



中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.1~0184.22—1997

同位素地质样品分析方法

1997-07-01 发布

1998-01-15 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

序 言

同位素地质学是近几十年内快速发展起来的地质学领域里的一个新的分支学科,是当代地质学研究中的热门。作为同位素地质学研究的基础的同位素分析测试技术,也随着技术和仪器的不断发展而取得了重大突破。近年来国际上同位素地质学研究已达到很高的水平,很多方法都已进入单颗粒矿物微区分析直接测定同位素组成的阶段,同时经典分析方法的灵敏度和精确度也有了很大的提高。我国于五十年代末开始建立同位素地质实验室,相继建立了 K-Ar、U-Pb、Rb-Sr、Sm-Nd、 ^{14}C 、铀系等年代学方法和 C、H、O、S、Si 等稳定同位素分析方法,并开展了包括 Re-Os、Lu-Hf、La-Ce、裂变径迹、电子自旋共振(ESR)等年代学和 B、N 等稳定同位素在内的新方法的探索研究,建立了一大批实验室,为地质、水文、环境、能源、考古等研究提供了数以万计的同位素数据。然而纵观国内外同位素地质学的发展,迄今还没有形成公认的同位素地质样品分析方法标准,国内各实验室在分析程序 and 数据处理等方面均不同程度的存在差异,有的甚至还没有成文的分析规程,这就使同位素地质样品分析的规范化和同位素数据的对比遇到很大的困难和障碍,因此制定同位素地质样品分析方法标准既是一项重要的基本建设,也是一项紧迫的任务。

“同位素地质样品分析方法标准的制定”是地质矿产部地发(1992)267 号文下达的“1993 年地质矿产行业制定、修订标准项目计划”的项目之一,编号 TC93/SC8-93-5。

本标准按国家标准 GB 1.1—93《标准化工作导则 标准编写的基本规定》、GB 1.4—88《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》和 GB 6379—86《测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》的规范编写。

本项目由地质矿产部宜昌地质矿产研究所负责。项目组由宜昌地质矿产研究所张自超,地质研究所刘敦一和矿床地质研究所丁梯平三同志组成。项目组于 1992 年 3 月提出书面立项申请,1992 年 5 月上报项目设计书(项目任务书),地质矿产部于 1992 年 12 月正式批准下达,1993 年元月开始执行。除项目组成员外,应邀参加起草的单位和研究测试人员还有:地矿部海洋地质研究所的业渝光、赫哲、寇亚平、刁少波、和杰、王雪娥,天津地质矿产研究所的李惠民,地质研究所的张宗清、富云莲、罗修泉,矿床地质研究所的白瑞梅、万德芳、李延河,宜昌地质矿研究所的李华芹、朱家平、庄龙池、张理刚和韩友科等同志。

本标准规定了当前国内广泛应用的地质年代学和稳定同位素地质学的大部分分析方法,计 21 项。对于同位素地质样品分析中若干共同问题的说明和要求,以《总则及一般规定》单独列出,放在各个分析方法之前,单个方法标准中一般不再重复叙述。本系列标准中的大部分分析方法标准都是在现行的行之有效的和公认的分析规程的基础上按照《标准化工作导则》的要求进行起草的。编制过程经过几次反复,首先由起草人起草了各个分析方法标准的初稿,项目组汇集并按照《标准化工作导则》的要求统一编写了《讨论稿》,再返回起草人进行讨论和修改;然后由项目组修编成《征求意见稿》,《征求意见稿》送请国内近 20 位同行专家分别审阅修改,项目组再次集中并编辑成《送审稿》,《送审稿》报请全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及分析方法分技术委员会金秉慧等 21 位委员和同位素地质专家评审,项目组根据评审意见并按 GB/T 1.1—1993 的格式进一步作了重要修改,最后定稿成目前的《报批稿》。

应当说明,本标准不是同位素地质样品分析方法的全部,还有许多分析方法没有涉及,例如油气及有机物质的同位素分析由于在起草编写时不得其便未能纳入,一些近期建立的新方法,也因需要一个成熟阶段,或者还没有成为常规方法,因此也没有企图在现阶段全都纳入本标准。对于这些随后可以补充

编写相应的方法标准,以满足同位素地质样品分析技术日新月异发展的需要。最后,纳入本标准的方法既是独立的,又是“同位素地质样品分析方法(系列)标准”的组成部分。鉴于需要一个试行和考验时期,而且本标准在编写方法和格式上都是以 GB 1.1—87 为依据,与新版 GB 1.1—93 的要求有较大的差别,尚需作较大修改。因此,建议先作为地质矿产行业标准先行审批执行,然后在总结实践情况的基础上经过修改,再上报国家技术监督局作为国家标准审批。

本方法标准在编写过程中得到地质矿产部科技司与中国地质科学院实验管理处的大力支持和各有关单位和科技人员的积极参与,陈毓蔚、王松山、李喜斌、夏明、仇士华等近 20 位专家、教授帮助审阅修改,金秉慧等 21 位全国地质矿产行业标准化技术委员会委员和同位素地质专家们在百忙中认真对本标准《送审稿》进行评审,提出了很多宝贵意见,在此一并表示感谢。由于编者专业知识和水平所限,错误疏漏在所难免,诚挚地欢迎批评指正。

前 言

本标准是在总结我国长期工作实践的基础上制定的。

本标准的附录 A、附录 B 都是标准的附录。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由中华人民共和国地质矿产部科技司归口。

本标准起草单位：地质矿产部宜昌地质研究所。

本标准主要起草人：朱家平、张自超。

岩石、矿物中微量铅的同位素组成的测定

1 主题内容和适用范围

本标准规定了各类岩石及矿物中铅同位素组成的测定方法。

本标准适用于一般硫化物、氧化物、砷化物、硫酸盐、碳酸盐、硅酸盐等各类常见单矿物样品中的铅同位素组成的测定。也适用于一般火山岩、变质岩及沉积岩等非富铀岩石全岩样品的铅同位素组成的测定。

2 原理及意义

由于自然界的铅同位素组成随着铀、钍和钍分别以不同的速率衰变生成 ^{206}Pb 、 ^{207}Pb 和 ^{208}Pb 而改变,因此通过测定岩石和矿物中的铅同位素组成能够提供试样形成时间和物质来源方面的重要信息。

3 方法提要

矿物或岩石样品经酸溶解,通过阴离子交换树脂交换分离和纯化试样中的铅,用质谱计测定铅同位素组成,然后计算模式年龄及其他地球化学参数。

4 试剂和材料

- 4.1 去离子水。
- 4.2 超纯水,去离子水(4.1)经水纯化系统(Milli-Q 或其他类似型号)纯化或经石英亚沸蒸馏制备。
- 4.3 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$),分析纯。
- 4.4 盐酸,优级纯。
- 4.5 盐酸,工艺超纯。
- 4.6 盐酸,超纯,由工艺超纯盐酸(4.5)经亚沸蒸馏器(5.13)蒸馏制备。
- 4.7 盐酸(1+1),超纯,由4.6和4.2按计算比例配制。
- 4.8 盐酸,超纯, $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$,由4.6和4.2按计算比例配制。
- 4.9 硝酸($\rho 1.42\text{g/mL}$),分析纯。
- 4.10 硝酸,优级纯。
- 4.11 硝酸,工艺超纯。
- 4.12 硝酸,超纯,由工艺超纯硝酸(4.11)经石英亚沸蒸馏器(5.13)蒸馏制备。
- 4.13 硝酸(1+1),超纯,由(4.12)和(4.2)配制。
- 4.14 硝酸, $\varphi(\text{HNO}_3)=1\%$,由(4.12)与(4.2)配制。
- 4.15 氢氟酸($\rho 1.15\text{g/mL}$),工艺超纯。
- 4.16 氢氟酸,超纯,由(4.15)经双瓶亚沸蒸馏器(5.14)蒸馏制备。
- 4.17 氢溴酸,优级纯。
- 4.18 氢溴酸,特纯。由优级纯试剂(4.17)经石英亚沸蒸馏器(5.13)蒸馏制备。
- 4.19 氢溴酸,超纯,由(4.18)经强碱型阴离子交换树脂(AG-1 \times 8(200~400)或Dowex-1 \times 8(200~

400)交换制备。

- 4.20 氢溴酸,超纯, $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$,由(4.19)与(4.2)按比例配制。
- 4.21 氢溴酸,超纯, $c(\text{HCl})=0.3\text{mol/L}$,由(4.19)与(4.2)按比例配制。
- 4.22 氢溴酸,超纯, $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$,由(4.19)与(4.2)按比例配制。
- 4.23 混合酸, $\text{HCl}(2\text{mol/L}$,由4.7与4.2配制)与 $\text{HBr}(1\text{mol/L}$,4.20)按2:1比例混合。
- 4.24 磷酸($\rho 1.69\text{g/mL}$),超纯,由优质纯磷酸经阳离子交换纯化。配制成 $c(1/3\text{H}_3\text{PO}_4)=0.75\text{mol/L}$ 。
- 4.25 强碱型阴离子交换树脂,AG-1 \times 8(200~400)或Dowex-1 \times 8(200~400)。
- 4.26 强酸型阳离子交换树脂,AG-50 \times 8(200~400)或Dowex50 \times 8(200~400)。
- 4.27 铅同位素标准物质,NBS-981、NBS-982、NBS-983。
- 4.28 硅胶,由光谱纯 SiO_2 和稀硝酸(4.2)在超声波作用下配制成胶体溶液。
- 4.29 铯带,18mm \times 0.8mm \times 0.03mm。
- 4.30 无水乙醇,分析纯。
- 4.31 丙酮,分析纯。
- 4.32 洗涤剂。
- 4.33 饱和硼酸钠溶液(分析纯硼酸钠经超纯水(4.2)重结晶)。
- 4.34 实验室专用薄膜。

5 仪器设备

- 5.1 聚四氟乙烯烧杯,10mL和30mL。
- 5.2 调温电热板, $T<300^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 石英离心管,10mL。
- 5.4 离心机。
- 5.5 超声波清洗机。
- 5.6 分析天平。
- 5.7 空气净化柜。
- 5.8 石英离子交换柱, $\phi=10\text{mm}$, $h=150\text{mm}$ 。
- 5.9 石英试剂瓶,2000mL。
- 5.10 氟塑料洗瓶,500mL。
- 5.11 氟塑料滴瓶,30mL。
- 5.12 氟塑料封闭溶解器,30mL。
- 5.13 石英亚沸蒸馏器。
- 5.14 氟塑料(F_{46})双瓶亚沸蒸馏器。
- 5.15 水纯化系统。
- 5.16 热离子发射质谱计,及配套的烧带装置,点焊机及配件。
- 5.17 计算机,质谱配套设备,亦可用于数据处理。
- 5.18 石英交换柱, $\phi=10\text{mm}$, $h=300\text{mm}$ 。
- 5.19 玛瑙研钵。
- 5.20 石英容量瓶,石英试剂瓶。
- 5.21 氟塑料(F_{46})试剂瓶,500mL。
- 5.22 微量取样器,10 μL ~50 μL ,配塑料吸管使用。

6 分析步骤

6.1 器皿清洗

所有器皿均经洗涤剂(4.32)、丙酮(4.31)顺序浸泡24h以上,用去离子水(4.1)冲洗干净,再用硝酸(4.13)浸煮24h以上,用去离子水(4.1)冲净,用6mol/L盐酸(4.7)浸煮24h以上,趁热取出,用超纯水(4.2)和盐酸(4.7)交替清洗三遍。最后用超纯水(4.2)冲洗干净,在超净柜(5.7)内烘干待用。用过的器皿在暂时不用时则需浸泡在盛有热盐酸(4.7)或硝酸(4.13)烧杯中,使用前按上述步骤清洗。

6.2 样品的预处理

用于分析的试样先用玛瑙研钵(5.19)在清洁的环境中研磨至过200目筛孔,装瓶备用。

6.3 试样分解

根据样品的种类、岩性、来源大致估算试样中Pb的含量,根据铅含量的区别分别在分析天平(5.6)上称取30mg~100mg试样置于10mL或30mL聚四氟乙烯烧杯(5.1)中,根据样品种类选择加入溶剂(见附录A),在电热板(5.2)上于120℃的温度下加热溶解,蒸干,用盐酸(4.7)赶尽溶样时带进的其他酸根离子,最后转化成混合酸(4.23)介质,留待进行树脂交换。

6.4 铅的分离和纯化

6.4.1 树脂柱的准备

取适量阴离子树脂(4.25)盛于石英瓶(5.20)或氟塑料瓶(5.21)中,先用无水乙醇(4.30)浸泡和漂洗,倒出乙醇后,依次用盐酸(4.7)和超纯水(4.2)浸泡和漂洗,重复三次,最后用超纯水将树脂配成树脂浆转入滴瓶(5.11)中。将交换柱(5.8)洗净,装入超纯水(4.2),再加入树脂约1mL,让水流干,依次用盐酸(4.7)和超纯水(4.2)淋洗三遍,最后用混合酸(4.23)淋洗一遍,留待加样。

6.4.2 分离

将已转换成混合酸介质的样液倾倒入已准备好的阴离子交换柱中,待溶液流干后,用氢溴酸(4.22)淋洗液5mL~8mL淋洗试样中的杂质离子(二遍),再用5mL 0.5mol/L的盐酸(4.8)将树脂转型,最后用5mL盐酸(4.7)将Pb解吸,弃去开始几滴流出液,用10mL聚四氟乙烯烧杯(5.1)收集3mL~4mL解吸液,蒸干,再加入一滴硝酸(4.13)蒸干,用薄膜(4.34)密封,留待质谱分析。

6.5 铅同位素质谱分析

6.5.1 灯丝的准备

将铯带(4.21)用无水酒精(4.22)清洗干净,用点焊机(5.16)将铯带点焊在灯丝支架上,将已点焊好铯带的支架插装在离子源转盘上,并装入烧带装置(5.22)中,待抽真空至 $n \times 10^{-4}$ Pa后,按预定程序给灯丝供电,在4A~6A电流下预烧10min~30min,以除去铯带表面及其本身所含的铅。

6.5.2 装样

将已预烧好的灯丝转盘移入装样用的空气净化柜(5.18)内,取下电离带位置上的所有灯丝,依次逐个往灯丝上滴加试样:

用清洗干净的微量取样器(5.22)吸取少量硅胶(4.20)滴加在灯丝铯带的中心部位,给灯丝加上1A左右的电流以微热烘干硅胶;用微量取样器吸取2~3滴磷酸(4.15)溶液溶解制备好的试样,用清洗干净的微量取样器(5.22)取出试样溶液滴加在已烘干的硅胶上,继续加热灯丝使样液的水份蒸发干,再用微量取样器(5.22)滴加一小滴饱和硼砂溶液(4.34),蒸干。然后加大通过灯丝的电流驱赶试样中的残余酸根,待不再冒白烟后,继续加大电流将灯丝烧至暗红色为止。转动转盘换至另一灯丝位置,以同样的程序装下一个试样,并依次将转盘上全部灯丝加满。装样结束后,往电离带位置上插装假带灯丝插件,检查蒸发带的几何位置,装上阵蔽罩,最后将转盘装入质谱计离子源中,启动真空系统抽气。

6.5.3 同位素分析

待质谱计(5.17)的真空达到要求($n \times 10^{-8}$ Pa)后,打开通往分析管道的隔离阀,给蒸发带灯丝加上电流,缓慢升温,注意在灯丝加热过程中试样的排气和真空下降的情况,以免破坏真空。当灯丝温度达到1000℃~1200℃时,在测量系统处于手动状态的情况下注意在质量数204~208范围内寻找Pb的离子流,并小心调节加到蒸发带上的电流,使Pb的离子流达到足够的强度(10^{-13} A~ 10^{-11} A)并保持稳定,即可启动自动测量程序,进行Pb同位素分析。

根据使用的质谱计型号不同,分析采用多接收极同时接收或单接收极峰跳扫描,每个试样分析采集4~6组数据,每组数据由8~10次扫描数据的平均值求得,由联机计算机给出由4~6组数据计算样品Pb同位素比值的平均值及其标准偏差。

7 分析结果的表述和计算

7.1 同位素丰度的计算

$$\text{设: } s = \left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} + \frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} + \frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} + 1 \right)^{-1} \quad (1)$$

$$\text{则: } \frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% = s \cdot \frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \quad (2)$$

$$\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% = s \cdot \frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \quad (3)$$

$$\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% = s \cdot \frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \quad (4)$$

$$\frac{{}^{204}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% = (1 - \frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% - \frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \% - \frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \%) \quad (5)$$

式中“Pb%”代表铅同位素丰度;“Pb/^mPb”表示质谱测定的铅同位素比值的平均值。

7.2 模式年龄及有关参数的计算

7.2.1 ϕ 值年龄的计算

根据

$$\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} = X = \left(\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_0 + \frac{{}^{238}\text{U}}{{}^{235}\text{U}} \cdot \frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} (e^{\lambda_8 \cdot t_0} - e^{\lambda_8 \cdot t}) \quad (6)$$

$$\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} = Y = \left(\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_0 + \frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} \cdot (e^{\lambda_5 \cdot t_0} - e^{\lambda_5 \cdot t}) \quad (7)$$

和

$$\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} = Z = \left(\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}} \right)_0 + \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{204}\text{Pb}} \cdot (e^{\lambda_2 \cdot t_0} - e^{\lambda_2 \cdot t}) \quad (8)$$

得出

$$\phi = \frac{Y - b_0}{X - a_0} = \frac{1}{137.88} \times \frac{e^{\lambda_5 \cdot t_0} - e^{\lambda_5 \cdot t}}{e^{\lambda_8 \cdot t_0} - e^{\lambda_8 \cdot t}} \quad (9)$$

式中 $Y = \frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$; $X = \frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$; $Z = \frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$; t_0 = 地球年龄;

a_0 为 t_0 时的 $\frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$, 采用 9.307; b_0 为 t_0 时的 $\frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$, 采用 10.294;

c_0 为 t_0 时的 $\frac{{}^{208}\text{Pb}}{{}^{204}\text{Pb}}$, 采用 29.476; $k = 137.88 = \frac{{}^{238}\text{U}}{{}^{235}\text{U}}$ 的现代比值。

λ_8 为 ^{238}U 的衰变常数, 数值为 1.55125×10^{-10} /年; λ_5 为 ^{235}U 的衰变常数, 数值为 9.8485×10^{-10} /年; λ_2 为 ^{232}Th 的衰变常数, 数值为 0.49475×10^{-10} /年。将 X 和 Y 的测定值代入公式(1), 进行迭代计算或由预先编好的数据表即可查出样品的年龄 t 。

7.2.2 其他常用参数的计算

在地球化学研究中还常用一些参数, 包括 μ 、 ν 、 ω 、 κ_1 至 κ_5 都可以根据测定之铅同位素比值计算:

$$\mu = \frac{{}^{238}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{X - a_0}{e^{\lambda_8 t_0} - e^{\lambda_8 t}} (t_0 = 4.43 \times 10^9 \text{ 年}) \quad (10)$$

$$\nu = \frac{{}^{235}\text{U}}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{Y - b_0}{e^{\lambda_5 t_0} - e^{\lambda_5 t}} (t_0 = 4.43 \times 10^9 \text{ 年}) \quad (11)$$

$$\omega = \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{204}\text{Pb}} = \frac{Z - c_0}{e^{\lambda_2 t_0} - e^{\lambda_2 t}} (t_0 = 4.57 \times 10^9 \text{ 年}) \quad (12)$$

$$\kappa_1 = \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{238}\text{U}} = \frac{\omega}{\mu} \quad (13)$$

$$\kappa_2 = \frac{{}^{232}\text{Th}}{{}^{235}\text{U}} = \frac{\omega}{\nu} \dots\dots\dots (14)$$

$$\kappa_3 = \frac{\text{Th}}{\text{U}} = \frac{\omega}{\mu} \times \frac{99.28}{100} \times \frac{232.038}{238.03} \dots\dots\dots (15)$$

$$\kappa_4 = \frac{\text{U}}{\text{Pb}} = \frac{(1+137.88) \times \nu}{1+X+Y+Z} \dots\dots\dots (16)$$

$$\kappa_5 = \frac{\text{Th}}{\text{Pb}} = \frac{\omega}{1+X+Y+Z} \dots\dots\dots (17)$$

7.2.3 两阶段模式年龄的计算

假设岩石或矿物中的铅是两种环境下产生的,以 μ_1 和 μ_2 分别代表变质作用时间 t_1 以前和以后两个阶段 ${}^{238}\text{U}/{}^{204}\text{Pb}$ 的比值,用 X 和 Y 分别代表测定试样中的 ${}^{206}\text{Pb}/{}^{204}\text{Pb}$ 和 ${}^{207}\text{Pb}/{}^{204}\text{Pb}$ 的比值, a_0, b_0, t_0 的取值同 7.2.1。对于一组具有相同 t_0 和 t_1 的岩石或矿物,它们在 ${}^{206}\text{Pb}/{}^{238}\text{U} \sim {}^{207}\text{Pb}/{}^{235}\text{U}$ 坐标系中成线性关系,可以用下列公式表示:

$$\alpha = \frac{{}^{206}\text{Pb}}{{}^{238}\text{U}} = \frac{X - a_0}{\mu_2} = \frac{\mu_1}{\mu_2} (e^{\lambda_8 \cdot t_0} - e^{\lambda_8 \cdot t_1}) + (e^{\lambda_8 \cdot t_1} - 1) \dots\dots\dots (18)$$

$$\beta = \frac{{}^{207}\text{Pb}}{{}^{235}\text{U}} = 137.88 \left(\frac{Y - b_0}{\mu_2} \right) = \frac{\mu_1}{\mu_2} (e^{\lambda_5 \cdot t_0} - e^{\lambda_5 \cdot t_1}) + (e^{\lambda_5 \cdot t_1} - 1) \dots\dots\dots (19)$$

式中各符号的意义同 7.2.1。

用最小二乘法将每个样品的 α 和 β 值拟合一条直线并求出与一致曲线的上、下交点就可以得出地球年龄 t_0 和该组样品经历的变质作用年龄 t_1 。

7.2.4 多阶段模式年龄的计算

$$\alpha = \alpha_0 + \sum_{n=1}^{m-1} \mu_{n-1} \cdot \left(\frac{e^{\lambda_8 t_n} - e^{\lambda_8 t_{n-1}}}{e^{\lambda_8 t_{n-1}} - 1} \right) + \mu \cdot e^{\lambda_8 t_m} \cdot \left(\frac{e^{\lambda_8 t_m} - 1}{e^{\lambda_8 t_{m-1}} - 1} \right) \dots\dots\dots (20)$$

$$\begin{aligned} \beta = \beta_0 + \sum_{n=1}^{m-1} & \left(\frac{\mu_{n-1}}{k \cdot e^{(\lambda_8 - \lambda_5)t_{n-1}}} \right) \cdot \left(\frac{e^{\lambda_5 t_n} - e^{\lambda_5 t_{n-1}}}{e^{\lambda_8 t_{n-1}} - 1} \right) \\ & + \left(\frac{\mu_m \cdot e^{\lambda_8 t_m} - 1}{k \cdot e^{(\lambda_8 - \lambda_5)t_m} - 1} \right) \cdot \left(\frac{e^{\lambda_5 t_m} - 1}{e^{\lambda_8 t_m} - 1} \right) \dots\dots\dots (21) \end{aligned}$$

式中: $\alpha, \alpha_0, \beta, \beta_0, \lambda_8, \lambda_5$ 的意义与 7.2.1 相同,不再一一注明。

m ——体系的演化阶段数;

$t_i (i=0, 1, 2, \dots, m-1)$ ——阶段 i 的年龄;

μ_m ——现在测定的 ${}^{238}\text{U}/{}^{204}\text{Pb}$ 比值;

$\mu_i (i=1, 2, 3, \dots, m-1)$ —— t_i 时的 μ 值;

$k=137.88$ ——即 ${}^{238}\text{U}/{}^{235}\text{U}$ 的现代比值,137.88。

将测定的铅同位素比值代入公式进行迭代计算即可求出 t_i 。

8 精密度

本方法测定铅同位素比值(${}^{207}\text{Pb}/{}^{206}\text{Pb}$)的精密度好于 $\pm 0.05\%$ 。其准确度由标准物质(4.25)的平行测定给出,一般好于 $\pm 0.1\%$ 。

附录 A

(标准的附录)

表 A1 不同岩石、矿物种类所适用的溶矿方法和溶剂

岩石、矿物类型	溶矿溶剂选择
一般氧化物、硫化物、砷化物、碳酸盐、硫酸盐类	HCl 或 HNO ₃
硅酸盐	HF+HCl 或 HNO ₃
铬铁矿、钛铁矿、铌铁矿、萤石等	H ₃ PO ₄ 或 HClO ₄
绿柱石	HF+HCl
金红石	HF+H ₃ PO ₄
毒砂	HBr+HNO ₃
闪锌矿	先 HCl, 后 HNO ₃
方铅矿	先 HNO ₃ , 后 HCl
硼砂、芒硝、硝石、岩盐等	H ₂ O
含炭质岩石	先 600℃ 灼烧, 再用酸分解

附录 B

(标准的附录)

分析质量监测

B1 分析质量监测按中华人民共和国地质矿产行业标准 DZ 0130.2—94 执行。

有关标准物质的证书值列于表 B1。均用于监控铅同位素比值测定。

表 B1 常用 Pb 同位素标准物质

标准物质	同位素丰度(%)				²⁰⁸ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁶ Pb
	²⁰⁸ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁶ Pb	²⁰⁴ Pb	²⁰⁸ Pb	²⁰⁷ Pb	²⁰⁶ Pb
NBS981	52.3470	22.0833	24.1442	1.4255	2.1684	0.91464	0.059042
	±0.0086	±0.0023	±0.0057	±0.0012	±0.0008	±0.00033	±0.000037
NBS982	40.0954	18.7444	40.0890	1.0912	1.00016	0.46707	0.027219
	±0.0077	±0.0023	±0.0072	±0.0012	±0.00036	±0.00020	±0.000027
NBS983	1.2550	6.5611	92.1497	0.0342	0.013619	0.071201	0.000371
	±0.0022	±0.0025	±0.0041	±0.0020	±0.000024	±0.000040	±0.000020