

文章编号: 0254-5357(2012)01-0083-07

暴露测年样品中²⁶Al和¹⁰Be分离及其加速器质谱测定

张 丽^{1,2,3}, 周卫健^{1,2,4*}, 常 宏¹, 赵国庆^{1,2}, 宋少华^{1,2}, 武振坤^{1,2}

(1. 中国科学院地球环境研究所黄土与第四纪地质国家重点实验室, 陕西 西安 710075;
2. 西安加速器质谱中心, 陕西 西安 710061; 3. 中国科学院研究生院, 北京 100049;
4. 西安交通大学人居环境与建筑工程学院, 陕西 西安 710049)

摘要: 在已有实验流程基础上, 建立并优化了石英样品中 Be 和 Al 提取、纯化等实验流程, 设计的流程条件实验包括实验试剂、器皿和离子交换柱选择、离子交换树脂分离 Be 和 Al 时酸浓度选择等。结果表明, 选择钢铁研究总院研制的⁹Be标准溶液作为¹⁰Be样品制备的载体; 使用一次性实验器皿; 选用 4 cm 规格的离子交换柱; 用 0.05 mol/L 草酸和 0.75 mol/L 盐酸混合溶液洗脱吸附于阴离子树脂上的 Al, 可有效提取、纯化样品中的 Be 和 Al。加速器质谱(AMS)测量结果显示, 13 组化学空白的¹⁰Be/⁹Be和²⁶Al/²⁷Al比值平均值分别为 7.48×10^{-15} 和 1.96×10^{-15} , 与国内已有宇宙成因核素实验室的结果($5 \times 10^{-15} \sim 8 \times 10^{-15}$)具有可比性。电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)的测量结果表明, Be、Al 回收率分别达 90% 和 60%。基于新建立的实验流程分析了祁连山北侧金佛寺的一个岩石样品, 获得了¹⁰Be和²⁶Al的暴露年代分别为 (10.7 ± 1.0) ka 和 (10.0 ± 1.2) ka, 与前人研究结果一致。

关键词: 原地宇宙成因核素; ¹⁰Be; ²⁶Al; 暴露测年; 加速器质谱

中图分类号: O657.63; O614.21; O614.31 文献标识码: A

The Extraction of *in-situ* ¹⁰Be and ²⁶Al from Rock Sample and Accelerator Mass Spectrometric Measurements

ZHANG Li^{1,2,3}, ZHOU Wei-jian^{1,2,4*}, CHANG Hong¹, ZHAO Guo-qing^{1,2}, SONG Shao-hua^{1,2},
WU Zhen-kun^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Loess and Quaternary Geology, Institute of Earth Environment, Chinese Academy of Sciences, Xi'an 710075, China;
2. Xi'an Accelerator Mass Spectrometry Center, Xi'an 710061, China;
3. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;
4. School of Human Settlement and Civil Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: With the development of accelerator mass spectrometry, a variety of long-lived cosmogenic nuclides, especially the *in-situ* cosmogenic nuclides ¹⁰Be and ²⁶Al, are increasingly applied to earth sciences. Based on published procedures, a modified procedure for ¹⁰Be and ²⁶Al exposure dating has been developed, which includes ¹⁰Be and ²⁶Al extraction, anion exchange column separation, purification and target preparation. In this procedure, NCS ⁹Be was chosen instead of Merck and Fluka as the carrier for the ¹⁰Be sample, with a small amount of ion exchange resin instead of a large one. In particular, the elution curve for an anion exchange column procedure by Purdue University was modified as 0.05 mol/L H₂C₂O₄ - 0.75 mol/L HCl to elute Al. The results of Accelerator

收稿日期: 2011-09-26; 接受日期: 2011-10-19

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(973 计划)项目(2010CB833400); 国家自然科学基金项目(41023006)

作者简介: 张丽, 博士研究生, 第四纪地质学专业。E-mail: zhl@ieecas.cn。

通讯作者: 周卫健, 博士生导师, 第四纪地质学专业。E-mail: weijian@loess.llqg.ac.cn。

Mass Spectrometry (AMS) show that the average for $^{10}\text{Be}/^{9}\text{Be}$ and $^{26}\text{Al}/^{27}\text{Al}$ of thirteen chemical blanks were 7.48×10^{-15} and 1.96×10^{-15} , respectively, as low as those of other AMS laboratories. The ICP-AES results indicated the recoveries of Be and Al were 90% and 60%, respectively. One sample from Jinfosi Site, North of Qilian Shan Mountain, was tested based on this new procedure. The dating results of (10.7 ± 1.0) ka for ^{10}Be and (10.0 ± 1.2) ka for ^{26}Al , were consistent with published geological results.

Key words: *in-situ* cosmogenic nuclide; ^{10}Be ; ^{26}Al ; exposure dating; accelerator mass spectrometry

宇宙成因核素是宇宙射线与大气圈或岩石圈物质相互作用,发生散裂、中子捕获和介子反应等形成的一系列稳定或放射性元素,其中与岩石圈物质作用产生的为原地宇宙成因核素(*in-situ* cosmogenic nuclides)^[1]。由于原地生成核素含量很低,尽管很早就有学者对其产率和应用已作讨论,但限于测试技术,无法对其展开研究^[2]。同位素测定技术,尤其是加速器质谱仪(AMS)的发展,使得长寿命宇生核素(例如 ^{10}Be 、 ^{26}Al 、 ^{36}Cl 、 ^{129}I)的常规探测成为可能,并逐渐被应用于地学研究中^[3-6]。其中,应用 ^{10}Be 和 ^{26}Al 作为地学年代的测定工具,在地表岩石的暴露历史和侵蚀速率^[7]、冰碛物暴露年龄和第四纪冰川活动^[8-12]、河流下切与基岩抬升速率^[13-15]、古湖面变化^[16-17]、戈壁的发展演化^[18]等方面的研究均取得较好效果。

^{10}Be 和 ^{26}Al 暴露测年在第四纪地质和环境研究中有广泛的应用前景。然而迄今为止,国内仅有少数实验室^[3,14]可完成暴露测年研究的样品制备,且样品测量几乎全部在国外进行。西安加速器质谱中心拥有一台多核素(^{10}Be 、 ^{14}C 、 ^{26}Al 和 ^{129}I)加速器质谱仪,其 ^{10}Be 的探测灵敏度可达 10^{-15} , ^{10}Be 和 ^{26}Al 测量精度分别为优于1.4%和1.14%,均处于同类设备的领先行列^[19-20]。如能建立配套的实验流程,势必会对利用我国自有AMS进行 ^{10}Be 和 ^{26}Al 暴露测年研究有较大促进作用。

石英是原地宇宙成因核素 ^{10}Be 和 ^{26}Al 暴露测年的理想样品^[21]。获得纯净石英后,需通过一系列化学流程提取样品中的Be和Al,并制成BeO和 Al_2O_3 靶样供AMS测量。对于Be和Al的提取,不同实验室的化学流程不尽相同^[22-24]。Vogt等^[22]利用不同元素生成沉淀时pH值的不同,通过调节pH值为4去除Ti;Child等^[23]认为此种方法欠佳,而是利用0.5 mol/L H_2SO_4 和0.015%的 H_2O_2 混合溶液中Be和Ti在阳离子树脂交换柱中分配系数的不同分离Be和Ti;Kong等^[3]则通过阴离子树脂交换、乙酰基丙酮- CCl_4 提取、阳离子树脂交换和选择沉淀分离Be和Al。

本文基于本实验室已有的提取黄土大气成因 ^{10}Be 的实验流程^[25],并结合普度大学Darry Granger

博士建立的从石英中分离纯化 ^{10}Be 和 ^{26}Al 的实验流程^[26],针对石英中Be和Al的分离纯化进行了实验试剂和器皿选择、离子交换树脂分离Be和Al时酸浓度选择等条件实验,在中国科学院地球环境研究所 ^{10}Be 实验室建立了提取石英类矿物中Be和Al,进行暴露年龄研究的实验流程。根据已建立的实验流程,分析测试了取自祁连山北侧金佛寺一个岩石样品,获得了理想的测年结果。

1 实验部分

1.1 仪器与装置

所有实验在西安加速器质谱中心完成,应用的主要测量仪器与装置如下。

3MV多核素加速器质谱仪(荷兰高压工程公司,HVEE)。

ULTIMA-2型电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES,法国HORIBA JOBIN YVON公司)。

LXJ-IIB离心机(上海安亭科学仪器厂,最大转速5000 r/s)。

BT 25S分析天平(德国Sartorius公司,量程21 g,可读性0.01 mg)。

AR 2140电子天平(OHAUS公司,量程210 g,可读性0.0001 g)。

1.2 标准溶液与主要试剂

ICP-AES测量所用Be、Al、Ca、Mg、Fe和Ti标准溶液是由国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院(NCS)生产。

Merck公司、Fluka公司、NCS三家单位研制的 ^9Be 标准溶液, ^9Be 浓度均为1000 mg/L;NCS研制的 ^{27}Al 标准溶液, ^{27}Al 浓度为1000 mg/L。

^{10}Be 的标准为美国国家标准与技术研究院(NIST)研制的SRM-4325($^{10}\text{Be}/^9\text{Be}$ 比值为 2.68×10^{-11} ^[27]), ^{26}Al 的标准为美国加利福尼亚大学伯克利分校空间科学实验室研制($^{26}\text{Al}/^{27}\text{Al}$ 比值为 1.065×10^{-11})。

配制试剂用水均由Milli-Q超纯水系统所制(美国Millipore公司,电阻率 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$, 25°C)。

HNO_3 、 HF 、 HClO_4 、 H_2O_2 、 HCl 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 NaOH 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 均为优级纯。

阳离子交换树脂和阴离子交换树脂为 Merck 公司产品,分别为 Dowex 50W × 8 (H⁺)、Dowex1 W × 8 (Cl⁻)。离子交换柱为 Bio-rad 1.0 cm × 20 cm 和 0.8 cm × 4 cm 规格的柱子。

1.3 实验步骤

实验步骤主要包括 Be、Al 的分离纯化和 BeO 与 Al₂O₃靶样制备,具体流程如下。

(1) 溶解样品。称取已经提纯的石英样品 30 ~ 40 g,加入 0.5 mL 的⁹Be标准溶液,对于化学空白,一般需加入约 3 mL 的²⁷Al标准溶液;用 HF 和 HNO₃溶解样品,待样品溶解完全后,蒸干;加入数毫升 HClO₄,直至把氟化物赶尽,残留物备用。

(2) ICP-AES 测定²⁷Al含量。HCl 溶解残留物,取 Al 总量约为 100 μg 的溶液,测定²⁷Al含量。

(3) 去除 Fe 和 Ti。用 2 mol/L NaOH 溶液将样品溶液 pH 值调至 14,静置,离心,将上清液转移至聚四氟乙烯烧杯并保留;用浓 HNO₃溶解全部沉淀至 pH = 2,加入 2 mol/L NaOH 至 pH = 14,离心后将上清液移至聚四氟乙烯烧杯与第一次的上清液合并;用浓 HNO₃溶解沉淀物,至溶液 pH = 2,用 NH₃ · H₂O将 pH 值调为 8 ~ 9,离心,去除上清液,收集沉淀备用。

(4) 离子交换树脂分离、纯化 Be 和 Al。将阳离子树脂、阴离子树脂交换柱上、下衔接叠放,组成 Be、Al 分离纯化装置;配制 0.4 mol/L H₂C₂O₄溶解沉淀物,用移液管将溶液逐滴加入分离纯化装置,此时,Be、Al 分别被吸附于阳、阴离子树脂;然后拆分装置,分别用 1 mol/L HCl 洗脱 Be,0.05 mol/L H₂C₂O₄和 0.75 mol/L HCl 混合溶液洗脱 Al。

(5) 制备 Be、Al 氧化物。用 NH₃ · H₂O 调节 Be 洗脱液的 pH 值至 8 ~ 9,生成 Be(OH)₂沉淀;用数毫升 H₂O₂去除 Al 的洗脱液中的草酸根后,用 50% (体积分数,下同)的 NH₃ · H₂O 将其 pH 值调至 7 ~ 8,生成 Al(OH)₃沉淀;分别将 Be(OH)₂移至陶瓷坩埚,Al(OH)₃移至石英坩埚,烘干,于马弗炉中 900℃灼烧 2 h,最终制成 BeO 和 Al₂O₃。

(6) 压靶。将 BeO 和 Al₂O₃分别与铜粉混合,压制 AMS 测量靶样。

(7) AMS 测量。在 AMS 上测量¹⁰Be/⁹Be、²⁶Al/²⁷Al比值,经计算获取¹⁰Be、²⁶Al浓度。

2 结果与讨论

2.1 ⁹Be载体和器皿的选择

2.1.1 ⁹Be载体的选择

选择¹⁰Be/⁹Be比值较低的⁹Be载体,有利于实现

小样品量或低¹⁰Be含量样品的 AMS 测量。分别取 Merck 公司、Fluka 公司和 NCS 研制的⁹Be标准溶液 0.5 mL,加少量纯水稀释,用 NH₃ · H₂O 将其 pH 值调至 8 ~ 9,获得 Be(OH)₂沉淀;经高温灼烧后生成的 BeO 与铜粉混合,制成 AMS 测试靶样。如表 1 所示,NCS 研制的⁹Be标准溶液的¹⁰Be/⁹Be比值较 Fluka 和 Merck 的比值低近一个数量级。因此,本研究选用 NCS 研制的⁹Be标准溶液作为 BeO 制备的载体。

表 1 不同⁹Be载体溶液的¹⁰Be/⁹Be比值

⁹ Be标准溶液 实验室编号		研制单位	¹⁰ Be/ ⁹ Be校正值
Be 2009 - 1394 (1)		NCS	4.49 × 10 ⁻¹⁵
Be 2009 - 1394 (2)		NCS	2.77 × 10 ⁻¹⁵
Be 2009 - 1351		NCS	6.52 × 10 ⁻¹⁵
Be 2009 - 1349		Fluka 公司	4.19 × 10 ⁻¹⁴
Be 2009 - 1395 (1)		Fluka 公司	3.14 × 10 ⁻¹⁴
Be 2009 - 1395 (2)		Fluka 公司	2.75 × 10 ⁻¹⁴
Be 2009 - 1521		Merck 公司	3.41 × 10 ⁻¹⁴
Be 2009 - 1350		Merck 公司	2.45 × 10 ⁻¹⁴

2.1.2 纯水和器皿本底的测定

实验中所用试剂均为优级纯,实验用水为 Milli-Q 超纯水。本文针对纯水进行空白试验,两次 AMS 测量结果表明,¹⁰Be/⁹Be比值分别为 4.71 × 10⁻¹⁵和 4.91 × 10⁻¹⁵,表明超纯水完全满足实验要求。本文虽未对试剂本底进行检验,但之后的化学空白实验结果表明本次研究所选试剂满足实验要求。

为检验所用实验器皿对实验结果的影响,设计了新离心管、新离心管 + 新坩埚、新离心管 + 旧坩埚、旧离心管 + 旧坩埚的对比实验。如表 2 所示,无论是重复使用的离心管还是坩埚,均会引入实验误差(¹⁰Be/⁹Be比值均在 10⁻¹⁴量级),而选用新器皿则可使¹⁰Be/⁹Be比值达到 7.49 × 10⁻¹⁵。

表 2 新旧器皿的¹⁰Be/⁹Be比值

⁹ Be标准溶液 实验室编号		描述	¹⁰ Be/ ⁹ Be校正值
Be 2009 - 1519		新离心管	4.92 × 10 ⁻¹⁵
Be 2009 - 1543 - 1		新离心管 + 新坩埚	7.49 × 10 ⁻¹⁵
Be 2009 - 1544 - 1		新离心管 + 旧坩埚	3.09 × 10 ⁻¹⁴
Be 2009 - 1545 - 1		旧离心管 + 旧坩埚	1.87 × 10 ⁻¹⁴

2.1.3 离子交换柱的选择

不同实验室在处理测年样品时采用的离子交换

柱规格不完全相同(填充的离子交换树脂的量也不同),主要有长度为 20 cm(填充离子交换树脂约 15 g)^[24]与 4 cm(填充离子交换树脂 2 g)^[4]两种规格。本文对 20 cm 和 4 cm 两种交换柱利用模拟溶液进行吸附-离析效力对比研究,模拟溶液采用 NCS 研制的 Al、Be、Ca、Mg、Fe 和 Ti 标准溶液配制而成(后文同)。AMS 测量结果表明,采用 20 cm 和 4 cm 交换柱处理后的样品的¹⁰Be/⁹Be 比值分别为 8.48×10^{-15} 和 8.90×10^{-15} ,具有良好的-致性,且回收率均在 80% 以上。由此表明,4 cm 的交换柱不但达到了同样的分离效果,而且因减少了酸和树脂的用量,使得实验成本降低,效率提高。本文选用 4 cm 的离子交换柱。

2.2 沉淀法分离 Be 的提取率

在本文 1.3 节实验步骤(3)中,用 2 mol/L NaOH 调 pH 值为 14 时,理论上 Be²⁺ 应存在于上清液中。但 ICP-AES 测量 Be 含量的结果显示,仍有 20%~30% 的 Be²⁺ 未被提取,表明仍有一定量的 Be²⁺ 吸附于沉积物的表面。因此,在实际样品处理中,离心后的上清液移出后,可用浓 HNO₃ 再次溶解沉淀,并用 2 mol/L NaOH 调 pH 值至 14,离心后将上清液与第一次上清液混合。经过两次溶解-沉淀-离心处理后,Be²⁺ 的提取率可达到 90% 以上。

2.3 洗脱液浓度的选择

分离样品溶液中的 Be 和 Al 是该实验流程的关键步骤,其中从阴离子树脂中洗脱 Al³⁺ 则尤为重要。为获得理想的分离效果,本文设计分步接取模拟溶液的 Be、Al 洗脱液,并用 ICP-AES 测量其中的 Be、Al 浓度,以确定洗脱液的最佳浓度。

(1) 模拟溶液依次通过阳离子树脂、阴离子树脂交换柱;分别用 1.0 mol/L HCl、0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.5 mol/L HCl 混合溶液淋洗。以 1 个柱体积(cv)为单位,分别将淋滤液接至已编号的离心管中,用 ICP-AES 测定 Be、Al 含量(图 1 和图 2)。

从图 1 和图 2 可以看出,除 Be 和 Al 被洗脱外, Ca、Mg、Fe、Ti 等仍被吸附于树脂上。用 1.0 mol/L HCl 洗脱 Be 的效果较为理想(图 1),洗脱回收率可达 98%;然而用 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.5 mol/L HCl 洗脱的 Al 则存在严重拖尾现象,洗脱效果欠佳(图 2)。考虑到不同浓度 HCl 和 H₂C₂O₄ 混合溶液体系会使 Al 在阴离子树脂上的分配系数有所差异^[28],因此有必要重新配制 Al 洗脱液。

(2) 通过多次条件实验,最终采用 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.75 mol/L HCl 混合溶液洗脱 Al,可获得理想效果(图 3)。此时,Al 淋滤曲线不存在拖尾现象,且回收率在 80% 以上。

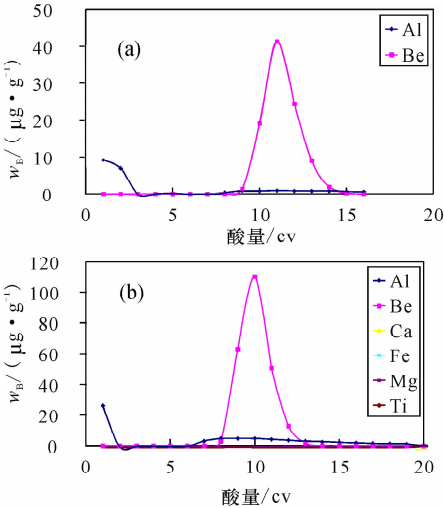


图 1 1.0 mol/L HCl 洗脱吸附于阳离子交换树脂的 Be 的淋滤曲线

Fig. 1 Elution curves of Be on cation exchange resin with 1.0 mol/L HCl

(a) — 化学空白; (b) — 模拟样品。
图 1(b) 中 Ca、Fe、Mg 和 Ti 的淋滤曲线基本与横坐标重合。

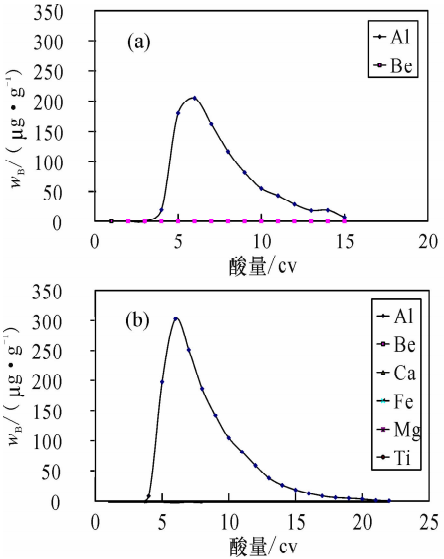


图 2 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.50 mol/L HCl 洗脱吸附于阴离子树脂的 Al 的淋滤曲线

Fig. 2 Elution curves of Al on anion exchange resin with 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.50 mol/L HCl

(a) — 化学空白; (b) — 模拟样品。
图 2(a) 中 Be 的淋滤曲线基本与横坐标重合;
图 2(b) 中 Be、Ca、Fe、Mg 和 Ti 的淋滤曲线基本与横坐标重合。

2.4 总流程回收率

化学实验回收率常被用于检验所用试验方法的准确程度和样品受到环境因素的干扰程度。本文中,化学空白的回收率由加入的⁹Be、²⁷Al 的质量和灼烧好的 BeO、Al₂O₃ 的质量计算得到;对于样品而

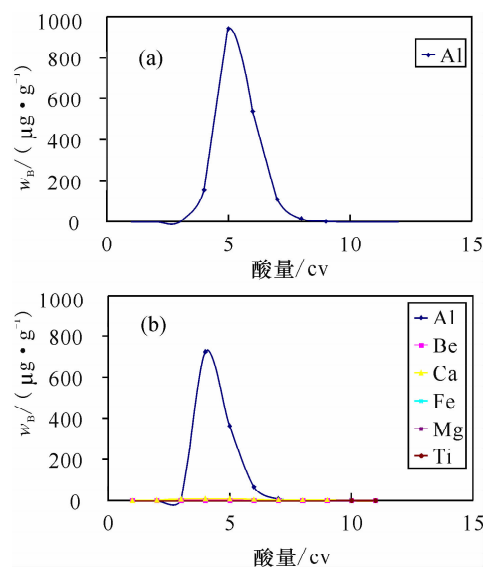


图 3 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.75 mol/L HCl 洗脱吸附于阴离子树脂的 Al 的淋滤曲线

Fig.3 Elution curves of Al anion exchange resin with 0.05 mol/L H₂C₂O₄ + 0.75 mol/L HCl

(a) —化学空白;(b) —模拟样品。

图 3(b) 中 Be、Ca、Fe、Mg 和 Ti 的淋滤曲线基本与横坐标重合。

言,Be 的回收率计算方法与空白的计算方法相同,Al 回收率则由 ICP – AES 测量的²⁷Al 含量与灼烧好的 Al₂O₃ 的质量计算获得。本次研究中 Be 的回收率在 80% 以上,部分可达 90% 以上。Al 的回收率相对较低,但均在 60% 以上。

2.5 化学空白的测量结果

已测量的 13 组化学空白中,¹⁰Be/⁹Be 比值的平均值为 7.48×10^{-15} ,与其他实验室的结果 ($5 \times 10^{-15} \sim 8 \times 10^{-15}$)^[10] 具有可比性。²⁶Al/²⁷Al 比值为 1.96×10^{-15} 。

3 岩石样品测量实例

基于新建实验流程,尝试处理和测量祁连山北部金佛寺南的一个岩石样品 JFS。该样品位于祁连山北侧河流三级阶地之上,低于祁连山现代冰川所在高程约 1000 m,是全新世开始冰川退却后露出地表的冰积砾石,岩性为黑云母二长花岗岩。根据祁

连山前河流三级阶地的¹⁴C 年代研究^[29],野外估计 JFS 样品的年龄为 10 ka 左右。

从样品中提取石英后,按照以上实验流程分离提纯出 Be 和 Al,制成 BeO 和 Al₂O₃ 靶样,在 AMS 上完成测量,计算获得该样品的¹⁰Be 和²⁶Al 浓度(表 3)。

¹⁰Be 和²⁶Al 暴露年龄(*t*) 由下列公式计算:

$$t = -\frac{1}{\lambda} \times \ln\left(1 - \frac{N \times \lambda}{P}\right)$$
 (1)

式中:λ 是核素的衰变常数(a⁻¹),其中 λ_{10Be} = 4.998 × 10⁻⁷,λ_{26Al} = 9.87 × 10⁻⁷;N 是核素浓度(atoms · g⁻¹);P 是核素产率(atoms · g⁻¹ · a⁻¹)。

表 3 JFS 样品的石英和⁹Be 载体质量、¹⁰Be/⁹Be 比值和²⁶Al/²⁷Al 比值

Table 3 Masses of quartz samples and Be carrier, ¹⁰Be/⁹Be ratio and ²⁶Al/²⁷Al ratio

石英质量 <i>m</i> /g	⁹ Be 载体质量 <i>m</i> /mg	¹⁰ Be/ ⁹ Be	相对误差 RE/%	²⁶ Al/ ²⁷ Al	相对误差 RE/%
37.2039	0.5246	1.76×10^{-13}	2.88	1.12×10^{-12}	5.91

¹⁰Be/⁹Be、²⁶Al/²⁷Al 比值分别用 NIST 标准 SRM – 4325、美国加利福尼亚大学伯克利分校空间科学实验室生产的²⁶Al 校正。在¹⁰Be 和²⁶Al 暴露年龄计算中,需要考虑纬度、海拔等对核素产率的影响。高纬海平面的¹⁰Be 和²⁶Al 产率分别取 4.98 atoms/g 和 30.6 atoms/g^[30],运用 Stone 的纬度 – 海拔校正方法^[31],获得采样点的¹⁰Be 和²⁶Al 产率。衰减长度和样品密度分别为 160 g/cm³ 和 2.65 g/cm³。年龄计算结果见表 4。

本文基于¹⁰Be 和²⁶Al 测量获得的暴露年代分别为 (10.7 ± 1.0) ka 和 (10.0 ± 1.2) ka(表 4)。曹兴山^[29]由¹⁴C 年代得出祁连山北麓河流三级阶地形成小于 12 ka。考虑到暴露年龄是漫滩由河流下切而形成阶地的年代,沉积年代是河流尚未下切形成阶地时的年代,即沉积年代早于河流下切年代^[32]。本文年代结果在 ±1σ 范围内小于 12 ka,因此有较高的可信度。

表 4 JFS 样品的¹⁰Be 和²⁶Al 浓度以及¹⁰Be 和²⁶Al 暴露年龄

Table 4 Concentrations of ¹⁰Be and ²⁶Al, exposure age of ¹⁰Be and ²⁶Al

样品	纬度/(°N)	经度/(°E)	海拔/m	样品厚度/cm	浓度/(10 ⁵ atoms · g ⁻¹)		暴露年龄/ka	
					¹⁰ Be	²⁶ Al	¹⁰ Be	²⁶ Al
JFS	39.5608	98.7759	1746.49	5	1.66 ± 0.05	10.90 ± 0.65	10.7 ± 1.0	10.0 ± 1.2

4 结语

本文在前人建立的从石英样品提取和分离 ^{10}Be 和 ^{26}Al 实验流程的基础上,通过选择实验器皿和离子交换树脂分离 Be 和 Al 时所用酸的浓度等系列条件实验,在中国科学院地球环境研究所建立了原地宇宙成因核素 ^{10}Be 和 ^{26}Al 暴露测年研究所需的样品制备实验流程,并将其应用于一个采自祁连山的岩石样品,测量的年代数据与前人研究结果一致。结果表明,建立的实验流程可应用于 ^{10}Be 和 ^{26}Al 暴露测年研究的样品制备。然而,Al 的总流程回收率不是非常理想,极有可能是草酸根尚有残余从而影响 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 不能完全沉淀,有待考证。进一步的研究可尝试将 Al 洗脱液过阳离子树脂交换柱,采用 HCl 或 HNO_3 洗脱 Al,以期获得更理想的实验结果。

致谢:感谢中国科学院地球环境研究所熊晓虎助理研究员在元素含量测定中给予的帮助;感谢南京师范大学地理科学学院沈冠军教授在实验流程设计和文章撰写过程中,提出的宝贵意见和建议。

5 参考文献

- [1] Lal D, Peters B. Cosmic ray produced radioactivity on earth [M] // Fluegge S, Sitte K. Encyclopedia of Physics, Cosmic Rays II. Berlin: Springer Verlag, 1967: 551–612.
- [2] Gosse J C, Phillips F M. Terrestrial *in situ* cosmogenic nuclides: Theory and application [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2001, 20: 1475–1560.
- [3] Kong P, Na C G, Fink D, Zhao X T, Xiao W. Moraine dam related to late Quaternary glaciation in the Yulong Mountains, southwest China, and impacts on the Jinsha River [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2009, 28: 3224–3235.
- [4] Shen G J, Gao X, Gao B, Darry E G. Age of Zhoukoudian *Homo erectus* determined with $^{26}\text{Al}/^{10}\text{Be}$ burial dating [J]. *Nature*, 2009, 458: 198–200.
- [5] Ivy-Ochs S, Kerschner H, Maisch M, Christl M, Kubik P W, Schluchter C. Latest Pleistocene and Holocene glacier variations in the European Alps [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2009, 28: 2137–2149.
- [6] Jiang S, He M, Jiang S S, Wu S Y, Dong Y A, Yang B F, Bao Y W, Guo J Y, Li Z C, Zhao Z Z, Zhang S D, Guo J R. Development of AMS measurements and applications at the CIAE [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 2000, 172 (1–2): 87–90.
- [7] Kong P, Na C G, Fink D, Ding L, Huang F X. Erosion in northwest Tibet from *in-situ*-produced cosmogenic ^{10}Be and ^{26}Al in bedrock [J]. *Earth Surface Processes and Landforms Volume*, 2007, 32(1): 116–125.
- [8] Ballantyne C K, Schnabel C, Xu S. Exposure dating and reinterpretation of coarse debris accumulations (‘rock glaciers’) in the Cairngorm Mountains, Scotland [J]. *Journal of Quaternary Science*, 2009, 24: 19–31.
- [9] Li Y K, Liu G N, Kong P, Harbor J, Chen Y X, Caffee M. Cosmogenic nuclide constraints on glacial chronology in the source area of the Urumqi River, Tian Shan, China [J]. *Journal of Quaternary Science*, 2011, 26(3): 297–304.
- [10] Kong P, Fink D, Na C G, Huang F X. Late Quaternary glaciation of the Tianshan, Central Asia, using cosmogenic ^{10}Be surface exposure dating [J]. *Quaternary Research*, 2009, 72(2): 229–233.
- [11] Kong P, Huang F X, Liu X H, Fink D, Ding L, Lai Q Z. Late Miocene ice sheet elevation in the Grove Mountains, East Antarctica, inferred from cosmogenic ^{21}Ne - ^{10}Be - ^{26}Al [J]. *Global and Planetary Change*, 2010, 72(1–2): 50–54.
- [12] Rood D H, Burbank D W, Finkel R C. Chronology of glaciations in the Sierra Nevada, California, from ^{10}Be surface exposure dating [J]. *Quaternary Science Reviews*, 2011, 30(5–6): 646–661.
- [13] Kim K J, Englert P A J. *In situ* cosmogenic nuclide production of ^{10}Be and ^{26}Al in marine terraces, Fiordland, New Zealand [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 2004, 223–224: 639–644.
- [14] 顾兆炎,许冰,吕延武,Aldahan A, Lal D. 怒江峡谷构造地貌的演化:阶地宇宙成因核素定年的初步结果 [J]. 第四纪研究, 2006, 26(2): 293–294.
- [15] Rixhon G, Braucher R, Bourlès D, Siame L, Bovy B, Demoulin A. Quaternary river incision in NE Ardennes (Belgium)—Insights from $^{10}\text{Be}/^{26}\text{Al}$ dating of river terraces [J]. *Quaternary Geochronology*, 2011, 6(2): 273–284.
- [16] Kong P, Na C G, Fink D, Huang F X, Ding L. Cosmogenic ^{10}Be inferred lake-level changes in Sumxi Co basin, Western Tibet [J]. *Journal of Asian Earth Sciences*, 2007, 29(5–6): 698–703.
- [17] Kong P, Na C G, Brown R, Fabel D, Freeman S, Xiao W, Wang Y J. Cosmogenic ^{10}Be and ^{26}Al dating of paleolake shorelines in Tibet [J]. *Journal of Asian Earth Sciences*, 2011, 41(3): 263–273.
- [18] 吕延武,顾兆炎, Aldahan A, 张虎才, Possnert G, 雷国良. 内蒙古额济纳盆地戈壁 ^{10}Be 暴露年龄与洪积作用的演化 [J]. 科学通报, 2010, 27(Z2): 2719–2727.
- [19] 周卫健, 卢雪峰, 武振坤, 赵稳年, 黄春海, 李琳琅, 程鹏. 西安加速器质谱中心多核素分析的加速器质

- 谱仪[J].核技术,2007,30(8):702–708.
- [20] Zhou W J, Lu X F, Wu Z K, Zhao W N, Huang C H, Li L L, Cheng P, Xin Z H. New results on Xi'an-AMS and sample preparation systems at Xi'an-AMS center [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*,2007,262:135–142.
- [21] Lal D. *In-situ* produced cosmogenic isotopes in terrestrial rocks [J]. *Annual Review of Earth and Planetary Sciences*,1988,16: 355–388.
- [22] Vogt S, Herpers U, Fresenius Z. Radiochemical separation techniques for the determination of long-lived radionuclides in meteorites by means of accelerator-mass-spectrometry [J]. *Journal of Analytical Chemistry*, 1988,331(2):186–188.
- [23] Child D, Elliott G, Mifsud C, Smith A M, Fink D. Sample processing for earth science studies at ANTARES [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*,2000,172: 856–860.
- [24] Ivy-Ochs S. The dating of rock surfaces using *in situ* produced ^{10}Be , ^{26}Al and ^{36}Cl , with examples from Antarctica and the Swiss Alps[D]. USA: Oregon State University,1996.
- [25] 武振坤,周卫健,刘敏,余华贵,潘彩文,孔祥辉,卢雪峰. 黄土样品的 BeO 制备及 AMS 测量 [J]. 核技术, 2008,31(6):427–432.
- [26] Isotope separation quartz chemistry: ^{10}Be and ^{26}Al extraction [EB/OL]. <http://www.physics.purdue.edu/primelab/MSL/Flowchart%20copy.jpg>.
- [27] Nishiizumi K, Imamura M, Caffee M W, Southon J R, Finkel R C, McAninch J. Absolute calibration of ^{10}Be AMS standards [J]. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*,2007,258:403–413.
- [28] 杭州大学化学系分析化学教研室. 分析化学手册(第二分册)[M]. 北京:化学工业出版社,1997:185.
- [29] 曹兴山. 河西走廊全新统 [J]. 甘肃地质,1989(10): 1–19.
- [30] Balco G, Stone O J, Lifton A N, Dunai J T. A complete and easily accessible means of calculating surface exposure ages or erosion rates from ^{10}Be and ^{26}Al measurements [J]. *Quaternary Geochronology*, 2008, 3:174–195.
- [31] Stone O J. Air pressure and cosmogenic isotope production [J]. *Journal of Geophysical Research*, 2000,105 (B10): 23753–23759.
- [32] 张培震,李传友,毛凤英. 河流阶地演化与走滑断裂滑动速率 [J]. 地震地质, 2008, 30(1): 44–57.