ICS 73.080
CCS D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.13—202X

地质样品同位素分析方法 第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 13: Determination of lead-210 geological age for sediments - Gamma 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 1
7 分析步骤 2
7.1 样品采集与预处理 2
7.2 称量与存放 2
7.3 空白测量 2
7.4 测量 2
7.5 能量刻度 2
7.6 效率刻度 2
7.7 存储、获取数据 3
8 分析结果的计算和表述 3
8.1 样品和标准物质核素 M 的净计数率计算 3
8.2 样品核素 M 的放射性活度浓度计算 4
8.3 样品 ^{226}Ra 的放射性活度浓度计算 4
8.4 样品 $^{210}Pb_{ex}$ 的放射性活度浓度计算 4
8.5 样品核素 M 单位时间的统计误差计算 4
8.6 样品核素 M 放射性活度浓度的统计误差计算 5
8.7 年龄计算 5
8.8 沉积速率计算 5
9 精密度和正确度 5
10 质量保证和控制 5
附　录　A　（资料性）　探测下限 6
附　录　B　（资料性）　方法精密度与正确度 7

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13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。

本文件为新制定标准。

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/TC93）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：刁少波、徐磊、何乐龙、辛文彩。

本文件于202X年首次发布。

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13部分，采用γ能谱技术，实现了陆相和海相沉积物中^{210}Pb和^{226}Ra的放射性活度浓度测定，进而计算出沉积物样品的沉积速率以及不同深度样品的地质年龄。

地质样品同位素分析方法
第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ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

本文件规定了陆相、海相沉积物^{210}Pb地质年龄和现代沉积速率的测定方法。

本文件适用于陆相、海相沉积物^{210}Pb和^{226}Ra放射性活度浓度γ能谱法的测定。

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

^{238}U衰变系列的中间子体^{222}Rn由地表释放进入大气中，大部分时间停留在对流层并衰变为^{210}Pb，^{210}Pb沉降到地面，与土壤中的有机物结合或与海洋、湖泊或河流中的氧化铁、氧化镁一起沉淀为沉积物。通过测定沉积物^{210}Pb的放射性活度浓度，可以计算出沉积物样品的沉积速率并计算不同深度样品的年龄。

5 试剂和材料

5.1 玻璃表面皿，φ80 mm。

5.2 塑料样品盒，φ12×80 mm。

5.3 塑料样品盒，φ68×60 mm。

5.4 塑料样品盒，φ68×30 mm。

5.5 塑料样品盒，φ68×10 mm。

6 仪器设备

6.1 高纯锗多道γ能谱仪，能量分辨率 < 2.3 keV，本底< 2 cps。

6.2 分析天平，感量 0.1mg。
6.3 干燥箱，室温～200℃。
6.4 玛瑙研钵，Φ200mm。

7 分析步骤

7.1 样品采集与预处理

样品为一定深度的沉积物岩心中不同深度采集的沉积物。剖开岩心，选择岩性一致、分布均匀的岩心取样。样品采集的厚度≤10 mm，每个样品按照等间距方式取样。例如，采用10 mm、20 mm或 30 mm及以上的间距采集样品。

采集一定质量的样品，放入表面皿（5.1）中，放置在烘箱（6.3）中100℃条件下烘干，用玛瑙研钵（6.4）研细至粒径小于0.15 mm待用。

7.2 称量与存放

样品质量根据探测器的类型进行选取，井型探测器干燥样品的质量要求一般在10 g~20 g左右，平面型探测器干燥样品的质量要求在20 g以上。

使用井型探测器测定时，选择井型的塑料样品盒（5.2）。样品放入塑料样品盒（5.2）后，压实并用分析天平（6.2）准确称量样品的质量，密封放置15d以上测定。

使用平面型探测器测定时，根据样品的质量选择合适的塑料样品盒（5.3、5.4或5.5），样品在200 g以上装入大号的塑料样品盒（5.3），样品在50 g~200 g以下装入中号的塑料样品盒（5.4），样品在50 g以下装入小号的塑料样品盒（5.5），压实并用分析天平（6.2）精确称量样品的质量，密封存放15d以上测定。

以上两种探测器测定样品时，一个岩心中不同深度样品的质量应基本相同。

7.3 空白测量

每批样品测量前后，应各带一个空白样品，与测量样品一样平行测定。若本底过高，超过规定水平，表明存在污染，应查明原因。

7.4 测量

打开高纯锗多道γ能谱仪（6.1）铅室，将存放15 d的样品放置在铅室内的探头上（中心位置），关闭铅室。按操作规程进行样品的测量。测量时间一般设置为24 h，若观察到计数率较高，可缩短测量时间。

7.5 能量刻度

用能量刻度源粗略获取能谱，调整高纯锗多道γ能谱仪（6.1）放大器的放大倍数，多道分析器的能量覆盖范围为0~1500 keV。将能量刻度源放置在与探测器保持适当距离的位置，获取谱图，死时间小于5%，同时使全能峰有足够的净计数。探测器对^{60}Co的1332.5 keV γ射线的能量分辨率小于2.3keV。

7.6 效率刻度

7.6.1 相对比较法效率刻度

本标准要求分析^{210}Pb和^{226}Ra， ^{226}Ra需要测定其子体^{214}Pb和^{214}Bi，因此不必通过制备一系列标准源的方法建立整个分析能谱区的效率刻度曲线，而只是制备含有一定放射性活度浓度^{210}Pb、^{214}Pb和^{214}Bi的效率刻度放射性标准物质即可进行相对测定，该标准物质应具备以下条件：

a) 标准物质应与检测试样具有相同尺寸、相同材质的塑料样品盒，从而保证与检测试样的几何形状、体积完全相同，且永久密封。
b) 标准物质应与检测试样的基质密度、化学组成几近相同。
c) 标准物质中 ^{210}Pb、^{214}Pb 和 ^{214}Bi 在源内的分布是均匀的，其放射性活度浓度值可溯源到国家或国际基准，且给出不确定度和置信度。

7.6.2 无源效率刻度

假定样品和探测器基本参数、样品与探测器空间关系已建立的情况下，不借助放射源标准物质标定，直接进行探测器对样品放射性探测效率的模拟计算。

无源效率刻度方法测定海洋沉积物放射性核素应当符合以下条件：

a) 探测器必须经过空间效率响应标定，标定数据必须可溯源。仪器应附带出厂前无源效率刻度验证报告，该报告应可溯源。
b) 定期用无源效率刻度软件对多个不同核素、不同活度、不同基质和不同形状的国家标准物质进行放射性核素活度浓度的计算，且与标准的放射性核素活度浓度值对比。进行高纯锗多道γ能谱仪（6.1）校准，校准后方可使用。
c) 无源效率刻度软件中输入的样品及样品盒几何参数、样品与探测器的空间参数、样品密度、样品盒密度与真实值的相对偏差应优于 2%。对样品基质和样品盒化学组成的描述应满足主要元素质量百分比含量与真实值的相对偏差优于 10%。

7.7 存储、获取数据

按仪器操作规程存储谱图。从能谱图中选择^{210}Pb（46.5 keV）、^{214}Pb（351.9 keV）和^{214}Bi（609.3 keV）能谱的位置，选择合适的峰宽，分析软件自动给出该核素的总计数、净计数、能量分辨率和半峰宽等数据。记录^{210}Pb、^{214}Pb和^{214}Bi的测量时间、总计数、净计数和能量分辨率。

在样品谱图获取之前或者之后应当进行本底测定（推荐48 h），以备在结果计算时本底扣除使用。

8 分析结果的计算和表述

使用相对比较法效率刻度方式进行计算的实验者还要在相同的谱仪电子学参数和能量刻度条件下对效率刻度标准物质进行能谱获取并存盘。

8.1 样品和标准物质核素 M 的净计数率计算

$$C_{SAM}=\frac{n_{SAE}}{t_{SA}}-\frac{n_{BE}}{t_B}\quad C_{STM}=\frac{n_{STE}}{t_{ST}}-\frac{n_{BE}}{t_B}\cdots\cdots(1)$$

式中：

C_{SAM}——样品核素M特征峰E的净计数率；

C_{STM}——标准物质核素M特征峰E的净计数率；

n_{AE}——样品核素M特征峰E的总计数；

t_{SA}——样品的测量时间，单位为分钟（min）；

n_{TE}——标准物质核素M特征峰E的总计数；

t_{ST}——标准物质的测量时间，单位为分钟（min）；

n_{AE}——空白样品核素M特征峰E的总计数；

t_B——空白样品的测量时间，单位为分钟（min）。

8.2 样品核素 M 的放射性活度浓度计算

$$A_{SAM}=\frac{c_{SAM}}{c_{STM}}\cdot\frac{m_{ST}}{m_{SA}}\cdot A_{STM} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_{SAM}——样品核素M的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)；

A_{STM}——标准物质核素M的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)；

m_{SA}——样品的质量，单位为克（g）；

m_{ST}——标准的质量，单位为克（g）。

使用无源效率刻度方式应按照要求输入刻度参数，由计算机自动进行效率计算，建立效率刻度曲线。选择要分析核素M的特征峰E，从效率曲线中找到该特征峰能量E对应的探测效率ε_E。获取该特征峰的净计数后，依据公式算出

样品核素M的放射性活度浓度计算

$$A_{SAM}=\frac{c_{SAM}}{P_E\varepsilon_E m_{SAM}} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

ε_E——用于分析核素M的特征峰E的探测效率；

P_E——用于分析核素M的特征峰E对应的γ射线的发射概率。

8.3 样品 ^{226}Ra 的放射性活度浓度计算

$$A_{SA(Ra_{226})}=\left(A_{SA(Pb_{214})}+A_{SA(Bi_{214})}\right)/2 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

$A_{SA(Ra_{226})}$ ——样品^{226}Ra的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)；

$A_{SA(Pb_{214})}$ ——样品^{214}Pb的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)；

$A_{SA(Bi_{214})}$ ——样品^{214}Bi的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)。

8.4 样品 $^{210}Pb_{ex}$ 的放射性活度浓度计算

$$^{210}Pb_{ex}=A_{SA(Pb_{210})}-A_{SA(Ra_{214})} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

$^{210}Pb_{ex}$——样品^{210}Pb过剩的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)；

$A_{SA(Pb_{210})}$——样品^{210}Pb的放射性活度浓度，单位为每公斤贝克(Bq/kg)。

8.5 样品核素 M 单位时间的统计误差计算

$$\delta_{SAE}=\frac{\sqrt{n_{SAE}}}{t_{AS}} \qquad \delta_{STE}=\frac{\sqrt{n_{STE}}}{t_{ST}} \qquad \delta_{BE}=\frac{\sqrt{n_{BE}}}{t_B} \quad \cdots\cdots (6)$$

$$\delta_{SAM}=\sqrt{\delta_{SAE}^2+\delta_{BE}^2} \qquad \delta_{STM}=\sqrt{\delta_{STE}^2+\delta_{BE}^2} \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

δ_{SAE}——样品核素M特征峰E每秒的统计误差

δ_{STE}——标准物质核素M特征峰E每秒的统计误差

δ_{BE}——空白在核素M特征峰E每秒的统计误差

δ_{SAM}——样品核素M每秒的统计误差

δ_{STM}——标准物质核素M每秒的统计误差

8.6 样品核素 M 放射性活度浓度的统计误差计算

相对比较法效率刻度方式进行计算的统计误差计算方法

$$\delta_{gSAM} = \frac{m_{ST}}{m_{SA}} \cdot A_{ST} \cdot \sqrt{\left[\delta_{SAM}^2 + \left(\frac{C_{SAM}}{C_{STM}}\right)^2 \cdot \delta_{STM}^2\right]} \quad \cdots\cdots(8)$$

无源效率刻度方式进行计算的统计误差计算方法

$$\delta_{gSAM} = \frac{\delta_{SAM}}{\varepsilon_E P_E m} \quad \cdots\cdots(9)$$

式中：

δ_{gSAM}——样品核素M放射性活度浓度的统计误差

8.7 年龄计算

$$T = \frac{1}{\lambda_{210}} \cdot ln\left(\frac{^{210}Pb_{ex(0)}}{^{210}Pb_{ex(h)}}\right) \quad \cdots\cdots(10)$$

式中：

λ_{210}——衰变常数，0.0311/a；

$^{210}Pb_{ex\,(0)}$——表层（深度为0）沉积物^{210}Pb的过剩放射性活度浓度；

$^{210}Pb_{ex\,(h)}$——h层（深度为h）沉积物^{210}Pb的过剩放射性活度浓度；

T——h层与表层之间的年龄，单位为年（a）。

8.8 沉积速率计算

$$ln\left[^{210}Pb_{ex(h)}\right] = -\frac{\lambda_{210}}{v} \cdot h + ln\left[^{210}Pb_{ex(0)}\right] \quad \cdots\cdots(11)$$

式中：

v——沉积速率；

h——h层的深度。

9 精密度和正确度

本方法使用的γ谱仪的测定^{210}Pb的相对标准偏差优于15％，测定^{226}Ra的为相对标准偏差优于10％。在样品满足测年要求的前提下，年龄测定结果的不确定度为试样年龄的±20％左右。

10 质量保证和控制

每批样品按不少于10%的比例插入标准物质和重复样品进行全流程监控，标准物质及控制样应按照头、中、尾分布在每批试样中，测定结果必须满足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》的规定要求。^{210}Pb测试结果的偏差在10%以内，^{226}Ra测试结果的偏差在5%以内。每批样品的测量前后进行本底测量，保证测试过程中本底无明显变化。

附 录 A
（资料性）
探测下限

本方法探测下限按下式计算

$LLD \approx 2.83KB$

式中：B为本底，对于不同的α值，K值如下

仪器的不同α值条件下的K值参见表A.1。

表A.1 不同 α 值条件下的 K 值

α	1-β	K
0.01	0.99	2.327
0.02	0.98	2.054
0.05	0.95	1.645
0.10	0.90	1.282
0.20	0.80	0.842
0.50	0.50	0

附 录 B
（资料性）
方法精密度与正确度

方法精密度与正确度统计结果见表B.1和B.2。

表B.1 海洋沉积物 ^{210}Pb 测量方法的重复性与再现性标准差及方法偏倚估计 单位为‰

统计参数	水 平				
	1	2	3	4	5
参加实验室数目（*p*）	8	8	8	8	8
可接受实验室数（*p*）	8	8	8	8	8
参考值	41.9	63.2	74.5	83.9	117
总体平均值（m）	43.3	62.9	73.9	83.8	116
重复性标准差（Sr）	1.42	1.44	1.56	1.32	2.10
重复性限（r）	3.98	4.03	4.37	3.70	5.88
再现性标准差（S_R）	1.64	3.20	3.10	2.15	3.12
再现性限（R）	4.60	8.96	8.68	6.02	8.74
测量方法偏倚（δ）	0.066	0.037	0.054	0.028	0.141
δ-A*S_R	-0.021	-0.036	-0.044	0.022	-0.077
δ+A*S_R	0.041	-0.016	0.024	0.050	0.087
注：A*S_R为测量方法偏倚的95%置信区间					

表B.2 海洋沉积物 ^{226}Ra

测量方法的重复性与再现性标准差及方法偏倚估计　　单位为‰

统计参数	水　平				
	1	2	3	4	5
参加实验室数目（*p*）	8	8	8	8	8
可接受实验室数（*p*）	8	8	8	8	8
参考值	17.6	23.5	30.7	37.6	49.3
总体平均值（m）	17.4	23.8	30.5	37.5	49.4
重复性标准差（Sr）	0.63	0.62	1.80	0.81	0.84
重复性限（r）	1.76	1.74	5.04	2.27	2.35
再现性标准差（S_R）	0.59	0.73	1.72	0.80	0.78
再现性限（R）	1.65	2.04	4.82	2.24	2.18
测量方法偏倚（δ）	0.017	0.033	0.025	0.022	0.062
δ-A*S_R	-0.019	-0.023	-0.022	-0.024	-0.077
δ+A*S_R	0.011	0.024	0.019	0.026	0.046
注：A*SR为测量方法偏倚的95%置信区间					