

(极)年轻火山岩激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年*周晶¹ 季建清¹ Alan DEINO² 龚俊峰¹ 韩宝福¹ 涂继耀¹ 桑海清³ 徐剑光¹ZHOU Jing¹, JI JianQing¹, Alan DEINO², GONG JunFeng¹, HAN BaoFu¹, TU JiYao¹, SANG HaiQing³ and XU JianGuang¹

1. 北京大学地球与空间科学学院,造山带与地壳演化教育部重点实验室,北京 100871

2. 伯克利地质年代中心,伯克利 CA94709

3. 中国科学院地质与地球物理研究所,北京 100029

1. Laboratory of Orogenic Belts and Crustal Evolution, School of Earth and Space Sciences, Peking University, Beijing 100871, China

2. Berkeley Geochronology Center, Berkeley CA94709, USA

3. Institute of geology and Geophysics, CAS, Beijing 100029, China

2012-10-10 收稿, 2013-02-22 改回.

Zhou J, Ji JQ, Deino A, Gong JF, Han BF, Tu JY, Sang HQ and Xu JG. 2013. Laser fusion ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating on young volcanic rocks. Acta Petrologica Sinica, 29(8):2811–2825

Abstract It is extremely difficult to date young volcanic rocks. Accurate ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating research and practice of young volcanic rocks in China put forward several notable and important points during the process of ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating for young volcanic rocks. Because of the low background level, small sample quantity, and high sensitivity of modern noble gas isotope mass spectrometry device, laser ablation ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating technique has been used in depth application in volcanic rocks dating. With the laser in ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of young and modern volcanic rocks, the discrepancy of Nier value and initial argon isotope ratio in Quaternary samples may cause a remarkable deviation between K-Ar apparent age and ⁴⁰Ar/³⁹Ar apparent age. The deviation show exponential increase for samples younger than 0.2Ma, but it is not so notable for samples older than 2Ma. There out, the boundary of young and modern volcanic rocks, which is applied to ⁴⁰Ar/³⁹Ar system, is assigned at 0.2Ma; rocks aged 2~0.2Ma is defined as young volcanic rock, while rocks aged younger than 0.2Ma is defined as modern volcanic rock. The phenocrysts, which are from different argon isotope fractionation system, should be rejected from the sample during ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating. According to rock texture and grain size of mineral, the matrix should be picked with ideal grain size. In normal cases, about 0.2mm (or 60~80 mesh) is recommended; Cooling time after irradiation of fast neutron reactor should not be no more than three months, or else it may cause an error on ³⁷Ar measurement, and consequently on final results. As neutron-flux monitor, standards should be characteristic of high homogeneity during laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating. In calibrating the international and domestic standards we have, we find that SB-778-Bi, Bern4M and BT-1 can be ideal standard samples with good homogeneity. We also find that the isochron age calculated from the laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar data of the phenocryst and matrix, which were cooled and crystallized at the same time during volcanic eruption, is an objective and precise age. For volcanic rocks with almost the same crystallization time, the same magma source, and perfect argon-argon closed system, phenocryst-matrix isochron method can be adopted to gain more precise and reliable results.

Key words Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar; Young and modern volcanic rocks; Neutron-flux monitors (standards); Irradiated parameters; Phenocryst-matrix isochron

摘要 对中国大量年轻或/和极年轻火山岩的定年实践研究表明,(极)年轻火山岩的激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年具有不同于第四纪以前喷发火山岩定年的显著特点。激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年技术因为本底低、样品用量小以及与现代惰性气体同位素质谱设备在灵敏度、高精度方面的相一致,在年轻火山岩的定年中得到深入运用。借助激光在年轻或/和极年轻火山岩的⁴⁰Ar/³⁹Ar定年中,实践证明,样品形成时限越年轻(特别是相当于第四纪时期的样品),Nier值与样品中初始氩比值的偏离会引起K-Ar和⁴⁰Ar/³⁹Ar表现年龄的偏差越大。对于小于0.2Ma的样品,Nier值与样品中初始氩比值的偏离对K-Ar和⁴⁰Ar/³⁹Ar

* 本文受中国地质调查局地质调查项目(12120113013700)资助。

第一作者简介:周晶,女,1981年生,博士,同位素年代学专业,E-mail: jz1026@pku.edu.cn

表观年龄的偏差影响呈指数增长;当样品年龄相对较老(老于第四纪)时, Nier 值和初始氩比值的偏离对 K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 表观年龄的影响较小。以 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年为出发点, 定量给出界定年轻与极年轻火山岩的年龄: 2~0.2Ma 的火山岩界定为年轻火山岩, 0.2Ma 以来的火山岩称为极年轻火山岩。实验结果还证实, 测定(极)年轻火山岩基质年龄时要尽量剔除非同源分馏的斑晶, 以便去除斑晶可能带来的过剩氩影响; 年轻火山岩样品的测年, 应根据岩石结构和粒度特征选取合适的粒度, 通常情况下, 推荐 0.2mm 颗粒直径(60~80 目)为理想粒径; 年轻火山岩样品在快中子辐照后冷却放置时间不宜过长, 否则造成 ^{37}Ar 测不准, 影响数据结果, 带来较大偏差; 激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 精细定年对标准样品的均一性有很高的要求, 通过标定常用的国内外监测标样发现, 标样 SB-778-Bi, Bern4M, BT-1 均一性很好, 适合用作激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年监测; 测试数据的处理中, 火山岩喷发后冷却结晶中同时形成的斑晶和基质的等时线处理能够帮助获得客观真实和精细的年龄结果。在此基础上, 北京大学惰性气体同位素实验室建成了专用于(极)年轻火山岩精细定年的激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年实验流程。

关键词 激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$; (极)年轻火山岩; 监测标样; 照射参数; 斑晶基质等时线

中图法分类号 P597.3

1 引言

在众多的火山岩测年技术中, K-Ar、 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年技术因为具有其它测年方法难以替代的优势, 应用最为广泛, 也最为成熟。全球大部分中基性火山岩年龄数据是用这两种方法测定的(Dalrymple *et al.*, 1982; Hall *et al.*, 1984; Pierre and Cornette, 1986; 刘嘉麒, 1987; Phillips *et al.*, 1989; Girard and Onstott, 1991; Dong *et al.*, 1995; Pearson *et al.*, 1997; Renne *et al.*, 1997; 陈文寄等, 1999; Kelley and Wartho, 2000; Turrin *et al.*, 1994, 2007, 2008; Sharp *et al.*, 1996; Sharp and Clague, 2006)。随着激光、质谱、真空技术的进步, $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年技术用于火山岩测年的年龄上限已拓展到人类历史时期(Renne *et al.*, 1997; Rose *et al.*, 1999; Singer *et al.*, 2000; Pederson *et al.*, 2002)。在理论上, 合适的富钾矿物激光全熔 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 法和全晶质样品阶段加热 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 法都可以得到精度(达到 $\pm 0.25\%$)非常高的年龄结果(Blockley *et al.*, 2008; Kuiper *et al.*, 2008)。在此基础上, 通过 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 标样 FCs 的天文历定年校正和标定, 实现了 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 法放射性同位素定年标尺与天文历定年标尺的一致(Kuiper *et al.*, 2008)。

Bekerley 地质年代学中心在二十世纪九十年代初设计装备了全自动激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年系统(Deino and Potts, 1990), 克服了人工操作的不确定性, 造就了激光熔样器极低本底, 为 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年技术运用到低钾含量和极年轻样品测试中提供了可能。1997 年利用激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年技术, 首次获得人类历史阶段的维苏威火山 Plinian 喷发年龄为 1925 ± 94 年。十多年来, 年代学专家致力于年轻样品或人类历史火山岩样品的精细定年有关技术和参数的研究(Karner and Renne, 1998; Renne *et al.*, 1998, 2008, 2009; Renne, 2000; Spell and McDougall, 2003; Lee *et al.* 2006; Kuiper *et al.*, 2008)。其中关于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年中标准样品标定中“R”效应问题, 测试校正中的 Cl 校正, 初始氩比值的校正, 以及数据标准化等为帮助将 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年技术运用到第四纪时期的火山岩精细定年提供了机会。

虽然测年的原理和技术流程基本相同, 第四纪时间范畴的火山岩或者地质样品的 K-Ar、 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年与老于第四纪的样品有很大的差别, 有其非常不同的特殊性。这主要是以下 3 个方面的原因。(1) K-Ar 或 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年的衰变常数(5.543×10^{-11})量级小, 半衰期长, 年轻火山岩样品由 ^{40}K 衰变为 ^{40}Ar 的量很小; 并且由于质谱仪和真空条件的局限, 存在 Ar 系列同位素测不准的问题, 给年龄的获取带来很大的不确定性;(2) 初始氩比值与 Nier 值的偏差能够导致 K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年中年轻样品表面年龄可能出现很大的偏差, ^{40}Ar 的过剩或丢失造成的这种偏差能够影响到精细等时线年龄的获得, 容易导致虚假等时线年龄的获得;(3) K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年中所使用的标准样品、计算参数、校正参数、照射方式、测试流程设计等都是基于传统地质时期的样品所建立, 对精度和准确度有较高要求的第四纪年龄样品是否适用有待验证。

为此, 结合国内外这一领域的研究实际, 从理论和实验两个方面检视第四纪以来火山岩样品定年的整个流程, 充分考虑其特殊性和关键技术环节, 详细分析各因素对年轻火山岩定年结果带来的影响, 才有可能实现第四纪以来火山岩定年的精细和可靠性测试。北京大学地球与空间科学学院 K-Ar、 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年代学实验室利用全自动高灵敏高精度激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年系统, 对中国多个年轻火山岩区的火山岩样品进行系统、精细的定年研究, 试图解析(极)年轻火山岩激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年研究实例中存在的问题, 并主要从涉及激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年的实验流程入手, 对(极)年轻火山岩激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年的五个方面进行梳理和分析, 建立相关试验流程。

2 年轻和极年轻火山岩的概念和标定

在同位素地质年代学领域, 不同的同位素体系因其衰变常数的差异而具有不同的定年范围, 对于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 同位素体系来讲, 定年范围非常广泛, 目前测定的最年轻年龄可以进入人类历史范畴(Renne *et al.*, 1997)。那么对于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 同位素体系来讲, 如何界定年轻和极年轻火山岩呢?

表1 年轻火山岩激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年结果Table 1 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating result of young volcanic rocks

采样位置	样品号	测试样品	表观年龄 (Ma)	峰值年龄 (Ma)	正等时线年龄 (Ma)	$\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}}\right)_0$	反等时线年龄 (Ma)	$\left(\frac{^{40}\text{Ar}}{^{36}\text{Ar}}\right)_0$	测试 点数
琼北临高东英	Qb-B	基质	0.62 ~ 1.13	0.90 ± 0.07	1.3 ± 0.4	285 ± 11	1.3 ± 0.3	286 ± 11	20
琼北临高县	Qb-C	基质	0.80 ~ 1.31	1.04 ± 0.15	0.62 ± 0.10	303.5 ± 1.7	0.61 ± 0.08	303.5 ± 1.7	20
琼北临高多文	Qb-E	基质	0.48 ~ 0.76	0.604 ± 0.018	0.53 ± 0.04	305 ± 5	0.54 ± 0.03	305 ± 4	25
琼北石山	Qb-G	基质	1.07 ~ 1.75	1.35 ± 0.11	1.1 ± 0.6	297 ± 4	1.0 ± 0.3	298 ± 4	21
琼北石山	Qb-J	基质	0.01 ~ 0.23	0.11 ± 0.03	0.20 ± 0.09	292 ± 4	0.20 ± 0.05	292 ± 4	19
腾冲关山东	05TC-2-1	基质	0.42 ~ 1.00	0.65 ± 0.13	0.50 ± 0.04	309 ± 4	0.52 ± 0.04	309 ± 4	22
腾冲关山东	05TC-2-2	基质	0.39 ~ 0.71	0.64 ± 0.04	0.70 ± 0.10	293 ± 5	0.70 ± 0.09	293 ± 4	22
腾冲铁锅山	05TC-7-2	基质	0.01 ~ 0.38	0.16 ± 0.11	0.26 ± 0.17	292 ± 5	0.23 ± 0.04	293 ± 5	22
腾冲铁锅山	05TC-7-3	基质	0.00 ~ 0.24	0.11 ± 0.02	0.03 ± 0.07	308 ± 7	0.025 ± 0.006	308 ± 7	22
腾冲铁锅山	05TC-7-5	基质	0.04 ~ 0.23	0.11 ± 0.02	0.08 ± 0.05	293 ± 5	0.079 ± 0.015	298 ± 5	17
腾冲打鹰山	05TC-10-1	基质	0.02 ~ 0.21	0.10 ± 0.02	0.19 ± 0.07	280 ± 11	0.19 ± 0.03	281 ± 11	18
腾冲大空山	05TC-12	基质	0.04 ~ 0.51	0.14 ± 0.04	0.02 ± 0.05	298.9 ± 1.3	0.025 ± 0.008	298.9 ± 1.3	17
腾冲大空山	05TC-14	基质	0.07 ~ 0.34	0.19 ± 0.02	0.15 ± 0.05	301 ± 8	0.15 ± 0.03	301 ± 8	22
腾冲大空山	05TC-15	基质	0.57 ~ 0.84	0.69 ± 0.03	0.62 ± 0.09	298 ± 4	0.61 ± 0.07	299 ± 4	24
腾冲芒棒凤凰寺	05TC-18	基质	3.07 ~ 4.65	5.0 ± 0.3	5.1 ± 1.0	295 ± 3	5.1 ± 0.8	295 ± 3	20
腾冲勐弄乡	05TC-24	基质	3.69 ~ 4.66	4.15 ± 0.11	4.4 ± 0.4	294 ± 3	4.4 ± 0.3	294 ± 2	24
大同黑山附近	DT06-1-1	基质	0.18 ~ 0.76	0.59 ± 0.08	0.3 ± 0.6	298 ± 19	0.28 ± 0.14	298 ± 5	20
大同黑山附近	DT06-2-1	基质	0.33 ~ 0.52	0.41 ± 0.05	0.382 ± 0.018	298 ± 1.6	0.383 ± 0.017	298.0 ± 1.6	20
大同瓜园南	DT06-13	基质	0.82 ~ 1.50	1.17 ± 0.11	1.1 ± 0.3	296 ± 2	1.1 ± 0.2	296 ± 2	19
大同养老瓦	DT06-14	基质	0.66 ~ 1.19	0.89 ± 0.05	0.78 ± 0.16	297 ± 3	0.77 ± 0.13	297 ± 3	21
大同许家堡	DT06-15	基质	0.14 ~ 0.49	0.34 ± 0.05	1.1 ± 0.5	281 ± 10	0.9 ± 0.2	284 ± 10	21
大同阁老山	DT06-17-1	基质	0.32 ~ 0.86	0.57 ± 0.04	0.7 ± 0.3	293 ± 6	0.63 ± 0.12	294 ± 6	20
内蒙阿巴嘎	A3-3	基质	6.06 ~ 7.05	6.6 ± 0.1	6.2 ± 0.3	310 ± 4	6.3 ± 0.3	310 ± 13	24
辽宁铁岭	T4	基质	10.0 ~ 11.2	10.71 ± 0.19	10.5 ± 1.5	296 ± 6	10.4 ± 1.3	297 ± 5	23
辽宁铁岭	T9	基质	9.05 ~ 9.45	9.26 ± 0.09	9.22 ± 0.10	300 ± 5	9.20 ± 0.09	302 ± 4	24
辽宁清原	NG	基质	7.70 ~ 8.30	8.01 ± 0.14	8.02 ± 0.15	295 ± 6	7.99 ± 0.11	296 ± 4	23
辽宁宽甸	K5	基质	0.08 ~ 0.64	0.21 ± 0.09	0.24 ± 0.06	288 ± 10	0.24 ± 0.03	291 ± 10	20
辽宁宽甸	K10	基质	0.07 ~ 0.83	0.5 ± 0.2	0.2 ± 0.2	302 ± 4	0.119 ± 0.019	303 ± 4	23
内蒙锡林浩特	Z8	基质	1.28 ~ 1.83	1.44 ± 0.15	1.9 ± 0.2	276 ± 9	1.82 ± 0.16	280 ± 9	20
内蒙克什克腾旗	BC1	基质	3.35 ~ 5.18	4.6 ± 0.2	4.26 ± 0.08	321 ± 9	4.45 ± 0.07	311 ± 5	24
科洛温子山	K-DZS-05-05	白榴石	13.25 ~ 17.54	13.64 ± 0.17	12.8 ± 0.5	420 ± 50	12.3 ± 0.8	520 ± 120	20
科洛温子山	K-DZS-06	霞石	12.26 ~ 17.61	13.27 ± 0.19	13.5 ± 0.4	294 ± 7	13.2 ± 0.4	303 ± 16	30
五大连池药泉山	W-3	基质	0.181 ~ 0.395	0.268 ± 0.007	0.27 ± 0.05	295 ± 3	0.27 ± 0.07	295 ± 7	32
五大连池笔架山	W-10	基质	0.188 ~ 0.506	0.306 ± 0.009	0.32 ± 0.03	293 ± 5	0.33 ± 0.06	293 ± 10	31
吉林龙岗大椅山	LG-11	基质	-0.112 ~ 1.957	0.20 ± 0.04	0.17 ± 0.20	295.6 ± 1.5	0.13 ± 0.05	296 ± 3	35
长白山天池西坡	Cb-39	基质	0.014 ~ 0.523	0.310 ± 0.009	0.31 ± 0.05	295 ± 3	0.32 ± 0.07	295 ± 6	36
长白山天池北坡	Cb-51	基质	0.017 ~ 0.571	0.20 ± 0.02	—	—	0.12 ± 0.04	300 ± 20	36
长白山天池北坡	Cb-51-Kf	钾长石	-0.376 ~ 0.653	0.10 ± 0.05	—	—	0.07 ± 0.03	310 ± 80	36
天池瀑布下部	Cb-55	基质	-0.175 ~ 0.461	0.18 ± 0.02	0.17 ± 0.04	294 ± 4	—	—	36

本文对近 50 件采自中国主要火山岩区的火山岩样品进行了激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年研究,选取其中数据正态分布和等时线线性较好 39 件样品的激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年结果进行分析(表1)。从图1中可以清楚看出初始氩同位素⁴⁰Ar/³⁶Ar比值与Nier值的偏差对定年结果的影响。测定的39件样品的等时线或表面年龄范围从几万年到十几个百万年,图1a是所有样品数据散点图。图中D' = [(⁴⁰Ar/³⁶Ar)_{实测} - 295.5] / Age, (⁴⁰Ar/³⁶Ar)_{实测}是实测等时线初始氩比值, Age是所测样品等时线年龄结果,纵坐标D取D'的绝对值。数

据的幂函数回归曲线表明,样品越年轻特别是大约小于2Ma的样品,Nier值与初始氩同位素的偏离会引起⁴⁰Ar/³⁹Ar表观年龄的很大偏差;当样品年龄大于2Ma时,⁴⁰Ar过剩和丢失现象对年龄结果的影响很小(图1a)。2Ma以来的样品受⁴⁰Ar过剩或丢失影响较大,特别是小于0.2Ma的样品,影响尤为突出。将图1a横坐标范围缩小至0~2Ma(图1b),约在0.2Ma处曲线逐渐平缓,0.2Ma以来的火山岩样品的⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄结果受⁴⁰Ar过剩或丢失影响则非常大。由此,本文本着实验出发,从K-Ar、⁴⁰Ar/³⁹Ar定年角度界定年轻和极年

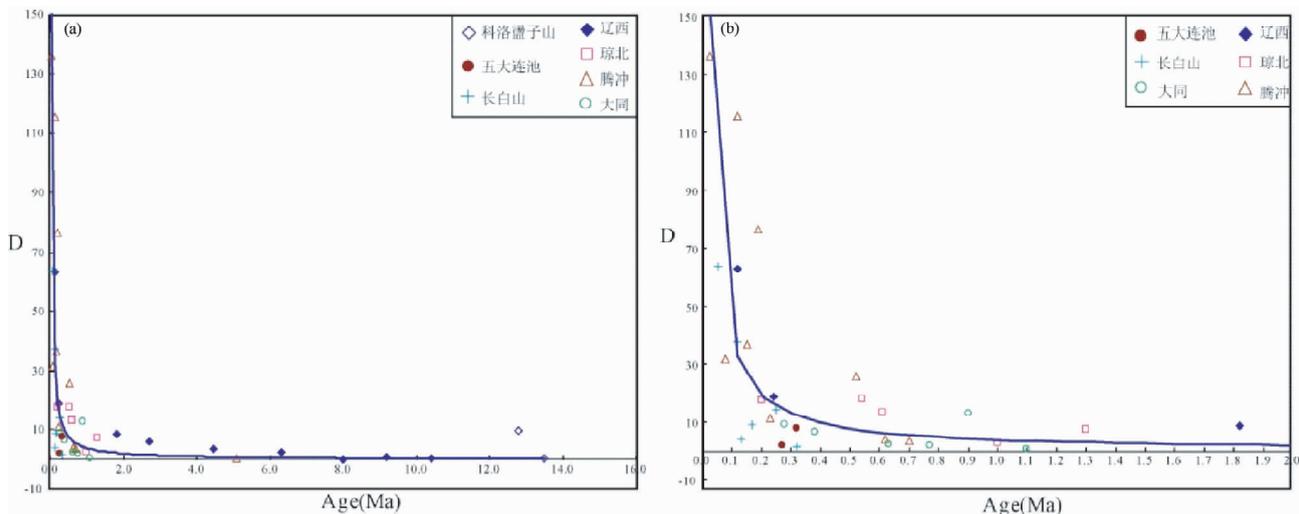


图1 初始氩同位素比值与Nier值的偏离对实际年龄结果影响图解

Fig.1 Sketch showing the influence of deviation of the initial argon isotope ratio and Nier's value on the real age of the young volcanic rocks

轻火山岩样品的明确年龄界限,认为0.2Ma以来的火山岩称为极年轻火山岩;2~0.2Ma的火山岩样品为年轻火山岩为好。实践证明,样品形成时限越年轻(特别是相当于第四纪时期的样品),Nier值与样品中初始氩比值的偏离会引起K-Ar和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 表观年龄的偏差越大。与理论计算的情形相一致(权伍勋等,2013)。

3 监测标样的标定

3.1 监测标样的“R”效应

对于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年代学方法来讲,监测标样年龄值的准确性非常重要,尤其是年轻样品监测标样的校准。关于监测标样相互校准的问题,近年来有较为广泛的研究(Baksi *et al.*, 1996; Renne *et al.*, 1994, 1998; Scaillet, 2000; Spell and McDougall, 2003; 王非等, 2005; Jourdan and Renne, 2007等)。Alexander and Davis(1974)在Apollo14角砾岩的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年研究中,首先指出 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 监测标样相互校准中存在的问题。之后许多学者分别从不同的角度对目前国际上通用的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年监测标样相互校准研究。Karner and Renne(1998)首先对监测标样之间定量校正,给出反映各个标样之间相关性的R参数。R值是指样品中放射性成因 $^{40}\text{Ar}^*$ 与由K产生的 $^{39}\text{Ar}_k$ 的比值与它在标准样中该值的比(Renne *et al.*, 1998)。考察监测标样年龄值是否精确,是否适合对未知样品进行监测,可以计算多个已知并经过校准的标样与监测标样之间的“R”效应,以减小标准样品年龄的离散度。质谱仪在接收不同氩同位素含量样品时,质量分辨率、丰度灵敏度以及接收器线性关系等是有所不同的,如果监测标样与未知样品的年龄值、K含量相差较大,那么这两个样品的可比性较差,J值校正误差较大,直接影响未知样品

的测定结果。因此,监测标样的年龄值以及K含量与未知样品越接近,标定的年龄结果越精确。很多学者对国际标样的校准研究发现,早期研制的一些K-Ar标样均一性有待进一步考查,很多K-Ar标样是不适合用于 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 方法的。

3.2 激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年标准样的推荐

本文对实验室目前已有的标样SB-778-Bi, SB-778-Kf, Bern4M, GHC-305, 77-600, Azuy-1/65, NuCA, LP-6, B600和国内标样BT-1, ZBH-25进行激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测试,用标样自身标定来验证样品的均一性。样品置于中国原子能科学研究院49-2反应堆H8孔道进行快中子照射,中子瞬时通量为 $2.65 \times 10^{13} \text{ n}(\text{cm}^2\text{s})^{-1}$,其中样品SB-778-Bi, SB-778-Kf, Bern4M, ZBH-25照射时间为6h,样品GHC-305, 77-600, Azuy-1/65, NuCA, LP-6, B600, BT-1照射时间为24h 2min。

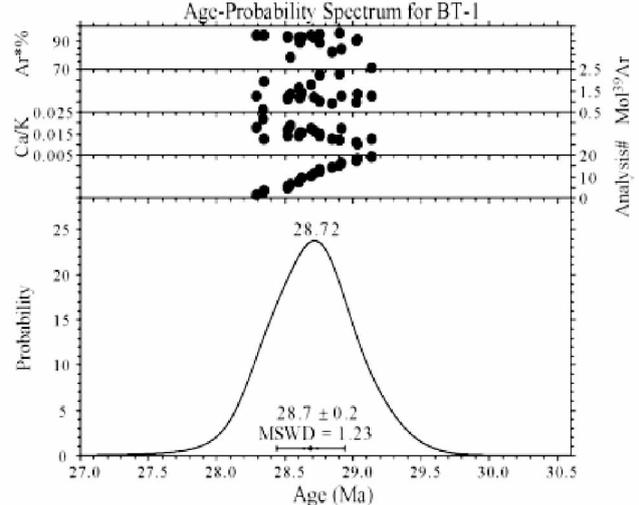
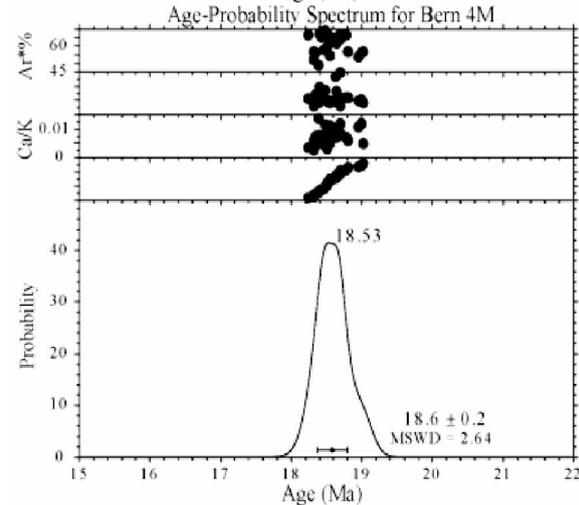
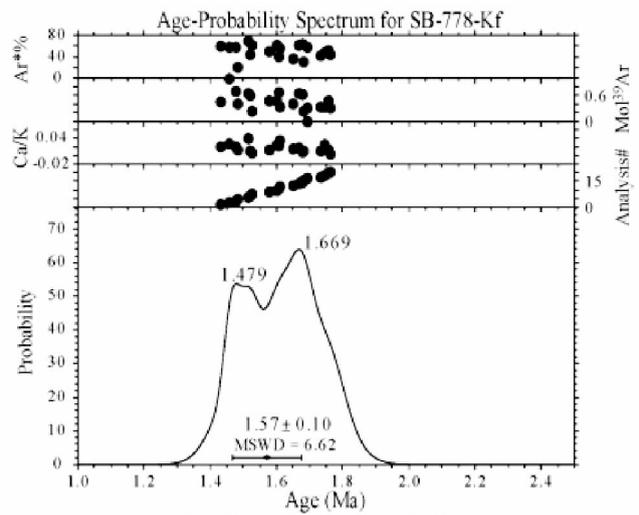
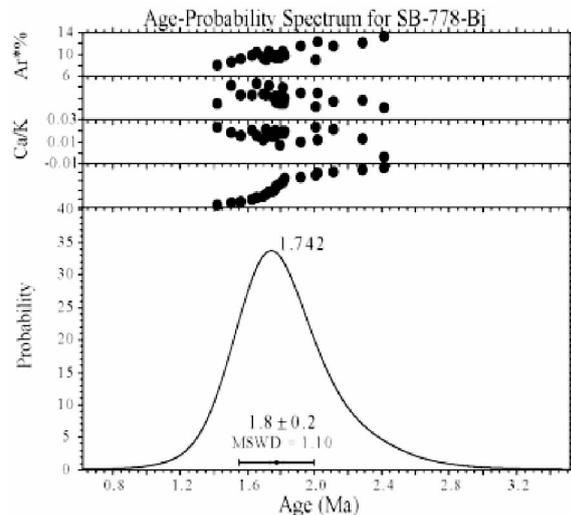
标准样品的激光熔蚀测试结果如表2、图2、图3。利用激光全熔 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测试的11件样品中,SB-778-Bi, Bern4M, BT-1是较理想的监测标样候选者。样品SB-778-Kf, GHC-305和77-600在使用时应慎重,需要进一步实验验证;样品Azuy-1/65, NuCA, LP-6和B600不适合少量样品的激光全熔 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测试,提高样品量或许样品均一性会有所提高,数据精度提高。此外,国际上的年轻样品标样FCs和ACs的均一性良好(Turrin *et al.*, 1994; Renne *et al.*, 1994, 1998; Nomade *et al.*, 2005; Jourdan and Renne, 2007; Kuiper *et al.*, 2008),很多数据显示这两个样品是适合激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 全熔测试的(Nomade *et al.*, 2005; Kuiper *et al.*, 2008)。

ZBH-25黑云母是我国同位素工作者建立的第一个K-Ar法标准物质(桑海清等, 2006),采自北京房山周口店花岗闪长岩体。此标样在国内实验室应用较为广泛,是国内众多K-Ar、 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 同位素年代学实验室内部标样。桑海清等(2006)

表2 国内外标样激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年结果Table 2 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating result of international and domestic standards

标准样品	岩性	推荐值 (Ma)	标样背景		概率统计年龄结果		推荐
			国家	研制人	年龄 (Ma)	MSWD	
Azuy-1/65	全岩	264.8 (实验室内部标样)	俄罗斯	莫斯科大学	259.84 ~ 268.74	27.46	否
NuCA	白云母	319.4 (实验室内部标样)	俄罗斯	莫斯科大学	319 ± 3	25.36	否
B600	黑云母	322 (实验室内部标样)	法国	江博明	322.0 ± 1.5	7.87	否
Lp-6	黑云母	127.9 ± 1.1 (Odin, 1988)	美国		128 ± 3	38.71	否
GHC-305	黑云母	105.2 ± 0.2 (Renne <i>et al.</i> , 1998)	美国	伯克利地质年代中心	104.0 ± 0.7	9.97	是
77-600	角闪石	414.1 ± 3.9 (Harrison, 1980, 1981)	澳大利亚		415 ± 4	5.32	?
BT-1	透长石	29.2 ± 0.4 (Ding <i>et al.</i> , 2000); 29.6 ± 0.6 (桑海清等, 2004); 28.7 ± 0.3 (王非等, 2005)	中国	中国科学院地质与地球物理研究所	28.7 ± 0.2	1.23	是
Bern4M	白云母	18.6 ± 0.2 (Purdy and Jäger, 1976); 18.6 ± 0.4 (Flisch, 1982)	德国		18.6 ± 0.2	2.64	是
SB-778-Kf	钾长石	1.593 (实验室内部标样)	美国		1.57 ± 0.10	6.62	是*
SB-778-Bi	黑云母	1.84 (实验室内部标样)	美国		1.8 ± 0.2	1.10	是
ZBH-25	黑云母	132.9 ± 1.3 (桑海清等, 2006)	中国		132.5 ± 1.1	70.24	否

注: 其中“?”样品作为标样监测未知样品时需谨慎, 需要进一步实验验证; * 样品需要进一步提纯后测试方可作为激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年监测标样



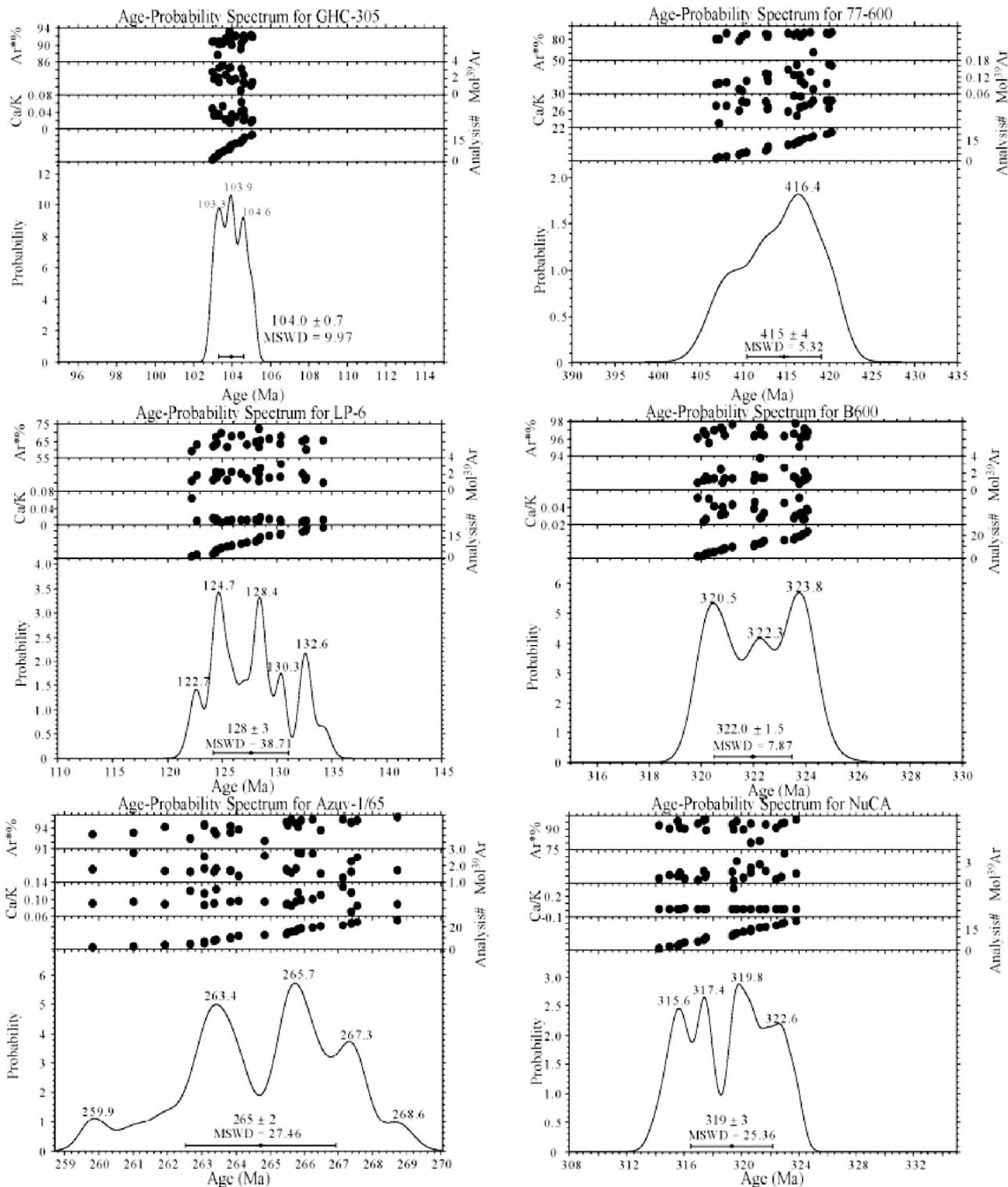


图2 国内、国际标样表观年龄概率统计图

Fig. 2 The age-probability diagrams of the international and domestic standards

分析给出 ZBH-25 标样 K-Ar 年龄标准值为 $132.9 \pm 1.3\text{Ma}$ 。本文用国际上广泛应用,并被多次验证认可的透长石标样 FCs 进行标定,标样年龄采用 Kuiper *et al.* (2008) 对 FCs 标样上百个数据点的统计结果 $28.201 \pm 0.046\text{Ma}$ 。共测试 147 个

样品点,单个样品孔中装入 3~5 片黑云母矿物,其中删除概率分布图上正态分布偏差较大的 16 点。在测试过程中,每个 2~3 个样品测试点设置一个全系统本底进行监测,本底比较稳定,整个系统的 ^{40}Ar 值逐渐降低, ^{40}Ar 信号值变化范

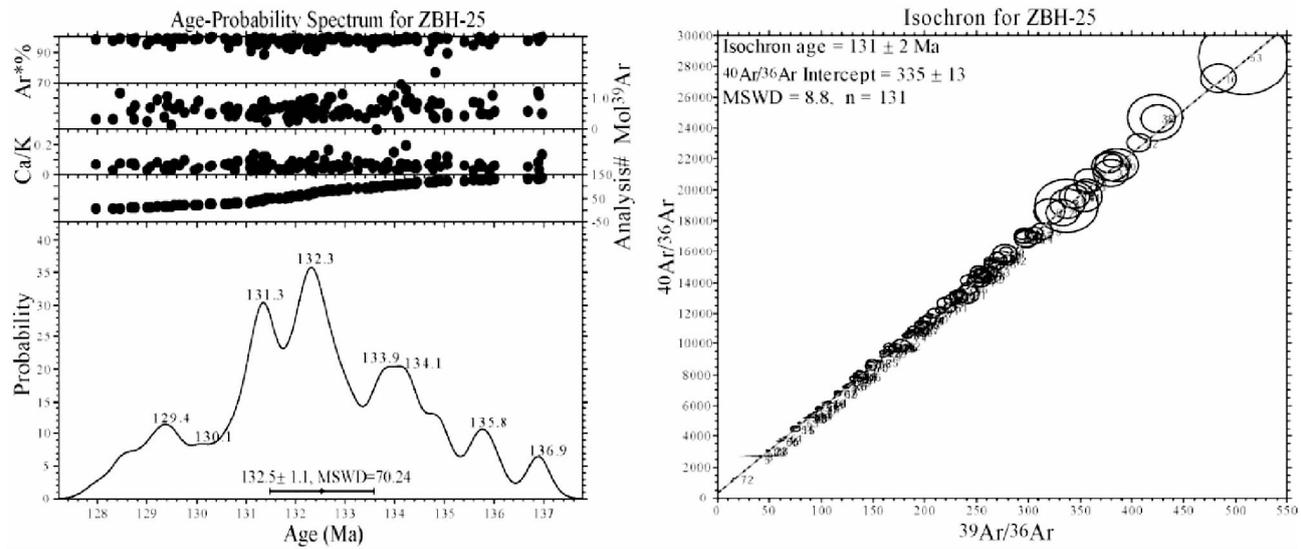


图3 ZBH-25 黑云母标样激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年结果

Fig. 3 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar results of the biotite standard

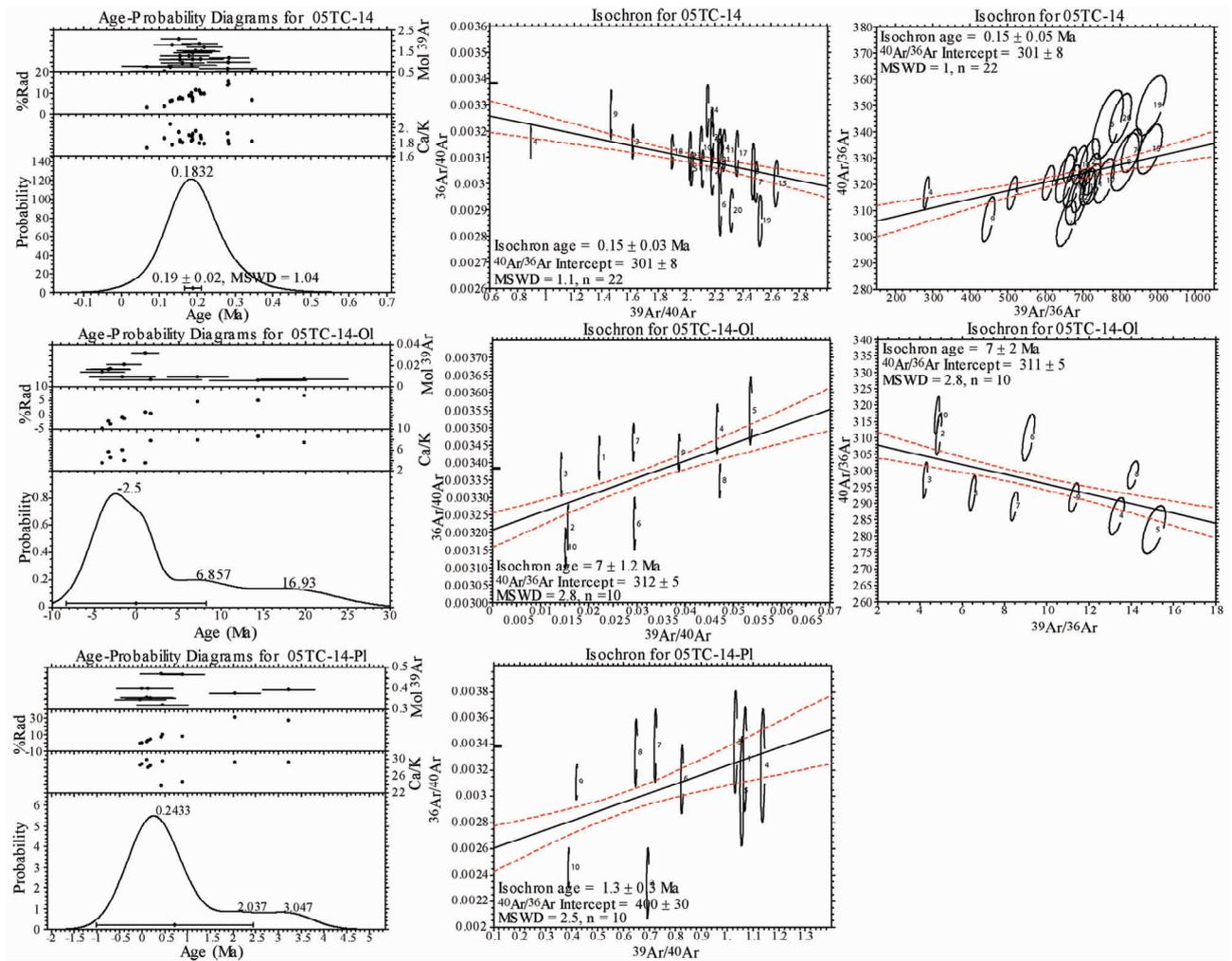


图4 样品05TC-14的激光⁴⁰Ar/³⁹Ar表观年龄的概率统计图和等时线年龄结果

Fig. 4 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar age-probability diagrams and isochron age for sample 05TC-14

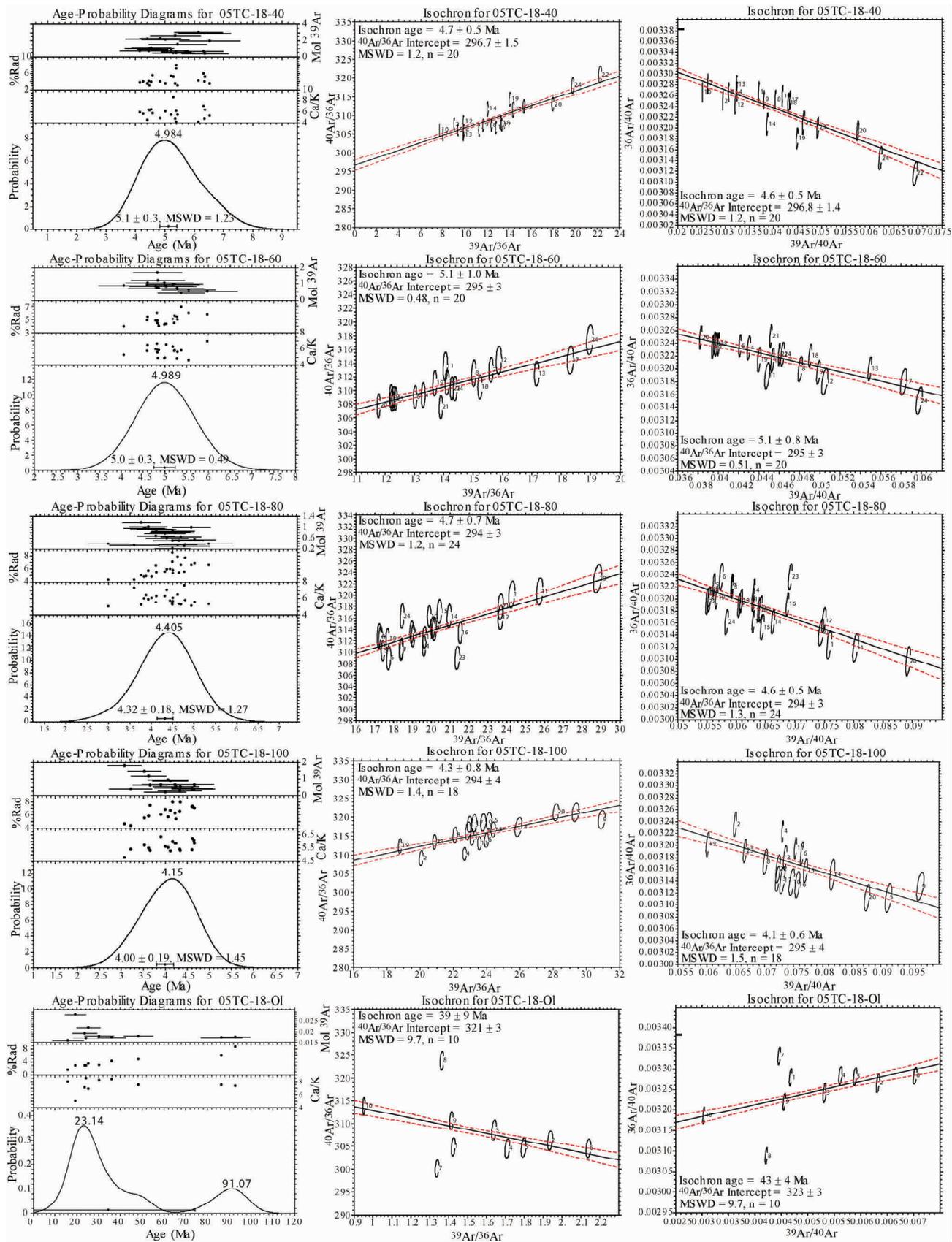


图5 样品05TC-18的激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 表观年龄的概率统计图和等时线年龄结果

Fig. 5 Laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age-probability diagrams and isochron age for sample 05TC-18

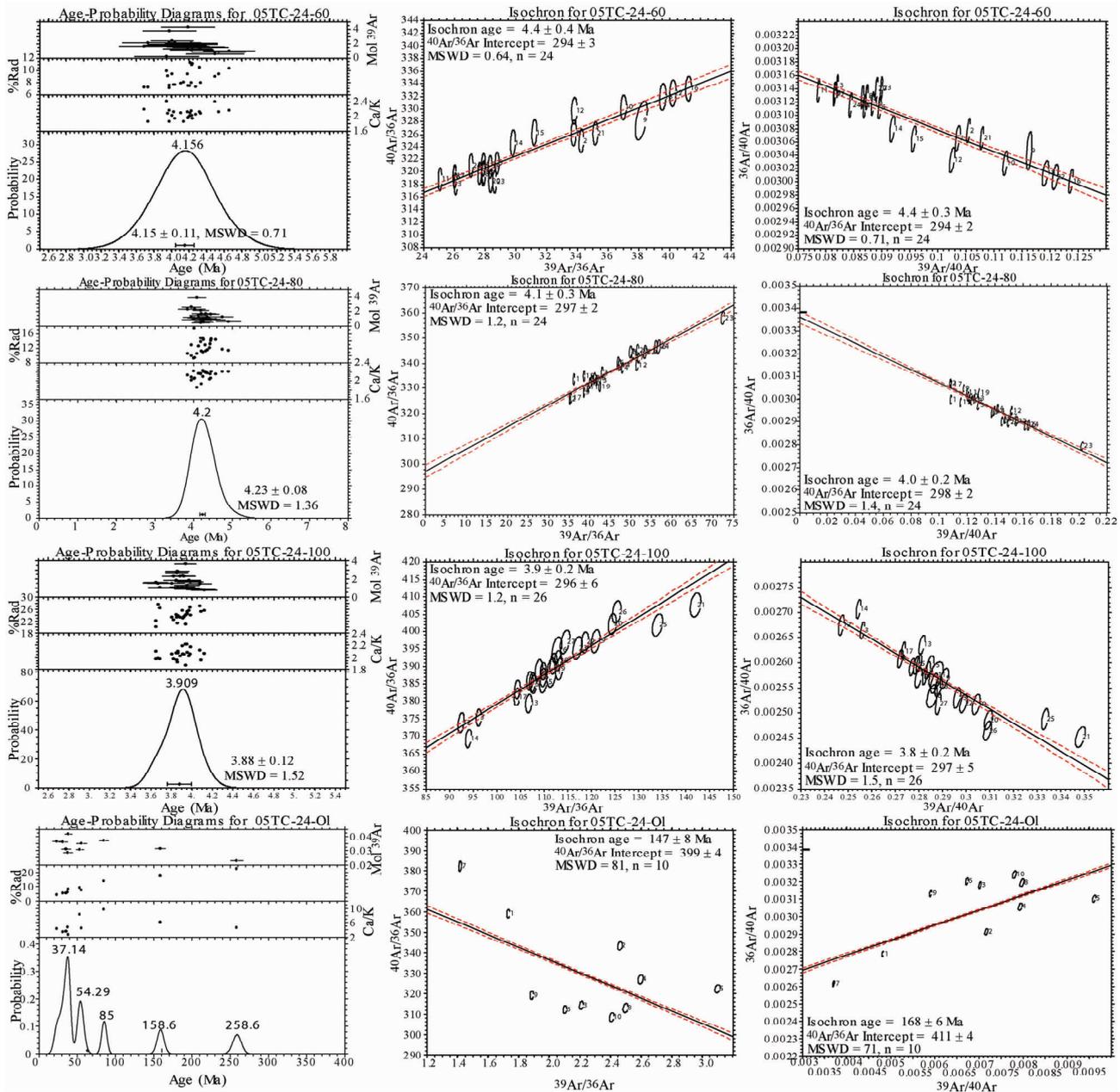


图6 样品05TC-24的激光⁴⁰Ar/³⁹Ar表观年龄的概率统计图和等时线年龄结果
Fig.6 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar age-probability diagrams and isochron age for sample 05TC-24

围在0.0017~0.0025nA之间,本底水平良好。数据处理过程采用多项式回归本底扣除方案。统计131个表观年龄值得到的概率统计结果及正等时线如图3所示。由表观年龄的概率统计图可以看出,ZBH-25黑云母标样的均一性并不是很好,表观年龄的概率统计结果为 132.5 ± 1.1 Ma。等时线结果显示样品⁴⁰Ar过剩,初始氩同位素比值为 335 ± 13 。该标样均一性较差,不适合做为激光⁴⁰Ar/³⁹Ar全熔定年测试的标准样品。测试结果显示,该样品的实际年龄应比推荐年龄标准值小。本次实验结果表明,对于激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年方法来讲,北京房山花岗闪长岩体中的ZBH-25黑云母标

样虽然适合群颗粒阶步加热方法做检测标样,但不太适合作为监测标样。

4 斑晶及基质粒度对激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年结果的影响

4.1 斑晶⁴⁰Ar的过剩

火山岩主要以喷出岩为主,常具有斑状结构,气孔状构造。中国大部分火山岩样品具有斑状结构,斑晶主要是橄榄石、辉石、长石组成。前人研究中有指出火山岩样品斑晶矿

表3 腾冲火山岩斑晶及不同粒度基质激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年结果Table 3 Laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating result of phenocryst and matrix with different granularity of young volcanic rocks from Tengchong

样品号	概率统计年龄 (Ma)	正等时线年龄 (Ma)	$(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_0$	反等时线年龄 (Ma)	$(^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar})_0$	测试点数
05TC-14	0.19 ± 0.02	0.15 ± 0.05	301 ± 8	0.15 ± 0.03	301 ± 8	22
05TC-14-OI	-4.5 ~ 18.9	7 ± 2	311 ± 5	7.0 ± 1.2	312 ± 5	10
05TC-14-PI	0.1 ~ 3.2	—	—	1.3 ± 0.3	400 ± 30	10
05TC-18-40	5.1 ± 0.3	4.7 ± 0.5	296.7 ± 1.5	4.6 ± 0.5	296.8 ± 1.4	24
05TC-18-60	5.0 ± 0.3	5.1 ± 0.8	295 ± 3	5.1 ± 1.0	295 ± 3	24
05TC-18-80	4.38 ± 0.19	4.9 ± 0.7	293 ± 3	4.8 ± 0.6	294 ± 3	24
05TC-18-100	4.00 ± 0.19	4.3 ± 0.8	294 ± 4	4.1 ± 0.6	295 ± 4	24
05TC-18-OI	15.9 ~ 92.7	39 ± 9	321 ± 3	43 ± 4	323 ± 3	10
05TC-24-60	4.15 ± 0.11	4.4 ± 0.4	294 ± 3	4.4 ± 0.3	294 ± 2	24
05TC-24-80	4.23 ± 0.08	4.1 ± 0.3	297 ± 2	4.0 ± 0.2	298 ± 2	24
05TC-24-100	3.88 ± 0.12	3.9 ± 0.2	296 ± 6	3.8 ± 0.2	297 ± 5	26
05TC-24-OI	23.8 ~ 258.8	147 ± 8	399 ± 4	168 ± 6	411 ± 4	10

注:其中OI指橄榄石,PI指斜长石,05TC-18-40指05TC-18样品粒度是40目的基质,同理可知-60、-80、-100

物含有过剩氩(Esser *et al.*, 1997; 穆治国等, 1998; 李大明等, 2012; Sumino *et al.*, 2008等)。对采自腾冲火山岩区的3件样品(05TC-14、05TC-18、05TC-24)的斑晶、不同粒度的基质分别进行了激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年(表3、图4、图5、图6)。3件样品的橄榄石斑晶表观年龄值变化范围较大,远远大于样品的实际年龄,概率统计图中显示存在多个峰值(图4、图5、图6),表明橄榄石斑晶中记录了无法辨别的或混合的同位素信息。在火山喷发的过程中,氩同位素体系未被重置,不能记录与喷发相关的年龄结果。05TC-14的斜长石斑晶的表观年龄略老于基质的表面年龄,在所测的10个数据点中有两个年龄值大于2Ma,明显老于基质表观年龄。很多学者也发现长石矿物中含有过剩 ^{40}Ar ,认为过剩氩主要赋存在熔融包裹体中(Renne *et al.*, 1997; 李大明等, 2012; Nomade *et al.*, 2005; Sumino *et al.*, 2008等)。Sumino *et al.* (2008)通过对不同粒度以及同一颗粒不同环带斜长石斑晶氩同位素含量的研究,定量模拟氩同位素体系在整个火山形成过程中的演化趋势。颗粒粗大的斜长石斑晶在喷发过程中较难达到氩同位素体系的平衡,仅仅颗粒边缘重新启动氩同位素体系;而细小的颗粒则容易达到氩同位素体系重置。

4.2 基质粒度

05TC-18和05TC-24不同粒度基质的年龄结果显示,随着粒度的逐渐减小,样品表观年龄的概率统计结果总体上也是呈逐渐减小的趋势。表观年龄随着样品粒度的减小而减小,可能是由于(1)随着样品粒径的减小,样品中混入的橄榄石斑晶成分减少,基质的纯度更高,斑晶中过剩 ^{40}Ar 对基质的影响减弱,从而使年龄减小,样品年龄更接近真实年龄;(2)是样品粒度过细(如100目),在样品破碎处理过程中使得颗粒中的Ar逃逸,因为Ar只要扩散到晶体内最近的解理面、裂隙和不连贯层里面即可释出(McDougall and Harrison, 1999)。这说明,火山岩的定年过程中,粒度的选取非常重要,粒度不能过粗,否则细粒橄榄石斑晶难以剔除会对定年

结果有过剩氩影响,这种影响在(极)年轻火山岩定年当中是不容忽视的;若是粒度过细,由于氩同位素体系受破碎和颗粒表面逃逸影响会导致结果偏年轻。

样品05TC-18-60和05TC-18-80以及05TC-24-60和05TC-24-80的等时线线性均很好,并且初始氩同位素比值接近Nier值(表3、图4、图5、图6)。为了选取最优粒度,本文还借助K-Ar方法来进行验证。实验室K-Ar系统分别测试了该样品60目(美国标准筛对应粒度0.25mm)和80目(美国标准筛对应粒度0.18mm)基质,05TC-18-60钾氩表观年龄值为 $5.1 \pm 0.6\text{Ma}$,05TC-18-80钾氩表观年龄值为 $6.3 \pm 0.4\text{Ma}$ 。05TC-18-60样品在使用两种方法测量时年龄值都在5.0~5.1Ma之间,年龄值很稳定;05TC-18-80样品年龄值变化较大(4.38~6.3Ma)。但60目样品的两种方法测定结果非常一致,一定程度上说明粒度为60目的基质样品是适合激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 方法年龄测定的。显然,在(极)年轻火山岩样品的测年中,要根据火山岩粒度结构、矿物组成实际,兼顾考虑斑晶、基质的分布和选样技术的能力,综合确定测试样品所需的粒度,并在测试中做多个粒度测试实验。

5 中子活化照射参数选取

在 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 发展的初期,Turner(1971)就提出最优化照射参数,中子活化过程中既要产生足量的 $^{39}\text{Ar}_k$,又要正确选取样品所接受的积分中子通量,尽可能降低各种干扰核反应。McDougall and Harrison(1999)对Turner(1971)给出的J值(快中子通量)与样品年龄、K/Ca比相关图进行适当的修改。年轻火山岩的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年,要选取K含量较高的样品,K/Ca比值不能小于0.1,大部分火山岩样品的K/Ca比值在1以上。依据火山岩的K/Ca比值,将适合2Ma以来的火山岩样品 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年参数选取范围大致圈定在左中位置的虚框范围内,小于2Ma年样品快中子通量应在 $10^{15} \sim 10^{18}\text{n}/\text{cm}^2$ (图7),与常规地质样品有很大差别。

表4 长白山样品 Cb-35 三批测试数据的照射参数

Table 4 Irradiation parameters for three times test of the same sample Cb-35

测试批次	照射时间	测试时间	放置时间	快中子通量(n/cm ²)	反应堆
1	2008-3(12h)	2008-8	约5个月	2.72×10^{17}	北京原子能研究院 49-2 反应堆 B4 通道
2	2008-3(12h)	2008-10	约7个月	2.72×10^{17}	北京原子能研究院 49-2 反应堆 B4 通道
3	2009-2(6h)	2009-7	约3个月	1.40×10^{17}	北京原子能研究院 49-2 反应堆 H8 通道

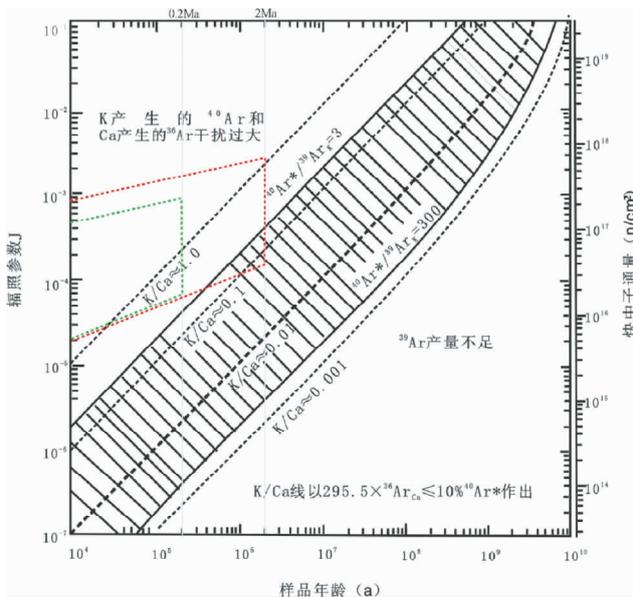


图7 2Ma 以来火山岩最优照射参数参照图(据 McDougall and Harrison, 1999, 有修改)

Fig. 7 Sketch showing the optimization of irradiation parameters for volcanic rocks younger than 2Ma (modified after McDougall and Harrison, 1999)

北京大学⁴⁰Ar/³⁹Ar 同位素年代学实验室的样品照射是在中国原子能研究院 49-2 反应堆进行。本文在几十年来年轻火山岩样品测试工作中,对同一件样品(长白山样品 Cb-35)的斑晶和基质进行了两次照射,放置不同时间后进行测试(表4)。经过快中子照射后的样品放置一段时间,达到放射性安全检测标准之后方能测试,但由于³⁷Ar 的半衰期为 35.1d,放置时间过长,³⁷Ar 衰减得非常快,使得³⁷Ar 因量小而难以准确测定,进而难以精确校正 Ca 诱发产生的³⁶Ar 和³⁹Ar。从实验的 3 批数据的³⁷Ar 分析结果可以看出(图8),前两批照射时间为 12h 的基质和斑晶的³⁷Ar 信号明显比第三批数据差(图8a, c)。同时照射的样品 1 和 2,放置不同时间后进行测试,结果表明放置时间 7 个月的样品³⁷Ar 信号值变化较大,稳定性差,且³⁷Ar 值过高。³⁷Ar 的测试是为了扣除 Ca 干扰核反应产生的³⁶Ar 和³⁹Ar,³⁷Ar 实测值比真实偏大的话,计算过程中就会扣除比实际多的³⁶Ar 和³⁹Ar,年轻火山岩样品的放射性成因⁴⁰Ar 低,由³⁶Ar 换算的⁴⁰Ar 过量的扣除会使年龄结果偏低,甚至负值;³⁹Ar 过量的扣除会使年轻火山岩的年龄偏老。因此,年轻火山岩⁴⁰Ar/³⁹Ar 定年过程中尤其

要注意样品放置时间不宜过长。

从三次实验结果来看,对于万年级的火山岩样品,选取 6h 和 12h 照射时间都是合理的,但照射后样品放置时间不宜过长,放置时间的选取需要依据照射时间长短而定。实验结果显示,(极)年轻火山岩在中国原子能研究院原子能 49-2 反应堆中接受照射时间为 6h,放置时间 3 个月或更短为宜。

6 数据处理方法

从 39 件年轻火山岩样品的激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar 定年研究结果中,大多数基质样品存在⁴⁰Ar 过剩和丢失现象,要想得到可靠的年龄数据,需要有校正后的等时线年龄参考。但是,有些火山岩基质或斑晶样品的氩同位素比值非常接近,测试的多个数据点非常集中,有时无法获得等时线或等时线年龄值误差较大。这一问题一直困扰年轻火山岩定年方法。

斑状结构是火山岩样品的常见结构特征,从腾冲火山岩激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar 定年结果得出橄榄石和斜长石斑晶都是含有过剩氩的,在样品前处理过程中要剔除含过剩氩的斑晶之后才能进行测试。这是因为,橄榄石、辉石以及颗粒粗大的斜长石斑晶通常是在岩浆上升的过程中结晶形成的,从岩浆房到岩浆通道再到地表的的过程中,氩同位素体系经历了改变,氩同位素比值多数情况下发生了变化。Sumino *et al.* (2008)测试斜长石斑晶从边部到中心不同位置的初始氩同位素⁴⁰Ar/³⁶Ar 比值,显示了这种变化。通常颗粒中心位置的初始氩同位素⁴⁰Ar/³⁶Ar 比值非常高,被认为是在地下结晶过程中短时间循环扩散积累形成的,越到边部初始氩同位素比值越接近 Nier 值,说明氩同位素与环境交换平衡的过程。

对于结晶过程比较复杂的斑晶来说,氩同位素体系也相当复杂的,同一斑晶矿物很可能不是同一氩同位素体系的记录,氩同位素的分馏作用是在不同时期、不同氩同位素体系间进行的,这样的斑晶本文称之为非同源分馏斑晶。火山岩样品中还存在另外一种斑晶,它们是在岩浆喷出地表之后结晶形成的,斑晶和基质在形成过程中与大气充分混合,它们是在同一同位素体系作用下形成的。斑晶是要略早于基质形成的,但是相隔时间非常短暂,斑晶与基质近乎同时形成。氩同位素在斑晶和基质之间的相容性不同,相对于矿物来说,Ar 更容易进入熔体相中(Kelley, 2002),因此,氩同位素在斑晶和基质之间同样存在分馏。由于斑晶和基质是在同一氩同位素体系作用下形成的,氩同位素在斑晶和基质间的分馏使得等时线方法具有优势。本文把与基质在同一同位

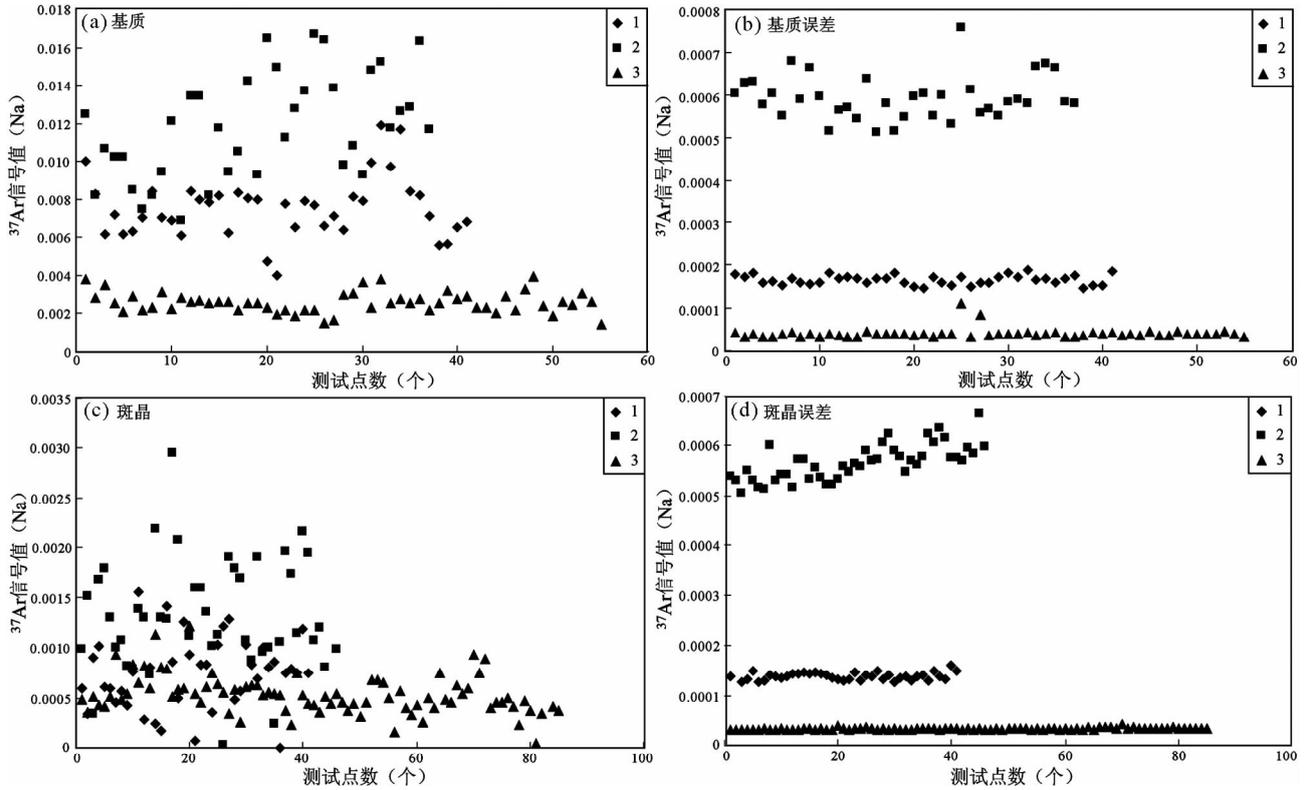


图8 不同辐照参数、放置时间下 ^{37}Ar 测定结果的对比图

Fig. 8 Sketch showing the comparison of the ^{37}Ar testing results with different irradiation parameters and different storage time

素体系作用下形成的斑晶称之为同源分馏斑晶。在 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年过程中同源分馏斑晶对定年结果非常重要,尤其是用等时线方法处理数据时,优势非常明显。因此,年轻火山岩 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 前处理过程中一定要剔除含有过剩氩的非同源分馏斑晶(通常是橄榄石、辉石、粒度粗大的斜长石斑晶),保留同源分馏斑晶(通常为透长石、歪长石斑晶)。

实践中,对采自长白山天池的火山岩样品 Cb-51 和 Cb-55 用相同的等时线方法处理。样品 Cb-51 和 Cb-55 中斑晶均为同源分馏斑晶,斑晶和基质受同一氩同位素体系控制。分别对样品 Cb-55 的斑晶和基质进行激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年,结果如图9。样品 Cb-55 的基质和斑晶 71 个样品点的反等时线年龄为 $0.17 \pm 0.03\text{Ma}$, MSWD 值为 0.97 (图 9e), 近似为 1, 初始氩同位素比值为 295 ± 8 , 与 Nier 值一致。该年龄值与 Cb-55 斑晶年龄值一致, 数据质量明显高于基质正等时线结果(图 9c), 基质正等时线年龄结果与基质斑晶反等时线结果完全一致。顺便说明 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 正等时线年龄是可靠的, 反等时线从数理结构上具有一定的优势, 但并不能否认正等时线年龄的可靠性。但对于一些特殊样品(如放射性成因 ^{40}Ar 非常高, 远远大于 ^{36}Ar)是无法得到反等时线的。样品 Cb-51 的斑晶和基质进行激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年结果如图 10。样品 Cb-51 的基质和斑晶 72 个样品点的等时线年龄为 $0.078 \pm 0.018\text{Ma}$, MSWD 为 0.96。初始氩同位素 $^{40}\text{Ar}/^{36}\text{Ar}$ 比值为 310 ± 15 。该样品的斑晶和基质单独做出的等时线年

龄结果误差较大,且样品点过于集中(图 10b, d)。由图 9、图 10 可以看出,斑晶-基质等时线具有明显的优势,斑晶具有相对较高的 $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ 比值,这样得到的等时线性较好,且年龄结果更可靠。

长白山天池的两件样品(Cb-51 和 Cb-55)的斑晶和基质具有同时、同源、封闭较好的特点。对于快速喷发快速冷却的火山岩样品来讲,斑晶和基质结晶的先后顺序在地质年代尺度上是可以忽略不计的,近于同时形成。矿物在结晶过程中,在很短的时间内,斑晶和基质充分混合,在冷却过程中形成同一、稳定的氩同位素体系。在共同的氩同位素体系作用下的同时、同源的斑晶基质等时线是合理的,年龄可靠。

7 结论

(1) 在(极)年轻或火山岩的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年中,实践证明,样品形成时限越年轻(特别是相当于第四纪时期的样品),Nier 值与样品中初始氩比值的偏离会引起 K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 表观年龄的偏差越大。特别是(小于 2Ma 的样品),Nier 值与初始氩比值的偏离会引起 K-Ar 和 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 表观年龄的较大偏差;对于小于 0.2Ma 的样品,影响尤其大;

(2) 激光熔蚀 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年测试对于监测中子通量的标准样品均一性要求较高。样品 Azuy-1/65, NuCA, LP-6, B600 和 ZBH-25 自身标定结果表明样品单颗粒均一性较差,

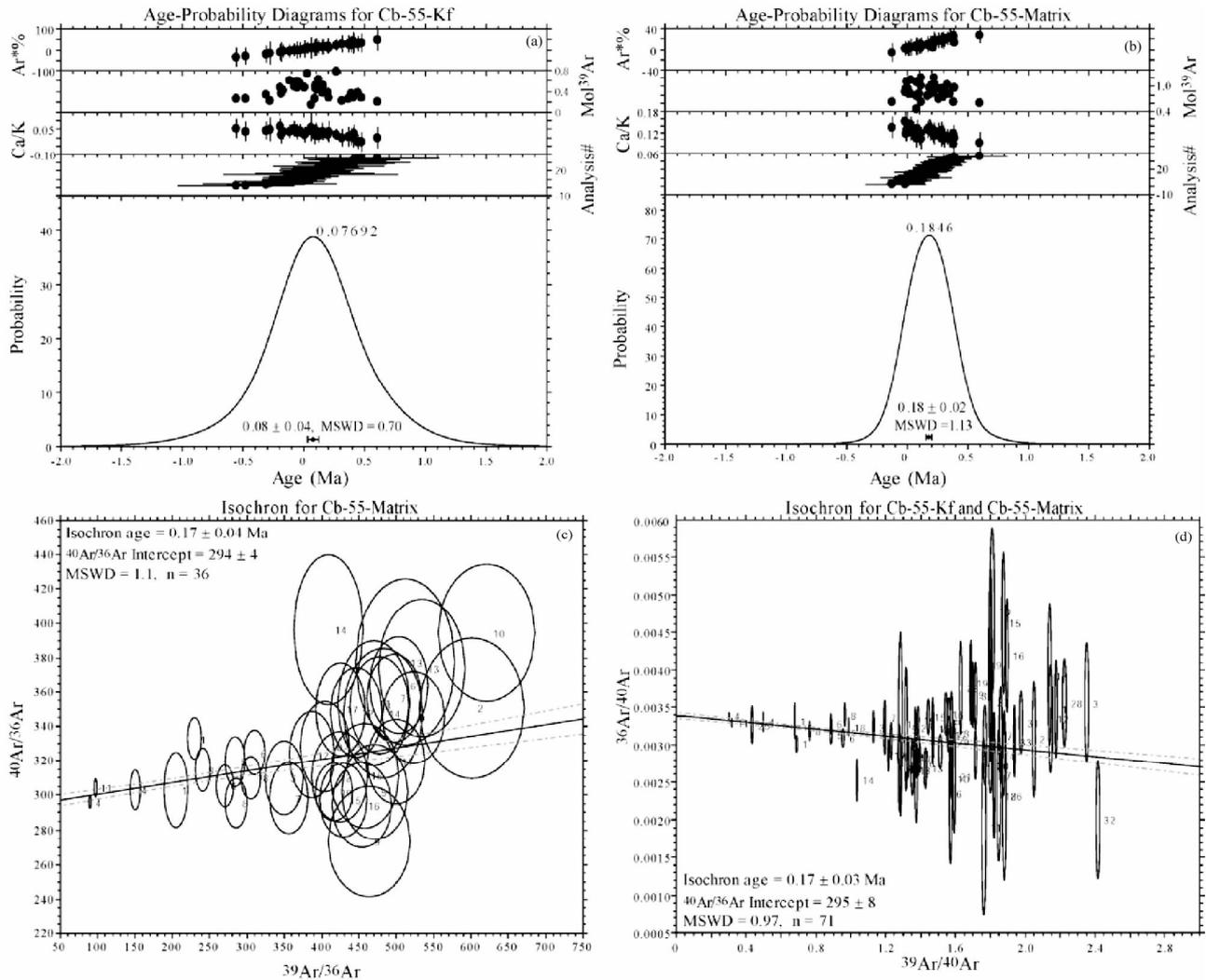


图9 长白山火山岩斑晶、基质激光⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄结果

Fig.9 Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating results of phenocryst and matrix for young volcanic rocks from Changbaishan

不太适合做为激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年测试的监测标样;样品SB-778-Kf、GHC-305和77-600使用时应慎重,需要增加监测的测试量;样品SB-778-Bi, Bem4M, BT-1均一性很好,是激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年理想的监测样品;

(3)在(极)年轻火山岩⁴⁰Ar/³⁹Ar定年过程中,非同源分馏的橄榄石、辉石以及颗粒粗大的斜长石斑晶,明显存在过剩氩,其存在会使火山岩样品实际年龄偏老,在定年过程中必须予以剔除。提纯后的火山岩基质,随着粒度的减小,年龄结果呈减小趋势。测试中要考虑到细粒含有过剩氩的斑晶对定年结果的影响,同时也要考虑到样品粒度过细,导致样品中Ar同位素在后期处理过程中丢失,使得年龄结果偏年轻。因此,要根据岩石结构和粒度特征选取合适的粒度进行激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年。通常情况下,火山岩样品推荐粒径为0.2mm(60~80目);

(4)对于万年级的火山岩样品,在中国原子能研究院原子能49-2反应堆现有功率照射的样品选取6h和12h照射时

间都是合理的。但照射后样品放置时间不宜过长,放置时间的选取需要依据照射时间长短而定,要充分考虑样品中³⁷Ar剩余摩尔数是否高于检测线来确定;

(5)实践证明,对于同时、同源、封闭较好的年轻火山岩,可以采用斑晶-基质等时线的方法获得高精度高质量的年龄结果。这一技术拓展了(极)年轻火山岩激光⁴⁰Ar/³⁹Ar定年的应用;

(极)年轻火山岩样品激光熔蚀⁴⁰Ar/³⁹Ar定年中关键技术问题的解决,使得(极)年轻火山岩样品激光⁴⁰Ar/³⁹Ar精细定年成为可能。但是随之而来,(极)年轻火山岩样品激光⁴⁰Ar/³⁹Ar精细定年对待测样品有较高的要求,样品封闭计时时刻的同位素体系均一性和在不同矿物相中的分馏情况、以及同位素体系的封闭性成为定年的核心问题。

致谢 感谢中国科学院地质与地球物理研究所周新华研究员和国际地震局地质研究所李大明研究员。

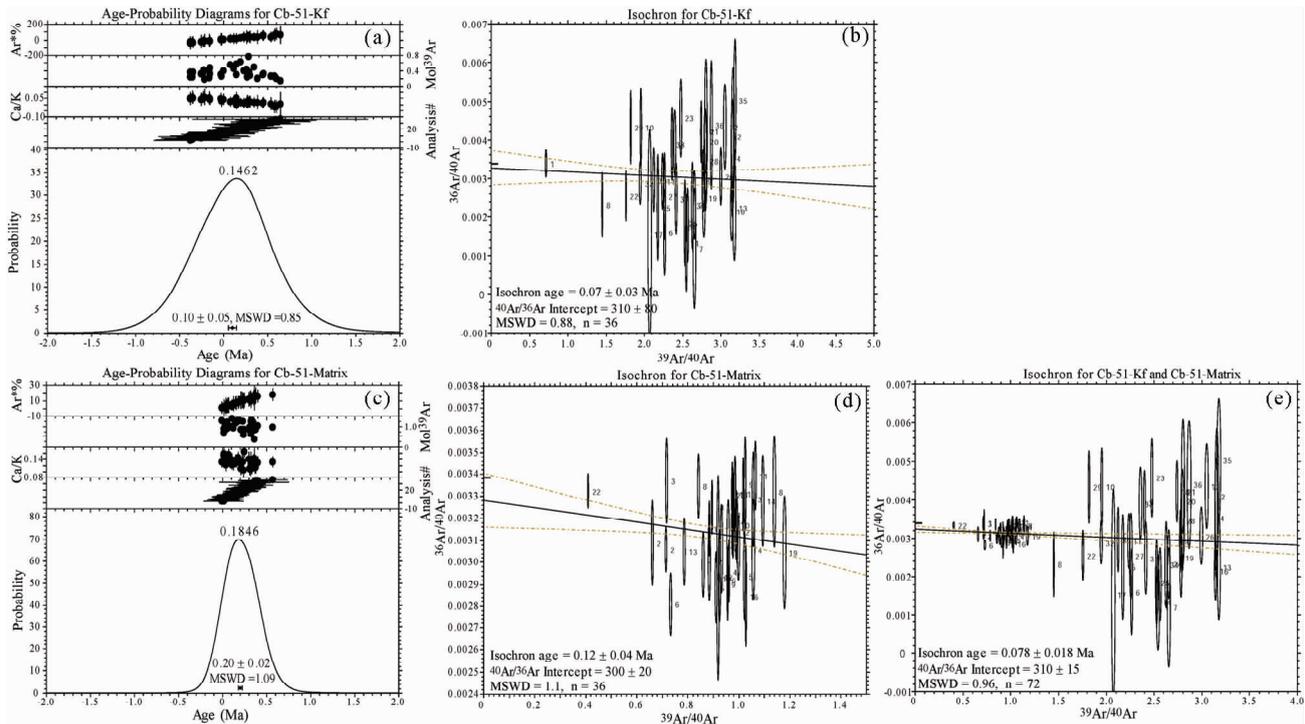


图 10 长白山火山岩斑晶、基质激光 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄结果

Fig. 10 Laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating results of phenocryst and matrix for young volcanic rocks from Changbaishan

References

- Alexander EC Jr and Davis PK. 1974. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ ages and trace element contents of Apollo 14 breccias: An interlaboratory cross-calibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ standards. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 38 (6): 911–928
- Baksi AK, Archibald DA and Farrar E. 1996. Intercalibration of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standards. *Chemical Geology*, 129(3–4): 307–324
- Blockley SPE, Ramsey CB and Pyle DM. 2008. Improved age modelling and high-precision age estimates of Late Quaternary tephras, for accurate palaeoclimate reconstruction. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 177(1): 251–262
- Chen WJ, Ji FJ and Wang F. 1999. Dating of Young Geological Systems: New Method and Progress. Beijing: Geological Publishing House, 57–76 (in Chinese)
- Dalrymple GB, Burke RM and Birkeland PW. 1982. The concerning K-Ar dating of a basalt flow from the Tahoe-Tioga interglaciation, Sawmill Canyon, southeastern Sierra Nevada, California. *Quaternary Research*, 17(1): 120–122
- Deino A and Potts R. 1990. Single-crystal $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the Ologesailie Formation, southern Kenya rift. *Journal of Geophysical Research*, 95(B6): 8453–8470
- Ding L, Zhou Y, Zhang JJ and Deng WM. 2000. Geologic relationships and geochronology of the Cenozoic volcanoes and interbedded weathered mantles of Yulinshan in Qiangtang, North Tibet. *Chinese Science Bulletin*, 45(24): 2214–2220
- Dong HL, Hall CM, Peacor DR and Halliday AN. 1995. Mechanisms of argon retention in clays revealed by laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. *Science*, 267(5196): 355–359
- Esser RP, McIntosh WC, Heizler MT and Kyle PR. 1997. Excess argon in melt inclusions in zero-age anorthoclase feldspar from Mt. Erebus, Antarctica, as revealed by the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ method. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 61(18): 3789–3801
- Flisch M. 1982. Potassium-argon analysis. In: Odin GS (ed.). *Numerical Dating in Stratigraphy*. New York: Wiley, 151–158
- Girard JP and Onstott TC. 1991. Application of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ laser-probe and step-heating techniques to the dating of diagenetic K-feldspar overgrowths. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 55(12): 3777–3793
- Hall CM, Walter RC, Westgater JA *et al.* 1984. Geochronology, stratigraphy and geochemistry of Cindery Tuff in Pliocene hominid-bearing sediments of the Middle Awash, Ethiopia. *Nature*, 308(5954): 26–31
- Harrison TM. 1980. Thermal histories from the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectrum method. Ph. D. Dissertation. Canberra: Australian National University
- Harrison TM. 1981. Diffusion of ^{40}Ar in hornblende. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 78(3): 324–331
- Jourdan F and Renne PR. 2007. Age calibration of the Fish Canyon sanidine $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating standard using primary K-Ar standards. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 71(2): 387–402
- Karner DB and Renne PR. 1998. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ geochronology of Roman province tephra in the Tiber River valley: Age calibration of middle Pleistocene sea level changes. *Geological Society of America Bulletin*, 110(6): 740–747
- Kelley SP and Wartho JA. 2000. Rapid kimberlite ascent and the significance of Ar-Ar ages in xenolith Phlogopites. *Science*, 289(5479): 609–611
- Kelley S. 2002. Excess argon in K-Ar and Ar-Ar geochronology. *Chemical Geology*, 188(1–2): 1–22
- Kuiper KF, Deino A, Hilgen FJ, Krijgsman W, Renne PR and Wijbrans JR. 2008. Synchronizing rock clocks of earth history. *Science*, 320(5875): 500–504
- Lee JY, Marti K, Severinghaus JP *et al.* 2006. A redetermination of the isotopic abundances of atmospheric Ar. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 70(17): 4507–4512
- Li DM, Li Q and Chen WJ. 2012. Excess argon in plagioclase phenocryst

- of Tengehong volcanics and the related volcano erupting stages. *Geological Review*, 45 (7): 892 – 894 (in Chinese with English abstract)
- Liu JQ. 1987. Study on geochronology of the Cenozoic volcanic rocks in Northeast China. *Acta Petrologica Sinica*, (4): 21 – 31 (in Chinese with English abstract)
- McDougall I and Harrison TM. 1999. *Geochronology and Thermochronology by the ⁴⁰Ar/³⁹Ar Method*. 2nd Edition. Oxford: Oxford University Press, Inc., 88
- Mu ZG, Liu YL and Huang BL. 1998. Influence of olivine grains on K-Ar dating of Late-Cenozoic olivine basalts in eastern China. *Chinese Science Bulletin*, 43(19): 1663 – 1665
- Nomade S, Renne PR, Vogel N *et al.* 2005. Alder Creek sanidine (ACs-2): A Quaternary ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating standard tied to the Cobb Mountain geomagnetic event. *Chemical Geology*, 218(3 – 4): 315 – 338
- Odin GS. 1988. Biotite Lp-6 and glauconite GL-O: Interlaboratory reference Minerals for K-Ar dating. *Bull. Liais. Inf. IGCP Project*, 196: 7 – 9
- Pearson DG, Kelley SP and Pokhilenko FR. 1997. Laser ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of phlogopites from southern African and Siberian kimberlites and their xenoliths: Constraints on eruption ages, melt degassing and mantle volatile compositions. In: 6th Int. Kimberlite Conf. Proc., 106 – 117
- Pederson J, Karlstrom K, Sharp W and McIntosh WC. 2002. Differential incision of the Grand Canyon related to Quaternary faulting: Constraints from U-series and Ar/Ar dating. *Geology*, 30(8): 739 – 742
- Phillips D, Onstott TC and Harris JW. 1989. ⁴⁰Ar/³⁹Ar laser-probe dating of diamond inclusions from the Premier kimberlite. *Nature*, 340(6233): 460 – 462
- Pierre YG and Cornette Y. 1986. The cassignal technique for potassium-argon ages of basalts from Nunivak Island, Alaska, studies in volcanology. *The Geological Society of America Bulletin*, 386 – 387
- Purdy JW and Jäger E. 1976. K-Ar ages on rock-forming minerals from the Central Alps. *Mem. Inst. Geol. Mineral. Università di Padova*, 30: 31 – 42
- Quan WX, Ji JQ, Zhou J, Li WR and Tu JY. 2013. Evaluation of K-Ar and ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating and Q value. *Acta Petrologica Sinica*, 29(8): 2803 – 2810 (in Chinese with English abstract)
- Renne PR, Deino AL, Walter RC *et al.* 1994. Intercalibration of astronomical and radioisotopic time. *Geology*, 22(9): 783 – 786
- Renne PR, Sharp WD, Deino AL, Orsi G and Civetta L. 1997. ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating into the historical realm: Calibration against Pliny the younger. *Science*, 277(5330): 1279 – 1280
- Renne PR, Swisher CC, Deino AL *et al.* 1998. Intercalibration of standards, absolute ages and uncertainties in ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating. *Chemical Geology*, 145(1 – 2): 117 – 152
- Renne PR. 2000. K-Ar and ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating. In: Noller JS, Sowers JM and Lettis WR (eds.). *Quaternary Geochronology: Methods and Applications*. Washington: American Geophysical Union, 77 – 100
- Renne PR, Sharp ZD and Heizler MT. 2008. Cl-derived argon isotope production in the CLICIT facility of OSTR reactor and the effects of the Cl-correction in ⁴⁰Ar/³⁹Ar geochronology. *Chemical Geology*, 255(3 – 4): 463 – 466
- Renne PR, Deino AL, Hames WE *et al.* 2009. Data reporting norms for ⁴⁰Ar/³⁹Ar geochronology. *Quaternary Geochronology*, 4(5): 346 – 352
- Rose WI, Conway FM, Pullinger CR, Deino A and McIntosh WC. 1999. An improved age framework for late Quaternary silicic eruptions in northern Central America. *Bulletin of Volcanology*, 61(1 – 2): 106 – 120
- Sang HQ, Ding L and Dai TM. 2004. BT-1 Sanidine, a new standard sample candidate for ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating and a primary analysis result. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 23(1): 24 – 27 (in Chinese)
- Sang HQ, Wang F, He HY, Wang YL, Yang LK and Zhu RX. 2006. Intercalibration of ZBH-25 biotite reference material utilized for K-Ar and ⁴⁰Ar-³⁹Ar age determination. *Acta Petrologica Sinica*, 22(12): 3059 – 3078 (in Chinese with English abstract)
- Scaillet S. 2000. Numerical error analysis in ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating. *Chemical Geology*, 162(3 – 4): 269 – 298
- Sharp WD, Turrin BD, Renne PR and Lamphere MA. 1996. The ⁴⁰Ar/³⁹Ar and K/Ar dating of lavas from the Hilo 1km core hole, Hawaii Scientific Drilling Project. *J. Geophys. Res.*, 101: 11607 – 11616
- Sharp WD and Clague DA. 2006. 50-Ma initiation of Hawaiian-Emperor bend records major change in Pacific plate motion. *Science*, 313(5791): 1281 – 1284
- Singer B, Hildreth W and Vincze Y. 2000. ⁴⁰Ar/³⁹Ar evidence for early deglaciation of the central Chilean Andes. *Geophys. Res. Lett.*, 27(11): 1663 – 1666
- Spell TL and McDougall I. 2003. Characterization and calibration of ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating standards. *Chemical Geology*, 198(3 – 4): 189 – 211
- Sumino H, Ikehata K, Shimizu A, Nagao K and Nakada S. 2008. Magmatic processes of Unzen volcano revealed by excess argon distribution in zero-age plagioclase phenocrysts. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 175(1 – 2): 189 – 207
- Turner G. 1971. Argon 40-argon 39 dating: The optimization of irradiation parameters. *Earth Planet. Sci. Lett.*, 10(2): 227 – 234
- Turrin BD, Donnely-Nolan JM and Heam BC Jr. 1994. ⁴⁰Ar/³⁹Ar ages from the rhyolite of Alder Creek, California: Age of the Cobb Mountain normal-polarity subchron revisited. *Geology*, 22(3): 251 – 254
- Turrin BD, Muffler LJ, Clyne MA and Champine DE. 2007. Robust 24 ± 6ka ⁴⁰Ar/³⁹Ar age of a low-potassium tholeiitic basalt in the Lassen region of NE California. *Quaternary Research*, 68(1): 96 – 110
- Turrin BD, Gutmann JT and Swisher CC III. 2008. A 13 ± 3ka age determination of a tholeiite, Pinacate volcanic field, Mexico, and improved methods for ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of young basaltic rocks. *Journal of Volcanology and Geothermal Research*, 177(4): 848 – 856
- Wang F, He HY, Zhu RX, Sang HQ, Wang YL and Yang LK. 2006. Intercalibration of international and domestic ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating standards. *Science in China (Series D)*, 49(5): 461 – 470

附中文参考文献

- 陈文寄, 计凤桔, 王非. 1999. 年轻地质体系的年代测定(续)——新方法、新进展. 北京: 地震出版社, 57 – 76
- 李大明, 李齐, 陈文寄. 2012. 腾冲火山岩斜长石斑晶的过剩氩兼论火山活动的分期. *地质论评*, 45(7): 892 – 894
- 刘嘉麒. 1987. 中国东北地区新生代火山岩的年代学研究. *岩石学报*, (4): 21 – 31
- 穆治国, 刘玉琳, 黄宝玲. 1998. 细粒橄榄石晶粒对中国晚新生代橄榄玄武岩 K-Ar 定年的影响. *科学通报*, 43(7): 764 – 766
- 权伍勋, 季建清, 周晶, 李蔚然, 涂继耀. 2013. K-Ar 和 ⁴⁰Ar/³⁹Ar 定年数据质量评价与 Q 值提出. *岩石学报*, 29(8): 2803 – 2810
- 桑海清, 丁林, 戴樟谟. 2004. 用于新生代定年的 Ar-Ar 法标准样品候选样品初测结果. *矿物岩石地球化学通报*, 23(1): 24 – 27
- 桑海清, 王非, 贺怀宇, 王英兰, 杨列坤, 朱日祥. 2006. K-Ar 法地质年龄国家一级标准物质 ZBH-25 黑云母的研制. *岩石学报*, 22(12): 3059 – 3078
- 王非, 贺怀宇, 朱日祥, 桑海清, 王英兰, 杨列坤. 2005. ⁴⁰Ar/³⁹Ar 年代学国际国内标样的对比标定. *中国科学(D 辑)*, 35(7): 617 – 622