

地质样品中 Sr 同位素比值测定的 Rb 干扰校正初探李晓彪^{1,2}, 肖芳¹

(1. 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)

2. 中国科学院 研究生院, 北京 100039)

在地质样品 Sr 同位素比值测定中, 由于 ^{87}Rb 与 ^{87}Sr 是同质异位素, 在质谱分析中 ^{87}Rb 会干扰 ^{87}Sr 的测定, 降低了测试数据的准确度和精确度, 所以样品化学分离时 Rb 和 Sr 的良好分离尤为重要。但是对于高 Rb 高 Sr 或高 Rb 低 Sr 的样品, 要实现 Rb 和 Sr 良好分离是比较困难的。这就不仅要求相应的测试方法必须具有高灵敏度、高精度及低本底的特点, 而且测试结果需要进行必要的去除 Rb 干扰的校正。

1 质谱测定

本次实验在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热电离质谱 (TMS) 分析室完成, 所用仪器为 Thermo Fisher 公司生产的 Triton 型热电离质谱仪。

为了维持反复多次测试所需 Rb - Sr 量, 本次实验选择了高 Rb 高 Sr 的 20 件样品。在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。电离温度控制在 $1250 \sim 1350$ °C 左右, 离子流强度一般控制在 5 V 以上。 Sr 同位素以静态方式测定, 全部采用法拉第杯接收信号。每次实验采集 10 组 (block) 数据, 每组数据采集 10 个数据点, 每个数据点的积分时间为 8 s。数据采集之前进行 Peak Center 校正, 在每组数据采集之间进行 Base line 校正。为了保证实验数据的可靠性, 加入了一个美国国家标准技术研究院推荐的国际标样 NIST SRM987 和两个美国国家地质调查局 (USGS) 推荐的岩石标样 BCR-2 进行监测。

2 结果与讨论

以样品 ODG-0901 和 ODG-0902 为例, ICP-MS 测试结果为: ODG-0901 中 Rb (208×10^6) 和 Sr (353×10^6), ODG-0902 中 Rb (164×10^6) 和 Sr

(195×10^6)。TMS 测试未采用预加热除 Rb 的实验方法, 以利于该实验成果能较好地适用于高 Rb 低 Sr 的样品。

ODG-0901 和 ODG-0902 分别测试了 25 次和 14 次, 测试数据见表 1。从实验结果可以看出, $^{87}Sr/^{86}Sr$ 值和 $^{85}Rb/^{86}Sr$ 值变化均较大。随着少量 Rb 被烧掉, $^{87}Sr/^{86}Sr$ 值逐渐减小, 在 $^{85}Rb/^{86}Sr$ 值接近于 0.001 或更低时, $^{87}Sr/^{86}Sr$ 值趋于稳定, 说明此时测定的 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 值已接近真值。依据测试数据作 $^{87}Sr/^{86}Sr$ - $^{85}Rb/^{86}Sr$ 线性关系图 (图 1), 两个样品均显示了很好的线性关系 ($R_{ODG-0901}^2 = 0.999927$, $R_{ODG-0902}^2 = 0.999816$)。趋势线的截距即是推算的 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值, 图 1 显示了 ODG-0901 的推算 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值为 0.710222, ODG-0902 的推算 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值为 0.712408。

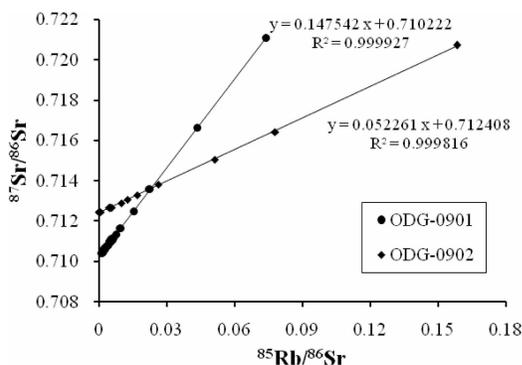


图 1 ODG-0901 和 ODG-0902 的 $^{87}Sr/^{86}Sr$ - $^{85}Rb/^{86}Sr$ 线性关系

表 2 列出了两个样品测试次数与相应推算 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值之间的关系。尽管每个样品前几次测试由于高 Rb 影响导致 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 测试值严重偏离, 但经过 $^{87}Sr/^{86}Sr$ - $^{85}Rb/^{86}Sr$ 线性关系校正后, 不同测试次数所推算的 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值均接近于最终推算的 $^{87}Sr/^{86}Sr$ 真值。这样的推算真值对于 Sr 同

表 1 ODG-0901和 ODG-0902的 S同位素测试结果

测试次数	ODG-0901			ODG-0902		
	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	SE	$^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	SE	$^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$
1	0.721105	0.000110	0.073749	0.72072	0.000047	0.158468
2	0.716641	0.000060	0.043551	0.716415	0.000026	0.077922
3	0.713589	0.000023	0.022621	0.715066	0.000029	0.051147
4	0.712481	0.000019	0.015386	0.713828	0.000022	0.026207
5	0.711651	0.000019	0.009702	0.713300	0.000014	0.016908
6	0.711345	0.000021	0.007673	0.713075	0.000017	0.012605
7	0.711162	0.000018	0.006697	0.712884	0.000017	0.009833
8	0.711061	0.000015	0.005899	0.712674	0.000016	0.005689
9	0.711081	0.000013	0.005955	0.712650	0.000013	0.005052
10	0.711001	0.000015	0.005316	0.712678	0.000013	0.004694
11	0.710934	0.000008	0.004817	0.712457	0.000015	0.000357
12	0.710900	0.000013	0.004398	0.712446	0.000013	0.000734
13	0.710987	0.000015	0.005105	0.712440	0.000011	0.000361
14	0.710827	0.000010	0.004059	0.712432	0.000011	0.000351
15	0.710714	0.000011	0.003404			
16	0.710679	0.000015	0.002875			
17	0.710634	0.000012	0.002731			
18	0.710590	0.000016	0.002539			
19	0.710617	0.000014	0.002486			
20	0.710559	0.000012	0.002233			
21	0.710498	0.000015	0.001864			
22	0.710469	0.000016	0.001779			
23	0.710494	0.000016	0.001705			
24	0.710423	0.000016	0.001573			
25	0.710485	0.000014	0.001684			

表 2 ODG-0901和 ODG-0902测试次数及相应推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值

样号	测试次数及相应推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值								
	测试次数	2	3	4	5	6	7	8	9
ODG-0901	推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值	0.710204	0.710254	0.710229	0.710225	0.710221	0.710208	0.710204	0.710203
	测试次数	10	11	12	13	14	15	16	17
	推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值	0.710205	0.710208	0.710213	0.710215	0.710217	0.710216	0.710222	0.710221
	测试次数	18	19	20	21	22	23	24	25
	推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值	0.71022	0.710223	0.710223	0.710223	0.710222	0.710223	0.710222	0.710222
ODG-0902	测试次数	2	3	4	5	6	7	8	9
	推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值	0.71225	0.712334	0.712406	0.712411	0.712413	0.712402	0.712396	0.712394
	测试次数	10	11	12	13	14			
	推算 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值	0.7124	0.712405	0.712406	0.712407	0.712408			

位素年代学和一般的 S同位素示踪,尤其是固体微区的区域 S同位素组成研究是完全可以适用的。

3 结 论

(1) Rb的存在对 S同位素组成的测定结果有明显影响,在 $^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} < 0.001$ 时,经 Rb扣除后获得的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 值与真值在误差范围内一致;而当 $^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} > 0.001$ 时,经 Rb扣除的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 测定值与真值存在明显偏差,但所测 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 值与所测 $^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ 值存在很好的线性关系。通过

这个线性关系作再一步校正,由趋势线所得截距可推算出较为准确的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 真值。

(2)高 Rb高 S样品可以采用预加热方式在一定程度上去除 Rb干扰,但高 Rb低 S的样品可能会由于加热时间和温度的难以控制而使 Sr损耗并导致实验失败。

(3)本次实验的 20个样品,尽管化学分离程度各异,但通过 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}-^{85}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ 线性关系作图分析,所有样品均具有很好的线性关系,证明此方法具有普遍性和可行性。