ICS 73.080
CCS D59

DZ

中 华 人 民 共 和 国 地 质 矿 产 行 业 标 准

DZ/T 0184.8—202X
代替 DZ/T 0184.7-1997

# 地质样品同位素分析方法 第8部分:地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 8: Potassium-argon dating — Furance-Noble Gas 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 ..... 2
7 分析步骤 ..... 2
7.1 样品的预处理 ..... 2
7.2 称样和装样 ..... 2
7.3 熔样 ..... 2
7.4 稀释与纯化 ..... 2
7.5 氩同位素质谱分析 ..... 2
7.6 钾含量测定 ..... 2
8 分析结果的计算和表述 ..... 2
8.1 钾含量的计算 ..... 2
8.2 放射成因氩的计算 ..... 3
8.3 放射成因 Ar 占 $^{40}$Ar 总量的百分比的估算 ..... 3
8.4 年龄的计算 ..... 3
8.5 测定结果的表述 ..... 4
9 精密度 ..... 4
10 质量保证与控制 ..... 4
附　录　A　（规范性）　稀释剂的标定 ..... 5
A.1 稀释剂同位素比值的测定 ..... 5
A.2 稀释剂的分样与定量 ..... 5
附　录　B　（资料性）　分析质量监控 ..... 6

# 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8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 0184.7—1997《同位素地质样品分析方法 第7部分：钾氩同位素地质年龄测定》，与DZ/T 0184.7—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”、“引言”和“警示”（见前言、引言、警示）；
b) 将“主题内容与适用范围”改为“范围”，更改了其适用范围（见第1章，1997年版的第1章）；
c) 增加了“规范性引用文件”（见第2章）、“术语和定义”（见第3章）；
d) 修改了“方法原理”（见第4章，1997年版的第2章）；
e) 删除了“方法提要”（见1997年版的第3章）；
f) 更改了“试剂和材料”的有关内容和顺序（见第5章，1997年版的第4章），增加了部分试剂的警示（见5.3）；
g) 更改了“仪器设备”（见第6章，1997年版的第5章）；
h) 删除了“析氩系统超真空的获得和烘烤去气”（见1997年版的6.3）；
i) 更改了“熔样”（见7.3，1997年版的6.4）、“稀释与纯化”（见7.4，1997年版的6.5）、“氩同位素质谱分析”（见7.5，1997年版的6.6）的规定；
j) 更改了“分析结果的计算和表述”的规定（见第8章，1997年版的第7章）；
k) 增加了“质量保证与控制”的规定（见第10章）；
l) 更改了“附录A”（见附录A，1997年版的附录A）

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：谭娟娟、罗修泉、杨红梅、段瑞春。

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 0184.7—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8部分，采用熔炉与惰性气体质谱仪联用技术，实现样品钾-氩体系同位素年龄的测定。作为一种传统的年代学方法，该项技术具有安全、稳定、快捷、低成本等优点，分析精密度和准确度能满足不同类型样品的测试要求，具有可溯源性。本次修订除注重所有表述规范外，重点修改了分析结果的计算等内容，增加了质量保证与控制。

# 地质样品同位素分析方法
# 第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法

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

本文件规定了地质样品钾-氩体系同位素年龄熔炉法的测定方法。

本文件适用于岩石和含钾矿物的钾-氩体系同位素年龄测定。本文件不适用于钾含量低于 0.1 wt.%的样品。

## 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

将含钾样品置于超高真空析氩系统的熔炉中加热熔融，释放出的气体与$^{38}Ar$同位素稀释剂混合均匀后，经纯化进入惰性气体质谱仪进行氩同位素组成测定，计算得到样品中的放射成因氩含量。用原子吸收分光光度法测定样品中钾的含量。再根据放射性衰变方程计算样品形成封闭体系以来的时间，即样品的钾-氩体系同位素年龄。

## 5 试剂和材料

5.1 铝箔，纯度 99%。

5.2 活性炭，分析纯。

5.3 液氮，纯度 99%。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！

5.4 富集 $^{38}Ar$ 同位素的稀释剂，（$^{38}Ar/^{36}Ar$）>$1\times10^{5}$，（$^{38}Ar/^{40}Ar$）>$1\times10^{4}$。

5.5 标准物质，大气氩或光谱纯氩、GBW 04439。

## 6 仪器设备

6.1 惰性气体质谱仪，分析精度优于 0.005%、静态真空优于 $1\times10^{-7}$ Pa。

注：与分析方法的精密度不同，此处的“分析精度”表征质谱性能的一项技术参数，指单次测试中采集的多组数据

6.2 析氩系统，包括进样仓、熔炉和带冷指的纯化系统，与惰性气体质谱仪联机使用。

6.3 分析天平，感量 0.01 mg。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品的预处理

单矿物分选出有代表性的样品；全岩样品破碎到0.2 mm～0.5 mm粒度，经缩分后称取约2 g备用。

### 7.2 称样和装样

样品用去离子水清洗后烘干。用分析天平（6.3）精确称取适量样品用铝箔（5.1）包裹成密封的圆球形小样包，标记后装入析氩系统（6.2）的进样仓中。

### 7.3 熔样

当析氩系统（6.2）的真空度优于$1\times10^{-7}$ Pa后，将进样仓中的样品投入熔炉，根据样品的矿物特征选择合适的去气温度，经过充分去气后，升温至样品熔点温度，保持10 min～30 min后降至常温。

### 7.4 稀释与纯化

在熔样的同时，将富集 $^{38}Ar$ 的同位素稀释剂（5.4）与样品释放出的气体混合，并在析氩系统（6.2）中纯化，用装有活性炭（5.2）的冷指收集，冷指用液氮（5.3）冷冻。

### 7.5 氩同位素质谱分析

当惰性气体质谱仪（6.1）的静态真空度优于 $1\times10^{-7}$ Pa 时，将冷指中的混合气体通入惰性气体质谱仪，监测 $^{40}Ar$、$^{38}Ar$ 和 $^{36}Ar$ 的离子流强度，启动自动测量程序，进行氩同位素组成分析。

每个样品最少采集 10 组数据，由 10 组数据获得的曲线零点回归值计算样品的氩同位素组成及其标准偏差。

### 7.6 钾含量测定

从步骤 7.1 清洗烘干后的样品中缩分出 0.1 g～0.2 g，研磨至 200 目，用分析天平（6.3）精确称量后，用原子吸收分光光度法测定样品中 $K_2O$ 的百分含量（$w_{so}$）。

## 8 分析结果的计算和表述

### 8.1 钾含量的计算

样品中的钾含量为：

$$C_K = \frac{2\times w\times Ab_K}{(2\times M_K+M_O)} \cdots\cdots (1)$$

式中：

$C_K$——样品中$^{40}$K的含量，单位为摩尔每克（mol/g）；

$w$——样品中$K_2O$的百分含量，由6.6测得；

$Ab_K$——$^{40}$K的丰度（$Ab_K$=1.167×10$^{-4}$）；

$M_K$——K的原子量（$M_K$=39.098）；

$M_O$——O的原子量（$M_O$=15.999）。

## 8.2 放射成因氩的计算

样品中的放射成因氩的量为：

$$N_{Ar} = N_{sp} \times \left[ \left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_m - \left(^{40}Ar/^{36}Ar\right)_{sp} - \left[\frac{1-\left(^{38}Ar/^{36}Ar\right)_m\times\left(^{36}Ar/^{38}Ar\right)_{sp}}{\left(^{38}Ar/^{36}Ar\right)_m\times\left(^{36}Ar/^{38}Ar\right)_{air}-1}\right]\left[\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_{air} - \left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_m\right]\right] \cdots\cdots (2)$$

式中：

$N_{Ar}$——样品中放射成因氩的量，单位为摩尔（mol）；

$N_{sp}$——加入$^{38}$Ar稀释剂的量，单位为摩尔（mol）；

$\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_m$——样品和稀释剂混合后测得的$^{40}$Ar/$^{38}$Ar比值；

$\left(^{38}Ar/^{36}Ar\right)_m$——样品和稀释剂混合后测得的$^{38}$Ar/$^{36}$Ar比值；

$\left(^{40}Ar/^{36}Ar\right)_{sp}$——稀释剂的$^{40}$Ar/$^{36}$Ar比值；

$\left(^{36}Ar/^{38}Ar\right)_{sp}$——稀释剂的$^{36}$Ar/$^{38}$Ar比值；

$\left(^{36}Ar/^{38}Ar\right)_{air}$——大气氩的$^{36}$Ar/$^{38}$Ar比值（$\left(^{36}Ar/^{38}Ar\right)_{air}$=5.349）；

$\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_{air}$——大气氩的$^{40}$Ar/$^{38}$Ar比值（$\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_{air}$=1 581）；

则放射成因氩的含量为：

$$C_{Ar} = N_{Ar}/m_{sa} \cdots\cdots (3)$$

式中：

$C_{Ar}$——样品中放射成因氩的含量，单位为摩尔每克（mol/g）；

$N_{sp}$——加入$^{38}$Ar稀释剂的量，单位为摩尔（mol）；

$m_{sa}$——样品质量，单位为克（g）。

## 8.3 放射成因 Ar 占 $^{40}$Ar 总量的百分比的估算

$$^{40}Ar^* = \frac{N_{Ar}}{N_{sp}\times\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_m}\times 100\% \cdots\cdots (4)$$

式中：

$^{40}Ar^*$——样品中放射成因氩占$^{40}$Ar的百分比，单位为百分号（%）；

$N_{Ar}$——样品中放射成因氩的量，单位为摩尔（mol）；

$N_{sp}$——加入$^{38}$Ar稀释剂的量，单位为摩尔（mol）；

$\left(^{40}Ar/^{38}Ar\right)_m$——样品和稀释剂混合后测得的$^{40}$Ar/$^{38}$Ar比值。

## 8.4 年龄的计算

样品的钾-氩年龄为：

$$t = \frac{1}{\lambda_e+\lambda_\beta} \times \ln\left[\frac{C_{Ar}}{C_K} \times \left(\frac{\lambda_e+\lambda_\beta}{\lambda_\beta}\right) + 1\right] \times 10^{-6} \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：

$C_{Ar}$——样品中放射成因$^{40}$Ar的含量，单位为摩尔每克（mol/g）；

$C_K$——样品中$^{40}$K的含量，单位为摩尔每克（mol/g）；

$\lambda_e$——衰变常数，单位为每年（$a^{-1}$）（$\lambda_e$=0.581×$10^{-10}$）；

$\lambda_\beta$——衰变常数，单位为每年（$a^{-1}$）（$\lambda_\beta$=4.962×$10^{-10}$）；

$t$——年龄值，单位为百万年（Ma）；

### 8.5 测定结果的表述

测定结果应包括：钾的百分含量、放射成因氩的含量、放射成因氩占$^{40}$Ar总量的百分比、样品的年龄值及其不确定度。钾的百分含量、放射成因氩的含量和放射成因氩占$^{40}$Ar总量的百分比保留两位有效数字，年龄结果以$t$表示，单位为百万年（Ma），通常保留三位有效数字。

## 9 精密度

当样品的年龄老于5 Ma时，若钾的质量分数高于1 wt.%，本方法的单次测定精密度优于5%；当钾的质量分数在0.1 wt.% ～1 wt.%时，本方法的单次测定精密度优于10%。

## 10 质量保证与控制

在测试样品前应检查质谱仪的工作条件、稳定性能，应用相应的标准物质（见附录 B）进行检查测定，符合仪器测量精度要求方可进行测试。

本规范中分析质量的监控参照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》执行。

# 附 录 A
（规范性）
稀释剂的标定

## A.1 稀释剂同位素比值的测定

在惰性气体质谱仪处于正常工作状态时，通入$10^{-11}$ mol数量级的$^{38}Ar$稀释剂，按7.5的程序进行氩同位素组成测定，求出稀释剂的$^{40}Ar/^{38}Ar$和$^{36}Ar/^{38}Ar$比值。重复进样6次以上，得出稀释剂的$^{40}Ar/^{38}Ar$和$^{36}Ar/^{38}Ar$比值的平均值及其标准偏差。

## A.2 稀释剂的分样与定量

将稀释剂放入真空优于$1\times10^{-7}$ Pa的大储气瓶（容积约几千毫升）中，然后通入与之连接的小定量管（容积约几毫升），使两者之中的气体达到平衡。小定量管内的稀释剂用于每次样品的分析，其中稀释剂的量$N_{sp}$可用下列两个公式计算：

$$v = \frac{V_2}{V_1+V_2} \quad \text{(A.1)}$$

式中：

$v$——消耗系数；

$V_1$——大储气瓶的容积；

$V_2$——小定量管的容积；

$$N_{sp} = N_0 \times e^{-vn} \quad \text{(A.2)}$$

式中：

$v$——消耗系数；

$n$——分样次数；

$e$——自然常数（e=2.178）；

$N_0$——小定量管中的初始稀释剂含量，由标准样品标定求得，单位为摩尔（mol）；

$N_{sp}$——每次样品分析时加入稀释剂的含量，单位为摩尔（mol）。

# 附 录 B
（资料性）
分析质量监控

有关标准物质的证书值列于表B.1，用于监控整个分析流程，氩同位素比值的检测采用光谱纯氩（大气氩）做标准。

表B.1 钾-氩体系同位素年龄测定常用标准物质

| 标准物质 | 类型 | K 质量分数（wt.%） | $^{40}Ar$ 含量（mol/g） | $^{40}Ar/^{36}Ar$ | 年龄±2σ（Ma） |
|---|---|---|---|---|---|
| 光谱纯氩 | | | | 295.5 | |
| GBW04439 | 黑云母 | 7.60 | $1.817\times10^{-9}$ | | 132.9±1.3 |