

# 全自动 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 激光探针定年系统 空白本底与微量样品定年

高洪林

北京大学地球与空间科学学院“造山带与地壳演化”教育部重点实验室 北京 100871

**摘 要** 氩-氩定年法中系统的空白本底是实现微区微量定年的关键条件。在北京大学“造山带与地壳演化教育部重点实验室全自动 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  激光探针定年系统”上以 ZBH-25 黑云母标样为试验样品进行了 1 个颗粒、3 个颗粒和 5 个颗粒的全熔法定年以及 7 个颗粒的 4 步、9 步、14 步、19 步和 24 步的分步释氩年龄谱测试。获得的 5 个氩同位素空白本底水平表明,本系统已经完全具备对中生代或更老的地质样品进行单颗粒全熔法等时线定年的能力。矿物或岩石光片原位全熔法定年的空白本底条件也已经具备。在适当增加样品量情况下(如 10 个颗粒),几个百万年的年轻样品全熔等时线定年也可以实现。去除干扰分子对 $^{36}\text{Ar}$  空白本底的影响,以及系统长期稳定运行后 $^{36}\text{Ar}$  空白本底的逐渐降低,实现微量样品的分步释氩年龄谱定年是必然的。

**关键词** 北京大学  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  激光探针定年系统 空白本底 微量样品定年

## System Blank Level and Small Sample Dating in the All-Automatic $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Laser Probe Dating System

GAO Honglin

Key Laboratory of "Orogenic belts and Crustal Evolution" of Ministry of Education,  
Institute of Earth and Space Science of Peking University, Beijing, 100871

**Abstract** The level of system blank is always the key point in  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  dating of small samples and small area dating. Laboratory standard ZBH-25 biotite was dated on the all-automatic  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  laser probe dating system in Key Laboratory of Orogenic Belts and Crustal Evolution (Peking University), Ministry of Education. Total fuse of one, three and five small biotite grains by focused laser and step-heating with four, nine, fourteen, nineteen and twenty-four argon-release steps of seven grains by defocused laser were experimentally carried out. Signal intensity and system blank of five argon isotopes obtained indicate that the system blank level adopted by the authors is low enough to get a reasonable isochron age for single mineral grains from Mesozoic or older samples. The system blank level is also suitable for focused laser in-situ dating. Young samples of several million years old can be total-fuse dated if the number of grains is properly increased (for example, the number is 10 mineral grains). The molecule of  $\text{C}_3$ , a common interference to  $^{36}\text{Ar}$ , can be eliminated after long time of operation. Under these conditions, the system is likely to be successful in step-heating dating of the single mineral grain.

**Key words** Peking University  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  laser probe dating system system blank level small sample dating

## 1 引言

激光熔样方法引入 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  定年,不仅大大减少了样品的用量,同时也大大降低了系统的空白本底水平,使地质样品的微区微量定年成为可能 (Megrum, 1973; Kelley, 1997; York, 1981)。而在此基础上发展起来的矿物样品原位定年为许多地质问题提供了一个非常有效的技术手段 (Phillips 等,

1988; Pickles 等, 1997)。

氩-氩定年法中系统的空白本底、氩同位素质量分辨率以及氩同位素测量绝对灵敏度是实现微区微量定年的 3 个关键参数。质量分辨率和绝对灵敏度主要由质谱离子源参数、电磁铁调节控制与探测精度以及探测器灵敏度所决定;而空白本底水平却依赖于熔样方法、样品仓、纯化系统等条件。

对于质量分辨率和绝对灵敏度而言,当系统调

节到正常运行状态时,这两个参数将达到设计值并稳定不变。对于系统的空白本底,正常情况下会随着系统的正常运行出现一个缓慢降低的过程,之后会稳定下来。

系统空白本底是微量定年的下限。对于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年方法而言,通过引入激光熔样方法以及改进系统硬件,可以显著降低系统空白本底,减少样品用量。对于一套正常运行的系统而言,虽然可以通过系统烘烤或长期稳定运行等进一步降低本底,但降低幅度会很小,在其他条件不变的情况下,系统空白本底将决定微量定年的样品最小用量。

北京大学全自动 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 激光探针定年系统采用 5400 质谱系统,双真空样品仓,两阶段铅铝泵纯化方式, $\text{CO}_2$ 连续激光器熔样方法,压缩空气制动全自动阀门,由程序控制全自动运行,实现了微区微量定年和高效率自动控制运行(系统详细情况将另文介绍)。通过对 ZBH-25 黑云母标样进行系统测试,将对该系统空白本底水平和系统微量定年样品用量的下限有一个明确的认识,这对于今后用该系统进行微区微量定年分析提供了十分有价值的参考依据。

## 2 标样测量与空白本底测量方法

选用最常用的 K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年法标样北京房山花岗岩中的 ZBH-25 黑云母进行氩的 5 个同位素信号强度的测量。测量方法包括全熔法和分步释氩熔融法。

### 2.1 全熔法

全熔法测年分别对 1 个、3 个和 5 个黑云母片状颗粒进行聚焦激光一次性熔融测年。激光能量 3.5 W,激光在 40 s 内升温到 3.5 W,停留 40 s 使样品全部熔融。采用两个铅铝泵对融出气体进行纯化,第一阶段纯化时间 80 s,第二阶段纯化时间 180 s。5 个氩同位素的测量均使用电子倍增器进行。每一个测量循环按顺序完成 $^{40}\text{Ar}$ 、 $^{39}\text{Ar}$ 、 $^{38}\text{Ar}$ 、 $^{37}\text{Ar}$ 和 $^{36}\text{Ar}$  5 个同位素的测量,共测量 10 个循环,然后将每个氩同位素 10 个测量循环的强度回归到融出气体放入质谱的“零”时刻。信号强度的测量采用电流强度测量法,信号强度以纳安(nA)为单位记录。

### 2.2 分步释氩熔融法

分步释氩测年法对 7 个片状黑云母颗粒分别进行 4 步、9 步、14 步、19 步和 24 步的分步释氩测年。采用非聚焦激光逐步升温熔融法,激光束斑为 2 mm 直径的圆形光斑,激光能量从 0.8~3.5 W 逐渐增加。每一步的熔融时间均为 15 s。纯化和测量方

法与聚焦激光全熔法相同。

对系统空白本底的测量采用每间隔 4 个标样或每 4 步释氩测量测一个本底空白。个别情况下每个样品或每一步释氩测量测一个本底。本底的测量为 8 个循环,回归方法与标样相同。

测量已知摩尔数的空气的氩同位素信号强度,获得系统在电子倍增器单位增益下的绝对灵敏度为 $2.394 \times 10^{-10}$  moles/nA。通过绝对灵敏度可以将氩同位素信号强度由纳安(nA)换算为摩尔。表 1 是测量结果的原始数据统计结果。其中信号强度为未扣除本底的强度,单位为摩尔。电子倍增器增益(与法拉第杯测量信号强度的比值)为 3 100 倍。信号强度平均值的计算采用算术平均值法。

## 3 氩同位素的信号强度与空白本底强度比值分析

氩同位素测量信号强度均受仪器的影响,包括电子倍增器相对于法拉第杯的增益、系统绝对灵敏度等。除去仪器的影响外,5 个氩同位素的测量信号强度影响因素各不相同。

### 3.1 $^{40}\text{Ar}$ 的信号强度与本底空白

$^{40}\text{Ar}$  信号强度主要取决于样品矿物种类、样品量和样品年龄,快中子反应堆中 Ca 和 K 的核反应成因产生的 $^{40}\text{Ar}$ 可以通过对监测物质的测量进行校正,一般情况下这部分 $^{40}\text{Ar}$ 与放射性成因 $^{40}\text{Ar}$ 相比几乎可以忽略。全熔法测年中 1 个、3 个和 5 个颗粒情况下 $^{40}\text{Ar}$  信号强度分别为 $3.98 \times 10^{-10}$  moles、 $12.45 \times 10^{-10}$  moles 和 $16.53 \times 10^{-10}$  moles,相应得到的空白本底强度为 $0.0084 \times 10^{-10}$  moles、 $0.010 \times 10^{-10}$  moles 和 $0.011 \times 10^{-10}$  moles。在 3 种情况下标样信号强度和空白本底强度的比值分别为 475 倍、1 245 倍和 1 514 倍。在使用一个微小的 ZBH-25 黑云母片进行全熔法定年时,系统获得的 $^{40}\text{Ar}$ 的信号强度仍然是空白本底的 475 倍。在样品矿物种类和样品量不变的前题下,按照 ZBH-25 黑云母标准年龄 131 Ma 计算,如果样品年龄为 1 Ma,测量信号强度与空白本底比值会在 3.6 倍左右。如果适当增加样品量,对于 1 Ma 的年轻样品,测量信号强度与空白本底比值会提高到几十倍,这样的倍率完全可以获得可靠的年龄数据。单就 $^{40}\text{Ar}$ 的测量来讲,系统的空白本底水平已经完全具备对 1 Ma 甚至更年轻样品进行全熔法测年的条件。

数据显示,信号强度与空白本底强度的比值与样品量没有呈现严格的正比例关系,原因尚不清楚。如果二者是正比例关系,则可能 $^{40}\text{Ar}$ 的测量信号强

表 1 ZBH-25 黑云母标样的全熔法和分步释氩测年中氩同位素信号强度与空白本底强度

| Table 1 Signal intensity in nA of five Argon isotopes in total melt and step-heating measurement using ZBH-25 biotite |                 |                  |                |                                        |          |                                        |           |                                        |          |                                        |          |                                        |          |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------|------------------|----------------|----------------------------------------|----------|----------------------------------------|-----------|----------------------------------------|----------|----------------------------------------|----------|----------------------------------------|----------|
| 测试<br>编号                                                                                                              | 样品量<br>/颗粒<br>数 | 测试<br>方法         | 数据类型           | <sup>40</sup> Ar/×10 <sup>-10</sup> 摩尔 |          | <sup>39</sup> Ar/×10 <sup>-10</sup> 摩尔 |           | <sup>38</sup> Ar/×10 <sup>-10</sup> 摩尔 |          | <sup>37</sup> Ar/×10 <sup>-10</sup> 摩尔 |          | <sup>36</sup> Ar/×10 <sup>-10</sup> 摩尔 |          |
|                                                                                                                       |                 |                  |                | 信号                                     | 本底       | 信号                                     | 本底        | 信号                                     | 本底       | 信号                                     | 本底       | 信号                                     | 本底       |
| 10028-<br>04/39                                                                                                       | 1               | 全熔法              | 36 个测量<br>数据总和 | 143.397                                | 0.3021   | 22.0482                                | 0.002839  | 0.330061                               | 0.002791 | 0.026133                               | 0.007278 | 0.059201                               | 0.009923 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 3.98314                                | 0.008391 | 0.612450                               | 0.000079  | 0.009169                               | 0.000077 | 0.000725                               | 0.000201 | 0.001645                               | 0.000275 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 474.692                                |          | 7752.532                               |           | 119.078                                |          | 3.607                                  |          | 5.982                                  |          |
| 10028-<br>40/76                                                                                                       | 3               | 全熔法              | 37 个测量<br>数据总和 | 460.679                                | 0.370086 | 71.67619                               | 0.009356  | 0.958304                               | 0.003799 | 0.069141                               | 0.007948 | 0.152926                               | 0.011764 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 12.4507                                | 0.010002 | 1.937194                               | 0.0002538 | 0.025901                               | 0.000103 | 0.001870                               | 0.000215 | 0.004132                               | 0.000318 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 1244.821                               |          | 7632.758                               |           | 251.466                                |          | 8.698                                  |          | 12.994                                 |          |
| 10028-<br>77/106                                                                                                      | 5               | 全熔法              | 30 个测量<br>数据总和 | 446.429                                | 0.294965 | 70.41961                               | 0.008901  | 0.938235                               | 0.003009 | 0.058938                               | 0.005688 | 0.135618                               | 0.009490 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 16.5344                                | 0.010924 | 2.608134                               | 0.000330  | 0.034749                               | 0.000113 | 0.002183                               | 0.000211 | 0.005023                               | 0.000352 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 1513.585                               |          | 7903.436                               |           | 307.513                                |          | 10.346                                 |          | 14.270                                 |          |
| 10030-<br>06 ,08                                                                                                      | 7               | 分步释<br>氩( 4 步 )  | 6 个测量<br>数据总和  | 69.7535                                | 0.092135 | 10.93639                               | 0.000845  | 0.141191                               | 0.000500 | 0.004178                               | 0.000771 | 0.016897                               | 0.001626 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 11.6255                                | 0.015355 | 1.822732                               | 0.000141  | 0.023533                               | 0.000084 | 0.000697                               | 0.000129 | 0.002815                               | 0.000271 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 757.115                                |          | 12927.177                              |           | 280.155                                |          | 5.403                                  |          | 10.387                                 |          |
| 10029-<br>07 ,10                                                                                                      | 7               | 分步释<br>氩( 9 步 )  | 16 个测量<br>数据总和 | 40.9946                                | 0.155588 | 6.340729                               | 0.001886  | 0.084149                               | 0.001470 | 0.003706                               | 0.002729 | 0.015961                               | 0.004836 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 2.56206                                | 0.009724 | 0.396296                               | 0.000117  | 0.005260                               | 0.000091 | 0.000232                               | 0.000170 | 0.000998                               | 0.000302 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 263.478                                |          | 3387.145                               |           | 57.802                                 |          | 1.365                                  |          | 3.305                                  |          |
| 10029-<br>11 ,12                                                                                                      | 7               | 分步释<br>氩( 14 步 ) | 24 个测量<br>数据总和 | 37.1048                                | 0.280917 | 5.653062                               | 0.010768  | 0.077096                               | 0.002174 | 0.005592                               | 0.003467 | 0.015494                               | 0.006363 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 1.54605                                | 0.011704 | 0.235543                               | 0.000448  | 0.003213                               | 0.000091 | 0.000232                               | 0.000144 | 0.000646                               | 0.000266 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 132.096                                |          | 525.766                                |           | 35.308                                 |          | 1.611                                  |          | 2.429                                  |          |
| 10029-<br>13 ,14                                                                                                      | 7               | 分步释<br>氩( 19 步 ) | 34 个测量<br>数据总和 | 63.8327                                | 0.346611 | 9.919513                               | 0.004544  | 0.134074                               | 0.002978 | 0.007239                               | 0.005061 | 0.021007                               | 0.009435 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 1.87737                                | 0.010194 | 0.291750                               | 0.000134  | 0.003943                               | 0.000089 | 0.000213                               | 0.000148 | 0.000618                               | 0.000278 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 184.164                                |          | 2177.239                               |           | 44.303                                 |          | 1.439                                  |          | 2.223                                  |          |
| 10029-<br>04 ,05                                                                                                      | 7               | 分步释<br>氩( 24 步 ) | 44 个测量<br>数据总和 | 46.0646                                | 0.428301 | 7.335491                               | 0.271662  | 0.098166                               | 0.004616 | 0.016861                               | 0.008312 | 0.033521                               | 0.016270 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 平均值            | 1.04692                                | 0.009744 | 0.166716                               | 0.000189  | 0.002231                               | 0.000105 | 0.000383                               | 0.000189 | 0.000761                               | 0.000369 |
|                                                                                                                       |                 |                  | 信号强度/<br>空白本底  | 107.443                                |          | 882.095                                |           | 21.248                                 |          | 2.026                                  |          | 2.062                                  |          |

度除了受样品量影响外,还与系统硬件有关。另一个原因是样品颗粒的不均一性造成颗粒数与样品质量不成比例。如果二者本身不是正比例关系,则需要今后进一步工作以获得二者的确切关系。

释氩步数分别为 4 步、9 步、14 步、19 步和 24 步的年龄谱测年中,每个释氩阶段的<sup>40</sup>Ar 信号强度平均值依次为 11.63×10<sup>-10</sup> moles、2.56×10<sup>-10</sup> moles、1.55×10<sup>-10</sup> oles、1.88×10<sup>-10</sup> moles 以及 1.05×10<sup>-10</sup> moles。各自相应的空白本底强度平均

值分别为 0.015×10<sup>-10</sup> moles、0.010×10<sup>-10</sup> moles、0.012×10<sup>-10</sup> moles、0.010×10<sup>-10</sup> moles 和0.010×10<sup>-10</sup> moles。信号强度与空白本底比值分别为 757 倍、263 倍、132 倍、184 倍和 107 倍。对释氩步数与每个释氩阶段的信号强度与空白本底比值进行趋势分析,结果表明释氩步数达到 30 步时,二者的比值约为 80 倍。释氩步数为 50 步时,比值约为 50 倍。分析结果表明,除了特别年轻的样品,系统空白本底水平完全能够适应步数多达 50 步的精细年龄谱的

测试。

$^{40}\text{Ar}$  系统空白本底平均值为  $0.011 \times 10^{-10}$  moles, 换算为单位增益的空白本底为  $3.48 \times 10^{-16}$  moles (以电子倍增器对法拉第杯的增益为 3100 计算)。

按照合理趋势, 19 步的分步释氩测量中单一释氩阶段的平均信号强度与本底空白比值应该比 14 步的时的比值低, 而实际数据却高于后者。具体原因有待进一步分析。

### 3.2 $^{39}\text{Ar}$ 、 $^{38}\text{Ar}$ 和 $^{37}\text{Ar}$ 的信号强度与本底空白

$^{39}\text{Ar}$  信号强度主要取决于样品中 K 的含量和样品在快中子反应堆中的照射时间, 快中子反应堆中  $^{42}\text{Ca}$  及  $^{43}\text{Ca}$  的核反应成因产生的  $^{39}\text{Ar}$  可以通过对监测物质的测量进行校正, 一般情况下这部分  $^{39}\text{Ar}$  也可以忽略。5 个氩同位素中,  $^{39}\text{Ar}$  与  $^{38}\text{Ar}$  的空白本底是最低的, 所有本底测量数据的  $^{39}\text{Ar}$  值平均为  $0.00021 \times 10^{-10}$  moles。  $^{39}\text{Ar}$  的测量信号强度只与样品矿物种类和样品量有关而与样品年龄没有关系。经过快中子反应堆正常照射的样品,  $^{39}\text{Ar}$  的信号强度值都会比本底空白值大的多。从本文实际数据看, 即时是样品量最小的 1 个颗粒全熔法, 比值仍然高达七千多倍, 而 24 步释氩年龄谱测量中, 单一阶段的平均比值依然高达 880 多。  $^{39}\text{Ar}$  的空白本底问题基本可以不用考虑。

$^{38}\text{Ar}$  的测量信号强度主要包括  $^{42}\text{Ca}$ 、 $^{39}\text{K}$  和  $^{41}\text{K}$  的核反应成因产生的  $^{38}\text{Ar}$  和大气  $^{38}\text{Ar}$ 。本文  $^{38}\text{Ar}$  的所有空白本底测量数据平均值为  $0.000093 \times 10^{-10}$  moles。由于  $^{38}\text{Ar}$  的空白本底强度很低, 加上  $^{38}\text{Ar}$  并不直接参加样品年龄的计算,  $^{38}\text{Ar}$  的空白本底水平对测年的影响也可以忽略。

$^{37}\text{Ar}$  主要是由  $^{40}\text{Ca}$  和  $^{39}\text{K}$  在快中子反应堆中通过核反应产生的, 其测量的信号强度主要用于校正由核反应产生的  $^{36}\text{Ar}$  和  $^{39}\text{Ar}$ 。  $^{37}\text{Ar}$  测量信号强度主要取决于照射时间与测量时间间隔。本文数据表明,  $^{37}\text{Ar}$  测量信号强度也受样品量影响, 但二者并非线性关系。通常情况下  $^{37}\text{Ar}$  的空白本底与  $^{39}\text{Ar}$  和  $^{38}\text{Ar}$  接近, 本文  $^{37}\text{Ar}$  本底空白所有测量数据的平均值为  $0.00018 \times 10^{-10}$  moles。信号强度与空白本底比值平均为 4.8 倍。

上述  $^{39}\text{Ar}$ 、 $^{38}\text{Ar}$  和  $^{37}\text{Ar}$  的 3 个本底空白强度值  $0.00021 \times 10^{-10}$  moles、 $0.000093 \times 10^{-10}$  moles 和  $0.00018 \times 10^{-10}$  moles 换算为单位增益后分别为  $6.77 \times 10^{-18}$  moles、 $3.0 \times 10^{-18}$  moles 和  $5.81 \times 10^{-18}$  moles, 基本可以代表系统正常运行时相应氩同位素的空白本底水平。

### 3.3 $^{36}\text{Ar}$ 的信号强度与本底空白

$^{36}\text{Ar}$  主要来自于样品中的大气  $^{36}\text{Ar}$  以及在快中子反应堆中由  $^{40}\text{Ca}$  转化来的  $^{36}\text{Ar}$ 。  $^{36}\text{Ar}$  的信号强度与样品年龄无关, 与样品量、样品中 Ca 的含量以及样品中的吸附大气有关, 而后 3 个因素最终都可以归结到样品量上。从本文数据看, 对于全熔法测年,  $^{36}\text{Ar}$  信号强度随着样品量增大而增加, 对于分步释氩测年, 随着释氩步数增加, 单一释氩阶段的信号强度减弱, 实际数据证实了  $^{36}\text{Ar}$  信号强度与样品量之间的这种正相关关系。

全熔法测年中不同样品量测试获得的系统空白本底以及分步释氩测年法中不同释氩步数得到的  $^{36}\text{Ar}$  系统空白本底基本稳定, 变化范围为  $0.000266 \times 10^{-10}$  moles 至  $0.000369 \times 10^{-10}$  moles, 算术平均值为  $0.000304 \times 10^{-10}$  moles。全熔法测年中 1 个、3 个和 5 个黑云母颗粒对应的  $^{36}\text{Ar}$  信号强度与空白本底比值分别为 5.98 倍、12.99 倍和 14.27 倍。分步释氩测年中对应于 4 步、9 步、14 步、19 步和 24 步释氩测年的  $^{36}\text{Ar}$  信号强度与空白本底比值依次为 10.39 倍、3.3 倍、2.43 倍、2.22 倍和 2.06 倍。

$^{36}\text{Ar}$  信号强度主要用于在测量的  $^{40}\text{Ar}$  信号强度中扣除大气  $^{40}\text{Ar}$ 。由于需要将样品的  $^{36}\text{Ar}$  信号强度扣除本底以及由  $^{40}\text{Ca}$  和  $^{35}\text{Cl}$  的核反应产生的  $^{36}\text{Ar}$  扩大 295.5 倍后作为大气  $^{40}\text{Ar}$  扣除,  $^{36}\text{Ar}$  的误差也会被放大 295.5 倍, 因此  $^{36}\text{Ar}$  的系统空白本底大小对样品表观年龄的准确性和误差大小有很大的影响。

按照  $^{36}\text{Ar}$  信号强度比空白本底大于 5 倍的标准, 系统目前已经完全具备了 131 Ma 年龄的矿物单颗粒定年的条件。百万年级的年轻样品可以通过增加样品量的方法获得可靠的表观年龄。对于分步释氩年龄谱定年方法 ZBH-25 黑云母 7 个颗粒在 9 步释氩时, 单一释氩阶段的  $^{36}\text{Ar}$  信号强度与空白本底之比仅有 3 倍多。这就意味着要实现微量样品的分步释氩年龄谱定年, 需要进一步降低系统的空白本底水平。

## 4 氩同位素系统空白本底分析与预测

根据美国伯克利地质年代中心  $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$  激光探针定年系统长期对其系统的空白本底测量数据, 在对质量歧视进行校正之后,  $^{40}\text{Ar}$  与  $^{36}\text{Ar}$  比值的正常范围为 80~200 之间。本系统的 3 种样品量全熔法测年中空白本底的  $^{40}\text{Ar}$  与  $^{36}\text{Ar}$  比值分别为 30 倍和 31 倍, 5 种释氩步数的分步释氩测年中空白本底的  $^{40}\text{Ar}$  与  $^{36}\text{Ar}$  比值分别为 57 倍、32 倍、44 倍、37 倍

和 26 倍。7 个数据的平均值为 36 倍 ,该值没有落在伯克利地质年代中心监测的数据范围之内。

根据对 5 个氩同位素空白本底的信号强度与质量数峰形分析 ,系统中存在微弱的 C<sub>3</sub>H<sub>n</sub> 分子干扰峰。其中 C<sub>3</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>3</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>2</sub>、C<sub>3</sub>H 和 C<sub>3</sub> 依次形成对<sup>40</sup>Ar 到<sup>36</sup>Ar 的干扰。表 2 对 5 个干扰分子质量数及其与相应氩同位素的质量分辨率( 氩同位素质量数与二者质量数差的比值 )进行了对比。

表 2 氩同位素及其干扰分子的质量数与质量数对比

| Table 2 The atom weight in AMU of Argon isotopes and the molecule weight of their interference molecules |                               |                               |                               |                  |                  |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|------------------|------------------|
| 干扰分子                                                                                                     | C <sub>3</sub> H <sub>4</sub> | C <sub>3</sub> H <sub>3</sub> | C <sub>3</sub> H <sub>2</sub> | C <sub>3</sub> H | C <sub>3</sub>   |
| 干扰分子质量数( 原子质量单位 )                                                                                        | 40.0312                       | 39.0234                       | 38.0156                       | 37.0078          | 36.0000          |
| 受干扰的氩同位素                                                                                                 | <sup>40</sup> Ar              | <sup>39</sup> Ar              | <sup>38</sup> Ar              | <sup>37</sup> Ar | <sup>36</sup> Ar |
| 氩同位素质量数( 原子质量单位 )                                                                                        | 39.9624                       | 38.9640                       | 37.9627                       | 36.9668          | 35.9675          |
| 干扰分子与氩同位素质量数差                                                                                            | 0.0688                        | 0.0596                        | 0.0529                        | 0.0410           | 0.0325           |
| 干扰分子与氩同位素质量分辨率                                                                                           | 581                           | 654                           | 718                           | 902              | 1107             |
| 受干扰程度( 根据峰形分析获得 )                                                                                        | 完全不受干扰                        | 基本不受干扰                        | 基本不受干扰                        | 基本不受干扰           | 受一定程度干扰          |

底约为  $0.00011 \times 10^{-10}$  moles ,对于 7 个微小颗粒的 ZBH-25 黑云母标样 ,24 步分步释氩年龄谱测年的每个释氩阶段的<sup>36</sup>Ar 信号强度与本底空白比值约为 6 倍 ,完全可以获得高精度的表观年龄数据。

5 结论

在电子倍增器相对于法拉第杯测量信号强度的增益为 3100 倍的条件下 ,系统正常运行时<sup>40</sup>Ar 到<sup>36</sup>Ar 的空白本底分别为  $0.011 \times 10^{-10}$  moles、 $0.00021 \times 10^{-10}$  moles、 $0.000093 \times 10^{-10}$  moles、 $0.00018 \times 10^{-10}$  moles 和  $0.000304 \times 10^{-10}$  moles。单位增益的空白本底强度依次为  $3.48 \times 10^{-16}$  moles、 $6.77 \times 10^{-18}$  moles、 $3.00 \times 10^{-18}$  moles、 $5.81 \times 10^{-18}$  moles 和  $9.81 \times 10^{-18}$  moles。用法拉第杯测量 ,则分别相当于 0.145 mV、0.0028 mV、0.0013 mV、0.0024 mV 和 0.0041 mV。

从现有的空白本底水平看 ,北京大学全自动<sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar 激光探针定年系统已经完全具备对中生代或更老的地质样品进行单颗粒全熔法等时线定年的能力。矿物或岩石光片原位全熔法定年的空白本底条件也已经具备。适当增加样品量情况下( 如 10 个颗粒 ) ,几个百万年的年轻样品全熔等时线定年也可以实现。利用本系统已经完成了 1.1 Ma 钾长石( 10 个颗粒 )的精确定年。

本底测量数据进一步证实了该系统的高精度和低本底。在当前系统的运行状态下 ,5 个氩同位素中 ,<sup>40</sup>Ar 到<sup>37</sup>Ar 的空白本底水平完全具备了对几个

质量数对比结果及峰形分析表明 ,C<sub>3</sub> 对<sup>36</sup>Ar 的干扰使得实测的<sup>36</sup>Ar 空白本底中含有一定的 C<sub>3</sub> 成分 ,并非完全由<sup>36</sup>Ar 产生。去除 C<sub>3</sub> 干扰峰强度后 ,<sup>36</sup>Ar 空白本底将至少降低一半 ,空白本底的<sup>40</sup>Ar 与<sup>36</sup>Ar 比值将大于 80 倍。随着系统长期正常运行 ,<sup>36</sup>Ar 空白本底本身也将逐渐降低 ,<sup>40</sup>Ar 与<sup>36</sup>Ar 比值将逐渐加大。在<sup>40</sup>Ar 空白本底不变的情况下 ,如果<sup>40</sup>Ar 与<sup>36</sup>Ar 比值为 100 ,则系统的<sup>36</sup>Ar 空白本

百万年的年轻样品进行微量( 几个 60 目的片状矿物颗粒 )分步释氩( 释氩步数为几十步 )测年的条件。

<sup>36</sup>Ar 空白本底受干扰分子 C<sub>3</sub> 的影响 ,对于微量样品的分步释氩定年精度产生一定的影响。表现为 131 Ma 的 ZBH-25 黑云母标样 ,当样品量为 7 个颗粒时 ,24 步分步释氩测年时单一释氩阶段的<sup>36</sup>Ar 信号强度与空白本底的比值仅有 2 倍多。随着采用系统烘烤等方法去除干扰分子的影响 ,以及系统长期稳定运行时<sup>36</sup>Ar 空白本底的逐渐降低 ,实现微量样品的分步释氩定年是必然的。

致谢 感谢美国伯克利地质年代中心 Alan Deino 博士和 Tim Becker 博士与作者进行的有益讨论。

参考文献

Kelley S P , Arnaud N O , Turner SP. 1994. High spatial resolution <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar investigations using an ultra-violet laser probe extraction technique. *Geochim. Cosmochim. Acta* 58 3519~3525.

Megrue G H. 1973. Spatial distribution of <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar ages in lunar breccia 14301. *J. Geophys. Res* 78 3216~3221.

Phillips D , Onstott T C. 1988. Argon isotope zoning in mantle phlogopite. *Geology* 16 :542~546.

Pickles C S , Kelley S P , Reddy S M et al. 1997. determination of high spatial resolution argon isotope variations in metamorphic biotites. *Geochim. Cosmochim. Acta* 61 3809~3833.

York D , Hall C M , Yanase Y et al. 1981. <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup>Ar dating of terrestrial minerals with a continuous laser. *Geophys. Res. Lett* 8 :1136~1138.