

· 专题 9: 同位素新技术、新理论及新应用 ·

Noblesse 稀有气体质谱仪在 Ar-Ar 年代学中的应用

何德锋, 蒋国豪, 肖芳

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, 贵阳 550081

Noblesse 稀有气体质谱仪购自英国的 Nu 仪器公司, 配备了高性能的 Nier 离子源、层状磁铁、变焦离子镜和 4 个接收器 (一个法拉第杯和 3 个电子倍增器), 可以在不移动磁铁和接收器的情况下高精度测试不同地质体中 He、Ne、Ar、Kr、Xe 的同位素组成。该质谱仪氩的灵敏度为 1.3A/bar, 质量分辨能 $MRP \geq 1500$, 静态空白增长速率 $^{40}\text{Ar} \leq 10^{-12}$ ccSTP/min, $^{36}\text{Ar} \leq 5 \times 10^{-14}$ ccSTP/min, 法拉第杯的峰平度 $\leq 0.1\%$ ($\pm 300 \times 10^{-6}$), 电子倍增器的峰平度 $\leq 0.2\%$ ($\pm 150 \times 10^{-6}$)。此外, 该仪器的测试部分、纯化部分和熔样部分共配备了 GP50 吸气泵、4 个 NP10 吸气泵和冷指, 可以有效去除杂质气体如 C_3 、 C_3H_{1-4} 、 H^{35}Cl 、 H^{37}Cl 等对氩同位素的干扰和叠加。

1. 样品照射: 对样品进行去离子水和丙酮超声波清洗后, 根据样品地质背景估计的年龄和钾含量, 称取 5~60 mg 的样品 (如, 约 100 Ma 的黑云母样品需约 10 mg) 和确定合适的照射时间, 以满足分析测试时 ^{40}Ar 和 ^{39}Ar 的信号强度以及合理的 $^{40}\text{Ar}^*/^{39}\text{Ar}_k$ 值 (3~300)。然后用纯铝箔纸将 40~60 目粒径的标准样品透长石 ACs、白云母 Bern4M、透长石 FCs、透长石 YBCs、黑云母 ZBH25 和实际地质样品以及纯物质 CaF_2 和 K_2SO_4 包装成直径约 5 mm 的圆柱形, 装入石英管中并记录样品相对底部的距离 (图 1), 抽真空后密封。石英管外均匀包裹 0.5 mm 厚的锡皮, 再用高纯铝罐密封, 置于中国原子能科学研究院 49-2 堆 B4 孔道进行中子照射, 照射时间为 24 h, 中子通量为 2.65×10^{13} n.cm²/s。

2. 测试流程: 样品测试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的氩氩年代学实验室完成。照射后的样品经冷置后, 分包于样品盘中, 密封去气 72 h 以上。采用 CO_2 激光器 (MIR10) 对样品进行阶段加热 (6~10 步) 释气, 能量范围为 2%~15%, 每阶段加热时间 30 s。样品释放出来的气体经 ZrAl 吸气泵纯化 5~10 min 后, 静态扩散至 Noblesse 型稀有气体质谱仪测试并记录五

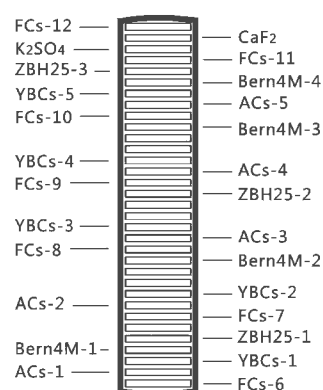


图 1 样品在石英管中的相对位置图

组 Ar 同位素信号, 信号强度以毫伏 (mV) 为单位。

数据处理时, 采用 Koppers (2002) 编写的 ArArCalc 数据处理程序对各组 Ar 同位素测试数据进行校正计算, 并计算 J 值、坪年龄及等时线年龄。

3. 辐照参数: 对石英管中同步照射的纯物质 CaF_2 和 K_2SO_4 进行 Ca、K 校正参数的测试, 得出的校正因子为: $(^{36}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}} = 0.000269$, $(^{39}\text{Ar}/^{37}\text{Ar})_{\text{Ca}} = 0.001016$, $(^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar})_{\text{K}} = 0.006642$ 。

用于中子通量监测的标准样品为透长石 FCs, 推荐值为 28.294 ± 0.036 Ma (Renne *et al.*, 2011)。通过对石英管中 FCs-6~FCs-12 共 7 个 FCs 样品 (图 1) 进行阶段加热测试, 将原始数据分别导入处理软件 ArArCalc 计算相应的 J 值。结果表明, 样品 FCs-6~FCs-12 的 J 值与其位置呈较好的线性相关性 ($R^2 = 0.996861$), 得到公式为 $Y_{(\text{J值})} = -0.000005441815 X_{(\text{位置})} + 0.000462241917$, 然后根据该公式计算出其他样品的 J 值。

4. 测试结果: 标准样品 ACs、Bern4M、YBCs、ZBH25 采用阶段加热测试, 将原始数据分别导入处理软件 ArArCalc 并计算相应的年龄。ACs-1~ACs-6 的测试结果介于 1.173 ± 0.009 Ma ~ 1.186 ± 0.008 Ma (2σ) 之间, 与其推荐值在误差范围内一致 (e.g., 1.1840 ± 0.0007 Ma, Phillips *et al.*, 2017;

1. 1848 ± 0.0006 Ma, Niespolo *et al.*, 2016; 1. 178 ± 0.002 Ma, Phillips and Matchan, 2013; 1. 1850 ± 0.0016 Ma, Rivera *et al.*, 2013; 1. 181 ± 0.008 Ma, McDougall *et al.*, 2012; 1. 193 ± 0.001 Ma, Nomade *et al.*, 2005; 1. 194 ± 0.007 Ma, Renne *et al.*, 1998)。Bern4M-1 ~ Bern4M-4 的测试结果介于 18.69 ± 0.15 Ma ~ 18.80 ± 0.16 Ma (2σ) 之间, 与其推荐值高度吻合 18.74 ± 0.10 Ma, Hall *et al.*, 1984; 18.6 ± 0.4 Ma, Flisch, 1982; 18.6 ± 0.2 Ma, Purdy and Jäger, 1976)。YBCs-1 ~ YBCs-5 的测试结果介于

29.50 ± 0.19 ~ 29.64 ± 0.19 Ma (2σ) 之间, 若计算 J 值的 FCs 的年龄取 28.02 ± 0.16 Ma (Renne *et al.*, 1998), 则 YBCs-1 ~ YBCs-5 的测试结果介于 29.07 ± 0.19 Ma ~ 29.34 ± 0.19 Ma (2σ) 之间, 与采用同样 J 值计算方法的推荐值 29.286 ± 0.045 Ma, Wang *et al.*, 2014) 基本一致。ZBH25-1 ~ ZBH25-3 的测试结果介于 133.63 ± 1.05 Ma ~ 133.81 ± 0.93 Ma (2σ) 之间, 与推荐值在误差范围内一致 133.0 ± 0.3 Ma, Sang *et al.*, 2006)。