ICS 73.080
CCS D59

DZ

中 华 人 民 共 和 国 地 质 矿 产 行 业 标 准

DZ/T 0184.4—202X
代替 DZ/T0184.6-1997

地质样品同位素分析方法 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

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 4: Samarium-neodymium dating and determination of neodymium isotopic composition—Thermal Ionization Mass 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 3
7　分析步骤 4
7.1　样品及其加工 4
7.2　器皿清洗 4
7.3　试样分解 4
7.4　分离和纯化 4
7.5　质谱分析 6
8　分析结果的计算和表述 7
8.1　Sm、Nd 含量的计算和表述 7
8.2　$^{147}Sm/^{144}Nd$ 比值的计算和表述 7
8.3　Nd 同位素比值的计算和表述 8
8.4　等时线年龄计算和表述 8
9　精密度 9
10　质量保证和控制 9
附录 A（规范性）　稀释剂溶液的配制和标定 10
附录 B（规范性）　α-羟基异丁酸（HIBA）水溶液配制 12
附录 C（规范性）　二（2-乙基己基）正磷酸、聚四氟乙烯粉末涂结型阳离子交换树脂的制备 13
附录 D（资料性）　分析质量监控 14

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4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 0184.6—1997《同位素地质样品分析方法 第 6 部分：钐钕同位素地质年龄和钕同位素比值测定》，与 DZ/T 0184.6-1997 相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 文件名称改为“地质样品同位素分析方法 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”；

b) 增加了前言、引言、警示、规范性引用文件、术语和定义（见前言、引言、警示、第 2 章、第 3 章）；

c) 将“主题内容和适用范围”修改为“范围”（见第 1 章，1997 年版第 1 章）；

d) 更改了“方法原理”（见第 4 章，1997 年版第 2 章）；

e) 删除了“方法提要”（见 1997 年版第 3 章）；

f) 更改了“试剂和材料”有关内容及顺序（见第 5 章，1997 年版第 4 章），增加了部分试剂毒害警示（见 5.3，5.4）；

g) 更改了“仪器和设备”相关内容（见第 6 章，1997 年版第 5 章）；

h) 更改了“分析步骤”中“样品及加工”的规定（见 7.1，1997 年版的 6.1）；

i) 将“测定结果的计算和表述”修改为“分析结果的计算及表述”（见第 8 章，1997 年版第 7 章）；

j) 删除了“模式年龄计算”（见 1997 年版 7.4.1），增加了“$^{147}Sm/^{144}Nd$ 值计算方法”“等时线年龄计算要求”（见 8.2、8.4）；

k) 增加了“质量保证和控制”（见第 10 章）。

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：中国地质调查局武汉地质调查中心、中国地质科学院地质研究所。

本文件主要起草人：张利国、张宗清、杨红梅、段瑞春、段桂玲、张春红。

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 0184.6-1997；

——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4部分，采用热电离质谱仪测定Sm、Nd同位素组成，Sm、Nd含量采用同位素稀释法获得。本次修订，除注重表述规范外，增加了 $^{147}Sm/^{144}Nd$ 值计算方法、等时线年龄计算要求及质量保证和控制，是地质样品中 Sm、Nd 同位素组成测定的经典分析方法，具有可溯源性。

地质样品同位素分析方法
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

警示——使用本文件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

本文件规定了使用热电离质谱仪测定地质样品的Sm-Nd体系同位素年龄及Nd同位素比值的方法。

本文件适用于Sm、Nd含量高于0.1 μg/g地质样品的Sm-Nd体系同位素年龄及Nd同位素比值的热电离质谱法测定。

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。

GB/T 601 化学试剂标准滴定溶液的制备

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

样品用混合酸分解，经离子交换分离、纯化获得Sm和Nd试样。用热电离质谱仪分别测定Sm、Nd同位素组成及$^{143}Nd/^{144}Nd$比值；根据同位素稀释法计算样品中Sm、Nd含量和$^{147}Sm/^{144}Nd$比值。

利用获得的$^{143}Nd/^{144}Nd$比值和$^{147}Sm/^{144}Nd$比值，依据放射性衰变方程计算一组样品的Sm-Nd体系等时线年龄。

5 试剂和材料

5.1 盐酸，$\rho(HCl)=1.19$ g/mL，优级纯。

5.2 硝酸，$\rho(HNO_3)=1.42$ g/mL，优级纯。

5.3 氢氟酸，$\rho(HF)=1.15$ g/mL，优级纯。警示—氢氟酸具有极强的腐蚀性，如吸入蒸气或接触皮肤会造成难以治愈的灼伤，需小心操作！

5.4 高氯酸，ρ($HClO_4$)=1.67 g/mL，优级纯。**警示—高氯酸具强腐蚀性、强刺激性，可致人体灼伤，需小心操作！**

5.5 氨水，ρ($NH_3·H_2O$)=0.90 g/mL，优级纯。

5.6 富集 ^{149}Sm 同位素的 Sm_2O_3 稀释剂，固体。

5.7 富集 ^{146}Nd（或 ^{145}Nd）同位素的 Nd_2O_3 稀释剂，固体。

5.8 超纯水，25℃时电阻率大于 18 MΩ·cm。

5.9 高纯盐酸溶液，优级纯盐酸经两次亚沸蒸馏纯化。

5.10 高纯盐酸溶液（1+1）。

将 1 体积超纯水（5.8）缓慢倒入 1 体积高纯盐酸（5.9）中，混合均匀。

5.11 高纯盐酸溶液 c(HCl)=2.5 mol /L。

5.12 高纯盐酸溶液 c(HCl)=2.0 mol/L。

5.13 高纯盐酸溶液 c(HCl)=0.75 mol/L。

5.14 高纯盐酸溶液 c(HCl)=0.2 mol/L。

将高纯盐酸溶液 5.9 按 GB/T 601 标定后，加超纯水 5.8 稀释，分别配制成所需浓度高纯盐酸。

5.15 高纯硝酸溶液，优级纯硝酸经两次亚沸蒸馏纯化。

5.16 高纯硝酸溶液（1+1）。

将 1 体积超纯水（5.8）缓慢倒入 1 体积高纯硝酸溶液（5.15）中，混合均匀。

5.17 高纯硝酸溶液 c(HNO_3)=4.0 mol/L。

5.18 高纯硝酸溶液 c(HNO_3)=2.5 mol/L。

将高纯硝酸溶液（5.15）按 GB/T 601 标定后，加超纯水 5.8 稀释，分别配制成所需浓度高纯硝酸。

5.19 高纯氢氟酸溶液，优级纯氢氟酸经亚沸蒸馏纯化。

5.20 高纯高氯酸溶液，优级纯高氯酸经减压亚沸蒸馏器减压蒸馏纯化。

5.21 高纯氨水，优级纯试剂经亚沸蒸馏纯化，或用等温吸收法制备。

5.22 Sm、Nd 混合稀释剂溶液，配制方法见附录 A。

5.23 强酸型阳离子交换树脂，粒度 0.038 mm~0.075 mm。

5.24 α-羟基异丁酸(HIBA)水溶液[*c*(HIBA)=0.2 mol/L , pH=4.43]。配制方法见附录 B。

5.25 二(α-乙基己基)正磷酸+聚四氟乙烯粉末涂结型阳离子交换树脂（HDEHP），配制方法见附录 C。

5.26 强碱型阴离子交换树脂，粒度 0.038 mm~0.075 mm。

5.27 AG50W×8（200 目~400 目）树脂。

5.28　石英离子交换柱（高 20 cm，内径 1.0 cm）用于稀土元素与其它元素分离。

5.29　石英离子交换柱（高 11 cm，内径 0.6 cm）HDEHP 柱。

5.30　石英离子交换柱（高 30 cm，内径 0.2 cm），HIBA 柱。

5.31　石英离子交换柱（高 4 cm，内径 0.5 cm），清除样品中 HIBA 杂质用。

5.32　聚四氟乙烯试剂瓶（500 mL）。

5.33　聚四氟乙烯洗瓶（30 mL，500 mL）。

5.34　聚四氟乙烯滴瓶（30 mL）。

5.35　聚四氟乙烯管形瓶（15 mL）。

5.36　聚四氟乙烯高压密封溶样罐。

5.37　聚四氟乙烯烧杯（30 mL，50 mL）。

5.38　封口膜，超净实验室器皿封口用石蜡薄膜。

5.39　铼带，纯度 99.999%，规格 0.03 mm×0.8 mm×18 mm。

5.40　氧化钕（Nd_2O_3），固体，光谱纯。

5.41　氧化钐（Sm_2O_3），固体，光谱纯。

5.42　GBW 04419，玄武岩粉末，钐-钕同位素地质年龄测定国家一级标准物质。

6　仪器设备

6.1　热电离质谱仪，分析精度优于 0.005%。

注：与分析方法的精密度不同，此处的“分析精度”为仪器的一项技术指标，指单次质谱分析采集的多组数据的标准偏差。

6.2　分析天平，感量 0.01 mg。

6.3　净化通风工作柜（净化度 100 级）。

6.4　亚沸蒸馏器，盐酸、硝酸纯化。

6.5　减压亚沸蒸馏器，高氯酸纯化。

6.6　聚四氟乙烯对瓶亚沸蒸馏器，氢氟酸纯化。

6.7　移液器（1 mL ~10 mL）。

6.8　移液器（0.5 μL~10 μL）。

6.9　灯丝焊接装置。

6.10　灯丝去气装置。

6.11　点样装置。

7 分析步骤

7.1 样品及其加工

7.1.1 岩石

岩石样品经洗净、粗碎、中碎，缩分后，取少量样品（10 g~30 g）粉碎至 200 目，密封保存。

Sm-Nd 体系同位素测年样品必须满足等时线构成的三个条件：1)来源于一个同位素组成均一的岩浆源区，样品间具有相同的同位素初始比值；2)岩石或矿物的结晶(形成)年龄相同，或者在测定误差范围内可以认为是同时形成的；3)岩石或矿物形成后一直保持着同位素体系的封闭性，即没有发生母、子体的带出或带入。

7.1.2 矿物

岩石或矿石样品，经清洗、破碎，选取单矿物。在实验室内于双目镜下挑选纯净单矿物，用超纯水（5.8）清洗矿物表面，低温烘干，备用。在样品加工过程中，严格避免样品交叉污染和加工器具污染样品。

余下分析步骤均在净化通风工作柜（5.3）内完成。

7.2 器皿清洗

器皿洗净用优级纯浓硝酸（5.2）浸泡，超纯水（5.8）洗净后，浸泡在硝酸（5.2）中，在电热板上，加热两小时以上。倒出硝酸，用超纯水（5.8）洗四次。烘干，备用。少数难洗聚四氟乙烯器皿，如离心管，只用一次，用完弃去。

7.3 试样分解

测定Sm、Nd含量与Nd同位素比值分开单独取样。样品及稀释剂用分析天平(5.2)称取，准确至0.1 mg。

7.3.1 岩石

准确称取约 0.1 g 试样（准确到 0.1 mg），置于管形瓶（5.35），准确加入 Sm、Nd 混合稀释剂（5.22）约 1 g（准确到 0.1 mg）。（加入稀释剂量与样品类型有关。基性岩、中酸性岩、碎屑岩样品加约 1 g；超基性岩、灰岩样品加入稀释剂量远少于 1 g；碱性岩 Sm、Nd 含量高，或者减少称样量，或者增加稀释剂量。）再加入 3 mL~10 mL 高纯氢氟酸（5.19）和几滴高纯高氯酸（5.20）（或 2 mL 高纯硝酸（5.15））。密封，置于电热板上，在约 150 ℃分解。在溶样过程中，每半天将溶样密封器置于超声波清洗器中，振荡 20 min~30 min。待样品完全溶解后，蒸干（用氢氟酸和硝酸混合溶样者，在试样蒸干前，先加几滴高纯高氯酸（5.20），赶尽过量氢氟酸。用 2 mL~3 mL 高纯盐酸（5.12）溶解试样，转入离心管，用离心机离心分离，取上部清液上柱。

用于 Nd 同位素比值测定时，称样 0.3 g~0.5 g，不加稀释剂，样品分解方法同上。

7.3.2 难溶岩石（矿物）

准确称取约 0.1 g 试样于高压密封溶样罐（5.36），依次加入稀释剂溶液（5.22）约 1 g（准确到 0.1 mg）（加入稀释剂量，随样品类型而变，见 7.3.1），约 3 mL 高纯氢氟酸（5.19）和几滴高纯高氯酸（5.20），密封，套上不锈钢外套，置于恒温干燥箱中，于约 150 ℃温度下加热 5 d~10 d 分解试样。待试样完全分解后，打开密封盖，蒸干。其余过程同 7.3.1。

用于 Nd 同位素比值测定时，称样 0.3 g~0.5 g，不加稀释剂，试样分解方法同上。

7.4 分离和纯化

7.4.1 稀土元素的分离与纯化

7.4.1.1 离子交换柱的准备

树脂（5.23）用高纯盐酸（5.10）浸泡，洗至盐酸无色为止。在溶液流动条件下，将树脂装入离子交换柱（5.28）中。依次用约 250 mL 高纯硝酸（5.17）淋洗，约 120 mL 高纯盐酸（5.12）平衡酸度。

7.4.1.2 分离、提取稀土元素

用移液器（6.7）吸取离心分离试样清液，载于离子交换柱（5.28）中，用约 10 mL 盐酸（5.12）分多次淋洗交换柱内壁， 150 mL 盐酸（5.11）解吸 Fe、K、Na、Rb、Sr、Ca、Mg 等元素，45 mL 高纯硝酸（5.18）解吸 Ba。分别用 30 mL 硝酸（5.18）解吸重稀土（HREE），中稀土（MREE）和轻稀土（LREE）。解吸液用聚四氟乙烯烧杯收集，蒸干，送质谱（6.1）测定 Sm、Nd 同位素组成。

7.4.1.3 离子交换柱再生

用 10 mL 硝酸（5.17）分多次淋洗离子交换柱内壁。清洗液流干后，加入 200 mL 硝酸（5.17）淋洗，120 mL 盐酸（5.12）平衡酸度。

7.4.2 元素钕的分离与纯化

7.4.2.1 稀土元素的分离与纯化

分离、提取稀土元素步骤同 7.4.1。

7.4.2.2 α-羟基异丁酸分离法（HIBA 法 ）分离 Sm 和 Nd 及其它稀土元素

7.4.2.2.1 离子交换柱的制备

树脂 AG50W×8（200 目~400 目）（5.27）清洗：先用高纯盐酸（5.9）浸泡树脂，洗至盐酸无色为止，然后将树脂装入离子交换柱（5.28），依次用 250 mL 高纯硝酸（5.16）和 120 mL 高纯盐酸（5.12）淋洗后，用超纯水（5.8）将树脂洗至中性，用 HIBA 水溶液（5.24）清洗。洗净的树脂浸泡在 HIBA 水溶液（5.24）中，密封保存。

在溶液流动条件下，用聚四氟乙烯滴瓶（5.34）或移液器（6.7）将洗净的树脂装入石英离子交换柱（5.30）。溶液流干后，加入 20 mL HIBA 水溶液（5.24），压实离子交换柱和平衡酸度。

7.4.2.2.2 元素 Nd 的纯化

取约 30 μL 超纯盐酸（5.13）将 7.4.2.1 试样溶解，载入 HIBA 石英离子交换柱（5.30）。用 12 mL~15 mL HIBA 水溶液（5.24）解吸 Sm，而后用 15 mL~18 mL HIBA 水溶液（5.24）解吸 Nd。用烧杯收集解吸液，在电热板上蒸干。待上质谱（6.1）测定 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值。

弃去交换柱中的树脂，将交换柱清洗干净备用。

7.4.2.2.3 样品中 HIBA 杂质对质谱测定影响及消除

样品中 HIBA 杂质影响质谱测定 Nd 离子发射效率和离子流的稳定性。可选用下述方法予以消除：（1）将 7.4.2.2.2 解吸液高温蒸干后，再加上几滴超纯硝酸（5.16），蒸干，破坏并蒸发掉所有的 HIBA；（2）阳离子交换分离，采用 AG50W×8（200 目~400 目）树脂（5.27）（清洗、装柱（6.31）和再生过

程同 7.3.1)将 7.4.2.2.2 之沉淀用 0.5 mL 高纯盐酸(5.12)溶解，载入离子交换柱。用 6 mL 超纯盐酸(5.12)淋洗 HIBA，4 mL 盐酸（5.10）解吸 Nd。解吸液在电热板上蒸干，待上质谱（6.1）测定 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值。

7.4.2.3 二（α-乙基己基）正磷酸法（HDEHP）分离 Nd

7.4.2.3.1 离子交换柱的制备

用滴瓶（5.34）或移液器（6.7）取少量已清洗干净的 100 目~200 目强碱型阴离子树脂（5.26）于交换柱（5.29），高约 0.5 cm。溶液流干后，慢慢加入已制备好的二（α-乙基己基）正磷酸+聚四氟乙烯粉末涂结型阳离子交换树脂（5.25）至柱高约 10 cm。加高纯盐酸（5.10），在自然流速下，放置 2 h~3 h，压实树脂。树脂上部再覆一层约 0.5 cm 100 目~200 目强碱型阴离子树脂(5.26)。加 30 mL 超纯盐酸(5.10)清洗，20 mL 盐酸（5.14）平衡酸度。

7.4.2.3.2 元素 Nd 的分离

取约 30μL 高纯盐酸（5.14）将 7.4.2.1 试样溶解，载入离子交换柱（5.29），依次加入 10 mL 超纯盐酸（5.14）解吸 Ce， 10 mL 高纯盐酸（5.14）解吸 Nd。用聚四氟乙烯烧杯收集解吸液，在电热板上蒸干，送质谱（6.1）测定 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值。

7.4.2.3.3 离子交换柱再生

加入约 30 mL 高纯盐酸（5.10）再生离子交换柱，20 mL 盐酸（5.14）平衡酸度。

离子交换柱不用时浸泡在 2.5 mol/mL 盐酸中。

7.5 质谱分析

7.5.1 离子源灯丝铼带的预处理

用灯丝焊接装置（6.9）将铼带（5.39）焊在质谱仪（6.1）离子源灯丝插件上，装入灯丝去气装置（6.10），在真空优于 $n\times10^{-4}$ Pa 后，通电流升温至约 1 800℃，加热 20 min~30 min。

7.5.2 装样

取 1 滴（约 30 μL）(6.8）高纯硝酸（5.15）将已化学分离、纯化的试样（MREE）溶解。在点样装置（6.11）上，分多次将试样溶液点滴在经过去气装置（6.10）预处理过的铼带灯丝中央，缓慢加大电流蒸干样品。Sm、Nd 含量测定通常采用双带。将已涂好样品灯丝带（蒸发带）和已预处理过的电离灯丝带装入质谱仪（6.1）。

7.5.3 质谱测定

7.5.3.1 质谱测定

在质谱仪(6.1)运转正常、离子源真空优于 2×10^{-5} Pa 时，给电离带灯丝通电流至 4 A~5 A(约 1 200 ℃)，再缓慢给蒸发带通电流。当待测同位素金属离子流强度达 $n\times10^{-11}$ A（高压 10 kv，高阻 10^{11} Ω）时，启动质谱仪的联机计算机数据采集程序，记录原始数据。

7.5.3.2 Sm、Nd 同位素组成测定

加入稀释剂的样品，经化学分离、纯化后，按 7.5.3.1 步骤，分别测定 Sm、Nd 的同位素组成（如

富集 ^{149}Sm 同位素作稀释剂，则质谱分析时选择测定 ^{149}Sm/^{147}Sm 的同位素比值；富集 ^{145}Nd 同位素作稀释剂，则选择测定 ^{145}Nd/^{146}Nd 的比值。)。

7.5.3.3 Nd 同位素比值测定

不加稀释剂的样品，经分解、分离和纯化后，直接测定 ^{143}Nd/^{144}Nd 比值。

8 分析结果的计算和表述

8.1 Sm、Nd 含量的计算和表述

8.1.1 Sm、Nd 含量的计算公式

根据同位素稀释法原理计算样品中钐、钕元素的含量，采用以下公式：

$$w_{sa} = \frac{R_{sp}-R_m}{R_m-R_{sa}} \times \frac{Ab_{sp}^{B}}{Ab_{sa}^{B}} \times \frac{C_{sp}\times m_{sp}}{m_{sa}} \times M_{sa} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

w_{sa}——试样中被测元素钐（或钕）的质量分数，单位为微克每克(μg/g)；

R_m——试料和稀释剂混合物中同位素^{A}Sm/^{B}Sm（或^{A}Nd/^{B}Nd）的比值；

R_{sp}——所用稀释剂的同位素^{A}Sm/^{B}Sm（或^{A}Nd/^{B}Nd）的比值；

R_{sa}——试样中被测元素的同位素^{A}Sm/^{B}Sm（或^{A}Nd/^{B}Nd）的比值；

C_{sp}——所用稀释剂的浓度，单位为微摩尔每克(μmol/g)；

Ab_{sa}^{B}——试样中被测元素（钐或钕）的同位素B的丰度；

Ab_{sp}^{B}——所用稀释剂的同位素（钐或钕）B的丰度；

m_{sa}——天平称取的试料质量，单位为克(g)；

m_{sp}——天平称取的稀释剂质量，单位为克(g)；

M_{sa}——试样中被测元素（钐或钕）的原子量。

8.1.2 Sm、Nd 含量的表述

分析结果中，样品Sm、Nd含量以n×10^{-6}（μg/g）表示，取四位有效数字。

8.2 ^{147}Sm/^{144}Nd 比值的计算和表述

8.2.1 ^{147}Sm/^{144}Nd 比值的计算

$$\left(\frac{^{147}Sm}{^{144}Nd}\right)_{sa} = \frac{w_{Sm}\times Ab_{Sm}^{147}\times M_{Nd}}{w_{Nd}\times Ab_{Nd}^{144}\times M_{Sm}} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

$\left(\frac{^{147}Sm}{^{144}Nd}\right)_{sa}$——样品中^{147}Sm，^{144}Nd比值；

w_{Sm}、w_{Nd}——样品中 Sm、Nd 的质量分数（μg/g）；

Ab_{Sm}^{147}、Ab_{Nd}^{144}——样品中同位素 ^{147}Sm、^{144}Nd 的丰度；

M_{Sm}、M_{Nd}——样品中 Sm，Nd 原子量。

8.2.2 ^{147}Sm/^{144}Nd 比值的表述

分析结果中，样品$^{147}Sm/^{144}Nd$比值取四位有效数字。

8.3 Nd 同位素比值的计算和表述

8.3.1 Sm 的干扰和修正

为了消除$^{143}Nd/^{144}Nd$比值测定中^{144}Sm对^{144}Nd的干扰，在试样化学处理时应尽量使Sm和Nd完全分离。若样品中残存Sm杂质时，在质谱测定中，可利用Sm和Nd之间电离温度的差异消除^{144}Sm干扰。若仍有微量Sm不能烧除，可用下式修正：

$$\left(\frac{^{143}Nd}{^{144}Nd}\right)_{sa}=\frac{^{143}Nd}{^{144}Sm+^{144}Nd}\times\left[1+\frac{^{147}Sm/(^{144}Sm+^{144}Nd)}{^{147}Sm/^{144}Sm-^{147}Sm/(^{144}Sm+^{144}Nd)}\right] \quad (3)$$

式中：

$\left(\frac{^{143}Nd}{^{144}Nd}\right)_{sa}$ —— 修正 ^{144}Sm 贡献后的 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值；

$^{143}Nd/(^{144}Sm+^{144}Nd)$ —— 质谱测定比值；

$^{147}Sm/^{144}Sm$ —— 自然同位素 $^{147}Sm/^{144}Sm$ 的比值；

$^{147}Sm/(^{144}Sm+^{144}Nd)$ —— 质谱测定比值。

8.3.2 质量分馏校正

$^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值测定中质量分馏可用不同公式和不同同位素比值进行校正，多数实验室采用 $^{146}Nd/^{144}Nd=0.721\ 9$ 为质量分馏校正的同位素比值，并用下式计算：

$$\left(\frac{^{i}Nd}{^{144}Nd}\right)_{true}=\left(\frac{^{i}Nd}{^{144}Nd}\right)_{meas}\times(1+\alpha)^{(i-144)} \quad (4)$$

式中：

$(^{i}Nd/^{144}Nd)_{true}$ ——校正质量分馏后的同位素 $^{i}Nd/^{144}Nd$ 比值；

$(^{i}Nd/^{144}Nd)_{meas}$——未进行分馏校正的质谱测定同位素 $^{i}Nd/^{144}Nd$ 比值；

α ——分馏系数，由下式计算：

$$\alpha=\sqrt{\frac{(^{146}Nd/^{144}Nd)_{N}}{(^{146}Nd/^{144}Nd)_{meas}}}-1 \quad (5)$$

式中:

$(^{146}Nd/^{144}Nd)_{N}$≡0.721 9；

$(^{146}Nd/^{144}Nd)_{meas}$——未进行质量分馏校正的质谱测定同位素 $^{146}Nd/^{144}Nd$ 比值。

8.3.3 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值的表述

$^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值经干扰扣除、质量分馏校正后，取六位有效数字，其测试误差按 2 倍标准误差 $2\sigma=2\sqrt{\sum(x_i-\bar{x})^2/[n(n-1)]}$给出（其中 σ 表示标准误差，$x_i$表示每组测试值，$\bar{x}$表示 n组测试平均值，n表示测试组数），如：0.512 725±0.000 007（2σ），常写成 0.512 725±7（2σ）。

8.4 等时线年龄计算和表述

8.4.1 等时线年龄计算

$^{147}Sm\rightarrow^{143}Nd$ 衰变方程：

$$\frac{^{143}Nd}{^{144}Nd}=\left(^{143}Nd/^{144}Nd\right)_{i}+\left(^{147}Sm/^{144}Nd\right)\times\left(e^{\lambda t}-1\right) \quad (6)$$

式中：

$^{143}Nd/^{144}Nd$，$^{147}Sm/^{144}Nd$ ——样品现在的同位素 $^{143}Nd/^{144}Nd$，$^{147}Sm/^{144}Nd$ 比值；

$(^{143}Nd/^{144}Nd)_i$ ——样品形成时同位素 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值；

t ——同位素年龄，单位百万年（Ma）；

λ——^{147}Sm 的衰变常数。

如果$(^{143}Nd/^{144}Nd)_i$和 t 固定不变，方程式（6）是一 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 随 $^{147}Sm/^{144}Nd$ 变化的直线方程。对于一组同源（$(^{143}Nd/^{144}Nd)_i$ 值相同）、同时形成的样品（t 值相同），其 $^{143}Nd/^{144}Nd$、$^{147}Sm/^{144}Nd$ 值可用最小二乘法（York（1969）方程）拟合最佳直线（等时线），计算等时线年龄和初始比值$(^{143}Nd/^{144}Nd)_i$。

参加等时线拟合有效数据点不少于 5 个。等时线年龄采用专用软件进行双误差计算。其中横坐标 $^{147}Sm/^{144}Nd$、纵坐标 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 误差根据各实验室评定的分析误差给出。

8.4.2 等时线年龄的表述

Sm-Nd体系等时线年龄以t表示，单位为Ma，通常保留四位有效数字，当等时线年龄结果<10^3 Ma时，保留三位有效数字。计算得到的$^{143}Nd/^{144}Nd$比值初始值$(^{143}Nd/^{144}Nd)_i$取六位有效数字。

9 精密度

根据七个实验室对GBW04419 Sm-Nd同位素地质年龄测定标准物质的测定结果计算的本方法的重复性和再现性（95%置信度水平）列于表1中。

表 1 本方法对 Sm、Nd 含量和 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值测定的重复性和再现性

分析项目	水平值	重复性		再现性	
		S_r	r	S_R	R
$Sm/10^{-6}$	3.03	0.026	0.07	0.043	0.12
$Nd/10^{-6}$	10.10	0.083	0.23	0.14	0.41
$^{143}Nd/^{144}Nd$	0.512 725	1.0×10^{-5}	2.8×10^{-5}	1.0×10^{-5}	2.9×10^{-5}

10 质量保证和控制

每批样品应插入标准物质进行全流程控制，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 中《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》部分的规定要求。

每批样品的平行样分析、空白分析等必须满足 DZ/T 0130.8 中《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》部分的规定要求。

附 录 A
（规范性）
稀释剂溶液的配制和标定

A.1 稀释剂贮存溶液的配制

A.1.1 钐稀释剂贮存溶液

准确称取富集 ^{149}Sm 同位素的 Sm_2O_3 稀释剂粉末（5.6）0.088 5 g（ 一个包装），放入一已洗干净并已干燥的聚四氟乙烯瓶中，加入约 50 g（ 准确到 0.1 mg）高纯盐酸（5.11）将稀释剂溶解。摇匀。密封保存。

A.1.2 钕稀释剂贮存溶液

准确称取富集 ^{146}Nd（或 ^{145}Nd）同位素的 Nd_2O_3 稀释剂粉末（5.7）0.083 5 g（一个包装），放入一已洗干净并已干燥的聚四氟乙烯瓶中，加入约 50 g（准确到 0.1mg）高纯盐酸（5.11）将稀释剂溶解。摇匀。密封保存。

A.2 混合稀释剂溶液的配制

根据通常分析岩石（或矿物）样品的Sm、Nd含量确定混合稀释剂Sm、Nd浓度范围。准确称取钐稀释剂贮存溶液约0.4 g（准确到0.1 mg）和钕稀释剂贮存溶液约1 g（准确到0.1 mg），于清洗干净并已干燥称重的1 000 mL聚四氟乙烯试剂瓶内，用高纯盐酸（5.11）将溶样稀释到约1 000 g（用天平称量，可计算出溶液的重量和稀释剂溶液的浓度）。

A.3 稀释剂同位素组成的标定

A.3.1 钐稀释剂同位素组成的标定

用微量取样器（6.9）取相当于 1 μg 钐稀释剂贮存溶液（A1.1）于清洗干净的聚四氟乙烯杯内，于电热板上蒸干。按 7.5.3.1 的程序准确测定 $^{144}Sm/^{154}Sm$，$^{147}Sm/^{154}Sm$，$^{148}Sm/^{154}Sm$，$^{149}Sm/^{154}Sm$，$^{150}Sm/^{154}Sm$，$^{152}Sm/^{154}Sm$ 比值，此项标定不少于 6 份，计算 6 份结果的平均值和标准偏差。计算出稀释剂的同位素丰度和平均原子量。

A.3.2 钕稀释剂同位素组成的标定

用微量取样器（6.9）取相当于1 μg钕稀释剂贮存溶液（A1.2）蒸干，按7.5.3.1的程序准确测定 $^{142}Nd/^{144}Nd$，$^{143}Nd/^{144}Nd$，$^{145}Nd/^{144}Nd$，$^{146}Nd/^{144}Nd$，$^{148}Nd/^{144}Nd$比值，此项标定不少于6份，计算6份结果的平均值和标准偏差。计算出稀释剂的同位素丰度和平均原子量。

A.4 稀释剂中钐、钕浓度的标定

A.4.1 钐标准溶液的配制和同位素组成的标定

A.4.1.1 钐标准溶液的配制

于清洗干净干燥并已称重的聚四氟乙烯瓶中，称取约 0.01 g（准确到 0.01mg）光谱纯氧化钐（5.41），

加入约 50 g 高纯盐酸（5.11）溶液。称重（准确到 0.1 mg）。计算出溶液中标准物质 Sm 的浓度。密封保存。

A.4.1.2　钐标准物质同位素组成的标定

取 1 滴 A4.1.1 钐标准溶液，在电热板上蒸干，按 7.5.3.1 的程序准确测定 $^{144}Sm/^{154}Sm$，$^{147}Sm/^{154}Sm$，$^{148}Sm/^{154}Sm$，$^{149}Sm/^{154}Sm$，$^{150}Sm/^{154}Sm$，$^{152}Sm/^{154}Sm$ 比值（按 $^{148}Sm/^{154}Sm\equiv0.494\ 19$ 进行重量分馏校正），此项标定不少于 6 份，计算 6 份结果的平均值和标准偏差。其值应落在文献标准值允许范围内。

A.4.2　钕标准溶液的配制和同位素组成的标定

A.4.2.1　钕标准溶液的配制

于清洗干净干燥并已称重的聚四氟乙烯塑料瓶中，称取约 0.01 g（准确到 0.01 mg）光谱纯氧化钕基准物质（5.40），加入约 50 g 高纯盐酸（5.11）溶液。称重（准确到 0.1 mg）。计算出溶液中标准物质 Nd 的浓度。密封保存。

A.4.2.2　钕标准物质同位素组成的标定

取1滴钕标准溶液（A4.2.16.26），在电热板上蒸干，按7.5.3.1的程序准确测定$^{142}Nd/^{144}Nd$，$^{143}Nd/^{144}Nd$，$^{145}Nd/^{144}Nd$，$^{146}Nd/^{144}Nd$，$^{148}Nd/^{144}Nd$比值（按$^{146}Nd/^{144}Nd\equiv0.721\ 9$进行重量分馏校正），此项标定不少于6份，计算6份结果的平均值和标准偏差。其值应落在文献标准值允许范围内。

A.4.3　混合稀释剂溶液（A2）浓度的标定

按不同混合比例准确称取（准确到 0.01 mg）Sm、Nd 标准溶液和混合稀释剂溶液于清洗干净的聚四氟乙烯烧杯内，混合均匀，蒸干。按 7.5.3.1 的程序，分别测定 $^{149}Sm/^{147}Sm$、$^{149}Sm/^{152}Sm$ 比值和 $^{146}Nd/^{143}Nd$ 、$^{146}Nd/^{145}Nd$ 比值，按 8.1 的公式（1）计算稀释剂的 Sm、Nd 浓度。

按上述过程重复测定稀释剂溶液浓度6次以上，对其结果统计计算稀释剂溶液浓度平均值和标准偏差。

A.5　标准物质检查

在稀释剂标定后，其值正确性应用标准物质或已分析过样品按相同的程序进行检查测定。如果分析结果与标准值范围不符，应找出原因，重新标定。

附 录 B
（规范性）
α-羟基异丁酸（HIBA）水溶液配制

B.1 溶液配制

准确称取α-羟基异丁酸试剂20.822 g于一清洗干净的烧杯中，加入少量超纯水（5.8）溶解，转入1 000 mL容量瓶，用超纯水稀释至刻度。其溶液浓度为*c*（HIBA）=0.2 mol/L。

B.2 溶液酸度条件

将 B.1 α-羟基异丁酸溶液转入一清洗干净的 1 000 mL 烧杯内，置于磁力搅拌器上，在不断搅拌下，用氨水（5.21）将溶样酸度调至 pH=4.43（用酸度计测定）。

在酸度条件过程中，注意浓度变化。若加入氨水体积不能忽略时，可在调节酸度之前去取出一些 α-羟基异丁酸水溶液，使调节酸度前后溶液体积保持不变。

制备好的α-羟基异丁酸水溶液转入干净干燥的聚四氟乙烯瓶（5.32）内，密封保存。

附 录 C
（规范性）
二（2-乙基己基）正磷酸、聚四氟乙烯粉末涂结型阳离子交换树脂的制备

C.1 二（2-乙基己基）正磷酸、聚四氟乙烯粉末涂结型阳离子交换树脂的制备

将二（2-乙基己基）正磷酸、聚四氟乙烯粉末，和丙酮以1:10:100比例加入一干净烧杯中，置于磁力搅拌器上，在不断搅拌下，使二（2-乙基己基）正磷酸均匀的附着在聚四氟乙烯粉末表面上。待丙酮挥发干净，将树脂置于稀盐酸（5.14）中保存。

附 录 D
（资料性）
分析质量监控

有关标准物质的 Sm、Nd 含量和 $^{143}Nd/^{144}Nd$ 比值数据列于表 D.1。其中 GBW 04419 用于检查整个流程， JNdi-1、GSW04-3258-2015 用于监控质谱仪。

表 D.1 Sm-Nd 同位素地质年龄测定常用标准物质

标准物质	类型	$Sm/10^{-6}$	$Nd/10^{-6}$	$^{143}Nd/^{144}Nd\pm2\sigma$
GBW04419	玄武岩	3.03±0.04	10.10±0.12	0.512 725±0.000 007
JNdi-1	试剂			0.512 115±0.000 007
GSW04-3258-2015	试剂			0.512 438±0.000 006