ICS 73.080
CCS D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.10—202X
代替 DZ/T 0184.9-1997

地质样品同位素分析方法 第10部分：地质样品 碳-14年龄测定 液闪能谱法

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 10: Determination of Carbon-14 age for geological samples - Liquid scintillation energy spectrometry

（报批稿）

202X－XX－XX 发布　　202X－XX－XX 实施

中华人民共和国自然资源部　　发 布

目　　次

前　　言 II
引　　言 IV
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 术语和定义 1
4 方法原理 1
5 试剂和材料 1
6 仪器设备 2
7 分析步骤 2
7.1 试样的预处理 2
7.2 CO_2 的制备 2
7.3 CO_2 的纯化 3
7.4 Li_2C_2 的制备 3
7.5 C_2H_2 的制备与纯化 3
7.6 合成苯 3
7.7 ^{14}C 年龄测定 3
8 分析结果的计算和表述 4
8.1 年龄及误差的计算 4
8.2 ^{14}C 年代测定数据处理步骤 4
8.3 年龄误差数据处理步骤 5
9 精密度和正确度 6
10 质量保证和控制 6
附　录　A　（资料性）　^{14}C 测年示意图 7
附　录　B　（资料性）　现代碳标准 9
附　录　C　（资料性）　试样预处理方法 10
C.1 有机碳试样 10
C.2 无机碳试样 10
C.3 特别处理 10

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件为DZ/T 0184-202X的第10部分。DZ/T 0184已经发布了以下部分：

——第1部分：总则和一般规定；
——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法；
——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法；
——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法；
——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法；
——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法；
——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法；
——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法；
——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定　α能谱法；
——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定　α能谱法；
——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定　γ能谱法；
——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定　γ能谱法；
——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法；
——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法；
——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法；
——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法；
——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定　五氟化溴法；
——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法；
——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法；
——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法；
——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法；
——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法；
——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法；
——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替DZ/T 0184.9—1997《同位素地质样品分析方法 第9部分：^{14}C年龄测定》，与DZ/T 0184.9—1997相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 增加了“前言”和“引言”（见前言、引言）；
b) 增加了一般性警示内容（见警示）；
c) 修改了方法原理（见4）；
d) 调整了章节顺序（删除了方法提要，增加了规范性引用文件、术语和定义）；
e) 修改了试剂和材料（见5）；
f) 修改了仪器设备参数（见6）；
g) 修改了分析结果的计算和表述（见8）；
h) 删除了稀释技术（见1997版的条目8）；
i) 修改了质量保证和控制（见10）；
j) 增加了燃烧装置、合成与分解装置的示意图（见附录A）；
k) 修改了附录C的内容（见附录C）。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC 93）归口。

本文件起草单位：中国地质调查局青岛海洋地质研究所。

本文件主要起草人：张剑、何乐龙、隋卫东。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1997年首次发布为DZ/T 0184.9—1997；

——本次为第一次修订。

引　言

运用地质样品同位素分析方法行业标准，严格规范分析技术要求，提交客观、可靠的同位素测试数据，是地质调查和地球科学研究工作可持续发展的重要保证。现行的行业标准 DZ/T 0184.1～22-1997《同位素地质样品分析方法》，在地质样品同位素分析工作中发挥了重要作用。然而，自 1997 年发布实施以来一直未作过相应修订。随着地球科学研究的纵深发展，新的同位素实验室、新技术方法与新仪器日益增多，DZ/T 0184-1997 已无法满足实际应用需求，修订该系列标准已是迫在眉睫。

本次修订工作，依据各方法使用和发展状况，将原22个标准修订为21个标准（DZ/T 0184.2-1997与DZ/T 0184.3-1997合并修订为1个方法），新制定16个标准方法。修订后的DZ/T 0184更名为《地质样品同位素分析方法》，由37个部分构成。

——第1部分：总则和一般规定。旨在确立同位素分析中需要遵守的总体原则和相关规则。

——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值的分析方法。

——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值的分析方法。

——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、同位素稀释热电离质谱法测定脉石英铷-锶体系同位素年龄的分析方法。

——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、蒸馏法分离—电感耦合等离子体质谱法测定辉钼矿铼-锇体系同位素年龄的分析方法。

——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品钾-氩体系同位素年龄的分析方法。

——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品氩-氩同位素年龄及氩同位素比值的分析方法。

——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法。旨在确立液体闪烁能谱法测定地质样品碳-14地质年龄的分析方法。

——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定碳酸盐岩铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值的分析方法。

——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定海洋、湖泊沉积物^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{137}Cs含量及其地质年龄的分析方法。

——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、多接收电感耦合等离子体质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、四氯化碳萃取分离、微蒸馏纯化、负热电离质谱法测定岩石样品锇同位素组成的分析方法。

——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定锆石铪同位素组成的分析方法。

——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立氧化亚铜法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立碳酸钠-氧化锌半熔法和五氧化二钒法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫酸盐矿物硫同位素组成的分析方法。

——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法。旨在确立五氟化溴法转化收集SF_6、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法。旨在确立五氟化溴法转化收集SiF_4、双路进样气体同位素质谱法测定地质样品硅同位素组成的分析方法。

——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硅酸盐和氧化物矿物氧同位素组成的分析方法。

——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水和非含氧矿物包裹体水氧同位素组成的分析方法。

——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法。旨在确立二氧化碳-水平衡交换法收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法。旨在确立磷酸法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定微量古生物化石中碳酸盐碳氧同位素组成的分析方法。

——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、大气降水中溶解无机碳碳同位素组成的分析方法。

——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立燃烧法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、海水中颗粒有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法。旨在确立燃烧法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定地表水中溶解有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立气相色谱分离—燃烧—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定天然气单体烃碳同位素组成的分析方法。

——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法。旨在确立金属锌还原法转化收集氢气、双路进样气体同位素质谱法测定水和含氢矿物氢同位素组成的分析方法。

——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定地下水、地表水、大气降水氢同位素组成的分析方法。

——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法。旨在确立激光光谱法测定地下水、地表水、大气降水氢氧同位素组成的分析方法。

——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定电气石、硼镁石等富硼矿物硼同位素组成的分析方法。

本文件为DZ/T 0184-202X《地质样品同位素分析方法》的第10部分，采用超低本底液体闪烁能谱技术，实现了地质样品中^{14}C放射性活度浓度的测定，并计算出被测样品的碳-14地质年龄。

地质样品同位素分析方法
第10部分：地质样品 碳-14年龄测定 液闪能谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用锂法化学制样，超低本底液体闪烁能谱法测定地质样品^{14}C年龄的方法。

本文件适用于距今年龄在200～40000年的有机碳样品和无机碳样品的^{14}C年龄测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

DZ/T 0130.8 地质矿产实验室测试质量管理规范 第8部分：地质样品同位素分析

3 术语和定义

DZ/T 0184.1对涉及到的术语进行了定义，本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

自然界中^{14}C的产生与其在自然界的交换处于平衡状态。一旦含碳物质停止与外界发生交换（例如有机体—动物和植物—的死亡，无机体—碳酸盐的结晶和沉淀），那么，该物质中^{14}C不再与外界交换，内部的放射性^{14}C按指数规律反应，根据试样中^{14}C减少的程度，可以计算试样“死亡”的年代。

用燃烧法或酸解法将试样中的碳转化为二氧化碳，用金属锂将生成的二氧化碳转化为乙炔，将乙炔合成为苯，苯中加入闪烁液，用超低本底液体闪烁能谱仪测定^{14}C的放射性活度浓度并计算被测样品的年龄。

5 试剂和材料

5.1 盐酸，ρ=1.19g/mL，分析纯。**警示——盐酸具有极强的腐蚀性，如接触皮肤或进入眼睛会造成难以治愈的灼伤，需小心操作。**

5.2 氢氧化钠，ρ=2.13g/cm^3，分析纯。**警示——氢氧化钠具有极强的腐蚀性，如接触皮肤或进入眼睛会造成难以治愈的灼伤，需小心操作。**

5.3 无水乙醇，ρ=0.79g/mL，分析纯。

5.4 苯，ρ=0.879 g/mL，优级纯。**警示——苯具有极强的挥发性和毒害性，如接触皮肤或吸入肺部会造成难以治愈的伤害，需小心操作！**

5.5 乙醚，ρ=0.713 g/mL，分析纯。**警示——乙醚具有极强的挥发性和毒害性，如接触皮肤或吸入肺部会造成难以治愈的伤害，需小心操作！**

5.6 去离子水（符合 GB6682 规定的二级水）。

5.7 盐酸溶液，c=1mol/L～3mol/L，利用（5.1）和（5.6）配制。

5.8 氢氧化钠溶液，w（NaOH）=1.5%，利用（5.2）和（5.6）配制。

5.9 金属锂，纯度 99.9%，铝塑袋真空包装或惰性气体包装。**警示——金属锂具有强碱性，如遇水会产生剧烈反应而造成伤害，需小心操作！**

5.10 液氮。**警示——液氮具有极低的温度，如接触皮肤易造成冻伤，需小心操作！**

5.11 铬催化剂。

5.12 现代碳标准（见附录 B）。

5.13 闪烁液（市售）。

5.14 氧气，纯度 99%。

5.15 氮气，纯度 99%。

5.16 集苯瓶。

5.17 管形瓶。

6 仪器设备

6.1 超低本底液体闪烁能谱仪：^{14}C 探测效率＞60%，本底＜1cpm。

6.2 玻璃真空系统（附录图 A3），主要包括冷阱、真空泵、储气瓶和真空表等。

6.3 真空表，0～-0.1MPa。

6.4 燃烧装置（附录图 A4），主要包括炉体、加热器、温控器等，温度范围：室温～700℃。

6.5 酸解装置，主要包括酸解瓶和分液漏斗。

6.6 合成与分解装置（附录图 A5），主要包括炉体、加热器、温控器、注水漏斗等。温度范围：室温～900℃。

6.7 真空泵，抽气速率 4 L/s，极限真空 6×10^{-2}Pa。

6.8 苯反应器，包括玻璃反应柱、集苯瓶、加热器、温控器等。温度范围：室温～500℃。

6.9 测量瓶（聚四氟乙烯或玻璃），10mL。

6.10 分析天平，感量 0.1mg。

6.11 天平，感量 1mg。

7 分析步骤

7.1 试样的预处理

^{14}C测年试样在化学制样之前，须经必要的预处理（附录C）以去除试样中的杂物，尽可能去除与试样形成年代不同的含碳物质。

7.2 CO_2的制备

7.2.1 有机碳试样制备 CO_2

取适量含有机碳的试样，置于燃烧装置（6.4）中并封闭，一端通入氧气（5.14），另一端与真空系统（附录图A2）联接。用真空泵（6.7）抽真空系统约10 min，停止抽气。开启燃烧装置，当温度升至100℃时，慢慢通入氧气（5.14），系统压力近于1×10^5 Pa时，控制抽气量和通入氧气的流量，逐渐升高燃烧装置温度，当温度达到350℃时，检查是否继续生成CO_2。将生成的CO_2经过两个-80℃的低温冷阱（使用5.3和5.10调配）除水，收集在液氮冷阱中。当温度达到500 ℃时控制升温速度，确保燃烧充分。待大部分CO_2收集后，将燃烧装置继续升温至800 ℃，检查是否有CO_2继续生成。若无CO_2生成，停止收集CO_2，用真空泵抽真空系统近于真空。

7.2.2 无机碳试样制备 CO_2

取适量无机碳试样，置于酸解装置（6.5）内，抽气至近于真空。加盐酸溶液（5.7）分解，生成的CO_2经过两个-80 ℃的低温冷阱（使用5.3和5.10调配）除水，收集在液氮冷阱中。当样品不再发生反应时，停止收集CO_2，用真空泵抽真空系统近于真空。

7.3 CO_2 的纯化

利用真空系统中收集CO_2的冷阱，升华CO_2，再通过-80℃的低温冷阱（使用5.3和5.10调配）除水，将CO_2收集在液氮冷阱中，用真空泵去除水蒸气和其他杂质气体。反复分馏纯化二次，将纯化的CO_2导入储气瓶（附录图A3）。

7.4 Li_2C_2 的制备

根据收集CO_2的气量，放置过量的金属锂（5.9）于合成与分解装置（6.6）中并密封。抽气、升温，当内部真空度达到5 Pa，温度升至600 ℃时停止抽气。继续升温至约700℃时，通入纯化好的CO_2气体。待CO_2与Li反应完毕，升温至900 ℃，恒温45 min，然后抽气10 min～20 min，停止加热，自然冷却至室温。

7.5 C_2H_2 的制备与纯化

用真空泵对合成与分解装置抽气约10 min后，缓慢注入去离子水（5.6），制备生成C_2H_2，并经低温冷阱除水后收集在液氮冷阱中。生成的杂质气体及时用真空泵抽走后，加少许盐酸溶液（5.7）提高C_2H_2产率。C_2H_2的纯化参照步骤7.3进行。

7.6 合成苯

在苯反应器（6.8）中装入12 g~15 g铬催化剂（5.11），升温，通入氧气，待苯反应器（6.8）温度达到500 ℃时恒温60 min，停止通氧，停止加热。装上集苯瓶（5.16），与玻璃真空系统连接。使用真空泵（6.7）抽气。待苯反应器（6.8）达到500℃且真空度达到1Pa左右，停止加热和抽气，并自然冷却至100℃。装上冷却水套，用液氮控制乙炔的升华量，保持合成温度在80 ℃～120 ℃。合成反应完成后，取下集苯瓶（5.16），收集合成的苯，放置在管形瓶（5.17）中，在-18 ℃下保存15 d后测量。

7.7 ^{14}C 年龄测定

7.7.1 配液

将步骤7.6合成好的苯装入测量瓶（6.9）中，用分析天平（6.10）准确称量苯（5 mL）的质量。合成苯不足5 mL时，称量后用市售优级纯苯（5.4）补足，并加入闪烁液（5.13）。

7.7.2 测量

7.7.2.1 样品测量

将待测样品的测量瓶置于超低本底液闪能谱仪（6.1）的测量盘中，按照设定好的仪器参数测量1000min。

7.7.2.2 标准和本底测量

按上述测量程序，测量现代碳标准（5.12）和本底，测量3次~5次，测量结果用于^{14}C年龄计算。

8 分析结果的计算和表述

8.1 年龄及误差的计算

在计算试样^{14}C年龄时，将试样计数率换算成每克苯的净计数率，再与标准的每克苯的净计数率相比较，由公式计算其^{14}C年龄：

$$T = \tau \cdot \ln（A_0 / A_{SA}） \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：T——样品的^{14}C年龄，单位为年（a）；

τ——^{14}C的平均寿命8267a；

A_0——现代碳^{14}C放射性活度浓度；

As_A——样品^{14}C放射性活度浓度。

由误差传递公式计算年龄误差

$$\delta T = \tau \cdot \sqrt{[\left(\frac{\delta A_o}{A_o}\right)^2 + \left(\frac{\delta A_{sA}}{A_{sA}}\right)^2]} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：δT——年龄误差；

δA_o——现代碳^{14}C放射性活度浓度的误差；

δA_{SA}——样品碳^{14}C放射性活度浓度的误差。

8.2 ^{14}C 年代测定数据处理步骤

8.2.1 平均计数率的计算

$$C_{SA}=N_{SA} / t_{SA} \quad C_0=N_0 / t_0 \quad C_B=N_B / t_B \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

C_{SA}——样品的平均计数率，单位为每分钟计数（cpm）；

C_B——本底的平均计数率，单位为每分钟计数（cpm）；

C_0——现代碳的平均计数率，单位为每分钟计数（cpm）；

N_{SA}——样品测量的总计数；

N_0——现代碳测量的总计数；

N_B——本底测量的总计数；

t_{SA}——样品测量的时间；

t_o——现代碳测量的时间；

t_B——本底测量的时间。

8.2.2 净计率的计算

$$C_{SAJ}=C_{SA}-C_B \quad C_{0J}=C_0-C_B \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

C_{SAJ}——样品净计数率；

C_{0J}——现代碳净计数率。

8.2.3 合成苯质量的计算

$$m_{SA}=m_{SAZ}-m_{SAP} \quad m_0=m_{0Z}-m_{0P} \cdots\cdots(5)$$

式中：

m_{SA}——样品的质量，单位为克（g）；

m_{SAZ}——样品与样品瓶的质量，单位为克（g）；

m_{SAP}——样品瓶的质量，单位为克（g）；

m_o——现代碳的质量，单位为克（g）；

m_{oZ}——现代碳与样品瓶的质量，单位为克（g）；

m_{oP}——现代碳与样品瓶的质量，单位为克（g）。

8.2.4 样品质量计数率的计算

$$A_{gSA}=\frac{C_{SAJ}}{m_{SA}} \quad A_{g0}=\frac{C_{0J}}{m_0} \cdots\cdots(6)$$

式中：

A_{gSA}——样品质量计数率，单位为每克每分钟计数（cpm/g）；

A_{g0}——现代碳质量计数率，单位为每克每分钟计数（cpm/g）。

8.2.5 样品的放射性活度浓度计算

$$A_{SA}=\frac{A_{gSA}}{1.08\eta} \quad A_0=\frac{A_{g0}}{1.08\eta} \cdots\cdots(7)$$

式中：

A_{SA}——样品的放射性活度浓度，单位为每克每分钟衰变数（dpm/g）；

A_0——现代碳的放射性活度浓度，单位为每克每分钟衰变数（dpm/g）；

η——仪器的探测效率。

8.3 年龄误差数据处理步骤

8.3.1 平均计数率误差的计算

$$\delta_{SA1}=\sqrt{C_{SA}/t_{SA}} \quad \delta_{01}=\sqrt{C_0/t_0} \quad \delta_B=\sqrt{C_B/t_B} \cdots\cdots(8)$$

式中：

δ_{SA1}——样品的平均计数率误差；

δo_1——现代碳的平均计数率误差；

δ_B——本底的平均计数率误差。

8.3.2 纯计数率误差的计算

$$\delta_{SA2}=\sqrt{\delta_{SA1}^2+\delta_B^2} \quad \delta_{02}=\sqrt{\delta_{01}^2+\delta_B^2} \cdots\cdots(9)$$

式中:

δ_{SA2}——样品的纯计数的相对误差；

δo_2——现代碳的纯计数的相对误差

8.3.3 纯计数率相对误差的计算

$$\delta_{SA3}=\frac{\delta_{SA2}}{C_{SA}} \quad \delta_{03}=\frac{\delta_{02}}{C_0} \quad \cdots\cdots(10)$$

式中：

δ_{SA3}——样品纯计数率相对误差；

δ_{03}——现代碳纯计数率相对误差。

8.3.4 每克碳放射性活度浓度的误差

$$\delta A_{SA}=\frac{\delta_{SA3}A_{SA}}{1.08\eta} \quad \delta A_0=\frac{\delta_{03}A_0}{1.08\eta} \quad \cdots\cdots(11)$$

9 精密度和正确度

对于距今200~20000年的样品，本方法测定的^{14}C年龄的相对不确定度为±5%。对于年龄20000~40000年的样品，由于大气中^{14}C比度的变化，其相对不确定度为±10%。

10 质量保证和控制

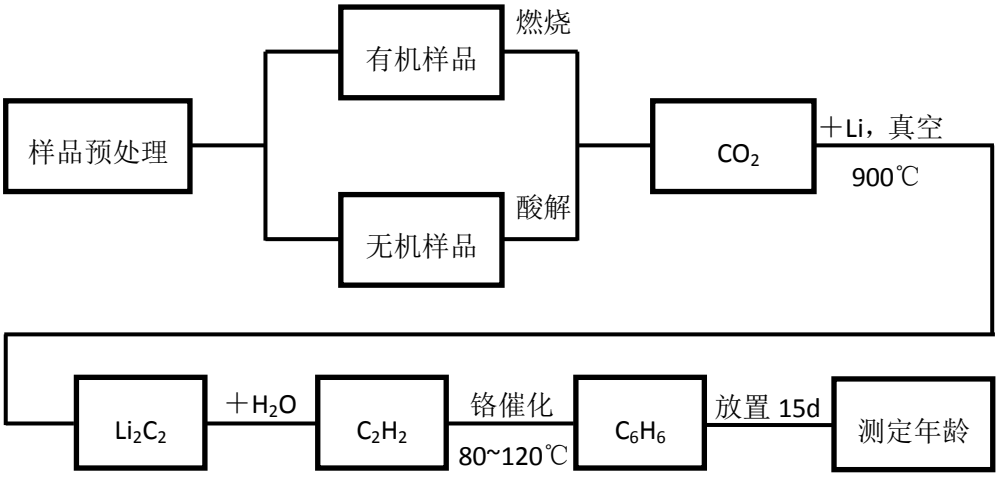
10.1 样品测试过程中，质量控制要求应符合 DZ/T 0130.8《地质矿产实验室测试质量管理规范 第 8 部分：地质样品同位素分析》的规定。使用的仪器应定期进行检定或校准，确保有效期内使用。

10.2 ^{14}C 放射性测量是相对测量，需要严格控制糖碳和本底碳相同的试样制备和测量条件，为了确保年龄数据的准确性，必须定期制备糖碳和本底碳的合成苯，并进行测量和比较。糖碳标准的有关数据列于附录 B 中。

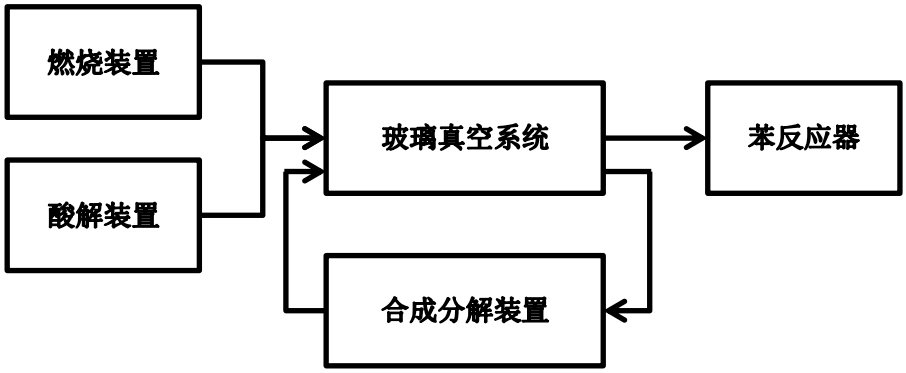
10.3 每更换一批蒸馏水都必须重新使用糖碳和本底碳合成苯，以避免水中含氚量不同而引起的误差。每配制一批浓缩闪烁液也须重复该项工作。

10.4 每次试验结束，应及时清洗合成与分解装置（6.6），并加热至 900 ℃、恒温 60 min 以清除记忆效应。

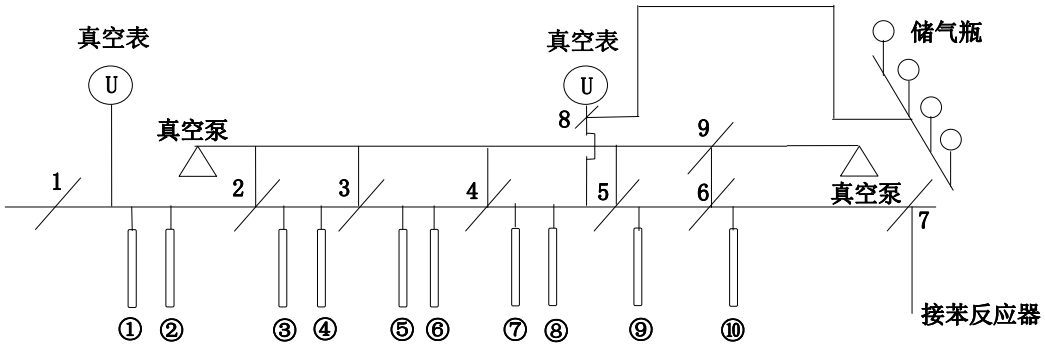
附 录 A
（资料性）
^{14}C 测年示意图



图A.1 ^{14}C 测年方法总框图

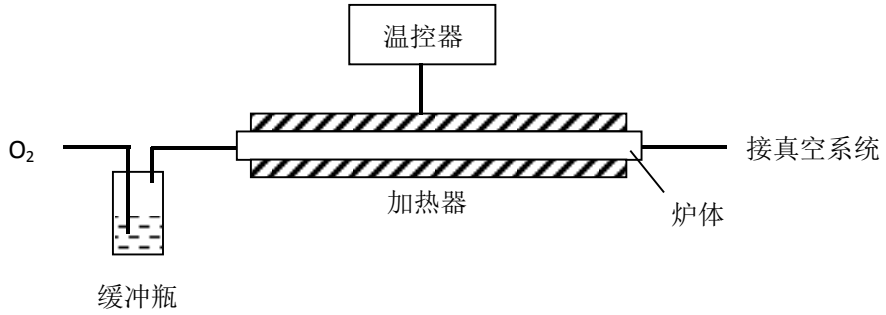


图A.2 各系统连接示意图

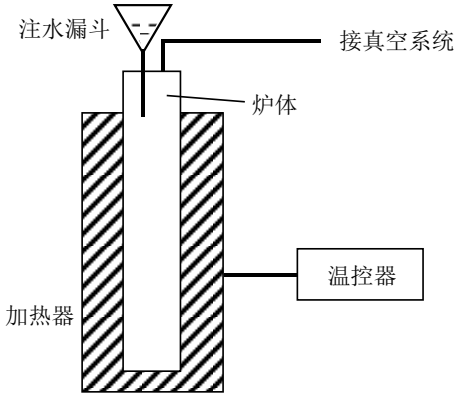


注：图中1~9为真空活塞；①~⑩为冷阱或其他容器接口

图A.3 玻璃真空系统示意图



图A.4 燃烧装置示意图



图A.5 合成与分解装置示意图

附 录 B
（资料性）
现代碳标准

经国家技术监督局批准为国家实物标准的糖碳（GSB A650001-87）相对于国际标准（NBS 草酸；AUN（澳大利亚国立大学）蔗糖；IAEA（国际原子能机构）维也纳淀粉，海德堡碳酸盐等）的^{14}C放射性比度的平均比值为R(糖碳/国际标准)=1.362±0.002；糖碳标准相对于国际标准PDB的$\delta^{13}C$值为$\delta^{13}C$=-19.32±0.56‰。

附 录 C
（资料性）
试样预处理方法

C.1 有机碳试样

主要包括植物、木炭、松散沉积物和泥炭等试样。

首先采用挑选、破碎、切割方式清除有机试样中与测年无关的碳物质（肉眼可见）。

植物、木炭等用氢氧化钠溶液（5.8）浸煮30min，除去腐殖酸，倾出氢氧化钠溶液后，用去离子水（5.6）漂洗至中性。用盐酸溶液（5.7）加热浸煮30min，用去离子水（5.6）反复冲洗至近中性，烘干备用。

松散沉积物、泥炭等用氢氧化钠溶液（5.8）处理，以清除腐殖酸，再用盐酸溶液（5.7）反复浸泡、搅动，溶解其中的碳酸盐类，直到加入盐酸不再发生气泡为止，用去离子水（5.6）反复冲洗至中性，烘干待用。

C.2 无机碳试样

主要包括贝壳、钟乳石、石笋、钙华、泉华、珊瑚、钙结核等试样。

采用破碎、切割等方式清除无机试样中与测年无关的部分（肉眼可见）。

试样（贝壳应选用同一种属）用去离子水（5.6）冲洗干净，再用盐酸溶液（5.7）清洗，用去离子水（5.6）反复冲洗至中性，烘干待用。

C.3 特别处理

植物、木炭试样经过酸、碱处理后应干馏成纯碳。该过程可以在燃烧装置（6.4）内进行，通入氮气（5.15）于550℃恒温30min。干馏后的试样可放入合成与分解装置（6.6）内与锂直接反应，合成碳化锂。