

本期文章导读

358 原子荧光光谱分析技术的创新与发展

李刚, 胡斯宪, 陈琳玲

原子荧光光谱(AFS)分析技术应用非常普及,几乎各类无机分析实验室都装备了原子荧光光谱仪(亦称原子荧光光度计)。早期,AFS重点解决地球化学样品的测定;中期,食品检测、水质分析等领域对AFS高灵敏度的元素分析具有迫切的需求;当前,AFS在重金属污染检测和相关领域国家标准的制定方面有很大的发展机遇。AFS作为我国少数具有自主知识产权的国产分析仪器,依靠自身的技术创新发展,As、Sb、Hg、Se、Te、Ge、Pb、Cr、Cd、Zn等元素的分析性能已经可以与进口大型仪器比肩,Hg、As、Se的分析技术指标甚至优于石墨炉原子吸收光谱、电感耦合等离子体质谱等大型分析仪器,且经济优势明显。我国科技工作者创新了许多新反应体系、新试剂和新方法,推动着AFS在地质、冶金、环保、卫生防疫、食品、质检等领域得到广泛的应用。近年来,AFS在技术层面的创新主要集中于光源和原子化器,力求提高仪器的稳定性、灵敏度,增加新的分析元素和多元素同时测定的新方法。元素分析已经不仅局限于总量的检测,形态和价态分析越来越受到重视,发展原子荧光光谱联用技术或直接测定形态和价态,具有独特优势。然而,在激发光源、反应机理和分析范围等方面还存在着明显的局限,需要进一步加强研究。



李刚

377 钛同位素标准溶液研制

唐索寒, 李津, 王进辉, 潘辰旭

钛是地壳中广泛分布的元素,其在地质作用过程中进行迁移和再分配的同时,引起钛同位素分馏,导致钛同位素组成发生变化。钛有别于铁、铜、锌等其他过渡族元素,它不会被生物利用,所以钛同位素组成的变化可以作为一个参考,以判别其他过渡族元素的同位素变化是生物作用还是非生物作用导致的。钛有五个同位素: ^{46}Ti (8.25%)、 ^{47}Ti (7.44%)、 ^{48}Ti (73.72%)、 ^{49}Ti (5.41%)和 ^{50}Ti (5.18%)。为了准确测定钛同位素组成的变化,不仅要建立精确的化学分离和质谱测试的方法,还必须有钛同位素标准物质,用于监测分析过程。目前国际上还没有钛同位素标准物质,在开展钛同位素研究中,所使用的标准各异,造成钛同位素分析结果无法比对。标准溶液的钛同位素组成既要与所研究对象(地质样品)有差异,但也不能差别太大,因此首先要选择合适的钛标准溶液。本文报道了钛同位素标准溶液的研制过程和结果,此标准溶液的钛同位素组成与岩石相近,可以用于钛同位素分析过程中仪器状态的监控和测试数据的监测,为开展钛同位素地球化学研究奠定了基础。



唐索寒

383 激光剥蚀电感耦合等离子体质谱分析石笋样品中多元素比值及 45 种元素含量

范晨子, 胡明月, 赵令浩, 孙冬阳, 蒯丽君, 蔡炳贵, 詹秀春

碳酸盐质洞穴石笋样品分布广泛, 受外界干扰小, 沉积时间跨度大, 生长机制对外部气候环境敏感, 且分辨率高, 时间跨度可达数万年, 不会因年代的久远而降低, 是记录气候变化良好的载体。除了碳氧同位素和微层(厚度、灰度)等指标, 石笋中的微量元素变化尤其是 Mg/Ca 、 Sr/Ca 等指标也记录了长期的、高分辨的古气候信息, 有助于理解石笋的生长机理和古气候的重建。激光剥蚀电感耦合等离子体质谱(LA-ICP-MS)技术具有原位、低检出限、宽检测范围、高空间分辨率、低基线背景值、少进样量以及检测速度快等特点, 是石笋微量元素研究中良好的检测手段。然而, 目前采用 LA-ICP-MS 检测碳酸盐石笋样品中多元素含量的主要问题是标准物质与样品基体的匹配以及碳元素的检测问题。本文研究将现有碳酸盐标样和硅酸盐标样通过相对灵敏度因子建立桥梁, 采用主量元素 Ca 、 Mg 变形为碳酸盐形式, 与其他元素加和归一的方法, 分析了石笋中 45 种元素, 有效地避免了碳元素无法准确检测的问题, 实现与 Ca 内标法校正结果匹配。



范晨子

392 稳定同位素质谱与同位素光谱结合的方法分析氧同位素 $^{17}O/^{16}O$

李立武, 王 广, 李中平, 杜 丽, 曹春辉

自 Clayton 等(1973)首先在碳质球粒陨石中发现异常的氧同位素组成以来, 氧同位素的非质量分馏效应研究取得了大量成果。氧同位素的非质量依赖分馏研究的基础是三氧同位素(^{16}O 、 ^{17}O 、 ^{18}O)的分析。三氧同位素研究在揭示太阳系起源和星云演化等方面起着至关重要的作用, 在估计大尺度上的光合作用和水循环示踪方面也可能非常有用, 已成为稳定同位素地球化学研究的重要组成部分。传统的氧同位素分析方法一般将各种形式的氧转化为 CO_2 , 再通过稳定同位素质谱测定其 $^{18}O/^{16}O$, 这种方法不能测得 $^{17}O/^{16}O$, 所以三氧同位素分析的关键是 $^{17}O/^{16}O$ 的分析。将各种形式的氧转化为 O_2 , 用稳定同位素质谱分析 $^{17}O/^{16}O$ 的方法, 转化过程复杂或有危险。本文提出了一个新的思路, 在稳定同位素质谱测量的基础上, 增加碳同位素光谱测定的步骤, 辅以简单的数据处理, 就可以获得 CO_2 的 $^{17}O/^{16}O$ 数据。该方法不需要将各种形式的氧转化为 O_2 , 样品制备与传统方法相同, 成熟, 无危险性, 分析精度优于或相当于其他测试方法。



李立武

402 负离子热表面电离质谱法测量铼的化学分离方法研究

王礼兵，屈文俊*，李超，周利敏，杜安道，俎波

Re-Os 同位素体系作为一种定年和示踪工具,其在地质学领域巨大的应用潜力早在上世纪 50 年代就已经被地质学家所认识。但是由于 Re、Os 在自然界的丰度较低,Re 和 Os 分离富集较困难;并且电离电位较高,尤其是 Os 的电离电位较高,很难用常规的热表面电离质谱法分析。直到 20 世纪 80 年代,随着超净实验室的建立、各种岩石矿物的分解和化学分离富集方法的完善,以及新型质谱仪出现,特别是负离子热表面电离质谱仪的出现,使高精度、低空白的 Re、Os 含量和同位素比值分析成为可能;促使 Re-Os 同位素体系在地幔部分熔融、壳幔相互作用、地壳混染、矿床形成、岩浆演化、地球演化和天体化学等领域得到广泛应用;同时在海洋演化、沉积循环、油气成藏和破坏、古环境和古气候等领域应用也在不断扩展。本文建立了负离子热表面电离质谱法测量 Re 的化学分离方法,是在前期研究的基础上,将丙酮萃取和碱洗所用的氢氧化钠的浓度从 5 mol/L 提高到 10 mol/L,由此方法纯化的 Re 溶液经过硝酸和过氧化氢处理后可直接点带用于负离子热表面电离质谱仪测量,提高了批量样品的分析效率。



王礼兵



屈文俊

449 萤石重晶石方解石共生非金属矿物分析方法研究

王峰，倪海燕

非金属矿产的开发利用水平已成为衡量一个国家科学技术发展和人民生活水平的重要标志之一。萤石、重晶石、方解石等非金属矿在石油、化工、冶金、机械、造纸、环保、医药等领域有广泛应用,并越来越多地应用于国防、航天、核电、光纤通讯等高科技领域。本文针对我国普遍存在三种矿物的共生矿而其分离、分析测试方法尚属空白的现象,通过条件实验、单矿物溶解试验及组合样分析,确定了一套简便、连续、快速、准确的分离分析流程,该方法流程可推广运用并为进一步研制该类矿物的标准物质提供技术支持。在目前分析测试依靠高精仪器的今天,化学物相分析这一传统的分析方法需要有更多的科技人员坚持并努力。



王峰

456 离子液体[Emim]PF₆ - 邻二氮菲超声萃取铁尾矿中的铁

马毅红, 李钟平, 尹艺青

在我国矿山排放的尾矿中,铁尾矿量达 26 亿吨,大量铁尾矿不仅占用了土地和造成资源的浪费,而且给人类生活环境带来了严重污染和危害,同时铁尾矿作为二次能源,已经受到世界各国的重视。传统方法常采用磁选或浮选处理铁尾矿,但存在药剂成本高、选择性较差等缺点。室温离子液体是近年来绿色化学新兴研究领域之一,黏度低、不挥发、可以形成二相体系且具有分相时间短、易回收利用等优点。目前,离子液体广泛用于金属离子的萃取与分离。本文在铁与邻二氮菲络合体系中,以疏水性离子液体1-己基-3-甲基-咪唑六氟磷酸盐([Emim]PF₆)为萃取剂,采用超声波辅助萃取,铁-邻二氮菲络合物可迅速进入离子液体相,且水相和离子液体相界面清晰,有利于铁尾矿中微量铁的萃取。同时使用后的离子液体在碱性条件下进行反萃取,可实现离子液体的回收再利用。

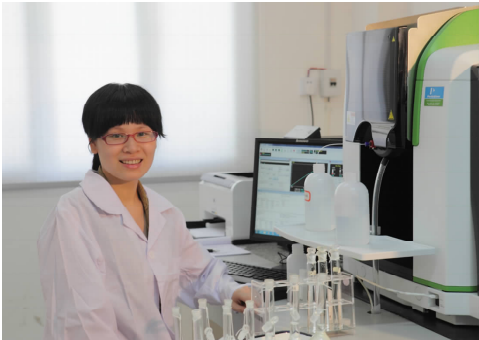


马毅红

474 卡林型金矿石中金的赋存状态分析新方法

苏秀珠, 黄志华, 袁水平, 许 涛, 廖占丕, 黄丽娟

我国探明的卡林型金矿中金的资源量占我国岩金总储量的 30% 以上,属复杂难处理金矿资源,金多以显微-次显微形态存在,既与黄铁矿密切共生,也与铜、铅等矿物密切共生。复杂硫金矿提金处理难题与矿石中金的赋存状态及载体矿物有直接关系,即使矿石磨得很细也无法使金解离。传统氰化法并不适用于复杂硫金矿,难以实现金的有效回收。为有效回收金,在复杂硫金矿氰化浸金前多进行氧化预处理,以分解载金矿物,使包裹金充分解离和暴露。因此考察卡林型金矿中金的赋存特点对该类矿石选冶工艺选择显得尤为重要,传统金化学物分析方法不适用于该类型金矿中金的赋存状态分析,分相过程中难以将矿石中硫化物包裹物彻底破坏,无法准确测定硫化物包裹金含量。本文利用工艺矿物学参数自动检测仪(MLA)系统分析了矿石中的金赋存特征,在传统化学物相分析流程的基础上,针对硫化物包裹金浸出过程中存在的问题进行改进,建立了一种能够准确和可靠地应用于此类型矿石中金赋存状态的分析方法,该方法的应用填补了传统方法的局限性,对卡林型金矿的进一步开发具有重要意义。



苏秀珠