

В. И. ГОРГОРАКИ, А. В. ГЕРАСИМОВА

МАСС-СПЕКТРАЛЬНЫЙ ИЗОТОПНЫЙ АНАЛИЗ НАНОГРАММОВЫХ КОЛИЧЕСТВ СЕРЕБРА

(Представлено академиком Н. М. Жаворонковым 12 I 1971)

В работе ⁽¹⁾ на примере железа была показана возможность масс-спектрального изотопного анализа микроколичеств элементов с высоким потенциалом ионизации на источнике ионов с электронным ударом. Поскольку использовали хлорид железа, то допускали вероятность уноса пробы в процессе подготовки ее к анализу. В настоящей работе преследовалась цель повысить чувствительность метода за счет анализа элемента в менее летучей форме. Для проведения опытов по ряду причин (чистота аналитических линий, отсутствие загрязнения пробы и т. д.) использовали серебро в форме AgNO_3 , потенциал ионизации которого равен 7,57 эв ⁽²⁾. Ранее изотопный состав серебра определяли масс-спектральным методом на термоионном источнике, используя металлическое серебро (навеска серебра 10^{-1} г, ионный ток до 10^{-11} а) ^(3, 4), соединения серебра с подложкой из борной кислоты (навеска серебра $2 \cdot 10^{-5}$ г, ионный ток до 10^{-14} а) ⁽⁵⁾ и из буры ^(6, 7) (навеска серебра соответственно равна $2 \cdot 10^{-5}$ и 10^{-6} г). Таким образом, достигнутая на термоионном источнике абсолютная чувствительность определения не превышает 10^{-6} г.

В настоящей работе опыты проводили на масс-спектрометре МИ 1311 с использованием изотопного источника ионов с ионизацией паров электронов. Ионные токи регистрировали вторичным электронным умножителем с непрерывными стеклянными диодами ⁽⁸⁾. Серебро в виде водного раствора AgNO_3 наносили на платиновый или вольфрамовый испаритель в количестве 100, 10 и 1 нг по металлу. Испаритель нагревали и проводили определение изотопных отношений по массовым линиям с m/e 107 и 109. Табличное значение изотопного отношения $\text{Ag}^{107}/\text{Ag}^{109} = 1,055$ брали из работы ⁽⁹⁾. Отсутствие загрязнения устанавливали контрольными опытами. Другие методические подробности приведены в работе ⁽¹⁾.

Ниже в качестве примера приведены результаты определения изотопного отношения серебра, нанесенного в количестве 10 нг на вольфрамовый испаритель, через который пропускали ток 1,4 а. Продолжительность опыта была ~ 60 мин., а ионный ток $\sim 10^{-16}$ а.

$\text{Ag}^{107}/\text{Ag}^{109}$	1,08	1,07	1,09	1,07	1,1	1,03	1,1	ср. 1,08
Погрешность, %	2,4	1,4	3,3	1,4	4,3	2,4	4,3	ср. 2,5

Результаты проведенных опытов суммированы в табл. 1. Следует заметить, что в процессе измерения ионный ток серебра несколько уменьшался. Это учитывали при расчете изотопных отношений. По мере уменьшения ионного тока температуру подогрева испарителя ступенчато повышали и проводили новую серию измерений. В табл. 1 указаны пределы изменения тока подогрева испарителя, если измерения проводили при разных токах.

Из данных табл. 1 видно, что погрешность измерения находится в пределах паспортной точности прибора. Количество серебра, равное 1 нг, по-видимому, является предельным.

Результаты определения изотопного отношения серебра

Количество пробы, мг	Число измерений	Средняя погрешность, %	Оптимальный ионный ток, а	Продолжительность анализа, час.	Материал испарителя	Ток подогрева испарителя, а
100	16	2	10^{-14}	2	Pt	1,5—3,3
100	17	5	10^{-14}	1	То же	1,1—1,7
100	14	1,5	10^{-14}	1	W	1,6—1,8
10	17	1,5	10^{-15}	1	То же	1,6—1,8
10	9	3	10^{-16}	1	» »	1,4—1,6
10	3	3	10^{-16}	$1/4$	» »	1,4
10	13	3	10^{-16}	1	» »	1,4
1	7	5	$4 \cdot 10^{-17}$	$1/2$	» »	1,5

Таким образом, в работе показано, что источник ионов с ионизацией паров электронами позволяет определять изотопные отношения элементов с высоким потенциалом ионизации на уровне нанограммовых количеств.

Авторы считают своим приятным долгом выразить благодарность Н. М. Жаворонкову за постоянный интерес к работе.

Институт общей и неорганической химии
им. Н. С. Курнакова
Академии наук СССР
Москва

Поступило
16 XII 1970

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ В. И. Горгоораки, А. В. Герасимова, ДАН, 196, № 3, 95 (1971). ² Дж. Кэй, Т. Л. Лэби, Таблицы физических и химических постоянных, М., 1962, стр. 202.
³ В. Вейершаузен, Сборн. Успехи масс-спектрометрии, ИЛ, 1963, стр. 125.
⁴ W. R. Shields, E. L. Garner, V. H. Dibeler, J. Res. Nat. Bur. Stand., 66A, 1, 1 (1962). ⁵ E. A. C. Crouch, G. H. Turnbull, J. Chem. Soc., 31, 161 (1962).
⁶ G. H. Turnbull, U. K. Atomic Energy Authority Research Group Report, Harwell, Berkshire, 1963. ⁷ E. A. C. Crouch, Advances in Mass Spectrometry, 2, Oxford—London—N. Y.—Paris, 1963, p. 157. ⁸ В. И. Горгоораки, А. В. Герасимова, Приборы и техн. эксл., № 3, 206 (1970). ⁹ Дж. Бейнов, Масс-спектрометрия и ее применение в органической химии, М., 1964, стр. 575.