

黄铁矿 Re-Os 同位素定年化学前处理若干条件初探

黄小文^{1,2}, 漆亮^{1*}, 刘莹莹^{1,2}, 王怡昌^{1,2}

(1. 中国科学院地球化学研究所 矿床地球化学国家重点实验室, 贵州 贵阳 550002; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100049)

摘要: 对黄铁矿 Re-Os 同位素定年化学前处理过程中的溶样温度、溶样酸介质及溶样时间进行了条件实验。温度实验结果表明, 溶样温度对 Re 的测定结果影响不大, 而对 Os 的测定结果影响较明显。溶样温度在 120~220 °C 之间时, 无论是 HNO₃ 还是逆王水溶样, Re 含量在误差范围内都是一致的, 但在 120 °C、150 °C 时, Os 的含量偏离真实值, 可能是样品和稀释剂中的 Os 同位素并未完全达到平衡, 在 180 °C、200 °C 和 220 °C 时, Os 的含量基本一致且接近真实值。溶样酸介质实验表明, HNO₃ 和逆王水溶样对 Re 的测定影响不大, 而对 Os 的测定影响较明显。无论是用 HNO₃ 还是逆王水溶样, 在不同温度下所得到的 Re 含量是一致的, 而在 120 °C、150 °C 时, 逆王水溶样较 HNO₃ 溶样所得到的 Os 含量更加接近真实值, 180 °C、200 °C 和 220 °C 时, 两种酸介质溶样得到的 Os 含量基本一致且接近真实值。用逆王水在 200 °C 时溶样, 时间为 5 h、8 h、12 h、18 h 所得到的 Re、¹⁸⁷Os 含量基本一致, 说明较高温度下在较短的时间内便能达到较好的溶样效果。Fe³⁺ 浓度对 Re 的阴离子交换效率实验表明, Re 的回收率随着 Fe³⁺ 浓度的不断升高而逐渐下降。当黄铁矿取样量为 3 g 时, 上柱体积控制在 40 mL 左右可获得较高的 Re 回收率。

关键词: 溶样温度; 溶样介质; 溶样时间; 回收率; 黄铁矿; Re-Os 同位素

中图分类号: P597; O658 文献标识码: A 文章编号: 0379-1726(2012)04-0380-07

Preliminary study on sample-preparation for Re-Os isotopic dating of pyrite

HUANG Xiao-wen^{1,2}, QI Liang^{1*}, LIU Ying-ying^{1,2} and WANG Yi-chang^{1,2}

1. State Key Laboratory of Ore Deposit Geochemistry, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550002, China;

2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

Abstract: Different digestion conditions, including temperature, acids and time, were tested for Re-Os isotopic dating of pyrite. The results show that the digestion temperature and different acids medium have no effect on Re results but have significant effect on Os. The results of Os are much lower than the true values, when digestion temperature at 120~150 °C, this may probably due to isotope disequilibrium between ¹⁹⁰Os spike and Os in samples. When temperature at 180 °C, 200 °C and 220 °C, the results are basically the same and in agreement with the true values. Re results are similar to each other within error using HNO₃ or inverse *aqua regia* as digestion medium at different temperatures, whereas Os concentrations are much closer to the true values under inverse *aqua regia* digestion than HNO₃ digestion at 120 °C and 150 °C. Os concentrations are similar to each other within error from 180 °C to 220 °C, irrespective of the digestion acids. Coincident Re, ¹⁸⁷Os contents have been obtained by digesting with inverse *aqua regia* at 200 °C for 5 h, 8 h, 12 h and 18 h, indicating that good results can be obtained for a relatively short time of digestion. The experiments of *c*(Fe³⁺) on anion-exchange efficiency of Re show that the recovery of Re decrease sharply with increasing *c*(Fe³⁺). When the sampling weight of pyrite reaches three grams, diluting the solution to 40 mL will get a good recovery of Re.

收稿日期(Received): 2011-09-25; 改回日期(Revised): 2012-02-09; 接受日期(Accepted): 2012-03-29

基金项目: 国家自然科学基金(40773070); 中国科学院“百人计划”(KZCX2-YW-BR-09)

作者简介: 黄小文(1985-), 男, 博士研究生, 元素及同位素地球化学专业。E-mail: huangxiaowen2008@live.cn

* 通讯作者(Corresponding author): QI Liang, E-mail: qilianghku@hotmail.com, Tel: +86-851-5891769

Key words: digestion temperature; digestion acids; digestion time; recovery; pyrite; Re-Os isotope

0 引言

Re-Os 同位素体系是研究金属矿床年代学和示踪成矿物质来源的有力工具^[1-4]。辉钼矿由于 Re 含量高和普通 Os 含量低, 因而已成为一些热液矿床中 Re-Os 定年的主要矿物, 并且日趋成熟。但是, 并不是所有热液矿床中都含有辉钼矿, 而黄铁矿、磁黄铁矿、黄铜矿等其他普通硫化物则较为普遍。因此, 这些普通硫化物的 Re-Os 定年方法为金属矿床的年代学以及成矿物质来源研究提供了一些新的思路, 该定年方法已成功应用于各种类型的矿床^[5-13]。黄铁矿 Re-Os 定年方法在国内起步较晚^[14], 一些学者对其进行了改进^[15-19], 使其不断完善。但是关于黄铁矿溶样条件的研究报道则较少^[20]。本文拟从溶样温度、溶样酸介质和溶样时间的角度, 初步探讨溶样条件对 Re、Os 测定结果的影响, 并探讨 Fe^{3+} 浓度对阴离子交换分离 Re 的回收率影响。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

测试工作在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室进行, 仪器型号为 PE Elan DRC-e ICP-MS。4% HNO_3 溶液中的 Re 和 Os 的仪器背景值通常小于 10 计数/s。仪器灵敏度通常调整为 1 ng/mL ^{115}In 信号强度大于 40000 计数/s, 相对标准偏差(RSD%)通常小于 2%。为了避免测定 Os 时严重的记忆效应, 本实验采用雾化器自吸进样, 这样可以缩短进样管道, 与自动进样相比其记忆效应明显降低。仪器工作参数见表 1。

表 1 仪器工作参数

Table 1 Instrumental operating parameters

参数	设定值	参数	设定值
射频功率	1100 W	读数偏差	1
冷却气	15 L/min	测定方式	跳峰
辅助气	1.20 L/min	停留时间	50 ms/u
雾化气	0.75 L/min	样品锥(Ni)孔径	1 mm
扫描次数	60	截取锥(Ni)孔径	0.8 mm

1.2 主要试剂及溶液

HCl: 实验用 HCl 通过亚沸蒸馏提纯。

HNO_3 : 将 2000 mL 市售分析纯 HNO_3 放入 3000 mL 玻璃烧杯中, 加入 20 mL H_2O_2 , 加热至沸, 通入净化的空气, 蒸馏约 2 h 以完全去除 Os^[21], 最后利用石英亚沸蒸馏纯化。

同位素稀释剂: ^{185}Re 和 ^{190}Os 稀释剂工作溶液的浓度分别为 61.09 ng/g Re 和 1.34 ng/g Os, 它们的同位素丰度分别为 ^{185}Re 94.36%, ^{187}Re 5.64%, ^{187}Os 0.014%, ^{188}Os 0.055%, ^{189}Os 3.57%, ^{190}Os 91.53%, ^{192}Os 4.82%。

Re 标准溶液: ~10 $\mu\text{g/g}$ 。

Os 吸收液: 5% HCl 溶液, Ir 的含量约为 30 ng/g, 用于 Os 的质量歧视校正。

阴离子交换树脂: AG 1-X8 (200~400 目, Biorad)。

H_2O_2 : 30%, 分析纯, 上海桃浦化工厂。

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$: 分析纯。

$\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 25%~28%, 分析纯。

实验用水为 Millipore 18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

1.3 实验装置

实验用卡洛斯管长约 225 mm, 内径 26 mm, 外径 30 mm, 内部容积约 120 mL, 实验前用 60% 的王水加热煮 5 h, 蒸馏水清洗干净后加热到 560 $^\circ\text{C}$, 保持约 8 h 后退火。

实验用不锈钢套和 Os 蒸馏装置如文献[18]所述, 自行设计的高压釜内部体积约为 300 mL, 实验时加入 100 mL 左右的水, 以防止卡洛斯管爆炸。

1.4 实验方法

溶样条件实验: 准确称取 0.5 g 左右的黄铁矿粉末于卡洛斯管中, 在冰水浴中加入适量的 ^{185}Re 、 ^{190}Os 稀释剂及冷却的 HNO_3 或者 HCl 和冷却的 HNO_3 , 迅速用煤气-氧气焰封管, 然后装入不锈钢套(溶样温度为 200 $^\circ\text{C}$ 和 220 $^\circ\text{C}$ 时装入高压釜, 以防止爆炸)中在烘箱中加热分解一定时间。取出冷却至室温后, 将卡洛斯管放入冰箱冷冻约 2 h, 然后将其打开, 加入约 15 mL 水, 进行 Os 的蒸馏。在蒸馏过程中加入约 5 mL H_2O_2 , 提高 Os 的蒸馏效率。蒸出的 OsO_4 用置于冰水浴中的 5% HCl 吸收, 吸收液直接用于 ICP-MS 测试。将蒸馏后的残余溶液转移至 50 mL 烧杯中蒸干, 转化为 2 mol/L HCl 介质后用阴离子交换柱进行 Re 的分离。树脂先用 2 mol/L HCl

进行平衡,再倒入溶液,交换完成后用 15 mL 2 mol/L HCl 淋洗杂质元素,最后用 20 mL 9 mol/L HNO₃ 洗脱 Re。将洗脱液蒸干,最后用 5% HNO₃ 溶解并定容至 2~3 mL,待测。更加详尽的分析方法请参见文献[18]。

Fe³⁺浓度对阴离子交换 Re 效率影响实验:取适量的 FeCl₃·6H₂O 晶体,用 12 mol/L HCl 配置成浓度为 3 mol/L 的 FeCl₃ 溶液,再用水稀释成 Fe³⁺浓度分别为 0.5 mol/L、1 mol/L、1.5 mol/L、2 mol/L,加入 0.4 mL 10 μg/g Re 标准溶液,定容至 15 mL,将此混合溶液直接上柱,收集流出液,取 0.5 mL 流出液稀释至 50 mL,进行 ICP-MS 测试。相对回收率= $1 - \frac{({}^{187}\text{Re}+{}^{185}\text{Re})_{\text{流出液}}}{({}^{187}\text{Re}+{}^{185}\text{Re})_{\text{未上柱标准溶液}}}$ 。

上柱溶液体积对阴离子交换 Re 效率影响实验:取已配好的 FeCl₃ 溶液 3 份(Fe³⁺的摩尔量相当于 3 g 黄铁矿),分别加入 100 μL 25 ng/g ¹⁸⁵Re 稀释剂以及适量的 HCl,分别定容至 15 mL、25 mL 和 40 mL,浓度为 2 mol/L HCl,进行阴离子交换分离 Re。

2 结果与讨论

2.1 黄铁矿样品的选择

本研究使用的黄铁矿样品采自新疆某矿床,具有很好的立方体晶形,矿石光片镜下鉴定表明黄铁矿中无其他矿物包裹体。在双目镜下挑选出纯净的黄铁矿颗粒,用玛瑙研钵将其磨到 200 目,并充分混匀。微量元素结果表明,黄铁矿中 Cu、Mo、Pb 和 Zn 等成矿元素的含量很低,仅为几到几十 μg/g,也排除了其他矿物包裹体存在的可能性。经测定黄铁矿中 Re 的含量为 160~170 ng/g,Os 的含量为 0.6~0.7 ng/g。为了避免单次实验的偶然性以及样品本身的不均一性,每个条件实验都带有重复样,确保了实验的可靠性。该黄铁矿具有较高的 Re、Os 含量,可避免实验结果受到系统误差及空白值的影响,保证了结果的可靠性。本次实验取样量均为 0.5 g 左右。

2.2 溶样温度对 Re、Os 含量的影响

本实验分别设置了 120 °C、150 °C、180 °C、200 °C 及 220 °C 五个温度条件,分析结果见表 2,变化趋势见图 1。从图 1a 可以看出,无论是硝酸溶样还是逆王水溶样,在不同温度下 Re 的含量在误差范围内是一致的,说明了温度对于 Re 含量的测定影响不大,在较低温度时 Re 同位素也能达到平衡。从图 1b 可

以看出,采用硝酸溶样时,在 120 °C 和 150 °C 条件下 ¹⁸⁷Os 的含量明显偏低,而在 180 °C、200 °C 和 220 °C 条件下 ¹⁸⁷Os 的含量非常接近,说明低温可能不利于 Os 同位素达到平衡或样品中 Os 没有被完全溶解,使得 ¹⁸⁷Os 的含量明显偏低。采用逆王水溶样时,随着温度的升高,¹⁸⁷Os 的含量有所下降,在 200 °C 和 220 °C 时趋于稳定,也说明了低温不利于 Os 同位素达到平衡。从图 1c 也可以看出,无论是硝酸溶样还是逆王水溶样,随着温度的升高,普通 Os 含量呈现下降的趋势,在 200 °C 和 220 °C 时趋于稳定,说明了低温时 Os 同位素可能未完全达到平衡,得出来的普通 Os 含量是一个错误值。

从以上分析可知,温度对 Re 含量测定结果基本无影响,低温下 Re 同位素也可以达到平衡。与此相反,Os 的结果对于温度的反应很敏感,在较低温度时(120 °C 和 150 °C),Os 同位素可能未完全达到平衡,得到的 ¹⁸⁷Os 值、普通 Os 含量变化较大,而在较高温度时(180 °C、200 °C 和 220 °C 时),Os 同位素才能完全达到平衡,得到较真实的 ¹⁸⁷Os 和普通 Os 值。

2.3 硝酸和逆王水溶样对 Re、Os 含量的影响

用硝酸溶样时,溶液呈暗绿色,卡洛斯管壁上有大量黄色沉淀物。逆王水溶样时,溶液呈清澈透明的棕红色。屈文俊等用 8 mL 逆王水溶解 0.5 g 黄铁矿时,卡洛斯管壁上也出现黄色沉淀物,经鉴定为羟基硫酸铁(FeOH₂SO₄)^[16],而不是单质硫^[23],并认为是管内氧化性不够生成的。从图 1a 可以看出,从 120 °C 到 220 °C,硝酸和逆王水溶样所得到的 Re 含量是非常一致的,说明这两种溶样方式对于 Re 含量的测定均可。从图 1b 和图 1c 可以看出,120 °C 和 150 °C 时,两种溶样方式所得到的 ¹⁸⁷Os 值和普通 Os 值相差很大,而在 180 °C、200 °C 和 220 °C 时两种溶样方式所得到的 ¹⁸⁷Os 值和普通 Os 值非常接近。但是从整个温度变化范围来看,逆王水溶样较硝酸溶样所得到的 ¹⁸⁷Os 值的误差要小,因此逆王水溶样更有利于 Os 含量的测定,可能是逆王水比硝酸具有更加强的氧化性使得 Os 同位素更容易达到平衡。

2.4 溶样时间对 Re、Os 含量的影响

本实验在 200 °C,逆王水溶样条件下,分别设置了 5 h、8 h、12 h 和 18 h 四个时间条件,结果见表 2,Re、Os 含量变化趋势见图 2。不同的溶样时间,Re 含量、¹⁸⁷Os 含量均变化不大(图 2a 和 2b),在误差范围内一致;普通 Os 值的变化较大(图 2c),可能

表2 不同溶样温度、溶样酸介质及溶样时间下 Re、Os 含量测定结果

Table 2 Analytical results of Re and Os concentrations under variable digestion temperature, acid medium and digestion time (*t*)

实验 编号	温度 (<i>T</i> , °C)	溶样酸介质	溶样时间 (<i>t</i> , h)	Re		¹⁸⁷ Os		普通 Os	
				测定值 (ng/g)	不确定度 (1σ, <i>n</i> = 5)	测定值 (ng/g)	不确定度 (1σ, <i>n</i> = 5)	测定值 (ng/g)	不确定度 (1σ, <i>n</i> = 5)
A1	120	10 mL HNO ₃	12	166	1	0.270	0.012	0.257	0.103
A2	120	10 mL HNO ₃	12	166	2	0.294	0.010	0.085	0.007
B1	150	10 mL HNO ₃	12	167	3	0.496	0.250	0.058	0.005
B2	150	10 mL HNO ₃	12	167	2	0.482	0.022	0.053	0.005
C1	180	10 mL HNO ₃	12	166	2	0.690	0.020	0.034	0.004
C2	180	10 mL HNO ₃	12	167	3	0.687	0.020	0.036	0.002
D1	200	10 mL HNO ₃	12	164	1	0.657	0.021	0.019	0.004
D2	200	10 mL HNO ₃	12	167	3	0.661	0.011	0.022	0.003
E1	220	10 mL HNO ₃	12	166	3	0.658	0.015	0.018	0.004
E2	220	10 mL HNO ₃	12	163	3	0.665	0.018	0.018	0.001
F1	120	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	166	4	0.735	0.018	0.316	0.091
F2	120	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	164	3	0.792	0.023	0.123	0.033
G1	150	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	164	2	0.708	0.007	0.089	0.008
G2	150	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	163	4	0.721	0.018	0.070	0.007
H1	180	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	165	2	0.693	0.010	0.036	0.002
H2	180	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	167	2	0.702	0.012	0.037	0.002
I1	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	165	3	0.657	0.015	0.017	0.003
I2	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	167	4	0.665	0.019	0.015	0.002
J1	220	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	164	3	0.665	0.015	0.015	0.002
J2	220	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	12	165	2	0.646	0.023	0.013	0.002
K1	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	5	162	3	0.640	0.021	0.006	0.002
K2	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	5	166	1	0.644	0.021	0.009	0.002
L1	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	8	163	4	0.646	0.024	0.008	0.003
L2	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	8	164	3	0.633	0.017	0.008	0.003
M1	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	18	167	4	0.640	0.020	0.008	0.002
M2	200	8 mL HNO ₃ +2 mL HCl	18	164	3	0.645	0.026	0.007	0.001

注: 表中的 ¹⁸⁷Os 含量代表放射性的 ¹⁸⁷Os 含量; 普通 Os 含量的计算公式为: $c = Ms \times 1.0011 \times (4.82 - 91.53R) / (26.4R - 41) / W$ 。式中: Ms 代表 ¹⁹⁰Os 稀释剂的加入量; *W* 为称样量; *R* 为 ¹⁹²Os 和 ¹⁹⁰Os 强度比值校正后的值; $R = (^{192}\text{Os}/^{190}\text{Os})_{\text{测量值}} / (192/190)^F$, 分馏系数 $F = \ln[(^{193}\text{Ir}/^{191}\text{Ir})_{\text{测量值}} / (^{193}\text{Ir}/^{191}\text{Ir})_{\text{真实值}}] / \ln(193/191)$, $(^{193}\text{Ir}/^{191}\text{Ir})_{\text{真实值}} = 1.682979$, 具体校正原理请参见文献[22]。不确定度 1σ 是 ICP-MS 对同一溶液进行 5 次平行测定所得到的。

是含量太低使得稀释剂量不匹配, 导致测量误差较大。因此, 在 200 °C 逆王水溶样条件下, 较短的时间内黄铁矿样品也能溶解完全。

2.5 Fe³⁺浓度对 Re 回收率影响

由于黄铁矿溶解后所得到的溶液中主要的基体元素为 Fe³⁺, 关于 Fe³⁺浓度对 Os 回收率的影响已有研究^[18,23], 但是关于 Fe³⁺浓度对于阴离子交换树脂分离 Re 的回收率影响报道较少。不同的 Fe³⁺浓度对 Re 回收率影响见图 3a。从图 3a 可以看出, Re 的回收率随着 Fe³⁺浓度的不断增大而显著降低, Fe³⁺浓度为 0 mol/L 和 0.5 mol/L 时, 回收率接近 1, 而从 1 mol/L 变化到 2 mol/L 时, Re 的回收率从 0.8 降到 0.2。因此为了得到较好的回收率, Fe³⁺浓度应低于 1 mol/L。

为了降低 Fe³⁺浓度, Davies^[24]提出了两种方法: (1) 在进行阴离子交换前将含 Re 溶液蒸干, 加入 3 mL 0.2 mol/L HNO₃ 在电热板上低温蒸 2 h 左右, 然后离心, 用 0.1 μm 滤纸过滤, 得到的滤液倒回原烧杯, 蒸干, 重复前面的步骤 3 次, 然后上阴离子交换柱; (2) 用阳离子交换树脂除去 Fe³⁺, 即先将含 Re 溶液蒸干, 用 3 mL 0.2 mol/L HNO₃ 或者 HCl 将其溶解, 然后上阳离子交换柱, 用 0.2 mol/L HNO₃ 或者 HCl 洗柱, 得到的洗脱液蒸干, 转化为 HCl 介质便可进行阴离子交换。第一种方法中由于 Fe(OH)₃ 具有较强的金属吸附能力^[25], Re 也有可能被 Fe(OH)₃ 吸附而损失, 但是并不影响 ¹⁸⁵Re/¹⁸⁷Re 比值。第一种方法相对于第二种方法具有更低的空白值而被采用^[24]。

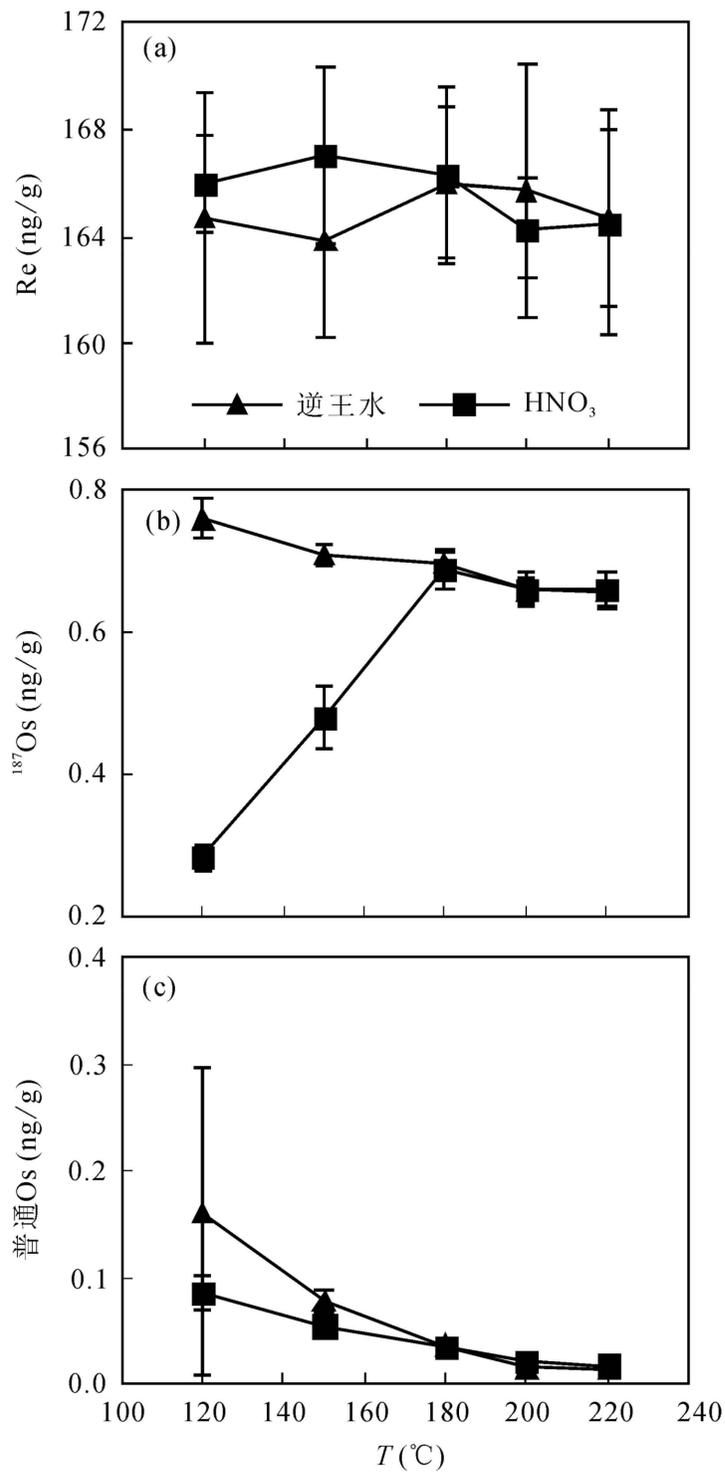


图1 溶样温度(T)和溶样酸介质对 Re、Os 含量的影响
Fig.1 Influence of digestion temperature (T) and acid medium on Re and Os concentrations

笔者尝试用 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 来去除 Fe^{3+} , 在含 ^{185}Re 稀释剂溶液中加入适量的 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀, 然后离心, 取上层清液, 蒸干, 转化为 HCl 介质后上阴离子交换柱。结果表明, 去除 Fe^{3+} 后的溶液中 $^{187}\text{Re}/^{185}\text{Re}$ 比值(0.97)明显高于未做任何处理的稀释剂溶液中的 $^{187}\text{Re}/^{185}\text{Re}$ 比值(0.07), 可能是由于 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 没有提纯而具有较高的 Re 本底导致的。

本研究将高含量 Fe^{3+} 溶液(Fe^{3+} 摩尔量相当于 3 g 黄铁矿)直接稀释上柱, 上柱溶液体积分别设置为 15 mL、25 mL 和 40 mL, 从图 3b 可以看出稀释后的溶液 Re 的回收率明显提高。当黄铁矿取样量为 3 g 时, 上柱体积控制在 40 mL 时可获得较高的回收率。

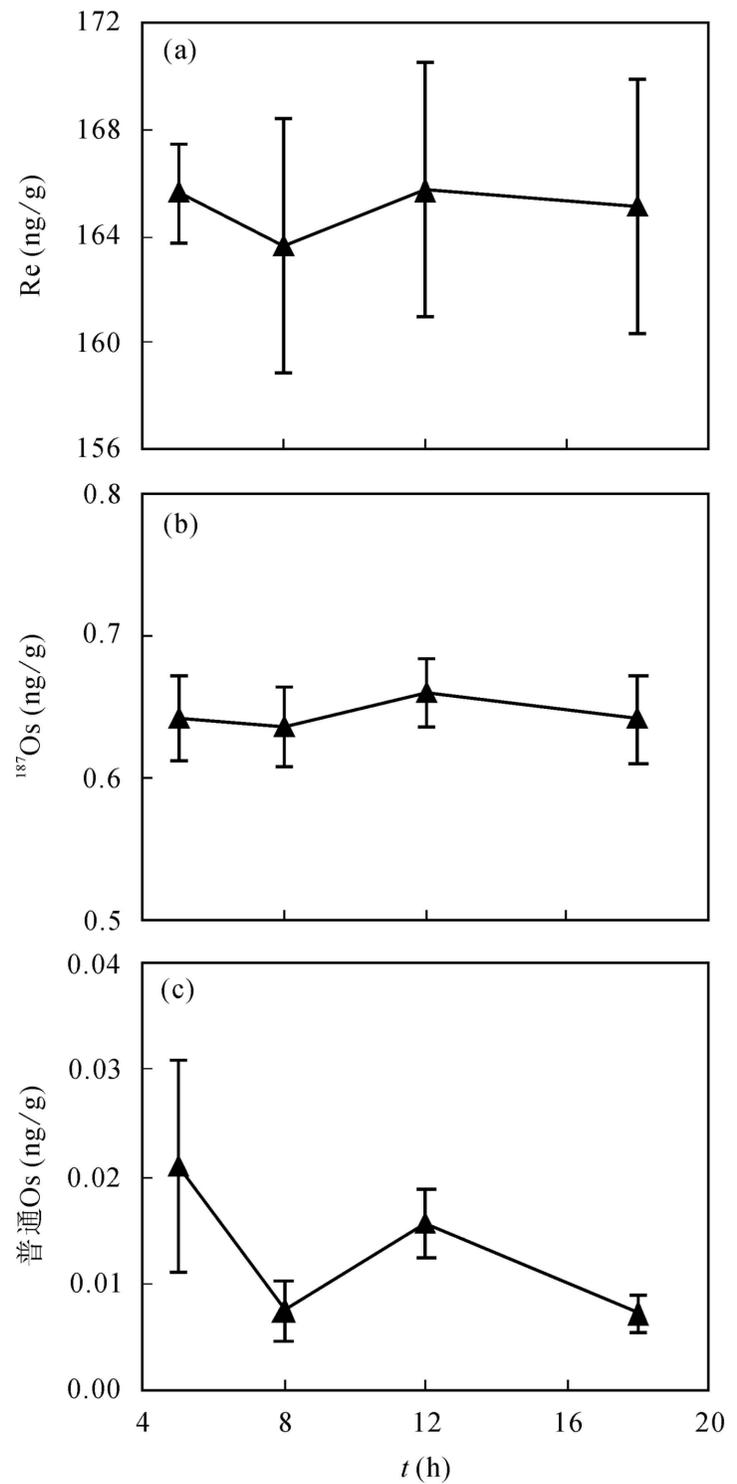


图2 200 °C、逆王水溶样条件下溶样时间(t)对 Re、Os 含量的影响

Fig.2 Influence of digestion time (t) by inverse aqua regia digestion at 200 °C on Re and Os concentrations

3 结 语

本研究对黄铁矿 Re-Os 定年技术化学前处理中的溶样温度、溶样介质、溶样时间进行了条件实验。结果表明, 不同的溶样温度以及硝酸和逆王水溶样对 Re 的含量测定影响不大, 而对 Os 的影响较大, 在 120 °C 和 150 °C, 无论是硝酸还是逆王水溶样, 稀释剂和样品中的 Os 同位素可能无法达到平衡而得出错误的结果, 在 180 °C, 200 °C 和 220 °C 时, 硝酸和逆王水溶样都能得到较好的效果。溶样时间实验表明, 在 200 °C 逆王水溶样时, 5 h 左右样品也能

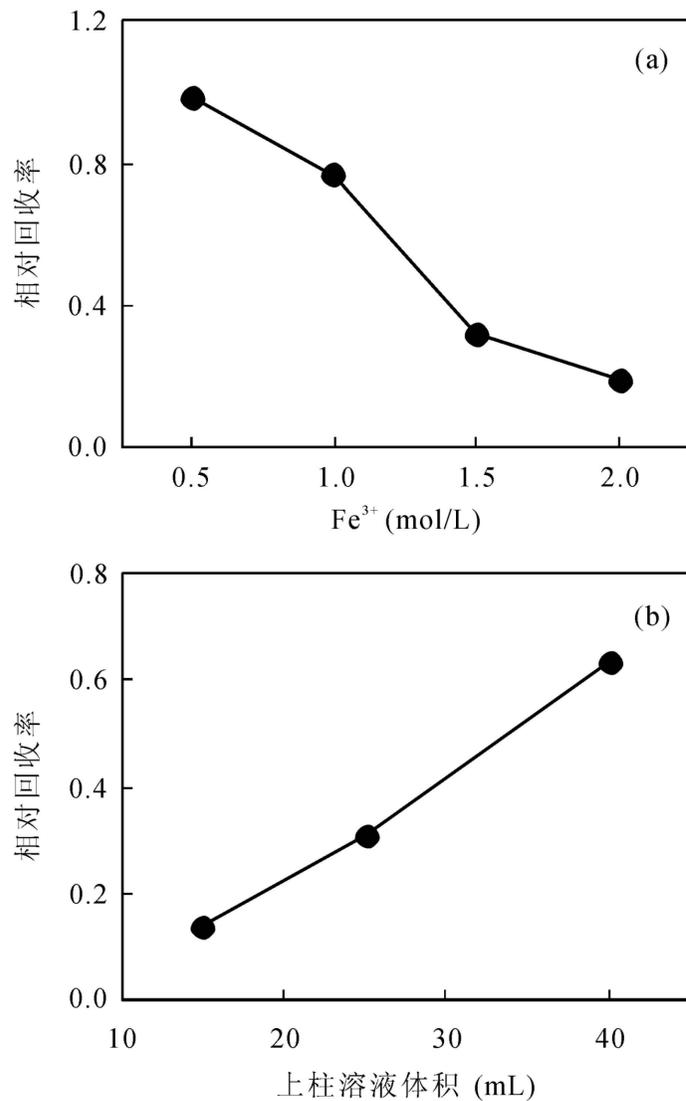


图3 Fe^{3+} 浓度及上柱溶液体积对阴离子交换 Re 回收率的影响

Fig.3 The effect of Fe^{3+} concentration and the volume of solution on the anion-exchange efficiency of Re

较好的溶解。 Fe^{3+} 浓度对阴离子交换 Re 的效率表明,较高的 Fe^{3+} 浓度具有较低的 Re 回收率,因此当黄铁矿取样量为 3 g 时,上柱体积控制在 40 mL 可获得较高的 Re 回收率。

参考文献(References):

- [1] 熊永良. 铼-钨同位素体系对揭示矿质来源的作用[J]. 地学前缘, 1994, 1(3/4): 199–203.
Xiong Yong-liang. The ore-forming materials for magmatic ore deposits in the light of Re-Os systematics [J]. Earth Sci Front, 1994, 1(3/4): 199–203 (in Chinese with English abstract).
- [2] 谢智, 陈江峰. Re-Os 同位素体系在金属矿床研究中的应用[J]. 地质地球化学, 1998, 26(4): 79–85.
Xie Zhi, Chen Jiang-feng. Application of Re-Os isotopic systematics in the study of ore deposit [J]. Geol Geochem, 1998, 26(4): 79–85 (in Chinese with English abstract).
- [3] 吴福元, 孙德有. Re-Os 同位素体系理论及其应用[J]. 地质科技情报, 1999, 18(3): 43–46.
Wu Fu-yuan, Sun De-you. Theory and applications of Re-Os isotopic system [J]. Geol Sci Technol Inf, 1999, 18(3): 43–46 (in Chinese with English abstract).
- [4] 蒋少涌, 杨竞红, 赵葵东, 于际民. 金属矿床 Re-Os 同位素示踪与定年研究[J]. 南京大学学报(自然科学版), 2000, 36(6): 669–677.
Jiang Shao-yong, Yang Jing-hong, Zhao Kui-dong, Yu Ji-min. Re-Os isotopic tracer and dating methods in ore deposits research [J]. J Nanjing Univ (Nat Sci), 2000, 36(6): 669–677 (in Chinese with English abstract).
- [5] Stein H J, Sundblad K, Markey R J, Morgan J W, Motuza G. Re-Os ages for Archean molybdenite and pyrite, Kuittila-Kivisuo, Finland and Proterozoic molybdenite, Kabeliai, Lithuania: Testing the chronometer in a metamorphic and metasomatic setting [J]. Mineral Deposit, 1998, 33(4): 329–345.
- [6] Stein H J, Morgan J W, Scherstén A. Re-Os dating of low-level highly radiogenic (LLHR) sulfides: The Harnäs gold deposit, Southwest Sweden, records continental-scale tectonic events [J]. Econ Geol, 2000, 95(8): 1657–1671.
- [7] Barra F, Ruiz J, Mathur R, Titley S. A Re-Os study of sulfide minerals from the Bagdad porphyry Cu-Mo deposit, northern Arizona, USA [J]. Mineral Deposit, 2002, 38(5): 585–596.
- [8] Mathur R, Marschik R, Ruiz J, Munizaga F, Leveille R A, Martin W. Age of mineralization of the Candelaria Fe oxide Cu-Au deposit and the origin of the Chilean iron belt, based on Re-Os isotopes [J]. Econ Geol, 2002, 97(1): 59–71.
- [9] Morelli R M, Creaser R A, Selby D, Kelley K D, Leach D L, King A R. Re-Os sulfide geochronology of the Red Dog sediment-hosted Zn-Pb-Ag deposit, Brooks Range, Alaska [J]. Econ Geol, 2004, 99(7): 1569–1576.
- [10] Zhang Lianchang, Xiao Wenjiao, Qin Kezhang, Qu Wenjun, Du Andao. Re-Os isotopic dating of molybdenite and pyrite in the Baishan Mo-Re deposit, eastern Tianshan, NW China, and its geological significance [J]. Mineral Deposit, 2005, 39(8): 960–969.
- [11] 陈懋弘, 毛景文, 屈文俊, 吴六灵, Uttley P J, Norman T, 郑建民, 秦运忠. 贵州贞丰烂泥沟卡林型金矿床含砷黄铁矿 Re-Os 同位素测年及地质意义[J]. 地质论评, 2007, 53(3): 371–382.
Chen Mao-hong, Mao Jing-wen, Qu Wen-jun, Wu Liu-ling, Uttley P J, Norman T, Zheng Jian-min, Qin Yun-zhong. Re-Os dating of arsenian pyrites from the Lannigou gold deposit, Zhenfeng, Guizhou Province, and its geological significances [J]. Geol Rev, 2007, 53(3): 371–382 (in Chinese with English abstract).
- [12] 谢建成, 杨晓勇, 杜建国, 杜小伟, 肖益林, 屈文俊, 孙卫东. 安徽铜陵新桥 Cu-Au-Fe-S 矿床黄铁矿 Re-Os 定年及成矿意义[J]. 地质科学, 2009, 44(1): 183–192.
Xie Jian-cheng, Yang Xiao-yong, Du Jian-guo, Du Xiao-wei, Xiao Yi-lin, Qu Wen-jun, Sun Wei-dong. Re-Os precise dating of pyrite from the Xinqiao Cu-Au-Fe-S deposit in Tongling, Anhui and its implications for mineralization [J]. Chinese J Geol, 2009, 44(1): 183–192 (in Chinese with English abstract).
- [13] Feng Chengyou, Qu Wenjun, Zhang Dequan, Dang Xingyan,

- Du Andao, Li Daxin, She. Re-Os dating of pyrite from the Tuolugou stratabound Co (Au) deposit, eastern Kunlun Orogenic Belt, northwestern China [J]. *Ore Geol Rev*, 2009, 36(1-3): 213-220.
- [14] 屈文俊, 杜安道, 李超. 黄铁矿 Re-Os 同位素定年方法及应用初探[J]. *矿物岩石地球化学通报*, 2009, 28(Z1): 111.
Qu Wen-jun, Du An-dao, Li Chao. Preliminary study on methods and applications of Re-Os dating of pyrite [J]. *Bull Mineral Petrol Geochem*, 2009, 28(Z1): 111 (in Chinese).
- [15] Qi Liang, Zhou Mei-fu, Wang Christina Yan, Sun Min. Evaluation of a technique for determining Re and PGEs in geological samples by ICP-MS coupled with a modified Carius tube digestion [J]. *Geochem J*, 2007, 41(6): 407-414.
- [16] 屈文俊, 杜安道, 任静. 过氧化氢在黄铁矿的溶解过程中对铼-钨信号强度及年龄的影响[J]. *分析化学*, 2008, 36(2): 223-226.
Qu Wen-jun, Du An-dao, Ren Jing. Influence of H₂O₂ on the signal intensity of rhenium, osmium and Re-Os age in the process of dissolution of pyrite [J]. *Chinese J Anal Chem*, 2008, 36(2): 223-226 (in Chinese with English abstract).
- [17] 李超, 屈文俊, 杜安道, 孙文静. 铼-钨同位素定年法中丙酮萃取铼的系统研究[J]. *岩矿测试*, 2009, 28(3): 233-238.
Li Chao, Qu Wen-jun, Du An-dao, Sun Wen-jing. Comprehensive study on extraction of rhenium with acetone in Re-Os isotopic dating [J]. *Rock Mineral Anal*, 2009, 28(3): 233-238 (in Chinese with English abstract).
- [18] Qi Liang, Zhou Mei-fu, Gao Jianfeng, Zhao Zheng. An improved Carius tube technique for determination of low concentrations of Re and Os in pyrites [J]. *J Anal At Spectrom*, 2010, 25(4): 585-589.
- [19] 李超, 屈文俊, 周利敏, 杜安道. Carius 管直接蒸馏快速分离钨方法研究[J]. *岩矿测试*, 2010, 29(1): 14-16.
Li Chao, Qu Wen-jun, Zhou Li-min, Du An-dao. Rapid separation of osmium by direct distillation with Carius tube [J]. *Rock Mineral Anal*, 2010, 29(1): 14-16 (in Chinese with English abstract).
- [20] 王军芝, 杜安道. 硫化物矿物中铼和钨的 ICP-MS 测定——逆王水分解样品方法[J]. *质谱学报*, 1999, 20(3/4): 111-112.
Wang Jun-zhi, Du An-dao. Low blank chemical separation of Re and Os from sulfide ore for measurement by ICP-MS [J]. *J Chinese Spectrom Soc*, 1999, 20(3/4): 111-112 (in Chinese with English abstract).
- [21] Birck J L, Barman M R, Capmas F. Re-Os isotopic measurements at the femtomole level in natural samples [J]. *Geostand Geoanal Res*, 1997, 21(1): 19-28.
- [22] Schönberg R, Nögler T F, Kramers J D. Precise Os isotope ratio and Re-Os isotope dilution measurements down to the picogram level using multicollector inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Int J Mass spectrom*, 2000, 197(1-3): 85-94.
- [23] Frei R, Nögler Th F, Schönberg R, Kramers J D. Re-Os, Sm-Nd, U-Pb, and stepwise lead leaching isotope systematics in shear-zone hosted gold mineralization: Genetic tracing and age constraints of crustal hydrothermal activity [J]. *Geochim Cosmochim Acta*, 1998, 62(11): 1925-1936.
- [24] Davies J. Re-Os geochronology of oxide minerals [D]. Edmonton: Univ of Alberta, 2010.
- [25] Nowack B, Sigg L. Adsorption of EDTA and metal-EDTA complexes onto goethite [J]. *J Colloid Interface Sci*, 1996, 177(1): 106-121.