

EJ

中华人民共和国核行业标准

EJ/T 692—92

岩石矿物铷锶等时年龄测定

1992-07-24 发布

1992-12-01 实施

中国核工业总公司 发布

岩石矿物铷锶等时年龄测定

1 主题内容与适用范围

本标准规定了岩石矿物铷锶等时年龄的测定方法,使用的试剂与材料、仪器、化学分离及质谱分析的有关规程、分析结果的表述及方法的精密度。

本标准适用于岩石和(或)矿物的铷锶等时年龄测定。

2 方法提要

岩石或矿物试样按最佳稀释度范围稀释后经氢氟酸、高氯酸分解,用盐酸转化为氯化物。离心弃去残渣。用强酸性阳离子交换树脂从试样溶液中分离出铷、锶,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,优级纯。

3.2 盐酸,分析纯。

3.3 高氯酸,优级纯。

3.4 氢氟酸,优级纯。

3.5 高纯水,去离子水经亚沸蒸馏纯化后的分析用水。

3.6 铷标准溶液

称取经 850℃灼烧 1h 以上的光谱纯 RbCl 1.4148g,精确至 0.0001g,置于 30mL 石英烧杯中,加 20mL 盐酸(3.13),加热至完全溶解,转入 1000mL 石英容量瓶中,用高纯水(3.5)稀释至刻度,摇匀后得铷浓度为 1.0000mg/mL 的储备液。根据不同要求用高纯水(3.5)将此储备液逐级稀释成 50,10,1 μ gRb/mL 的标准溶液。

3.7 锶标准溶液

称取经 850℃灼烧 1h 以上的光谱纯 Sr(NO₃)₂ 2.4153g,精确至 0.0001g,置于 30mL 石英烧杯中,加 10mL 高纯水(3.5),加热至完全溶解。蒸干后加盐酸(3.12)使其转化为氯化物型。溶液再蒸干后加入 20mL 盐酸(3.13),移入 1000mL 石英容量瓶中,用高纯水(3.5)稀释至刻度,摇匀后得锶浓度为 1.0000mg/mL 的储备溶液。根据不同要求用高纯水(3.5)将此储备液逐级稀释成 50,5,1 μ gSr/mL 的标准溶液。

3.8 铷稀释剂溶液

配制方法同 3.6 条,用同位素稀释质谱法标定⁸⁷Rb 的浓度。

3.9 锶稀释剂溶液

配制方法同 3.7 条,用同位素稀释质谱法标定⁸⁴Sr 的浓度。

- 3.10 氢氟酸,优级纯,亚沸蒸馏,(1+1)。
- 3.11 高氯酸,优级纯,亚沸蒸馏,(1+1)。
- 3.12 盐酸,优级纯,亚沸蒸馏,(1+1)。
- 3.13 盐酸,优级纯,亚沸蒸馏,(1+2)。
- 3.14 盐酸,优级纯,亚沸蒸馏,(1+6)。
- 3.15 强酸性阳离子交换树脂,0.168~0.084mm。

4 仪器设备

- 4.1 热表面电离质谱计(测量精度优于万分之一)。
- 4.2 分析天平(感量为十万分之一)。
- 4.3 离心机,4000r/min。
- 4.4 聚四氟乙烯管型瓶,15mL。
- 4.5 塑料离心管,1.5mL。
- 4.6 石英烧杯(或聚四氟乙烯杯),10mL。
- 4.7 石英烧杯(或聚四氟乙烯烧杯),1mL。
- 4.8 石英交换柱,∅5mm×200mm。
- 4.9 微量注射器,10μL。

5 试样

采集的试样要新鲜。试样磨碎至小于 74μm,在加工过程中要避免污染,取样要有足够的代表性。

6 化学分离步骤

6.1 器皿的清洗

所用器皿均用盐酸(3.2)、盐酸(3.1)、盐酸(3.12)、高纯水(3.5)依次清洗。全部操作均在净化间内进行。

6.2 试样分解

称取 0.03~0.1g(精确至 0.00001g)的岩石或矿物粉末试样于聚四氟乙烯管型瓶(4.4)中,用少量高纯水(3.5)润湿试样。按最佳稀释度范围加入⁸⁷Rb 稀释剂(3.8)和⁸⁴Sr 稀释剂(3.9),摇匀。加入 3mL 氢氟酸(3.10),4 滴高氯酸(3.11),摇匀后盖上盖,在 120℃ 以下的电热板上加热 24h 至试样全部溶解。揭去盖,蒸干试样,升温至 180℃ 赶尽氢氟酸。用 2mL 盐酸(3.13)分二次冲洗管型瓶内壁,在 120℃ 左右再次蒸干。

6.3 离心分离

将 1mL 盐酸(3.14)加入于经过 6.2 步骤的聚四氟乙烯管型瓶中,再次溶解试样并转移到塑料离心管(4.5)中,在离心机(4.3)上离心 6~10min,上部清液备作铷、锶离子交换分离,下部残渣弃去。