

本期文章导读

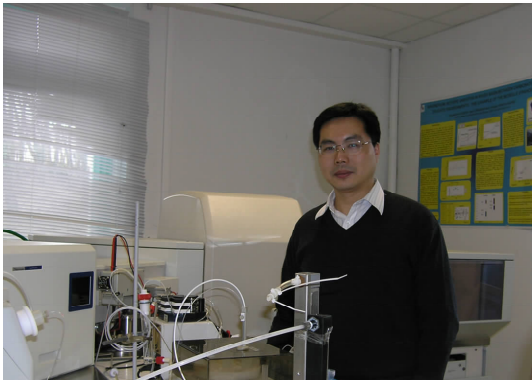
305 铅锌矿床地质样品的 Ge 同位素预处理方法研究

朱传威, 温汉捷*, 樊海峰, 张羽旭, 刘 洁, 杨 涛, 王光辉

Ge 是一个分散元素, 具有亲石、亲铁、亲硫(铜)和亲有机质性的地球化学特性。近年来, 随着多接收器电感耦合等离子体质谱仪(MC-ICP-MS)技术的成熟, Ge 同位素的高精度测试已经成为可能。目前, Ge 同位素已经广泛地应用于富锗煤矿中 Ge 的来源和富集机制、反演大陆风化作用、地球深部环境、地热温泉体系及宇宙演化等方面的研究。然而, 作为 Ge 主要工业来源之一的铅锌矿床, Ge 同位素能否示踪铅锌矿床中 Ge 的来源、富集机制等方面还鲜有研究, 其原因是与闪锌矿样品中 Ge 同位素化学分离和提纯的难度有关。在闪锌矿样品中, 大量的 Zn 和微量 Se 的存在是导致 Ge 同位素化学分离和提纯困难的原因(^{70}Zn 干扰 ^{70}Ge ; ^{74}Se 干扰 ^{74}Ge), 需利用离子交换树脂完全剔除闪锌矿样品中的 Zn 和 Se, 同时保证样品处理过程中 Ge 未发生同位素分馏(理论上需保证 Ge 回收率为 100%), 这是将 Ge 同位素应用于铅锌矿床的基础。本文详细考察了陨石样品 Ge 同位素预处理方法(分离和提纯)对铅锌矿石样品适用性的基础上, 通过对闪锌矿标样以及锌矿石标准样品的条件实验表明, 仅需将对文献报道的陨石样品 Ge 同位素预处理方法中阴离子树脂部分的洗脱酸(1.4mol/L 硝酸)的用量由 6mL 调整至 10mL 即可满足 Ge 同位素化学分离纯化的要求, 且主要干扰元素(Fe、Zn、Se)及基质元素的剔除率接近 100%, Ge 的回收率优于 99%。同时, Ge 同位素测试过程中未发现同质异位素的干扰, $\delta^{72/70}\text{Ge}$ 值与 $\delta^{74/70}\text{Ge}$ 值遵循质量分馏定律。改进后的方法满足闪锌矿样品的 Ge 同位素化学分离和纯化要求。



朱传威



温汉捷

381 土壤活性组分提取剂的研制及初步试验结果

吴昆明, 魏朝俊, 刘 云, 梁颖博

在土壤地球化学异常评价工作中,土壤活性组分研究可以评价土壤的生态效应和进行土壤生态预警研究。对生态环境产生直接影响的是土壤中具有活性的组分,这就需要开发切实可行的研究方法,但是,由于现有土壤提取方法的设计目标各不相同,均没有以土壤地球化学异常生态效应评价为目的,因此也就没有一种适合的提取方法。近年来国外研制了几种制通用的提取剂,其中影响较大的是 Mehlich 3 提取剂和适用于碱性土壤的 AB-DTPA 提取剂,但是 Mehlich 3 把元素 P 的提取放在首位,而对环境评价十分重要的重金属元素(Cd、Hg、Pb、Cr 等)活性组分的提取重视不够。我国农业部采用的营养组分有效态提取方法,针对不同的组分采用不同的提取和测试方法,结果准确,但由于各元素分别提取使得效率低、成本高,给大面积推广应用带来困难,地质行业采用的相态分析方法也存在类似问题。本文研制的土壤活性组分提取剂——AIE,充分考虑了试剂的化学组成特点、各组分在提取剂中的作用及土壤中元素存在形式特点,通过与国家标准方法、Mehlich 3、AB-DTPA 和盐酸的提取对比试验,表明 AIE 对作物营养组分盐基离子(K、Na、Ca、Mg)、Fe、Mn、P 和重金属元素的提取效果更优。AIE 实际应用的重现性较好,大多数元素提取量的相对标准偏差低于 8%;同时重视提高提取剂的缓冲能力,提取液的 pH 值升高幅度(0.07~0.9)均未超过缓冲溶液的缓冲范围,因此具有广泛的通用性(适用于酸性和碱性土壤,适用于营养组分和重金属元素)。AIE 提取剂的样品前期处理和分析测试环节简化,可满足土壤地球化学异常生态效应评价需求。

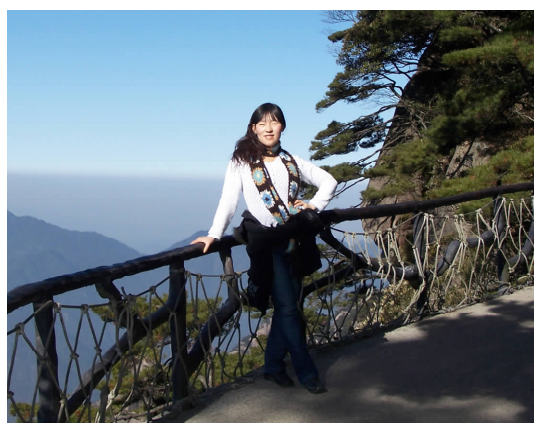


吴昆明

390 离子色谱-电感耦合等离子体质谱法测定乳粉的汞形态

林 立, 王琳琳, 孙海波, 孙继红

乳制品的安全性问题是全世界关注的焦点,尤其是乳制品成分的研究一直是分析工作的重点。乳粉成分研究的重点包括其主成分蛋白质、脂肪、碳水化合物等,也包括微量成分(如矿物成分、维生素及重金属元素等)。重金属元素在乳粉中存在形态各不相同,其不同的存在形态决定其毒性也存在差异。对于汞的形态分析,文献报道通常是针对土壤和海洋生物样品,采用碱提法、酸提法或淋洗液提取,运用离子色谱或液相色谱与电感耦合等离子质谱仪联机进行测定,分析技术的难点在于样品前处理中如何提高汞络合物的提取回收率。本文将汞形态检测领域拓展到乳粉中,基于高蛋白、高脂肪的乳粉基质,针对前处理过程中汞络合物提取效率较低等问题,提出了一种乳粉样品前处理方法:采用多种复合酶(蛋白酶、脂肪酶、淀粉酶)对乳粉基质中的蛋白、脂肪、淀粉进行解离,采用 L-半胱氨酸-盐酸-甲醇的混合溶液作为提取剂进行超声提取,固相萃取小柱去除杂质,在 5 min 内实现了三种汞形态(二价汞、甲基汞、乙基汞)的基线分离。对汞总量很低的乳粉,汞各形态的提取率也能达到 70% 以上,运用离子色谱-电感耦合等离子质谱测定二价汞、甲基汞和乙基汞的检出限分别为 0.5 $\mu\text{g/kg}$ 、0.6 $\mu\text{g/kg}$ 、0.9 $\mu\text{g/kg}$ 。本方法在样品前处理过程中采用酶解的方式解离复杂基体,提高了不同形态的汞的提取率;仪器分析方面以甲醇作为增敏剂,提高了检测灵敏度,降低了检出限,扩大了汞形态分析的样品检测范围。



林 立

415 拉曼光谱法定量测定水合物 – 水体系中的硫酸根

邓兴波, 陈 敏*, 刘昌岭, 任宏波, 庄新国

海洋中存在大量的溶解硫酸盐(SO_4^{2-}),它是海洋沉积物早期成岩作用过程中孔隙水的重要化学成分之一。硫酸根含量作为天然气水合物孔隙水中重要的参数之一,在天然气水合物的勘探中,通过研究沉积物孔隙水中硫酸根浓度异常来判断海底天然气水合物存在的可能性,现已成为天然气水合物调查中比较可行的方法。在实验室模拟天然气水合物地化异常的实验中,为了能更深入地了解硫酸根浓度异常产生的原因和机制,就需要建立一种在线、原位和高灵敏度的测试技术。目前天然孔隙水样品和模拟天然气水合物地球化学异常的实验样品均通过离子色谱法获取硫酸根含量,能实现直接检测的测试技术鲜有报道。国际上有学者较早利用拉曼探针实现了对海水中硫酸根浓度的测定,获得的检出限约为 220 mg/L。我国也有学者将激光拉曼光谱法应用于流体包裹体中硫酸根含量的定量分析,该方法是可行的。本文在自行设计的天然气水合物离子参数实时检测装置上,建立了海水中硫酸根的拉曼光谱定量测定方法,获得了较好的硫酸根线性曲线(线性相关系数 $r=0.9998$),检出限达到 238 2014 -3 本期文章导读 mg/L;利用独特设计的耐高压透明腔,尝试在线测定天然气水合物形成过程中硫酸根的浓度变化,可为今后实现原位测试提供技术支撑。



邓兴波



陈 敏