

镁和钆混合同位素质谱分析

傅淑纯 刘永福

(中国原子能科学研究院, 北京)

〔摘要〕 本工作曾将难电离的镁元素和稀土元素钆以一定的化学形态涂在同一条样品带上成为混合样品, 同时对镁和钆两种元素同位素进行质谱分析。实验结果表明用1~2微克的混合样品进行质谱分析, 可获得稳定离子流达1小时以上。用这种方法对镁和钆同位素分离产品进行了同位素丰度测定。

一、引 言

用热表面电离质谱法测量固体样品的同位素丰度都是将一种固体样品涂在一条金属带上进行分析。对于易电离的元素同位素质谱分析是简便的, 对某些难电离元素的同位素质谱分析却有一定困难。为此, 人们曾采用硼砂技术^{〔1〕}、碳化技术^{〔2,3〕}或采用特殊工艺制成多孔带^{〔4〕}等等来提高分析灵敏度。本工作试图将被分析的稀土元素钆样品做为载体, 预先涂在样品带上, 然后再涂以难电离的镁元素形成混合样品, 同时对镁和钆两种元素进行同位素质谱分析, 获得了比较满意的结果。本工作不仅提高了分析效率, 且节省贵重稀有的金属铯材料。

二、实 验 条 件

本工作使用的仪器是MAT-260型质谱计。采用双带热表面电离离子源, 利用法拉第筒或电子倍增器探测离子。加速电压10KV。计算机控制分析程序及磁场扫描获取数据。采用厚0.04mm、宽0.7mm的铯带, 使样品蒸发和电离, 选用硝酸镁和硝酸钆做为镁和钆同位素质谱分析样品。

三、混合分析方法

净化带本底 为了减少铯带上的Na和Al本底及其它杂质, 在涂样品之前先将铯带置于真空装置内, 在 $2\sim6\times10^{-7}$ 托的真空条件下, 电离带和样品带分别通以6A和4A电流加热烘烤20分钟, 经此净化处理后, 测量时大大减小了铯带上 $^{23}\text{Na}^+$ 和 $^{27}\text{Al}^+$ 离子峰强度, 可避免 $^{23}\text{Na}^+$ 和 $^{27}\text{Al}^+$ 离子峰拖尾对 $^{24}\text{Mg}^+$ 和 $^{26}\text{Mg}^+$ 离子峰的影响。

混合涂样 镁有三种稳定同位素, 钆有七种稳定同位素, 彼此不存在同质异位素的互相

1986年2月14日收

干扰,可以混合涂样。首先用微型取样管吸取硝酸钆 $[\text{Gd}(\text{NO}_3)_3]$ 溶液涂在样品带中央处,并缓慢通以1.7A电流自动烘烤样品呈微干状态,再将硝酸镁 $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2]$ 溶液滴在具有硝酸钆样品的带上,用同样方法烘干样品。此时,可观察到带上样品呈乳白色胶状体,且与带结合牢固。在分析过程中镁样品不易从带上崩脱,并能获得稳定的离子流。

质谱分析 将电离带和样品带组装后,置入离子源内,用4A电流预热电离带,利用其辐射热烘烤样品10—15分钟,这样处理保证了测量过程中维持较好的真空,而且样品与带粘结更牢固,有利于获得稳定的离子流及较好的峰形。在真空好于 $2-6 \times 10^{-8}$ 托条件下,将电离带加热到4.5A左右,即可开始缓慢加热样品带,样品带加热电流达1.8A左右,约经30分钟即获得稳定的离子流。再稍加调整离子源各电极供电参数,开始获取数据。首先测量镁离子流(Mg^+)强度,继而增加样品带加热电流达2.2A左右对钆离子流强度进行测量。图1和图2分别为天然钆的 Gd^+ 和 GdO^+ 质谱。

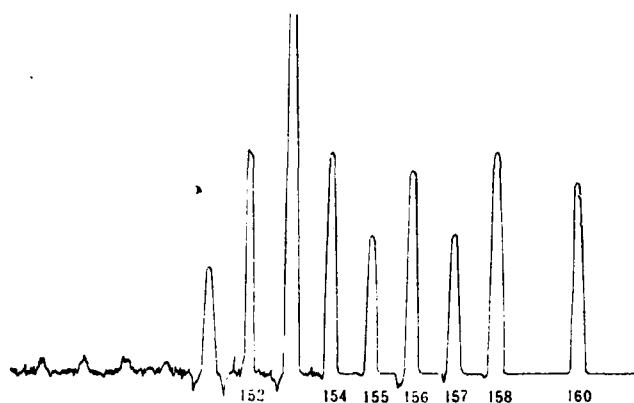


图1 天然钆 Gd^+ 质谱 (有干扰峰)

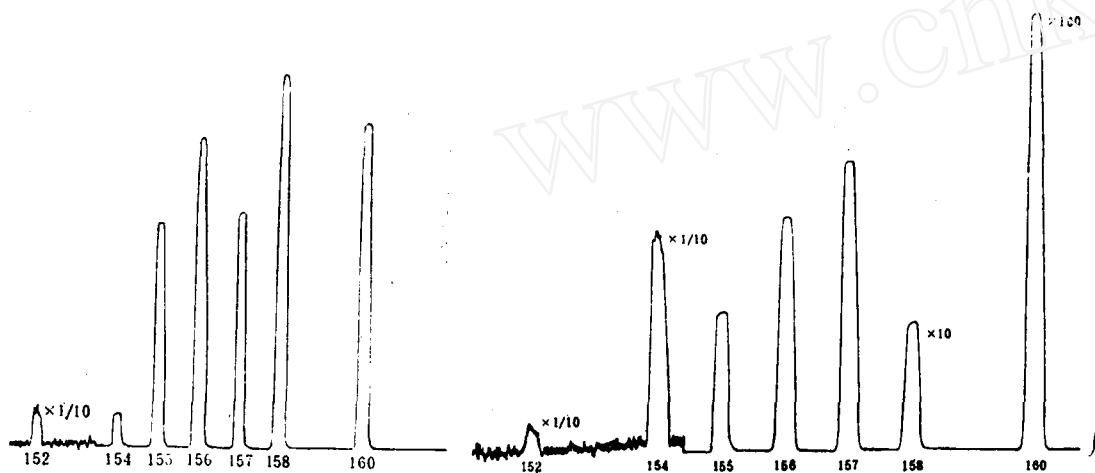


图2 天然钆 GdO^+ 质谱

图3 浓缩钆同位素 GdO^+ 质谱

图1表明金属离子(Gd^+)谱图内存在杂质峰干扰。图2表明钆的氧化物离子(GdO^+)峰及其附近没有杂质峰干扰。因此,宜选择 GdO^+ 离子进行测量。图3即是电磁法分离的浓缩钆的氧化物离子(GdO^+)峰,质谱清晰无干扰。

四、结果与讨论

用本工作提出的混合分析方法及所确定的工作条件，测量了天然镁和钆样品的同位素丰度。对电磁法分离的浓缩镁和浓缩钆产品进行了分析。其结果分别列在表 1—3 中

镁是难电离元素，而且样品容易从带上脱落。实验表明将硝酸镁和硝酸钆混合涂在带上则与带结合牢固。用1~2微克的镁和钆混合样品，质谱分析时可获得稳定的离子流达 1 小时以上。

质谱分析稀土元素的同位素丰度时，应注意同质异位素质谱干扰。为了排除干扰可选择不同类型的离子进行测量，有时亦可控制样品蒸发温度及利用已知质谱峰叠加量加以扣除。

本工作采用两种样品混合进行质谱分析，有助于稳定离子流，可减少分析前的一些准备工作，提高分析效率，节省稀有的贵重金属铈材料和带插件。具有同质异位素互相干扰的两种元素则不宜混合进行质谱分析。

表 1 天然镁、钆混合同位素丰度质谱测量结果

同位素丰度值 %	²⁴ Mg	²⁵ Mg	²⁶ Mg	¹⁵² Gd	¹⁵⁴ Gd	¹⁵⁵ Gd	¹⁵⁶ Gd	¹⁵⁷ Gd	¹⁵⁸ Gd	¹⁶⁰ Gd
本工作值	78.74	10.08	11.18	0.19	2.07	14.85	20.72	15.68	24.87	21.47
文献值 ^[5]	78.99	10.00	11.01	0.2	2.1	14.8	20.6	15.7	24.8	21.8

表 2 浓缩Mg—25同位素丰度比测量结果

同位素丰度比 测量序号	²⁴ Mg — ²⁵ Mg	²⁶ Mg — ²⁵ Mg
1	0.00958	0.00958
2	0.00948	0.00958
3	0.00948	0.00937
4	0.00927	0.00927
6	0.00906	0.00937
5	0.00917	0.00927
7	0.00927	0.00947
8	0.00927	0.00958
平均值	0.00932 ±0.00016	0.00944 ±0.00013

表 3 浓缩Gd—157同位素丰度比测量结果

同位素丰度比 测量序号	$\frac{^{152}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$	$\frac{^{154}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$	$\frac{^{155}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$	$\frac{^{156}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$	$\frac{^{158}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$	$\frac{^{160}\text{Gd}}{^{157}\text{Gd}}$
1	0.00013	0.00147	0.0229	0.1042	0.1818	0.0292
2	0.00027	0.00161	0.0228	0.1040	0.1826	0.0305
3	0.00026	0.00147	0.0228	0.1039	0.1818	0.0303
4	0.00013	0.00161	0.0228	0.1038	0.1811	0.0299
5	0.00026	0.00147	0.0228	0.1036	0.1822	0.0300
平均值	0.00021 ± 0.00007	0.00153 ± 0.00007	0.0228 ± 0.00004	0.1039 ± 0.0002	0.1819 ± 0.0005	0.0300 ± 0.0004

参 考 文 献

1. G. H. Palmer, J. Nucl. Energy, 7. 1, 1 (1958)
2. Shuzo Tamura, 质量分析 (H), 23, 1, 49 (1975)
3. N. C. Fenner, J. Sci. Instr., 41, 1, 48 (1964)
4. T. E. Kroge, Geochim. Cosmochim. Acta, 37, 485 (1973)
5. N. E. Holden, Pure and Appl. Chem., 51, 2, 406 (1979)

Mass Spectrometric Analysis of Isotopes
for the Mixture of Magne-
sium and Gadolinium

Fu Shuchun & Liu Yongfu
(Institute of Atomic Energy, Beijing)
Received 14, Feb. 1986

Abstract

In this work the mixture of high-ionization potential element Mg and rare-earth element Gd is placed on the filament, then the isotopes of the elements can be analysed at a time. Satisfactory and stable beam intensity can be maintained for more than one hour from only 1 to 2 μ g of the samples. This method has been used for the analysis of the samples produced by electromagnetic separator.