

文章编号: 1000-6524(2003)01-0097-02

锶、钕、铅同位素样品制备方法介绍

赵娟

(同济大学海洋与地球科学学院, 上海 200092)

摘要: 针对同位素样品粉末化过程中易受污染的特点, 详细介绍了夏威夷大学同位素实验室所使用的方法, 包括样品的选取、切割、粗碎、净化、挑选以及粉末化过程。该方法的优点是尽可能地保证样品在粉碎过程中不受外界物质的污染, 并去除一些蚀变及氧化物的影响。

关键词: Sr、Nd、Pb 同位素; 样品准备; 粉末化; 污染

中图分类号: P597

文献标识码: A

The preparation of strontium, neodymium and lead isotopic samples

ZHAO Juan

(School of Ocean and Earth Sciences, Tongji University, Shanghai 200092, China)

Abstract: As the Sr, Nd and Pb isotopic samples are likely to be contaminated during the process of powdering, the method adopted by the Isotopic Laboratory at the University of Hawaii is introduced in detail. The process consists of choice and cut of samples, coarse fracturing, cleaning, picking up and powdering. With this method, the contamination by other materials can be reduced to the minimum, and the advert effects of some alterations and oxides can be eliminated.

Key words: Sr, Nd and Pb isotopic; preparation of samples; powdering; contamination

锶、钕、铅同位素在研究岩浆的成因、源区物质组成及探讨深部的地球动力学过程具有极其重要的意义。但是如果在处理样品(进行化学处理之前)时,没有利用正确的方法,实验数据很可能不能反映样品的实际同位素成分,因为同位素分析(尤其是铅同位素)比起其他化学分析更容易被污染。

目前国内对样品污染问题似乎还没有引起足够的重视,大多是将样品直接碎成粉末,这可能导致样品被其他物质污染或者有些蚀变矿物及杏仁体也一同被碎成粉末,使得数据不能反映其实际的同位素组成。笔者在夏威夷大学学习了锶、钕、铅同位素样品的处理方法,在此做一介绍,以供国内同行借鉴。

1 样品的选取和切割

选取同位素样品,最好先有相应的薄片和化学数据(包括主要和微量元素分析结果),通过薄片观察,选取蚀变较弱的样品,因为蚀变作用会使 Rb-Sr 和 Pb 同位素发生变化;通过化学分析,选取烧失量低的样品(代表样品新鲜)。另外,微量元素分析结果也很重要,因为在化学处理过程中,要粗略知

道 Sr、Rb、Pb、Th、U、Nd、Sm 的含量,才能用同位素稀释法测定其含量。当然,选取样品时首先要考虑其地质意义。

选好样品后,用锤子或切割机在相对较新鲜的位置切下一小块,然后用切割机将切出来的小块样品尽量切成长方体状,去掉所有的表皮。应根据样品的新鲜程度决定其大小,样品新鲜者,可以少一些,否则就要大一些。冲洗干净,在球磨机上将表面磨平,然后用肥皂水冲洗干净,再将其放在小的塑料杯中,加 Millipore 水(一种用微空过滤器过滤过的水,比一般的自然水干净得多,不含重金属)于塑料杯中(淹没样品),并连同塑料杯放在超声机里超声 15~20 分钟,然后放在灯泡下烘干。超声处理是利用超声波的作用产生低压和高压转换,低压时产生很多气泡,高压时这些气泡破裂,产生大量的能量,从不同的方向作用于物体的表面,从而起到清洁的作用。

2 样品的粉碎

将烘干的样品置于钢乳钵中粉碎。为了保持干净,应将乳钵置于干净的塑料袋中,这同时也是为了防止样品在被敲

收稿日期: 2002-12-13

作者简介: 赵娟(1971-),女,硕士,讲师,主要从事地质学的教学和科研工作。

打时溅出。在用锤子敲打铁杵时,须隔着塑料袋。应注意,在每次敲打时,不要用力过大,以免样品被碎成粉末,而造成样品的浪费。一次粉碎后,用干净的镊子将粗大的样品拣出来,将细小颗粒以及粉末倒入小塑料杯中。将大的颗粒放回乳钵中再次粉碎,这样反复多次直到碎到大小合适的颗粒为止。一般而言,最后的颗粒大小与样品的新鲜程度有关,如果样品较为新鲜,颗粒可以适当粗一些,直径为2~4 mm;如果样品不太新鲜或杏仁体较多,直径则大约为0.5~1.5 mm。

3 样品的净化

样品粉碎好后,粉末中往往含有较多的蚀变矿物或者风化物,对同位素测定不利,需去除。将粉碎好的样品倒入筛子中,筛子的大小由样品颗粒的大小而定。用一种经过多次处理高度净化的水(QED)冲洗小塑料杯并同时倒入筛子中,这样可以去掉粉末和细小的颗粒。冲洗完毕后将样品倒回小塑料杯中,再用QED冲洗两次。倒干小塑料杯中的QED,然后加入稀释的 $\text{HF}-\text{HNO}_3$ (1HF- HNO_3+9QED),放在超声机里超声5分钟,以去掉其中的蚀变物。经过超声以后,塑料杯中的液体变得浑浊,倒干,并用QED冲洗3次,再倒干。加入6N的HCl于样品中,同时放在超声机里超声15分钟,以去掉样品中的氧化物。结束后,塑料杯中的溶液呈浑浊状,倒干,同时用QED冲洗3次。倒干,再加入QED,放在超声机里超声10分钟,结束后倒干,再用QED冲洗干净,放在灯泡下烘干。

4 样品的挑选

样品的挑选也极为关键。由于同位素样不需要很多量,大约只要几十毫克,所以必须挑选最好的颗粒。需要指出的是:在显微镜下,不能选可疑的颗粒;不能选颗粒中粘附有不需要矿物或杏仁体等,最好选择没有斑晶、全部为基质的颗粒;一定不要选择橄榄石斑晶的颗粒,因为橄榄石含Pb和Rb很低,会导致在同位素分析时因为没有足够的微量元素而无法分析;具有光滑表面的颗粒不能选,因为其外表可能不干净。将选好的颗粒放在干净的小玻璃瓶中装好,同时对不要的颗粒也保存好。

5 最后的粉碎(粉末化)

最后的粉碎需要在碳化硼乳钵中进行。该乳钵的优点是质地坚硬而不会被污染。为了防止样品在粉碎过程中被污染,用一张干净的保鲜塑料纸盖在乳钵的口上,在中间掏一个小洞,将杵子放在小洞中碾磨样品,直至粉碎为止。需要指出的是,千万不能用手指去试是否碎成粉末,这样会污染样品。只要观察到粉末粘在乳钵的壁上,就知道已粉碎成200目。另外,一次放在乳钵中的样品不要太多,否则很难粉碎。将粉碎好的样品装入另一个干净的小玻璃瓶中。样品准备完毕。

6 乳钵的冲洗

完成一个样品后,要对乳钵进行冲洗,如果冲洗不好,会污染下一个样品。从以上粉碎过程中知道,要用到两种乳钵,这两种乳钵的冲洗方法有所不同。

用于初碎的钢乳钵的冲洗方法比较简单,先用自然水进行冲洗,同时也可以用肥皂水进行洗刷,再用纸擦干,然后将其放在大的塑料杯中,加Millipore水放在超声机中超声15分钟左右,完毕后用methonon进行冲洗,再放在炉中烘干即可。Methonon的作用是防止其生锈,起到快速晾干的作用。

用于碾磨粉末的碳化硼乳钵的冲洗更为重要,因为在粉末化过程中更容易被污染,所以其冲洗过程也略为复杂一些。先用自然水将乳钵冲洗,再加满6N的HCl,放在超声机里超声20分钟(注意千万不要时间过长,否则会对乳钵产生不良的影响);如果在超声完发现盐酸溶液不干净,可再超声10分钟。然后用QED冲洗,并加入QED放在超声机里超声10分钟,完毕后加入QED冲洗,放在炉里烘干。

需要指出的是,以上步骤只是针对同位素样品的准备工作,以保证样品不受污染,而对全岩化学分析样品,如要分析主要元素和微量元素则不适合。因为在用酸冲洗的过程中,某些元素会随之被冲洗掉,而且挑选的颗粒并不能代表全岩成分,失去了其有效性。而对同位素分析不受影响,因为在一个样品中同位素成分是均一的。

在工作过程中得到了夏威夷大学的John Mahoney教授、Douglas Pyle博士等人的帮助,在此表示衷心的感谢!