

地质样品中 Mo 同位素测定的前处理方法研究

张羽旭^{1,2} 温汉捷^{*1} 樊海峰^{1,2}

¹(中国科学院地球化学研究所, 矿床地球化学国家重点实验室, 贵阳 550002)

²(中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘要 通过对地质样品中 Mo 同位素测试前的处理方法的比较, 对传统的阴、阳离子树脂交换法进行了改进研究。经改进后的方法实用范围较宽, Mo 的回收率达到 97.49% ± 0.27%, Mo 同位素质谱分析过程中可能的同重干扰元素 Zr, Fe, Mn 等的去除效果理想, 其它金属元素的去除效果也较理想, 且在阴离子交换柱洗脱 Mo 的过程中总计约需的提取液(盐酸和硝酸)体积只有 75 mL, 只需文献报道用量的 45%, 从而减少了试剂对样品, 特别是对低含量地质样品可能带来的潜在污染。

关键词 钼, 同位素, 离子交换, 分离提纯

1 引言

随着表面热离子质谱(TMS)和多接收电感耦合等离子体质谱(MC-ICPMS)的广泛应用以及同位素分析方法的改进, 近 10 年来非传统稳定同位素(Cu, Zn, Fe, Se, Mo, Cr, Hg 等)的研究得到迅速发展^[1]。其中, 由于 Mo 同位素的分馏明显受氧化还原条件的控制, 使其在指示古环境及古气候的变化中有独特的地球化学指示意义^[2]。因此, Mo 同位素地球化学研究已成为国际地学领域的一个前沿和热点。

Mo 有 ⁹²Mo, ⁹⁴Mo, ⁹⁵Mo, ⁹⁶Mo, ⁹⁷Mo, ⁹⁸Mo, ¹⁰⁰Mo 共 7 个稳定同位素, 而 Zr 有 ⁹²Zr, ⁹⁴Zr, ⁹⁶Zr 3 个同位素与之同重, Ru 有 ⁹⁶Ru, ⁹⁸Ru, ¹⁰⁰Ru 3 个稳定同位素与之同重, Fe 和 Mn 能与载气 Ar 形成 ⁵⁵Mn⁴⁰Ar⁺, ⁵⁷Fe⁴⁰Ar⁺, ⁵⁷Fe³⁸Ar⁺, ⁵⁸Fe⁴⁰Ar⁺ 等干扰离子团(见表 1)。因此, 在进行 Mo 同位素分析之前, 都必须对样品

中的 Mo 进行分离和提纯, 对样品(特别是超低含量样品)进行 Mo 的富集, 并最大限度地去除可能对测量过程中产生同位素干扰的元素。目前有 3 种方法可分离和提纯地质样品中的 Mo 包括: (1)阴、阳离子交换树脂双柱法^[2,3]; (2)螯合树脂单柱法^[4]; (3)改进后的阴、阳离子交换树脂双柱法^[5]。这 3 种方法都能得到较好的分离纯化效果, 相比较而言, 阴、阳离子交换树脂双柱法是目前广泛采用的方法。然而, 这些方法均有各自的不足。例如, 螯合树脂单柱法有时需要操作 2 次才能达到分离纯化的要求, 且回收率平均为 (95 ± 3)%^[6], 阴、阳离子交换树脂双柱法的回收率也不高, 为了消除阴、阳离子树脂交换分离提纯过程中可能产生的 Mo 同位素分馏, 往往需采用同位素稀释法来监测和校正^[2]; 文献[5]的阴阳离子交换树脂双柱法在阴离子柱洗脱 Mo 约需 170 mL HCl 和 HNO₃, 易带来污染, 而且对流速、树脂体积等实验条件都要求比较严格。为此, 本实验对文献[5]的方法进行了改进, 获得比较满意的 Mo 回收率。

表 1 Mo 同位素质谱分析过程中可能的同重元素干扰
Table 1 Major potential interferences for Mo isotopes

质量数 Mass	Mo (%)	Zr (%)	Ru (%)	可能的分子离子干扰 Potential interfering molecular ions
92	14.84	17.17		³⁸ Ar ⁵⁴ Fe ⁺
94	9.25	17.33		⁵⁶ Fe ³⁸ Ar ⁺ , ⁵⁴ Fe ⁴⁰ Ar ⁺
95	15.92			⁵⁵ Mn ⁴⁰ Ar ⁺ , ⁵⁷ Fe ³⁸ Ar ⁺
96	16.68	2.78	5.52	⁵⁶ Fe ⁴⁰ Ar ⁺
97	9.55			⁵⁷ Fe ⁴⁰ Ar ⁺
98	24.13		1.88	⁵⁸ Fe ⁴⁰ Ar ⁺
100	9.63		12.60	

2 实验部分

2.1 仪器及主要参数

MPX 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Varian 公司)。测试参数: RF 功率 1.20 kW 等离子气

2008-03-24 收稿; 2008-07-17 接受

本文受国家重点基础研究项目(N^o 2007CB411402)国家自然科学基金(N^o 40773034)中国科学院“西部之光”项目, 贵州省自然科学基金联合资助

* Email: wenhanjie@vip.gygc.cn

©1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

流速 15.0 L/min 辅助气流速 1.50 L/min 分析线波长: Mo(204.589 nm), Zr(327.307 nm), Ru(245.657 nm), Fe(238.204 nm), Mn(257.610 nm)。

MATELEMENT型电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS(美国 Finnigan 公司)。测试参数: 射频功率 1.30 kW, A 工作气流 13.0 L/min 载气流 1.10 L/min 进样量 100 μ L/min 最大相对误差小于 $\pm 10\%$ 。

2.2 试剂及标准溶液

阴离子树脂: AG1-X8 (100~200 目), 阳离子树脂: AG50W-X8 (200~400 目)。离子交换柱规格: 直径 0.7 cm 长 31 cm 柱材料为有机玻璃。

HCl, HNO₃, HF, HClO₄ 为优级纯; 0.01, 1.0, 1.4 和 6.0 mol/L HCl, 5.0 和 8.0 mol/L HNO₃, 0.1 mol/L HF+0.01 mol/L HCl 均经过亚沸二次蒸馏; 实验用水为超纯水, Mo 标准溶液 (1000 ± 3) mg/L, Ru 标准溶液 (1000 ± 3) mg/L, Zr 标准溶液 (1000 ± 3) mg/L 均为 Johnson Matthey Company 产品; FeCl₃ 和 MnSO₄ 均为化学纯; Mo 工作液: 取 10 mL Mo 标准溶液, 用 5% HNO₃ 配成 100 mL 溶液; Ru 工作液: 取 5 mL Ru 标准溶液用 20% HCl 配成 100 mL 溶液; Zr 工作液: 取 10 mL Zr 标准溶液以 5% HCl 定容至 100 mL; Fe 工作液: 称取 1.7 g FeCl₃ 溶于 100 mL 水中; Mn 工作液: 称取 0.4 g MnSO₄ 溶于 1000 mL 水中。混合标准溶液: 取一定量的 Mo, Zr, Ru, Fe 和 Mn 工作液蒸干, 以 6 mol/L HCl 溶解并定容至 3 mL 或多 5 mL。

花岗岩标准地质样品 (GBW07103), 水系沉积物标准地质样品 (GBW07306)。

2.3 样品的制备及溶解方法

准确称取一定量的花岗岩样品和水系沉积物样品放入聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL HF 于电热板上加热 4 h 然后加入 20 mL HNO₃ 继续加热 12 h 加入 3 mL HClO₄ 冒烟除去少量的有机质和炭质, 加入 5 mL HNO₃ 后蒸干赶走残留的 HClO₄, 再配制成 6 mol/L HCl 溶液。

3 结果与讨论

3.1 文献 [5] 和改进的阴、阳离子交换树脂双柱法实验比较

详细操作步骤见文献 [5] 和表 2 按照文献 [5] 流程得到的分析结果见表 3。

表 2 阴、阳离子交换树脂双柱法实验步骤

Table 2 Flow chart of Mo separation chemistry by anion and cation exchange resins

步骤 Process	Literature [5] method		本方法 This method	
	试剂 Reagent	用量 Volume (mL)	试剂 Reagent	用量 Volume (mL)
阴离子树脂预洗涤 Anion exchange resin Pre cleaning	8 mol/L HNO ₃ + 6 mol/L HCl + 1 mol/L HCl	60	8 mol/L HNO ₃ + 6 mol/L HCl + 1 mol/L HCl	45
1 柱 (阴离子树脂) Column 1 # (anion exchange resin)		10		5
洗涤 Clean	0.01 mol/L HCl	100	1 mol/L HCl	40
洗涤 Clean	1 mol/L HCl	50		
平衡 Condition	6 mol/L HCl	30	6 mol/L HCl	20
样品引入 Sample load	样品溶液 Sample	5	样品溶液 Sample	≤ 3
洗涤 Wash	6 mol/L HCl	40	6 mol/L HCl	30
洗涤 Wash (除去 Fe remove Fe)	0.1 mol/L HF + 0.01 mol/L HCl	40		
洗脱并收集 Mo Collect Mo	1 mol/L HCl	120	1 mol/L HCl	45
洗脱并收集 Mo Collect Mo	5 mol/L HNO ₃	50	5 mol/L HNO ₃	30
2 柱 (阳离子树脂) Column 2 # (cation exchange resin)		3.5		5
平衡 Condition	1.4 mol/L HCl	20	1.4 mol/L HCl	30
样品引入 Sample load	样品溶液 Sample	< 1.8	样品溶液 Sample	≤ 2
洗涤并收集 Mo Collect Mo	1.4 mol/L HCl	≤ 8	1.4 mol/L HCl	11

改变阴离子交换树脂酸介质的实验步骤: 配制 2 份标准样品溶液 (2-1 和 2-2)。2-1 溶液的介质和最后经阴离子交换树脂交换的酸介质为 0.01 mol/L HCl + 1 mol/L HF 的溶液; 2-2 溶液的介质和最后经阴离子交换树脂交换的酸介质为 0.05 mol/L HCl + 1 mol/L HF 的溶液。分析结果如表 3。

3.2 对改进的阴、阳离子交换树脂双柱法的评估

用 1-1 和 1-2 两件标准样品溶液按文献 [5] 改进的阴、阳离子交换树脂双柱法实验步骤操作, 实验结果见表 3。从表 3 的实验数据看, $M^{O(VI)}$ 的去除率仅 30%, $M^{O(VI)}$ 的回收率仅 43%, 为了查明 $M^{O(VI)}$ 损失的原因, 按文献 [5] 实验步骤做实验 (见表 2), 并从 $M^{O(VI)}$ 样品溶液被引入阴离子树脂开始, 收集每一实验步骤从树脂流出的溶液, 分别蒸干后配成溶液并用 ICP-OES 分析。实验结果见表 4。从表 4 发现, $M^{O(VI)}$ 的损失发生在阴离子交换树脂中用 $0.1 \text{ mol/L HF} + 0.01 \text{ mol/L HCl}$ 溶液洗涤树脂用以洗脱大部分 F^{-} 的步骤, $M^{O(VI)}$ 的损失约 56%。

表 3 表 3 按文献 [5] 和改进的的阴、阳离子交换树脂法分析结果对比 (mg/L)

Table 3 Analytical result for the method according to literature [5] and this method (mg/L)

	文献方法 (literature [5] method)					本方法 (this method)				
	Mo	Zr	Ru	Fe	Mn	Mo	Zr	Ru	Fe	Mn
1-1 初始组成 Primitive component	7.80	7.04	0.51	1116	19.61	7.80	7.76	0.48	1051	26.6
1-1 分离后组成 Composition after separated	3.33	<0.01	0.36	<0.01	<0.01	6.90	7.11	0.39	1.1	0.6
1-2 初始组成 Primitive component	6.53	7.44	0.49	1048	26.5	88.45	91.62	81.25	0.1	0.6
1-2 分离后组成 Composition after separated	2.86	<0.01	0.34	<0.01	<0.01	7.88	8.04	0.47	1056	26.4
平均回收率 Average recovery (%)	43.24	0	69.99	0	0	5.08	7.62	0.36	0.5	0.02

经阴、阳离子交换树脂的流速 (the flow through anion/cation exchange columns): 0.26 mL/min by ICP-OES

表 4 通过树脂交换后的分离 (提取) 液分析结果 (mg/L)

Table 4 Analytical results of elution after separation (mg/L)

初始组分 Primitive component	实验步骤 1 Flow 1		实验步骤 2 Flow 2		实验步骤 3 Flow 3		实验步骤 4 Flow 4	
	4-1	4-2	4-1#	4-2#	4-1#	4-2#	4-1#	4-2#
			回收率 Recovery (%)		回收率 Recovery (%)		回收率 Recovery (%)	
Mo	3.14	3.10	0.03	0.03	0.96	1.77	1.75	56.4
Zr	2.97	2.86	2.83	2.88	97.99	0.15	0.15	5.15
Ru	0.51	0.50	0.14	0.14	27.73	0.02	0.01	2.96
Fe	1195	1180	0.6	1.0	0.07	1178	1160	98.4
Mn	275	269	273	268	99.6	0.2	0.1	0.06

Flow 1: 经 6 mol/L HCl 洗涤阴离子树脂后洗液的浓度 (the composition of 6 mol/L HCl eluate bypassing through the anion exchange resin column); Flow 2: 经 $0.1 \text{ mol/L HF} + 0.01 \text{ mol/L HCl}$ 洗涤阴离子树脂后洗液的浓度 (the composition of $0.1 \text{ mol/L HF} + 0.01 \text{ mol/L HCl}$ eluate by passing through the anion exchange resin column); Flow 3: 经 1 mol/L HCl 和 5 mol/L HNO_3 洗脱阴离子树脂后洗脱液的浓度 (the composition of 1 mol/L HCl and 5 mol/L HNO_3 eluate by passing through the anion exchange resin column); Flow 4: 经阳离子交换树脂处理后的浓度 (the composition after separated by cation exchange resin column). 流速 (flow rate): 0.25 mL/min

3.3 酸介质条件对回收率的影响

针对文献 [5] 方法 $M^{O(VI)}$ 的回收率低的问题, 本实验尝试改变酸介质条件来解决。 $M^{O(VI)}$ 在 HCl 和 1 mol/L HF 介质中, 分配系数 D (当达到吸附平衡时每 kg 干树脂中吸附的 $M^{O(VI)}$ 总量与 1 L 平衡液中 $M^{O(VI)}$ 总量的比值) 与 HCl 的浓度成反比关系, 当 HCl 的浓度接近零时, 可达约 2000 的最大值^[7]。因而, 本实验在阴离子树脂交换中采用 1 mol/L HF 和低浓度的 HCl 的混合液作为树脂交换的平衡介质, 以达到既保证 $M^{O(VI)}$ 的回收率, 同时又能有效去除 Zr , Ru , Mn 大部分 F^{-} 和其它金属元素物质的目的。

结果表明, 这种改进方法虽然能达到去除大部分 F^{-} 的要求, 但不能去除 Z 和 Ru , 且 $M^{O(VI)}$ 的回收率不高, 分别只有 64.47% 和 88.46%。从回收率还可以看出: HCl 的浓度越低, $M^{O(VI)}$ 的回收率就越高。但考虑到 HCl 的浓度太低时, 可能会产生氟化物沉淀从而吸附 $M^{O(VI)}$, 因此, 通过该方法并不能有效的改善分离和回收效果。

3.4 文献 [5] 阴、阳离子交换树脂双柱法的改进

3.4.1 实用范围上的改进 本实验结果表明, 按文献 [5] 的阴、阳离子交换树脂双柱法的实验步骤操作, 发生 $M^{O(VI)}$ 严重损失的原因是, 在阴离子交换树脂中用 $0.1 \text{ mol/L HF} + 0.01 \text{ mol/L HCl}$ 溶液洗涤树脂用以洗去大部分 F^{-} 的步骤上 (见表 4), 出现这种情况可能是文献 [5] 的实验步骤操作条件过于严格

或适用范围太窄所致。而表 4 的结果表明阳离子交换树脂的去 F⁻ 效果能达到同位素分析的要求。基于此, 本实验作了如下改进: 把阴离子交换树脂中用 0.1 mol/L HF+0.01 mol/L HCl 溶液洗涤树脂用以洗脱溶液中大部分 F⁻ 的步骤取消, 然后在阳离子树脂交换的过程中通过增加阳离子树脂的体积来实现彻底去除 F⁻ 的目的, 并且把阴离子树脂的用量降为 5 mL (文献 [5] 的方法为 10 mL), 同时对洗涤树脂的操作上也作了一些调整。实验结果见表 5。从表 5 可看出, Mo 的回收率可达 99% 以上, 除 Ru 外, 其它干扰元素的去除效果较理想。

表 5 改变酸介质实验的分析结果 (用 ICP-OES 分析)

Table 5 Analytical result for changing of acid medium (measured by ICP-OES)

	Mo (mg/L)	Zr (mg/L)	Ru (mg/L)	Fe (mg/L)	Mn (mg/L)
3-1 初始组成 Primitive component	10.30	4.55	0.53	3885	26.95
3-1# 分离后组成 Composition after separated	10.28	0.02	0.35	< 0.01	< 0.01
3-2 初始组成 Primitive component	11.15	13.0	0.55	16905	62.65
3-2# 分离后组成 Composition after separated	11.09	0.02	0.33	< 0.01	< 0.01
平均回收率 average recovery (%)	99.63	0.25	63.03	0	0

3.4.2 阴离子树脂洗脱动力学实验结果 Pietruszk 等改进的阴、阳离子树脂双柱法从阴离子树脂中

洗脱 Mo(VI) 需约 170 mL 洗脱液^[5], 对一些低含量的地质样品有可能带来沾污。本研究的阴离子树脂洗脱动力学实验结果见图 1 (洗脱顺序 1 到 8 每件为 5 mL 洗脱液, 9 到 21 每件为 10 mL 洗脱液)。从图 1 得出, 洗脱顺序 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 17, 18, 19 Mo 的回收率为 97.7% (考虑到减少 1 mol/L HCl 洗脱液后, 最后用 5 mol/L HNO₃ 洗脱时洗脱液中的 Mo(VI) 会比现在的高, 因而取第 19 次而不取第 10 次), 这意味着用 45 mL HCl+30 mL HNO₃ 已能满足分离纯化要求, 有效地降低了洗脱液的用量。

3.4.3 标准溶液样品检验 用 3 件平行样分别按本实验的方法进行实验, 结果见表 6。从表 6 得出, Mo 的回收率为 97.49% ± 0.27%, 干扰元素 Zr, Fe, Mn 的去除效果理想。

表 6 改进的阴、阳离子交换树脂法分析结果 (用 ICP-OES 分析)

Table 6 Analytical result for the method improved (measured by ICP-OES)

	Mo (mg/L)	Zr (mg/L)	Ru (mg/L)	Fe (mg/L)	Mn (mg/L)
3-3-1 初始组成 Primitive component	6.64	18.31	0.52	3782	26.51
3-3-1# 分离后组成 Composition after separated	6.47	0.02	0.34	< 0.01	< 0.01
3-3-2 初始组成 Primitive component	6.64	18.31	0.52	3782	26.51
3-3-2# 分离后组成 Composition after separated	6.50	0.02	0.35	< 0.01	< 0.01
3-3-3 初始组成 Primitive component	6.64	18.31	0.52	3782	26.51
3-3-3# 分离后组成 Composition after separated	6.45	0.02	0.34	< 0.01	< 0.01
平均回收率 Average recovery (%)	97.49	0.11	65.40	0	0

3.4.4 实际地质样品检验 称取花岗岩样品 1.0166 g 以 6 mol/L HCl 溶解并定容至 4 mL。称取水系沉积物样品 0.5148 g 以 6 mol/L HCl 溶解并定容至 3 mL。分别按上面经再改进的方法步骤做实验 (实验步骤见表 2), 实验结果见表 7。从表 7 得出, 花岗岩样品 Mo 的回收率 97.14%; 水系沉积物样品 Mo 的回收率 98.70%; 主要干扰元素 Zr, Fe, Mn 的平均去除率分别为 99.991%、99.999%、99.997%。其它元素的去除效果均令人满意。

3.5 结论

Pietruszk 等^[5] 改进的阴、阳离子交换树脂双柱法对实验条件的要求比较严格, 降低了该方法的实

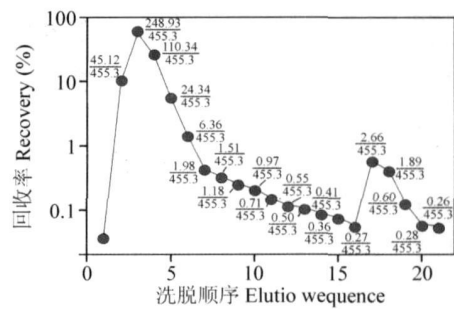


图 1 阴离子树脂交换柱分步洗脱实验曲线

Fig. 1 Mo recovery graph for the subsection elution solutions passing through the anion exchange resin column. 图中数据的分子为分步洗脱 Mo 的量, 分母为 Mo 的总量 (numerator is Mo of subsection elution solutions and the denominator is the total Mo on the data of graph). Mo 的总量 455.3 μg (total Mo is 455.3 μg).

表 7 实际地质样品分析结果(用 ICP-MS 仪器分析) ($\mu\text{g/g}$)
Table 7 Analytical result of geological samples(measured by ICP-MS) ($\mu\text{g/g}$)

		Mo	Zr	Fe	Mn	Cr	Li	Co	Sc	Ni	Ba	Lu	W	Bi	V	La
S1	V1	3.4	0.01	0.47	0.02	0.51	0.04	0.001	0.001	0.02	0.38	0.003	0.3	0.1	0.1	7*
	V2	3.5	167	2.27%	463	3.6	131	3.4	6.1	2.3	343	1.15	8.4	0.53	24	54
S2	V1	7.6	0.02	0.44	0.03	0.9	0.1	0.001	0.002	0.04	0.6	0.003	0.5	0.79	0.16	0.002
	V2	7.7	170	5.34%	970	190	40	24.4	17	78	330	0.34	25	5.0	142	39
		Zn	Cu	Ga	As	Rb	Y	Nb	Ag	Gd	Nd	Ti	Pb	Th	Cs	Dy
S1	V1	2.3	0.08	5*	0.4	0.03	7*	0.34	0.01	2*	0.008	0.004	1.0	2*	5*	2*
	V2	28	3.2	19	2.1	466	62	40	0.033	9.3	47	1720	31	54	38.4	10.2
S2	V1	6.6	0.06	0.001	0.9	0.05	0.002	0.6	0.01	0	0.016	0.003	1.39	0.001	8*	5*
	V2	144	383	16.7	13.6	107	20	12	0.36	5.5	33	4640	27	9.0	9.1	3.8

S₁ 花岗岩 (granite), S₂ 水系沉积物 (stream sediment); V₁ 实测值 (analytical value), V₂ 推荐值 (certified value). *表示 $\times 10^{-4}$ (is $\times 10^{-4}$). Rb, Be, Ge, Sr, Sn, Eu, Tb, Ho, Er, Tm, Yb, Hf, Tl 均低于检出限 (under detection limit).

用范围。多次实验表明,在此实验条件下 Mo 的回收率都仅为 43%。本实验对文献 [5] 的阴、阳离子交换树脂双柱法进行了改进,本方法的实用范围较宽, Mo 的回收率为 $97.49\% \pm 0.27\%$, Mo 同位素质谱分析过程中可能的同重干扰元素 Zr, Fe, Mn 等 (Rb 除外,只能除去约 1/3 的去除效果理想,其它金属元素的去除效果也较理想,能够较好地满足地质样品中 Mo 同位素分析前的分离提纯和富集的要求。

致谢 感谢中国科学院地球化学研究所的樊宇红、胡静、漆亮、潘自平、王宾给予的指导和帮助。

References

- Johnson CM, Beard BL, Albarde F. Geochemistry of Non-traditional Stable Isotopes. Mineralogical Society of America and the Geochemical Society. **2004**. 1~24
- Anbar AD, Knab KA, Barling J. Anal. Chem., **2001**. 73. 1425~1431
- Barling J, Arnold GL, Anbar AD. Earth and Planetary Science Letters. **2001**. 193. 447~457
- Malinovsky D, Roshkin I, Baxter DC, Ingri J, Öhlander B. International Journal of Mass Spectrometry. **2005**. 245. 94~107
- Pietruszka A, J Walker R, J Candela PA. Chemical Geology. **2006**. 225. 121~136
- Malinovsky D, Hammarlund D, Ivashuk B, Martinsson Q, Gelting J. Chemical Geology. **2007**. 236. 181~198
- Klaus KA, Nelson F, Moore GE. Journal of the American Chemical Society. **1955**. 77. 3972~3977

Chemical Pretreatment Methods for Measurement of Mo Isotope Ratio on Geological Samples

ZHANG Yu-Xu¹, WEN Han-Jie¹, FAN Hai-Feng²

¹ (State Key Laboratory of Ore Deposit Geochemistry, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550002)

² (The Graduate School of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039)

Abstract BY comparing the methods of separation and purification before Mo isotope ratio measurements on geological samples, we modified the traditional anion/cation exchange resin two-column procedure. After being modified, the operating range was rather wide, the recovery of Mo was $97.49\% \pm 0.27\%$, the potential interferences on Mo isotopes (including Zr, Fe, Mn and other interfering matrix elements) were reduced to the negligible levels relative to Mo, and the volume of Mo elution solution passing through the anion exchange resin column was only 75 mL, which was only 45% of the volume reported by other literatures, and this will reduce potential contamination to Mo isotope geological samples from chemical reagents, especially for the low concentration Mo isotope geological samples.

Keywords Molybdenum, stable isotope, ion exchange, separation and purification

(Received 24 March 2008, accepted 17 July 2008)