
广州地化所开发出锆石水含量和氧同位素同时测定新方法

作者：writer 来源：中国科学院

本文原地址：<https://www.iikx.com/news/progress/7393.html>

本文仅供学习交流之用，版权归原作者所有，请勿用于商业用途！

水是地球演化的重要介质。名义上无水矿物中的水含量对岩石矿物的物理化学性质有深刻影响，是重要的地球化学指标，氧同位素对矿物本身以及水的来源也具有重要指示意义。这两个指标的同时测试，不仅能拓展仪器功能，使大型二次离子质谱（SIMS）仪器的使用效率提升一倍，还可避免因地质样品中广泛存在的不均匀性而导致的数据解耦，保证实验数据正确的科学解释。

SIMS虽被广泛应用于名义上无水矿物的水含量分析，但此前仅限于CAMECA IMS 3-7f系列、NanoSIMS等小型仪器，因为水在真空中极难去除，只有极高的真空才能将水的背景值降低到10ppm以下。这类仪器腔体小，较易获得高真空，但无法获得高精度氧同位素信息。大型SIMS具有同时测量矿物水含量和氧同位素的能力，但腔体大，真空度难以跟小型SIMS相比。国际上以往利用大型高精度SIMS测试水含量的背景值高达40ppm，难以满足低水含量样品测试要求。

锆石是地球科学研究中应用最广泛的一种名义上无水矿物，可以进行U-Pb定年、Li-O-Hf同位素体系和Ti温度计等研究，并已形成专门的学科——锆石学。已有研究表明，结晶锆石中含有一定量的水，其水含量的多少对地球动力学过程研究有重要意义。锆石水含量的SIMS测试面临着仪器背景值高、锆石水含量标准物质缺乏等难题。若要成功实现同时测试锆石中水含量和氧同位素，标准样品的开发与降低仪器背景值两个方面缺一不可。

针对以上问题，中国科学院广州地球化学研究所同位素地球化学国家重点实验室研究员夏小平团队与中国科学技术大学、南京大学合作，利用CAMECA IMS 1280-HR型二次离子质谱仪开展研究。经过大量的对比研究和条件实验，该研究找到一种熔点在90-110℃、Brinell硬度约为20的不释气锡铋合金，以取代在高真空环境中会释气破坏真空的环氧树脂制靶。得到的合金靶可以跟树脂靶一样打磨抛光，克服了钨靶等其他金属靶需要事先打磨抛光样品的缺陷，使小颗粒样品制样成为可能。该方法得到的样品靶面平整度可与传统的环氧树脂靶相媲美，保证了氧同位素的分析精度。该研究还自主研制了一套适用于SIMS样品室冷却系统的液氮自动加注装置，克服了仪器本身需要频繁加注液氮（约4小时一次）的不足，使仪器样品分析室可长期稳定地保持 2×10^{-9} torr以下的高真空，从而在国际上首次将大型高精度SIMS测量水含量的背景值降到了10ppm以下。在此基础上，该研究将20颗宝石级的锆石颗粒，包含一些经常使用的U-Pb定年以及氧同位素测试标样，在中国科大地球与空间科学学院进行FTIR测试，验证其水含量的均一性，最终成功挑选出8颗水含量均一锆石碎片进行下一步的SIMS测试。

红外光谱测试结果显示，分析的锆石碎片只遭受了低程度的放射性破坏，均为非退变质锆石，水含量较为均一。经过多次重复SIMS测试，锆

石颗粒 $^{16}\text{O}^1\text{H}/^{16}\text{O}$

O比值大部分的内部精度好于0.3‰，且外部精度好于5%（2SD），具有较高的精度以及重现性，部分内部精度交差的分析点呈现出离群特性，可能是样品内部的微小的富水包体影响所致。得到的锆石样品的氧同位素数据与常规的二次离子质谱测试氧同位素具有基本相当的分析精度，其内外精度均好于0.4‰（2SD）。

FTIR测试得到的水含量与SIMS测试的 $^{16}\text{O}^1\text{H}/^{16}\text{O}$

O比值线性拟合建立了二次离子质谱测试锆石水含量的校正曲线，得到的拟合相关系数 $R^2=0.996$ ，显示两者之间具有极好的线性关系。

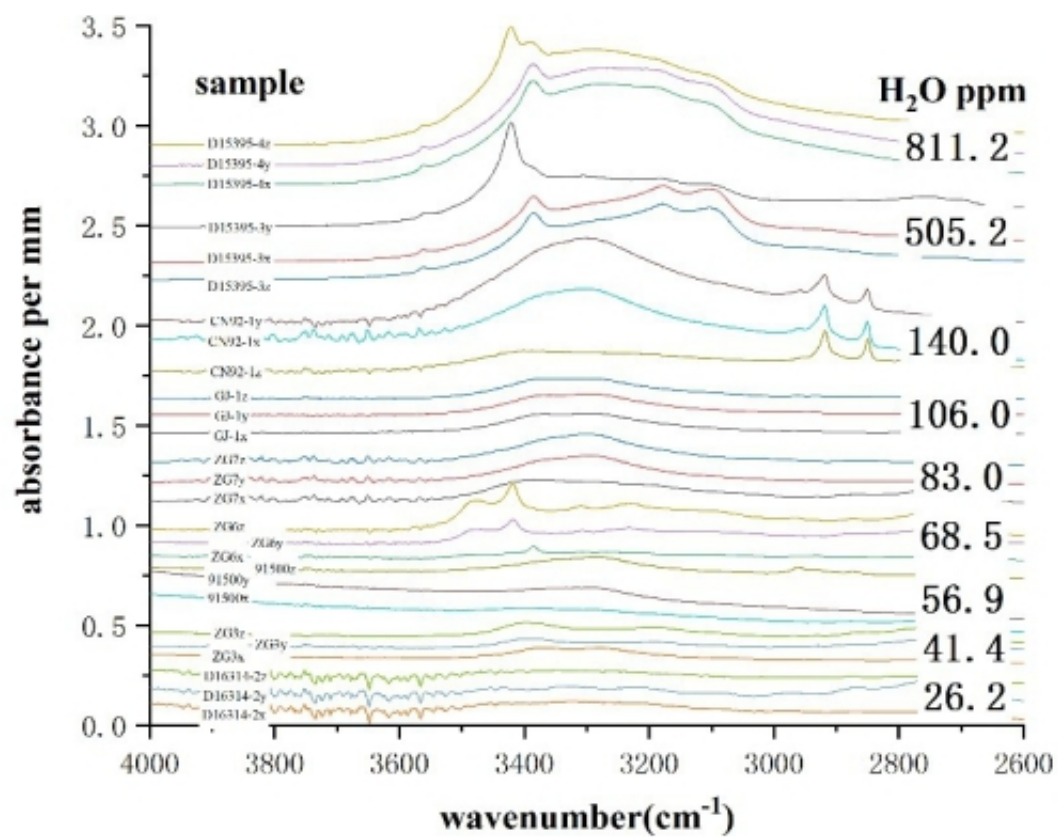
相关成果以“封面文章”形式发表于Journal of Analytical atomic spectrometry

上，审稿人认为这是目前最好的名义上无水矿物水含量数据。该研究提出的方法还获授权国际发明专利一项“一种基于大型二次离子质谱对锆石中水含量和氧同位素进行同时分析的方法”（专利号201711103811.4）。

[论文链接](#)



实验中用到的宝石级锆石样品



铅石红外光谱图

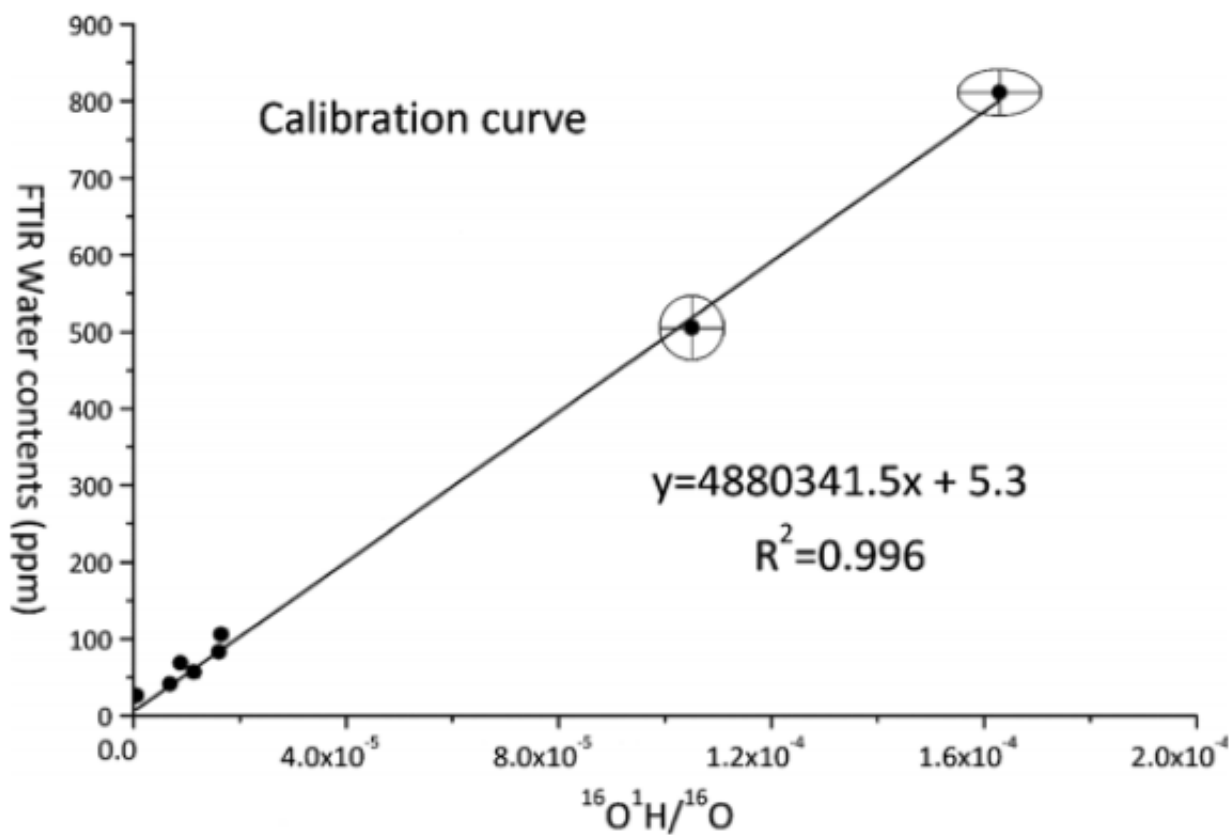
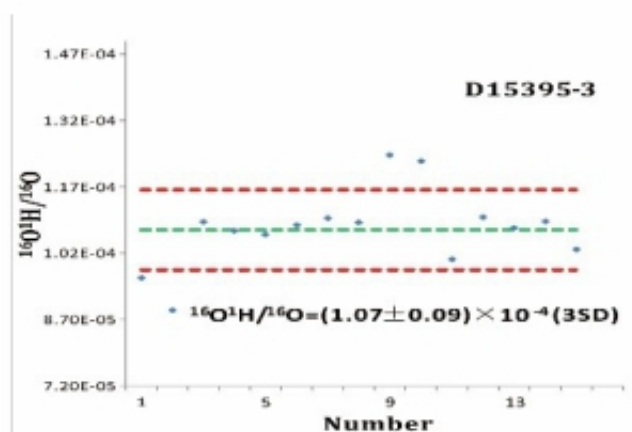
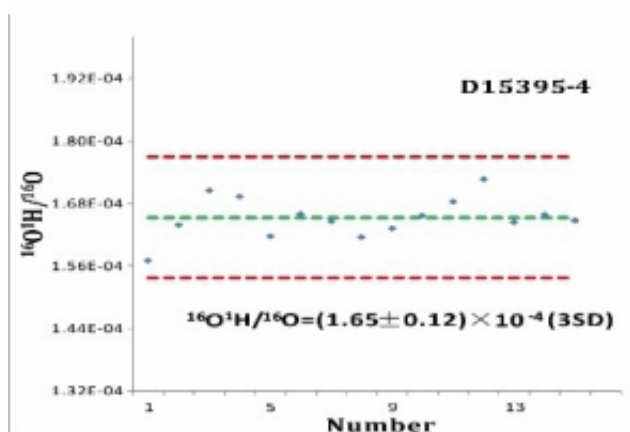
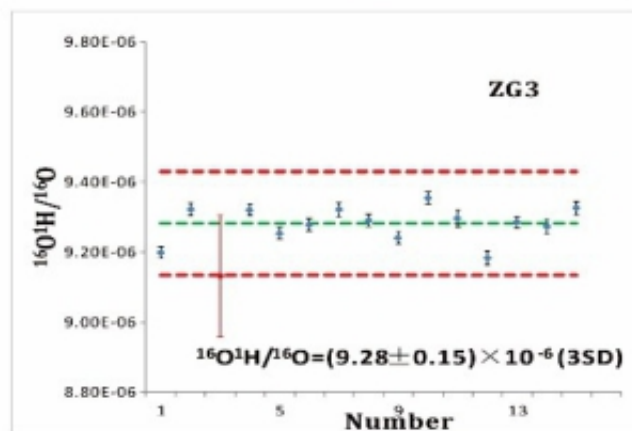
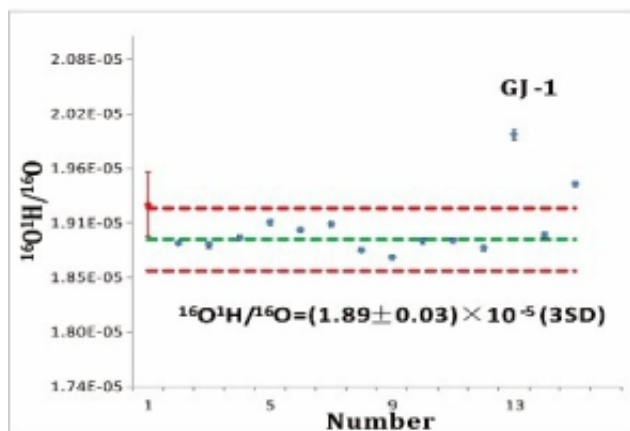
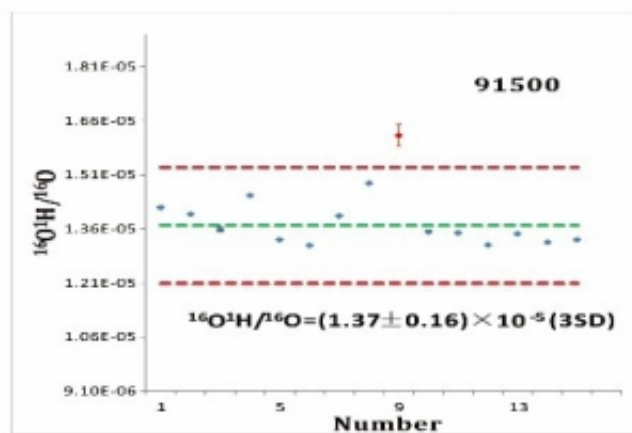
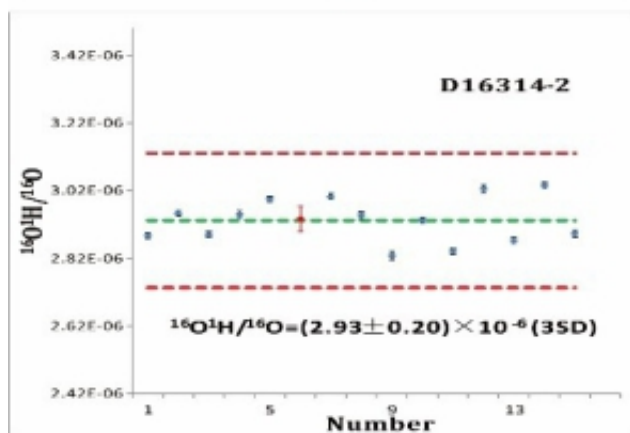
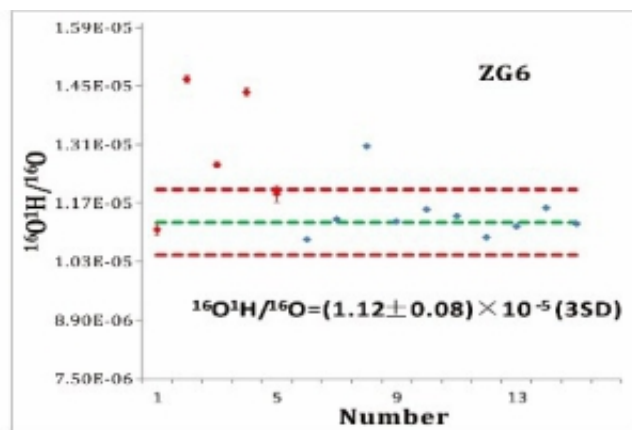
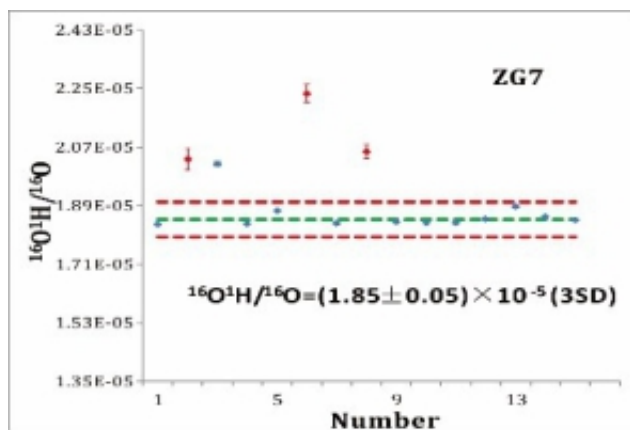


Fig. 4 Zircon water content calibration curve for SIMS analyses.

SIMS测试锆石水含量的校正曲线



SIMS测试结果 $^{16}\text{O}^1\text{H}/^{16}\text{O}$

期刊封面

研究团队单位：广州地球化学研究所

更多 科学进展 请访问 <https://www.iikx.com/news/progress/>

本文版权归原作者所有，请勿用于商业用途，[爱科学iikx.com](https://www.iikx.com)转发