

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 546-91

岩石矿物钐钕等时年龄测定

1991-10-11发布

1992-03-01实施

中国核工业总公司 发布

1 主题内容和适用范围

本标准规定了岩石矿物钐钕等时年龄的测定方法、适用范围、使用的试剂与材料、仪器、化学分离及质谱测量的有关规程、分析结果的表述及方法的精密度。

本标准适用于岩石矿物钐钕等时年龄测定和钐、钕标准物质同位素稀释质谱法定值。

本标准要求钐、钕完善分离，使 $^{142}\text{Ce}/^{142}\text{Nd}$ 及 $^{144}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$ 小于 1×10^{-4} 。

2 方法提要

岩石或矿物试样经氢氟酸、高氯酸分解后转化为氯化物，用阳离子交换法从矿样溶液中分离出总稀土元素，经过富集的总稀土再用强酸性阳离子树脂以 $\text{pH}=4.65$ 的 α -羟基异丁酸为淋洗液在加压毛细管柱中分离钐、钕。经过分离的Sm、Nd试样，用质谱计测定其同位素比值，经过公式计算求得等时年龄。

3 试剂与材料

3.1 盐酸GR

3.2 盐酸AR

3.3 高氯酸GR

3.4 氢氟酸GR

3.5 硝酸GR

3.6 过氧化氢GR

3.7 磷酸GR, 0.15mol/L

3.8 氢氧化氨GR

3.9 经亚沸蒸馏的去离子水

3.10 α -羟基异丁酸, GR

3.11 α -羟基异丁酸 (3.10) 淋洗液

1000mL 水 (3.9) 中含有 28.1g α -羟基异丁酸，用氢氧化氨 (3.8) 调至 $\text{pH}=4.65$ 。

3.12 钐标准溶液

将光谱纯 Sm_2O_3 经 850°C 灼烧1h以上, 准确称量, 用硝酸 (3.5) 及过氧化氢 (3.6) 溶解后配制成5%的硝酸介质钐标准储备溶液。以容量法准确标定含量, 根据不同要求用去离子水 (3.9) 逐级稀释成不同浓度的钐标准溶液。

3.13 钐稀释剂溶液

配制方法同 (3.12), 以同位素稀释质谱法标定 ^{140}Sm 的浓度。

3.14 钕标准溶液

将光谱纯 Nd_2O_3 经 850°C 灼烧1h以上, 准确称量, 用硝酸 (3.5) 及过氧化氢 (3.6) 溶解后配制成5%的硝酸介质钕标准储备液。以容量法准确标定含量, 根据不同要求用去离子水 (3.9) 逐级稀释成不同浓度的钕标准溶液。

3.15 钕稀释剂溶液

配制方法同 (3.14), 用同位素稀释质谱法标定 ^{145}Nd 的浓度。

3.16 氢氟酸 (1+1) (V/V) GR, 亚沸蒸馏

3.17 盐酸 (1+1) (V/V) GR, 亚沸蒸馏

3.18 盐酸 (1+2) (V/V) GR, 亚沸蒸馏

3.19 盐酸 (1+6) (V/V) GR, 亚沸蒸馏

3.20 高氯酸 (1+1) (V/V) GR

3.21 0.1%的偶氮胂Ⅲ检测液

称取0.1g偶氮胂Ⅲ溶于100mL水 (3.9) 中。

3.22 氯乙酸-乙酸钠 (pH=2.5的缓冲溶液)

3.23 强酸性阳离子树脂, 0.168~0.084mm

3.24 强酸性阳离子树脂, 0.084~0.042mm

4 仪器设备

4.1 热表面电离质谱计 (测量精度优于十万分之五)

4.2 分析天平 (感量为万分之一)

4.3 酸度计

4.4 氟塑料管形瓶, 15mL

4.5 石英交换柱, $\phi 5 \times 140\text{mm}$

4.6 玻璃交换柱, $\phi 5 \times 320\text{mm}$

4.7 石英玻璃烧杯, 50mL

4.8 石英玻璃烧杯, 1mL

4.9 石英玻璃加样管

4.10 微量注射器, $10\mu\text{L}$

5 试样与分离步骤

5.1 试样

5.1.1 采集封闭体系的新鲜样品。