

# 重新评估铷-锶及钐-钕化学分离流程

游灿<sup>1,2)</sup>, 杨红梅<sup>3)</sup>, 段瑞春<sup>3)</sup>

1) 中国地质科学院, 北京, 100037; 2) 中国地质大学(北京), 北京, 100083;

3) 中国地质调查局武汉地质调查中心, 武汉, 430223

**关键词:** Rb-Sr 分离; Ba-Nd 分离; 树脂; 电感耦合等离子质谱

Rb-Sr 和 Sm-Nd 年代学是比较经典的同位素地质化学研究方法, 其广泛应用于地质学和同位素示踪等研究。在壳幔演化、矿床成因、海洋及气候变化等研究中具有重要指示意义(李潮峰等, 2011; 杨红梅等, 2015)。目前大部分实验室分离 Rb-Sr 和 Sm-Nd 的前处理方法是化学分离法, 样品经酸溶解之后, 通过离子交换柱分离富集所需元素, 然后用酸提取, 待测。摘要主要对三种化学分离流程进行讨论, 因为 Ba 会对 Nd 的电离信号产生影响(梁细荣等, 2002; 高永娟等, 2011), 所以也对 Ba 的去除进行浅析。

## 1 仪器与主要试剂

本研究中的化学分离富集实验均在武汉地质调查中心同位素实验室完成。

实验过程中采用的标样是 BCR-2; 化学分离所用的阳离子交换树脂是 AG50W-X8(200~400)和 AG50W-X12(200~400); 实验用水经 MilliQ Element 纯化, 电阻率为 18.25 MΩ/cm; 实验中所用的酸经二次亚沸蒸馏纯化制备; 样品经淋洗之后的各阶段含量测定由 ICP-MS 完成。

## 2 样品处理与化学分离流程

称取 50 mg 的样品于 15 ml 聚四氟乙烯溶样杯中, 加入 100 μl 水润湿样品, 然后加入 2~3 ml HNO<sub>3</sub> 和 100 μl HClO<sub>4</sub>, 摇匀之后, 最后加入 7 ml HF, 置于电热板在 180℃ 加热 48 h。待样品蒸干之后, 根据不同实验流程, 加入 5 ml 1 mol/L HCL

或 5 ml 2.5 mol/L HCL 再次蒸干, 准确加入 1 ml 2.5 mol/L HCL 或 3 ml 1 mol/L HCL, 备用。

实验中的三种化学分离流程为: ①树脂类型为 AG50W-X8(200~400), 装柱树脂量为 5 ml, 武汉地质调查中心同位素实验室的化学分离方法; ②树脂类型为 AG50W-X12(200~400), 装柱树脂量为 2.5 ml, 武汉地质调查中心蔡红的化学分离方法; ③树脂类型为 AG50W-X12 (200~400), 装柱树脂量为 2.5 ml, 中国地质大学(武汉)的化学分离方法。在①流程中, 用 6ml 1 mol/L HCL 接 Rb, 6 ml 2.5 mol/L HCL 接 Sr, 13 ml 6 mol/L HCL 接 REE。在②流程中, 用 1.5 ml 5 mol/L HCL 接 Rb, 3 ml 5 mol/L HCL 接 Sr, 5 ml 6mol/L HCL 接 REE。在③流程中, 用 3 ml 2.5 mol/L HCL 接 Rb, 6 ml 2.5 mol/L HCL 接 Sr, 13 ml 6 mol/L HCL 接 REE, 而且在接 REE 之前用 25 ml 1.5 mol/L HNO<sub>3</sub> 除去 Ba。

将已准备好的样品加在离子交换柱上, 分别用三个流程进行淋洗。将分离后的样品蒸干, 分别加入 5 ml 2% 的 HNO<sub>3</sub> 再次蒸干, 最后用 2% 的 HNO<sub>3</sub> 提取至定溶瓶并稀释 1000 倍, 待上机测试。

## 3 结论

流程①的淋洗曲线如图 1 所示, 流程②的淋洗曲线如图 2 所示, 流程③的淋洗曲线如图 3 所示。对三个流程的淋洗曲线图进行对比分析, 流程①可以将 Rb 和 Sr 很好的分离, 并且可以收集到稀土元素 Sm、Nd, 整个流程耗时较少, 效率高, 但是 Nd 的干扰元素 Ba 并没有与 Nd 分开; 流程②可以将 Rb 和 Sr 很好的分离, 整个流程耗时少, 用酸量较少,

注: 本文为中国地质调查局杨子工程湘西-鄂西成矿带神农架-花垣地区地质矿产调查二级项目(编号 DD20160029)和国土资源部行业专项经费(编号 2014111075)联合资助成果。

收稿日期: 2019-01-10; 改回日期: 2019-03-20; 责任编辑: 黄敏。 Doi: 10.16509/j.georeview.2019.s1.140

作者简介: 游灿, 男, 1995 年生。硕士, 地球化学专业, Email: 2997343315@qq.com。通讯作者: 杨红梅, 女, 博士, 教授级高工, 地球化学专业, Email: ycyanghmei@163.com。

但是整个流程中未能收集到 Sm、Nd 元素，所以流程②可适用于 Rb 和 Sr 的快速分离。流程③可以将 Rb 和 Sr 很好的分离，但是从 Sm、Nd 元素的淋洗曲线来看，当开始收集 Sm、Nd 元素时，整个流程结束了，说明整个流程是往后移的，原因可能是 A G50W-X12(200~400)树脂交换位点密度大，交联度高，导致样品在离子交换柱中的流速变慢，所以整个流程向后移动。对三个流程的淋洗曲线图进行探讨后，流程①适合于 Rb、Sr 的分离以及 Sm、Nd 的富集。考虑到 Ba 会对 Nd 的电离信号产生影响，

所以对 Ba 的去除进行探讨。流程④中，在接稀土之前，加入 25 ml 1.5 mol/L HNO<sub>3</sub> 除去 Ba，但是由图 3 可得，当开始收集 Sm、Nd 元素时，Ba 元素还没有被去除。因为流程①可以将 Rb、Sr 分离，并且可以富集 Sm、Nd，所以对流程①进行改进，即在接 Sm、Nd 之前，加入 20 ml 2.5 mol/L HNO<sub>3</sub> 去除 Ba(韦刚健等, 2004)。流程①改进后的淋洗曲线如图 4 所示，Ba 在接 Sm、Nd 之前就已经被洗出，所以，改进后的流程①可以去除 Ba，即可以除去 Ba 对 Nd 电离信号的干扰。

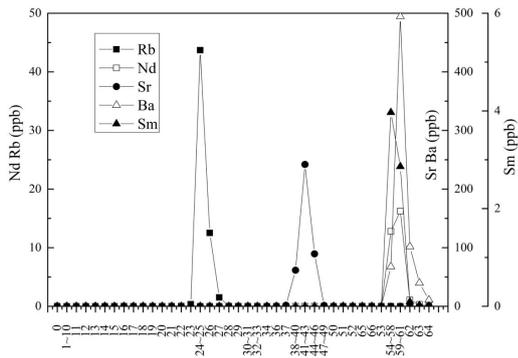


图 1 流程①的淋洗曲线图

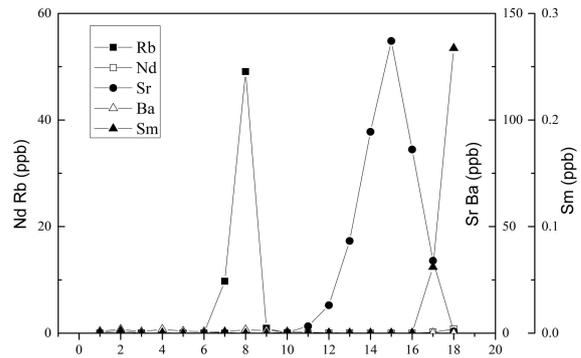


图 2 流程②的淋洗曲线图

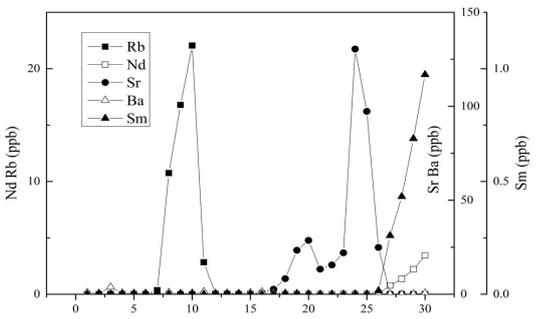


图 3 流程③的淋洗曲线图

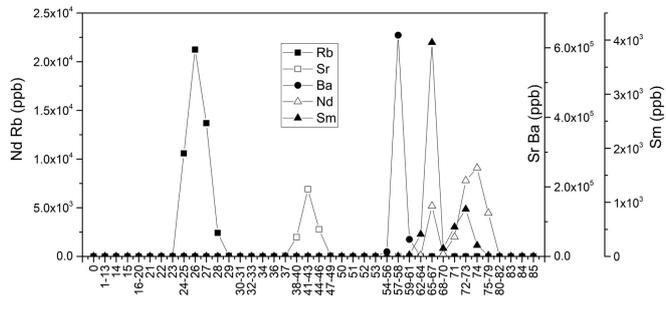


图 4 流程④的淋洗曲线图

参 考 文 献 / References

李潮峰, 李献华, 郭敬辉, 李向辉, 李怀坤, 周红英, 李国占. 2011. 微量岩石样品中 Rb-Sr 和 Pb 一步分离及高精度热电质谱测试. 地球化学, 40(5): 399~406.

高永娟, 凌文黎, 邱啸飞, 陈子万, 白秀娟. 2011. La-Ce 同位素体系应用现状和研究进展. 地球科学-中国地质大学学报, 36(1): 33~42.

梁细荣, 韦刚健, 李献华, 刘颖. 2002. 多收集器等离子体质谱快速精确测定钆同位素比值. 岩矿测试, 21(4).

韦刚健, 刘颖, 涂湘林, 梁细荣, 李献华. 2004. 利用选择性特效树脂富集分离岩石样品中的铈和钆. 岩矿测试, 23(1): 11~14.

杨红梅, 刘重芑, 蔡红, 李华芹, 张利国, 蔡应雄, 王云峰. 2015. 闪锌矿分相 Rb-Sr 同位素定年机理及其分析流程稳定性. 地质学报, 89(z1): 48~50.

**YOU Can, YANG Hongmei, DUAN Ruichun: Re-evaluate the chemical separation process of Rb-Sr and Sm-Nd**  
**Keywords: Rb-Sr separation; Ba-Nd separation; resin; inductively coupled plasma mass spectrometry**