

热电离质谱 (TMS) 的 SrNdPb 同位素标样测定

李晓彪

(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, 贵州 贵阳 550002)

中国科学院 研究生院, 北京 100039)

标样是具有一种或多种足够均匀和很好地确定了特性, 用以校准测量装置、评价测量方法或给材料赋值的一种材料或物质。通常各实验室均要通过测定一些特定的标样, 以便确定每台质谱仪器的测试精度和仪器偏差。

在国家重点实验室建设专项资金的支持下, 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建立了热电离质谱 (TMS) 实验室, 所引进的仪器是 Thermo Fisher 公司生产的 Triton 型热电离质谱仪。为了检测这台质谱仪的测试精度, 笔者利用该仪器对 6 个国际常用的 SrNdPb 同位素标样进行了长达一年的监控测试, 取得了满意的测试结果。

1 Nd 同位素标样

实验共选取了三种 Nd 同位素标样 (La Jolla MC 和 Nd_i)。La Jolla 的 Nd 标样是由 Lu⁶³mar 等 (1978) 制备, 它是使用最广泛的 Nd 标样之一。Tanaka 等 (2000) 提出了一个新的 Nd 标样 Nd_i。由于其具有低含量的 Ce 和 Sm 大大减少了测试中的干扰, 同时 Nd_i 具有很高的 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 比值, 接近球粒陨石和地幔物质的 Nd 同位素组成, 因此这个标样自推出后就很受欢迎, 现在已经被国际上很多实验室所采用。还有一个被广泛采用的 Nd 标样是 MC。这些标样在 Nd 同位素的测试和应用中发挥了极其重要的作用, 准确地测定这些标样的同位素组成是每个实验室在测试正常岩石样品前不可缺少的一步。

TMS 测试 Nd 标样的主要步骤如下: 各标样取 100 ng 左右的 Nd 量, 然后涂在经去气后的 Re 带中央, 在 0.5 A 电流下烘干, 缓慢升高电流 (约 2.2 A) 至 Re 带呈暗红色, 保持 10 ~ 20 秒后降低电流使之冷却。实验采用双带测试, 将蒸发带和电离带安装在样品盘上送入样品室待测。测试过

程中样品室真空低于 9×10^8 Pa 分析室的真空低于 9×10^9 Pa。一般 Nd 的电离温度为 1700 ~ 1800°C 左右。离子流强度 (¹⁴⁵Nd) 一般控制在 3 V 以上。为了消除测试过程中的质量分馏效应的影响, 所有的 Nd 同位素比值均被校正到 ¹⁴⁶Nd/¹⁴⁴Nd 为 0.7219。

三种 Nd 同位素标样测试结果见图 1。2。3。La Jolla 标样 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 位于 0.511833 ~ 0.511856 之间 (61 次测试), 平均值为 $0.511841 \pm 3(2\sigma)$ 。MC 标样的 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 测试结果位于 0.511534 ~ 0.511553 之间 (29 次测试), 平均值为 $0.511544 \pm 3(2\sigma)$ 。Nd_i 标样的 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 测试结果位于 0.512085 ~ 0.512107 之间 (44 次测试), 平均值为 $0.512104 \pm 5(2\sigma)$ 。三种 Nd 标样的 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 测试结果与国际推荐值基本一致。

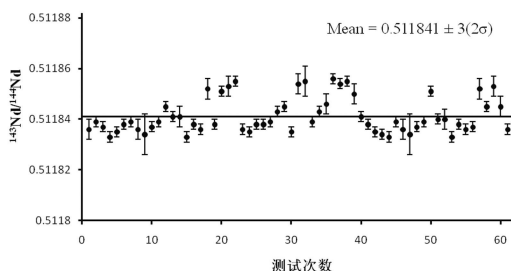
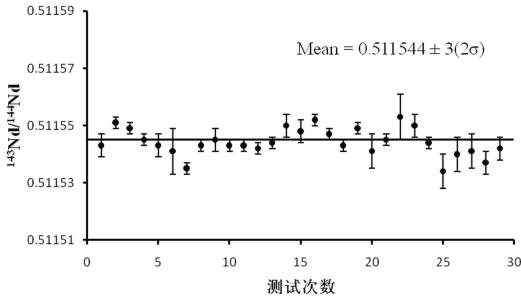
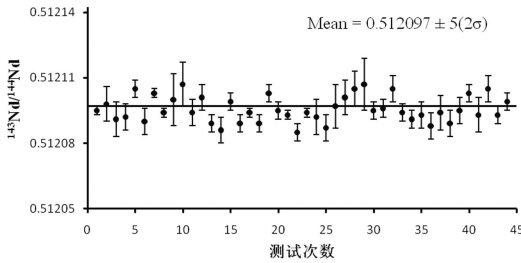


图 1 La Jolla 标样 ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd 测试结果

2 Sr 同位素标样

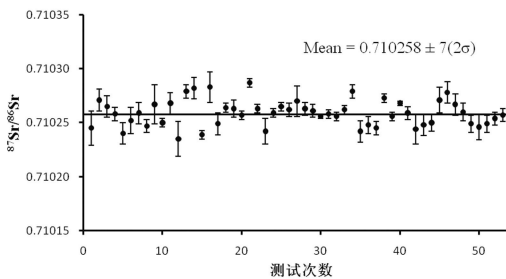
监测实验所选 Sr 同位素标样为美国国家标准技术研究院的 NIST SRM987, 它是 TMS 分析 Sr 同位素组成最常用的国际标准, 已有的结果表明, 不同仪器上测量的 ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr 比值有较大差别, 介于 0.710140 ~ 0.710330 之间, 平均 0.710248。

TMS 测试 Sr 标样的主要步骤如下: 取 100 ng 左右的 Nd 标样, 然后涂在经去气后的 Re 带中央, 在 0.51 A 电流下烘干, 缓慢升高电流 (约

图 2 MC 标样 $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ 测试结果图 3 Nd-i1 标样的 $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ 测试结果

2.2 A)至 R 带呈暗红色, 保持 10 ~ 20 s 后降低电流使之冷却。实验采用双带测试, 将蒸发带和电离带安装在样品盘上送入样品室待测。测试过程中样品室真空低于 9×10^8 Pa 分析室的真空低于 9×10^9 Pa。一般 S 的电离温度为 1250 ~ 1350 °C 左右。离子流强度 (^8S) 一般控制在 5 V 以上。为了消除测试过程中的质量分馏效应的影响, 所有的 S 同位素比值均被校正到 $^{88}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 为 8.3752。

NIST SRM987 测试结果见图 4 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 位于 0.710235 ~ 0.710279 之间 (53 次测试), 平均值为 $0.710258 \pm 7(2\sigma)$, NBS987 的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 测试结果与国际推荐值基本一致。

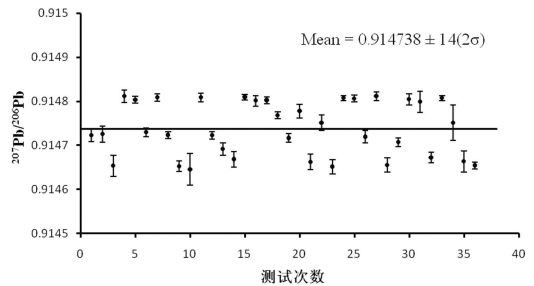
图 4 NIST SRM987 标样的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 测试结果

3 Pb 同位素标样

监测实验所选 Pb 同位素标样为美国国家标准技术研究院的 NIST SRM981, 它是 TMS 分析 Pb 同位素组成最常用的国际标准之一, 目前 NIST SRM981 的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ Pb 国际推荐值为 0.914640。

TMS 测试 Pb 标样的主要步骤如下: 取 100 ng 左右的 Pb 标样涂在经去气后的 R 带中央, 在 0.5 A 电流下烘干; 接着滴加 $2 \mu\text{L}$ 硅胶在 0.5 A 电流下近于干燥; 然后滴加 $1 \mu\text{L}$ H_3PO_4 在 0.5 A 电流下使之干燥; 升高电流至 1.5 A 保持约 1 分钟, 最后缓慢升高电流 (约 2.2 A) 至 R 带呈暗红色, 保持 10 ~ 20 秒后降低电流使之冷却。实验采用单带测试, 将蒸发带安装在样品盘上送入样品室待测。测试过程中样品室真空低于 9×10^8 Pa 分析室的真空低于 9×10^9 Pa。一般 Pb 的电离温度为 1250 ~ 1350 °C 左右。为了消除测试过程中的质量分馏效应的影响, 所有的 Pb 同位素比值均被校正到 $^{208}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 为 2.1681。

NIST SRM981 测试结果见图 5 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 位于 0.914645 ~ 0.914811 之间 (36 次测试), 平均值为 $0.914738 \pm 14(2\sigma)$, NIST SRM981 标样的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 测试结果与国际推荐值基本一致。

图 5 NIST SRM981 标样的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 测试结果

4 结 论

对 3 个 Nd 同位素标样 (La Jolla MC 和 Nd-i1), 1 个 S 同位素标样 (NIST SRM987) 和 1 个 Pb 同位素标样 (NIST SRM981) 的测试结果表明, Triton 热电离质谱仪可以进行高精度和高灵敏度的 SrNdPb 同位素测试。长期的测试结果也表明仪器的稳定性很好, 能够进行长期的稳定测试。