溶解后加10毫升3%的 HNO_3 溶液，剧烈振荡1分钟，分层后弃去氯仿，将 HNO_3 溶液转移至50毫升锥形瓶中，用3毫升高纯水冲洗分液漏斗，洗液併入锥形瓶中，于水浴上加热除去残留的氯仿后供分离铅用。

4. 植物样品^[55]

准确称取5克试样于250毫升高型烧杯中，加入 HClO_4 ： $\text{HNO}_3 = 1:5$ 的混合酸30毫升和5粒玻璃珠，盖上表皿于电热板上微热至剧烈反应完毕，继续升温加热，若试样在消解过程中颜色变深，则需再加少量混合酸至试样溶液无色透明后，再加热至近干，用少量水稀释后备用。

5. 食物样品^[15]

样品用湿法和干法处理：湿法是将1—3克饼干样品置于烧杯中加10—20毫升混合酸（ HNO_3 ： $\text{HClO}_4 = 5:1$ ）盖上表皿过夜，然后于电热板上保持微沸，直至样品变为黄色透明液并使游离状态物质消失，将该淡黄色溶液加热至冒白烟溶液变为无色透明后，用2% HNO_3 溶液定量溶至5毫升备用；干法是将1—3克样品在500℃马弗炉中灰化12—15小时，冷却后加上述混合酸2毫升，加热冒白烟至无色透明液后，用2% HNO_3 溶液定量溶至5毫

升供分离铅用。

6. 动物样品^[56]

将鲜牡蛎的肉与壳剥离,用水洗去壳上的碎屑并除去壳上吸着生物。肉与壳均在110℃烘干,研碎后分别称取10克样品于瓷蒸发皿中。将肉在电热板上灰化至不冒白烟,然后与壳同时放入马弗炉中,在450℃下灼烧24小时,冷却后取出样品分别转入250毫升烧杯中,用蒸馏水润湿后加入浓HNO₃和H₂O₂,放在电炉上加热近10小时,离心分离,吸出上清液供分离纯化铅用。

五、铅的分离和浓集

常用电沉积法^[38,44,57]、共沉淀法^[54,58-60]、溶剂萃取法^[47,61-63]和离子交换法^[50,64-67]从各种介质中分离浓集铅。现从每种方法中选取一个典型实例予以介绍。

1. 电沉积法^[38,67]

该法具有适用范围广、耗样量少、选择性好和铅回收率高等优点。对Pb含量从10μg—小于10ng范围内的样品电沉积率大于95%。用该法纯化陨石样品后,测得0.5毫微克铅同位素比值的精密度好于±0.1%。以²¹⁰Pb作示踪剂测得以PbO₂为沉积物的最佳条件是:沉积电压1.8—2.0伏、电沉积液(HClO₄或HNO₃)的浓度为0.025N、电沉积液体积20毫升、沉积时间16小时。用该法分离浓集人血、空气尘埃、突尼斯鱼和啤酒等样品中的铅,以IDMS法测定均获得了满意的结果。

2. 共沉淀法^[54,68]

该法分离效率高,能从大体积水样中浓集痕量pb。但选择性差,铅常与铀、钍、镭、钒、铜、铁、锌、镉、镍、钴等重金属元素一起共沉淀,需用其它方法进一步纯化铅。常用Fe(OH)₃或BaSO₄作载体共沉淀予浓集铅。也有人先用6N HCl浸取湖泊沉积物^[69],浸取液用异丙醚萃取除去铁,然后用稳定铅以PbCrO₄沉淀载带²¹⁰Pb,将沉淀溶解为1.5N的HCl介质,通过阴离子交换柱进一步纯化²¹⁰Pb。

3. 萃取法^[47,70]

该法的最大优点是选择性高,在富集水样和生物样品中的铅用得较多。如有人用APDC—八羟基喹啉溶液与铅生成络合物,将Pb萃取到MIBK有机相中,再用1.5M HNO₃反萃取铅来纯化富集水质样品中的铅。亦可用H₂SO₄-HNO₃-HClO₄混合酸溶解各种新鲜蔬菜样品后,再用双硫脲萃取纯化微量量的Pb均获得了满意的结果。该法的缺点是由于萃取率随萃取相比缩小而下降,因此所用水样的量受到一定限制。

4. 离子交换法^[50,54,71]

该法具有简便、快速、易自流化、分离效果好等优点。适用于固体和液体样品中铅的分离和富集。例如,将从海洋、湖泊沉积物中浸取铅的溶液,配成1.0N的HCl介质通过阴离子交换柱,铅吸附在柱上,再用1.0N HCl洗去吸在柱上的杂质元素,最后用水从柱上淋洗铅供分析用。也可用CL-5209萃淋树脂于1N HNO₃介质中,实现核产品中铀与铅的分离,在1N HNO₃介质中铀吸附在树脂上而铅不吸附。

很多学者以DowexA-1和Chelex100螯合树脂成功地用于水中多元素的分离和富集^[72-73]。典型的实例是根据不同的水样,取100—1000毫升样品,用HAC-NH₄AC和氨水调pH为5—5.5后,样品液以1.5毫升/分的流速通过Chelex100螯合树脂柱,用20毫升2M HNO₃洗提柱上包括铅的八个过渡元素供分析用。

六、质谱测定

IDMS法测定痕量铅的关键是要精密、准确测定试样中的铅同位素比,这是一个十分复杂的难题。近三十年来质谱工作者作了很多有益的探讨。例如,用硅胶磷酸作发射剂来降低铅的电离电位,并使样品耐高温和不易蒸发而获得稳定的铅离子流^[74]。也有人用拉钨单晶、区域精炼铯形成多孔带^[75-77]、在钽带上滴加Ta₂O₅溶液^[78]、碳化^[79-80]、氧化和氢化^[81]等处理手段来提高带表面的逸出功,都能使样品具有难蒸发、易电离的效果,从而提高了铅同位素测定的灵敏度和准确度。

发射剂的纯度和用量、涂样技术和升温程序也是铅同位素分析成败的关键。文献^[38]和其他作者从探讨发射剂的机理出发,并结合自己的经验给出了迄今为止较为理想的分析程序。尤其是对离子流升高—迅速衰减—再升高—缓慢衰减直至获得稳定离子流的升温程序和发射剂形成玻璃体的机理探讨,无论从分析实践和理论研究的角度来看都是很有价值的。

本文承蒙邱纯一同志大力指正,作者谨表谢意。

参 考 文 献

1. Mc. Hugh et al., *Anal. Chem.*, 44, 2187 (1972)
2. K. R. Sperting, *At Absorpt Newsl.* 15, 1 (1976)
3. M. Koide et al., *Earth Planet. Sci. Lett.* 14, 422 (1972)
4. De. P. Biever, *Adv. Mass Spectrom.* 7, 395 (1978)
5. M. B. Rabinowitz et al., *Science*, 192, 725 (1973)
6. N. Doubek et al., *IAEA/RL/116* (1985)
7. G. H. Morrison et al., *Analyst Chem.*, 41, 1633 (1969)
8. E. J. Catanzaro et al., *J. Res. Nat. Bur. Stand., Sect. A*, 72 (3), 261 (1968)
9. 陈自强, *环境科学丛刊*, 6, 2, 49 (1985)
10. E. C. Kuehner et al., *Anal. Chem.*, 44, 2050 (1972)
11. O. A. Weber et al., *Archiv Hig Radia.* 3, 296 (1952)
12. Kata. Voloder et al., *Mikrochimica Acta (Wien)*, 2, 341 (1971)
13. 城乡环境保护部环境保护局编,《环境监测分析方法》, 259页 (1983)
14. L. Pszonicki et al., *IAEA/RL/118* (1985)
15. 曾隆祥等, *分析化学*, 13, 2, 92 (1985)
16. 郭道辉等, *稀有金属*, 1, 54 (1985)
17. 同13, 294页 (1983)
18. H. M. Kingston et al., *Anal. Chem.*, 50, 2064 (1978)
19. 金龙珠, *理化检验*, 6, 20 (1984)
20. 同13, 77页 (1983)
21. 王爱权等, *分析化学*, 13, 1, 43 (1985)
22. 张玉祥等, *分析化学*, 12, 8, 746 (1984)
23. R. C. Daniel et al., "*Mitt. Geb. Lebensmitte. Lunters. Hyg*" 74, 1, 60 (1983)
24. 高发奎等, *分析试验室*, 4, 4, 21 (1985)
25. R. D. Graid et al., *Adv. Mass Spectrom.* 1, 136 (1959)
26. G. H. Morrison et al., *Geochim-Co smochim Acta*, 1, 34 (1970)
27. M. S. Germanl et al., *Anal. Chem.*, 52, 240 (1980)
28. D. H. Klein et al., *Environ. Sci. Technol.*, 9, 973 (1975)
29. C. Lee et al., *Talanta*, 24, 241 (1977)
30. P. J. Paulsen et al., *Spectrom. Acta, PartB*, 24, 535 (1969)
31. 室住正进等, *分析化学(日)*, 26, 9, 626 (1977)

32. 马树钦等, 分析化学, 12, 8, 681 (1984)
33. 黄达峰, 镇江环保, 1, 16 (1983)
34. 黄达峰, 质谱学杂志, 4, 31 (1983)
35. 黄达峰, 铀矿选冶, 4, 35 (1986)
36. G. R. Tilton et al., Bull. Geol. Soc. Amer. 66, 1131 (1955)
37. 室住正进等, 分析化学(日), 26, 2, 81 (1977)
38. I. L. Barnes et al., Anal. Chem., 45, 1881 (1973)
39. P. Brewer et al., Mar. Chem., 2, 69 (1974)
40. F. Tera et al., Anal. Chem., 47, 2214 (1975)
41. M. T. Alex et al., Anal. Chem., 48, 1462 (1976)
42. Hans-Josef Kanb et al., Anal. Chem., 52, 390 (1980)
43. A. P. Mykytiuk et al., Anal. Chem., 52, 1281 (1980)
44. P. A. Bertrand et al., Anal. Chem., 52, 1279 (1980)
45. 李炳林等, 质谱学杂志, 4, 2, 19 (1983)
46. T. J. Chow et al., Analyst. Chem., 30, 1499 (1958)
47. R. E. Sturgeon et al., Talanta, 27, 85 (1980)
48. A. Tatsumoto et al., J. Mar. Res., 19, 89 (1961)
49. 张齐宣等, 理化检验, 20, 4, 15 (1984)
50. T. M. Florencl et al., Talanta, 24, 151 (1977)
51. R. J. Everson et al., Anal. Chem., 46, 1966 (1974)
52. A. Hulaniki, Talanta, 14, 1371 (1967)
53. 同13, 294页 (1983)
54. 施文近等, 中国核学会论文报告C-22 (1984)
55. 同13, 351页 (1983)
56. 罗尚德等, 中国核学会论文报告C-3 (1984)
57. A. Broekman et al., Z. Anal. Chem., 351, 1, 30 (1983)
58. T. Jayner et al., Environ. Sci. Tech. 1, 417 (1967)
59. S. Krishnaswami et al., Earth. Planet. Sci. Lett. 16, 84 (1972)
60. V. H. S. Gomišček et al., Anal. Chem., Acta, 98, 39 (1978)
61. A. Preston et al., Environ. Pollution, 8, 64 (1972)
62. T. K. Jan et al., Anal., Chem., 50, 1250 (1978)
63. Y. K. Chau et al., Anal. Chim., Acta, 146, 211 (1983)
64. R. A. A. Muzzarelli et al., Inguinamanto. 14, 27 (1972)
65. B. Halynska., Radiochem. Radioanal. Lett. 17, 313 (1974)
66. P. Pakalns et al., Anal. Chim., Acta, 99, 333 (1978)
67. J. W. Arden, Anal. Chim. Acta, 148, 211 (1983)
68. 岑运骅等, 核化学与放射化学, 6, 1, 46 (1984)
69. S. Krishnaswami et al., Earth Planet. Sci. Lett. 11, 407 (1971)
70. M. Nabrzyski et al., "Rocz. Panstw. Zakl Hig" 33, 121 (1928)
71. 李德明等, 铀矿选冶, 5, 49 (1981)
72. J. P. Riley et al., Anal. Chim. Acta, 40, 479 (1978)
73. J. Lamathe, Compt Rend, 286, 393 (1978)
74. G. L. Merrill, Int. J. Mass Spectrom Ion Phys. 13, 281 (1974)
75. P. Corio, IDC-14590
76. T. E. Kroge, Geochim. Cosmochimica. Acta, 37, 485 (1973)
77. F. Tera et al., Earth Planet. Sci. Lett., 13, 457 (1972)
78. 朱凤蓉等, 质谱学报, 7, 1, 1 (1986)
79. D. H. Smith, J. Chem. Phys., 55, 4152 (1971)
80. J. W. Arden et al., Anal. Chem., 46, 687 (1974)
81. N. C. Fenner, J. Sci. Instr., 41, 48 (1964)

Determination of Trace Lead by Isotope Dilution Mass Spectrometry (IDMS)

Huang Dafeng

(Environment Protection Department of General

Institute of planning and Design, Ministry
of Coal Industry)

Received 10, April 1986

Abstract

In this paper the importance of determination of trace lead is described briefly. With some examples, a review of IDMS used at home and abroad for determination of trace lead is presented. In addition, four useful parameters such as the determination target, the spike to be used, the sensitivity and error are given. The purification of agents and the processing of samples as well as the separation and concentration of lead are discussed in detail. The optimum conditions of mass spectrometry determination is reviewed.



中国物理学会设“吴健雄物理奖”评委会

为表彰吴健雄教授对科学事业作出的重大贡献，为奖励我国青年物理学工作者的学术成就，加速物理学的发展，促进社会主义现代化建设，香港亿利达工业发展集团有限公司在我国设立“吴健雄物理奖”。中国物理学会受该公司的委托，设立“吴健雄物理奖”评选委员会，负责初审后请奖项目的评定工作。该奖将授予我国青年物理学工作者主要在国内物理学研究中发现新现象、阐明规律、运用规律解决关键问题等方面取得优秀实验物理各学科研究成果的个人或集体。获奖者将颁发奖金、荣誉证书并授予金质奖章。该奖每年评选一次，每年九月三十日前将请奖项目报北京603信箱中国物理学会。

(山 佳)