

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0184.1~0184.22—1997

同位素地质样品分析方法

1997-07-01 发布

1998-01-15 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

序 言

同位素地质学是近几十年内快速发展起来的地质学领域里的一个新的分支学科,是当代地质学研究中的热门。作为同位素地质学研究的基础的同位素分析测试技术,也随着技术和仪器的不断发展而取得了重大突破。近年来国际上同位素地质学研究已达到很高的水平,很多方法都已进入单颗粒矿物微区分析直接测定同位素组成的阶段,同时经典分析方法的灵敏度和精确度也有了很大的提高。我国于五十年代末开始建立同位素地质实验室,相继建立了 K-Ar、U-Pb、Rb-Sr、Sm-Nd、 ^{14}C 、铀系等年代学方法和 C、H、O、S、Si 等稳定同位素分析方法,并开展了包括 Re-Os、Lu-Hf、La-Ce、裂变径迹、电子自旋共振(ESR)等年代学和 B、N 等稳定同位素在内的新方法的探索研究,建立了一大批实验室,为地质、水文、环境、能源、考古等研究提供了数以万计的同位素数据。然而纵观国内外同位素地质学的发展,迄今还没有形成公认的同位素地质样品分析方法标准,国内各实验室在分析程序和数据处理等方面均不同程度的存在差异,有的甚至还没有成文的分析规程,这就使同位素地质样品分析的规范化和同位素数据的对比遇到很大的困难和障碍,因此制定同位素地质样品分析方法标准既是一项重要的基本建设,也是一项紧迫的任务。

“同位素地质样品分析方法标准的制定”是地质矿产部地发(1992)267 号文下达的“1993 年地质矿产行业制定、修订标准项目计划”的项目之一,编号 TC93/SC8-93-5。

本标准按国家标准 GB 1.1—93《标准化工作导则 标准编写的基本规定》、GB 1.4—88《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》和 GB 6379—86《测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》的规范编写。

本项目由地质矿产部宜昌地质矿产研究所负责。项目组由宜昌地质矿产研究所张自超,地质研究所刘敦一和矿床地质研究所丁悌平三同志组成。项目组于 1992 年 3 月提出书面立项申请,1992 年 5 月上报项目设计书(项目任务书),地质矿产部于 1992 年 12 月正式批准下达,1993 年元月开始执行。除项目组成员外,应邀参加起草的单位和研究测试人员还有:地矿部海洋地质研究所的业渝光、赫喆、寇亚平、刁少波、和杰、王雪娥,天津地质矿产研究所的李惠民,地质研究所的张宗清、富云莲、罗修泉,矿床地质研究所的白瑞梅、万德芳、李延河,宜昌地质矿研究所的李华芹、朱家平、庄龙池、张理刚和韩友科等同志。

本标准规定了当前国内广泛应用的地质年代学和稳定同位素地质学的大部分分析方法,计 21 项。对于同位素地质样品分析中若干共同问题的说明和要求,以《总则及一般规定》单独列出,放在各个分析方法之前,单个方法标准中一般不再重复叙述。本系列标准中的大部分分析方法标准都是在现行的行之有效的和公认的分析规程的基础上按照《标准化工作导则》的要求进行起草的。编制过程经过几次反复,首先由起草人起草了各个分析方法标准的初稿,项目组汇集并按照《标准化工作导则》的要求统一编写了《讨论稿》,再返回起草人进行讨论和修改;然后由项目组修编为《征求意见稿》,《征求意见稿》送请国内近 20 位同行专家分别审阅修改,项目组再次集中并编辑成《送审稿》,《送审稿》报请全国地质矿产标准化技术委员会岩矿测试标准样品及分析方法分技术委员会金秉慧等 21 位委员和同位素地质专家评审,项目组根据评审意见并按 GB/T 1.1—1993 的格式进一步作了重要修改,最后定稿成目前的《报批稿》。

应当说明,本标准不是同位素地质样品分析方法的全部,还有许多分析方法没有涉及,例如油气及有机物质的同位素分析由于在起草编写时不得其便未能纳入,一些近期建立的新方法,也因需要一个成熟阶段,或者还没有成为常规方法,因此也没有企图在现阶段全都纳入本标准。对于这些随后可以补充

编写相应的方法标准,以满足同位素地质样品分析技术日新月异发展的需要。最后,纳入本标准的方法既是独立的,又是“同位素地质样品分析方法(系列)标准”的组成部分。鉴于需要一个试行和考验时期,而且本标准在编写方法和格式上都是以 GB 1.1—87 为依据,与新版 GB 1.1—93 的要求有较大的差别,尚需作较大修改。因此,建议先作为地质矿产行业标准先行审批执行,然后在总结实践情况的基础上经过修改,再上报国家技术监督局作为国家标准审批。

本方法标准在编写过程中得到地质矿产部科技司与中国地质科学院实验管理处的大力支持和各有关单位和科技人员的积极参与,陈毓蔚、王松山、李喜斌、夏明、仇士华等近 20 位专家、教授帮助审阅修改,金秉慧等 21 位全国地质矿产行业标准化技术委员会委员和同位素地质专家们在百忙中认真对本标准《送审稿》进行评审,提出了很多宝贵意见,在此一并表示感谢。由于编者专业知识和水平所限,错误疏漏在所难免,诚挚地欢迎批评指正。

前 言

本标准是在总结我国长期工作实践的基础上制定的。

本标准的附录 A、附录 B 都是标准的附录。

本标准的附录 C 是提示的附录。

本标准由中华人民共和国地质矿产部提出。

本标准由中华人民共和国地质矿产部科技司归口。

本标准起草单位：地质矿产部海洋地质研究所。

本标准主要起草人：业渝光、王雪娥、刁少波。

^{14}C 年龄测定

1 主题内容和适用范围

本标准规定了用锂法化学制样,液体闪烁计数法测定 ^{14}C 年龄的方法。

本标准适用于距今年龄在 40 000 年以内的有机碳样品和无机碳样品的 ^{14}C 年龄测定。

2 方法原理

自然界中 ^{14}C 的产生与其在自然界的交换处于平衡状态。一旦含碳物质停止与外界发生交换(例如有机体——动物和植物——的死亡,碳酸盐的沉淀),那么,该物质中的 ^{14}C 得不到补充,原来的放射性 ^{14}C 按指数规律减少,因此根据试样中 ^{14}C 减少的程度,可以计算样品“死亡”的年代。

3 方法提要

用燃烧法或酸解法将样品中的碳转化为二氧化碳,用金属锂将生成的二氧化碳转化为乙炔,然后将乙炔合成的苯作溶剂或稀释剂,用液体闪烁计数法测定 ^{14}C 的放射性比度并计算被测样品的年龄。

4 试剂和材料

- 4.1 去离子水。
- 4.2 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$),分析纯。
- 4.3 盐酸, $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}\sim 3\text{mol/L}$,由 4.2 和 4.1 按计算比例配制成不同浓度。
- 4.4 氢氧化钠,分析纯。
- 4.5 氢氧化钠(稀碱), $\omega(\text{NaOH})=1\%\sim 2\%$,由 4.4 和 4.1 按计算比例配制。
- 4.6 无水乙醇,分析纯。
- 4.7 液氮。
- 4.8 金属锂,纯度 99.9%。
- 4.9 催化剂,载铂硅铝球。
- 4.10 催化剂,载氧化铬硅铝球。
- 4.11 现代碳标准,中国糖碳,国家实物标准 GSB A650001—87。
- 4.12 甲苯,分析纯。
- 4.13 苯,优级纯。
- 4.14 2,5-二苯基噁唑(PPO),优级纯,或丁基 2-苯基-5-(4'-联苯基)1,3,4-噁二唑(丁基 PBD),优级纯。
- 4.15 1,4-双-[5-苯基噁唑基-2]苯(POPOP),优级纯。
- 4.16 乙醚,分析纯。
- 4.17 蒸馏水(水解专用去离子水,已测知水中氚对本底的贡献)。
- 4.18 钢瓶高纯 CO_2 本底气(纯度 99.9%)。使用前用本方法的程序合成苯,检测所含 ^{14}C 的本底。
- 4.19 钢瓶氧气。
- 4.20 钢瓶氮气。

- 4.21 干冰。
- 4.22 丙酮,分析纯。
- 4.23 集苯瓶。
- 4.24 样品瓶。

5 仪器设备

- 5.1 玻璃真空系统(附录 A 之 A1、A2、A3 示意图)。
- 5.2 型热偶真空计。
- 5.3 U 型压力计,1 号,2 号。
- 5.4 不锈钢燃烧器, $\phi 108\text{mm} \times 700\text{mm}$ 。
- 5.5 专用电炉 1 号 $3\text{kW}/220\text{V}$ 。
- 5.6 专用电炉 2 号 $1\text{kW}/220\text{V}$ 。
- 5.7 坩埚电炉, $3\text{kW}/220\text{V}$ 。
- 5.8 不锈钢合成反应器, $\phi 108\text{mm} \times 800\text{mm}$ 。
- 5.9 小型开启式电炉, $300\text{W}/220\text{V}$ 。
- 5.10 四级油扩散泵及专用电炉, $800\text{W}/220\text{V}$ 。
- 5.11 旋片式真空泵,2XQ-2,1 号,2 号。
- 5.12 带分液漏斗的酸解瓶, 500mL 。
- 5.13 卧式电冰柜。
- 5.14 干燥箱, 300°C , $3.6\text{kW}/220\text{V}$ 。
- 5.15 真空干燥箱, 200°C , $660\text{W}/220\text{V}$ 。
- 5.16 手提电动砂轮, $250\text{W}/380\text{V}$ 。
- 5.17 聚四氟乙烯测量瓶。
- 5.18 玻璃测量瓶。
- 5.19 分析天平。
- 5.20 台称。
- 5.21 架盘药物天平。
- 5.22 低本底液体闪烁能谱仪。
- 5.23 温度控制器。
- 5.24 超声波清洗机。
- 5.25 移液管, 5mL 。
- 5.26 不锈钢碾钵。

6 分析步骤

6.1 样品的预处理

^{14}C 测年样品在化学制样之前,一般要作必要的前处理,除去样品中的杂物,尽可能除掉与样品形成年代不同的含碳物质。

6.1.1 物理前处理

人工挑拣出无用的物质,如与样品年代不同的植物须根、树叶、草、砂石、泥土和毛发等。用刀、锯、砂轮(5.16)等机械切割法切割,用水冲洗,超声波清洗(5.24)或者使用有机溶剂(4.16)等手段彻底清除污染物。大块固体用手锤或不锈钢研钵(5.26)捣碎。

6.1.2 化学前处理

以稀酸(4.3)溶解除去有机物中的碳酸盐或溶去碳酸盐类样品可能受到污染的表层。用稀碱(4.5)

除去有机样品中存在的腐殖酸污染。酸洗或碱洗后均用稀酸(4.3)重洗一次,以彻底清除残留的碱液,避免其吸收空气中的 CO_2 造成样品污染。实际工作中,并非每个样品都经过上述物理和化学处理的全过程,要视样品的具体情况区别对待,并根据样品决定所用试剂、试剂的浓度以及处理所用的时间。

6.2 各种样品的前处理

6.2.1 有机碳样品的前处理

6.2.1.1 树木及短生命植物

这类样品包括树木、短生命植物、农作物的枝、干、叶、果实以及由它们为原料加工制作的编织物、工艺品、工具等。

首先清除泥土、岩屑等夹杂物,除去植物须根、菌丝等与测年无关的碳物质。大块木材要根据测样目的选取所需要的年轮部分,用不锈钢刀劈成火柴棒大小,用2%的氢氧化钠溶液(4.5)浸煮30min,除去腐殖酸,倾出氢氧化钠溶液后,用蒸馏水(4.1)漂洗至中性。用1mol/L盐酸(4.3)加热浸煮30min,确信样品中的碳酸盐全部除尽后,倾出盐酸溶液,以蒸馏水(4.1)反复漂洗至近中性。在烘箱(5.15)中于100℃左右烘干备用。

木材、木炭样品一般经过酸、碱处理后要干馏成纯碳。该过程可以在燃烧炉(5.5)内进行,通钢瓶氮气(4.20)于550℃恒温30min。干馏后的碳可放入不锈钢合成反应器(5.8)中与锂直接反应,合成碳化锂。

6.2.1.2 土质样品

这类样品包括淤泥、土壤和泥炭。

淤泥:样品中既含有机碳又含无机碳,处理时应分别制备有机碳和无机碳样品,以取得互相验证的结果。对于淤泥样品,通常先用稀碱(4.5)处理,以清除腐酸,再用稀酸(4.3)反复浸泡、搅动,溶解其中的碳酸盐类,直到加入盐酸不再发生气泡为止,用水(4.1)洗至中性,烘干待用。

土壤:在放大镜下用镊子剔出现代植物须根及岩屑等无关杂物,化学处理过程与淤泥样品大体相同。

泥炭:在物理前处理之后可以采用常规的酸、碱处理流程进行化学处理。

对于重要样品,应分别提取碱可溶物(胡敏酸)和碱不溶物(即胡敏素或残渣)组分,以进行对比研究。

6.2.2 无机样品的前处理

6.2.2.1 贝壳

贝壳是牡蛎、蚌、螺蛳、蜗牛等软体动物的介壳,其主要成分是碳酸盐。一般选取大而致密的个体,并尽可能选用同一种属。先用人工或机械方法去除胶结的泥砂、岩屑等杂质,用水(4.1)冲洗干净,再用1mol/L盐酸(4.3)清洗,进一步除去污染物和风化的表层,用蒸馏水(4.1)洗至中性,烘干待用。

6.2.2.2 钟乳、石笋、钙华、泉华等

用机械切割法除去1mm左右的表层,规整的样品,先切出剖面,根据年龄测定的目的,按照不同部位发育的先后选取样品,用稀酸(4.3)清洗所切取的样品表层。对于形状不规则和多孔的样品,用稀酸(4.3)多溶去一些,蒸馏水(4.1)冲洗至中性,烘干,粉碎成3mm左右的小块。

6.2.2.3 钙结核和钙膜

因受地下水的影响和原生方解石污染,前处理时,用不锈钢刀刮去夹带的泥土及其它粘结物,取密实部分,然后用稀盐酸(4.3)处理,蒸馏水(4.1)清洗至中性,烘干粉碎待用。

6.2.2.4 珊瑚及其他海相碳酸盐

用稀酸(4.3)浸泡,溶去表面污染层,然后用蒸馏水(4.1)冲洗至中性,烘干待用。

6.2.2.5 大气和水样

用沉淀法采集大气和水样所得的碳酸盐不需要再进行前处理。

7 测量试样的化学制备

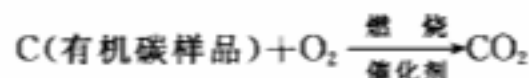
7.1 CO₂ 的制备与纯化

7.1.1 CO₂ 的制备

用通 O₂ 燃烧法和酸解法分别将有机碳样品和无机碳样品的碳转化为 CO₂。

7.1.1.1 燃烧有机碳样品制备 CO₂

有机碳样品放置在密封良好的燃烧器(5.4)中,再通入钢瓶纯氧(4.19)并使用高效催化剂(4.9),在高温和供氧充分的条件下使样品中的碳全部转化为 CO₂。



用台称称得样品重量后送入燃烧器(5.4)中,加密封盖,左端与氧气瓶(4.19)相连,另一端与真空系统(见附录 A2)联结。先用机械泵(5.11)抽真空系统约 10min,停止抽气,再开启电炉。催化剂部分的电炉(5.6)如终保持在 400℃ 恒温,当电炉(5.5)升至 100℃ 时,慢慢通入氧气,系统压力近于 $1 \times 10^5 \text{ Pa}$ 时,一面小量抽气,一面通氧,逐渐升高燃烧炉(5.5)温度,350℃ 以后检查是否有 CO₂ 产生。生成的 CO₂ 经过两个干冰冷阱(干冰(4.21)+丙酮(4.22)调成糊状或者乙醇(4.6)+液氮(4.7))除水,收集在后面四个液氮冷阱中。在产生大量 CO₂ 的温度范围内(500℃~600℃)避免升温过快,加大氧气量以确保燃烧完全。大部分 CO₂ 收集后,将燃烧炉(5.5)升温至 800℃,检查不再有 CO₂ 产生时,立即停止通氧,用机械泵(5.11)抽系统至近于真空,不要在液氮冷凝的 CO₂ 收集阱中冻下氧气。在整个燃烧过程中,始终保持系统压力稍小于 $1 \times 10^5 \text{ Pa}$ 。

7.1.1.2 酸分解无机碳样品制备 CO₂

将前处理后的无机碳试样用架盘药物天平(5.21)称量后置于带分液漏斗的酸解瓶(5.12)内,使其与真空系统连接,抽气至近于真空。加酸分解,生成的 CO₂ 经干冰冷阱除水,收集在液氮冷阱中。其反应式为:



7.1.2 纯化 CO₂

由燃烧和酸分解制得的 CO₂,通常含有水蒸汽和其他多种杂质气体,利用系统中几个冷阱,升华 CO₂,通过干冰冷阱除水,将 CO₂ 冷冻在液氮冷阱中,用真空泵抽除没有被冷冻剂凝聚的氮、氧及其他杂质气体。如此反复分馏纯化,纯化后的 CO₂ 导入储气瓶(见附录 A3 玻璃真空系统)用于合成碳化物。

7.2 碳化物的制备

采用锂法合成碳化锂

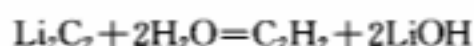


锂是活泼金属,一般须保存在油脂或氮气中,使用时用镊子取出,用乙醚(4.16)洗去油脂,用刀(5.26)刮去表面氧化物,根据 CO₂ 气体量置过量 30%~50% 的锂于不锈钢合成反应器(5.8)底部,立即密闭,抽气,开启坩埚电炉(5.9),边加热边抽气,当炉内真空度达到 5Pa,炉温升至 600℃ 时停止抽气并继续加热至 700℃ 左右,然后通入纯化好的 CO₂ 气体,正常情况下 10 升气体约 30min 完成反应。再升温至 900℃,恒温 45min,然后抽气 10min~20min 以去除可能存在的氢气,关闭电炉自然冷却至室温。

注:除锂法外,也可用钙法和镁法合成碳化物。

7.3 C₂H₂ 的制备与纯化

C₂H₂ 由碳化锂水解制备,反应为:



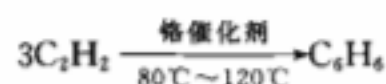
水解之前先用机械泵(5.11)抽合成炉内杂气约 10min,停泵后用分液漏斗缓慢向炉内注入水解专用去离子水(4.17)。由于该水解反应是剧烈的放热反应,C₂H₂、H₂ 和空气的混合物有爆炸危险,因此制样系统必须密封,设备外加冷却水,操作仔细认真,并且要当心明火。生成的 C₂H₂ 经干冰冷阱除水后用

液氮收集在冷阱中,其他杂质气体及时用机械泵(5.11)抽走。加些盐酸(4.3)有助于提高 C_2H_2 产率,反应完毕后倒掉废液。洗净合成反应器,在空气中加热至 $900^{\circ}C$,恒温 60min 以清除记忆效应。

乙炔的纯化与 CO_2 的纯化方法相同。

7.4 活化催化剂与合成苯

往合成苯反应器中装 12g~15g 催化剂(4.10),活化时用开启式电炉(5.9)加热催化剂,从上部通入氧气,由热电偶(5.2)测量催化剂部位的温度,用温控仪(5.23)控制温度,于 $500^{\circ}C$ 时恒温 60min。停止通氧气,关闭电炉,装上集苯瓶(4.23),机械泵(5.11)抽气达初级真空后用油扩散泵(5.10)抽气, $500^{\circ}C$ 时,使合成苯反应器内的真空度达到 1Pa 左右,移去电炉,停止抽气,自然冷却至 $100^{\circ}C$,装上冷却水套,用液氮控制乙炔的升华量,使合成温度保持在 $80^{\circ}C \sim 120^{\circ}C$ 左右,合成反应完成后,蒸出催化剂上的残留苯,系统中通入干净空气,取下集苯瓶,用移液管(5.25)取出合成的苯,盛在样品瓶(4.24)中放置于冰柜(5.13)中保存 15d 后测量。



7.5 测定 ^{14}C 年龄

7.5.1 配液

取固定等量制备好的苯(5mL)作为溶剂,把溶有闪烁体的甲苯浓缩液(每 mL 含 PPO(4.14)36mg, POPOP(4.15)0.6mg),按每 mL 苯加 0.2mL 的甲苯浓缩液的比例加入,用分析天平(5.19)称量,当样品合成苯不足 5mL 时,称量后用市售优级纯苯(4.13)补足,用移液管(5.25)装入玻璃测量瓶(5.18)待测。

7.5.2 测量

把盛有待测试样苯的测量瓶置于低本底液闪计数能谱仪(5.22)的测量件上,按规程操作,仪器自动记录并打印出结果,一般测量 1 000min。

7.5.3 年龄及误差的计算

在计算样品 ^{14}C 年龄时,将样品计数率换算成每克苯的净计数率,再与标准的每克苯的净计数率相比较,由公式计算其 ^{14}C 年龄:

$$T = \tau \ln(A_0/A_s)$$

式中: T ——样品的 ^{14}C 年龄;

τ —— ^{14}C 的平均寿命 8267 年;

A_0 ——现代碳 ^{14}C 放射性比度;

A_s ——样品 ^{14}C 放射性比度。

由误差传递公式计算年龄误差

$$\Delta T = \tau \cdot \sqrt{[(\Delta A_0/A_0)^2 + (\Delta A_s/A_s)^2]}$$

式中: ΔT ——年龄误差;

ΔA_0 ——现代碳 ^{14}C 放射性比度的误差;

ΔA_s ——样品碳 ^{14}C 放射性比度的误差。

7.6 ^{14}C 年代测定数据处理步骤

7.6.1 根据打印的数据求出计数总和

7.6.2 每分钟计数=测量总计数/测量所用的时间(分钟)

7.6.3 样品每分钟纯计数=每分钟计数一本底

7.6.4 样品碳合成的苯重=苯与瓶重—测量空瓶重

7.6.5 每克苯每分钟计数=每分钟净计数/样品苯重

7.6.6 每克碳每分钟计数=每克苯每分钟计数 $\times 1.08$

7.6.7 现代碳与样品碳比值 = $\frac{1950 \text{ 年现代碳每克碳每分钟计数}}{\text{样品每克碳每分钟计数}}$

7.6.8 计算年龄 $T = 8267 \times \ln(A_0/A_s)$

7.7 年龄误差处理步骤

7.7.1 平均计数的误差 $\sigma = \sqrt{[\text{平均计数率/测量时间(分钟)}]}$

7.7.2 每分钟纯计数的误差 = $\sqrt{[\sigma^2 + (\text{本底的误差})^2]}$

7.7.3 纯计数的相对误差 = 纯计数的误差/纯计数

7.7.4 每克碳每分钟计数的误差 = 纯计数的相对误差 × 每克碳每分钟计数。

7.7.5 年龄误差

$$\Delta T = \tau \cdot \sqrt{[(\text{样品计数的相对误差})^2 + (\text{现代碳的相对误差})^2]}$$

注: τ 为 ^{14}C 的平均寿命 8267 年。

8 稀释技术

用液体闪烁计数法常规测定 ^{14}C 年龄, 需要所测样品含纯碳在 4g 以上, 一般在 7g~10g 左右。采用稀释技术可以使含碳量为 1g 的样品也能用液体闪烁计数法测得 ^{14}C 年龄。方法如下:

制取 CO_2 及纯化步骤同前所述。 CO_2 进入储气瓶之前, 抽系统真空, 用 U 型压力计 (5.3) 记录当时的大气压强 p_1 , 导入样品 CO_2 , 记录压差值 p_2 , 加入钢瓶高纯 CO_2 (4.18) 本底气后再记录压差值 p_3 , 计算稀释系数 $K = (p_1 - p_3)/(p_1 - p_2)$ 。其测量程序与常规法完全相同。

9 质量保证措施

9.1 ^{14}C 放射性测量是相对测量, 需要严格控制糖碳和本底碳相同的样品制备和测量条件, 为了确保年龄数据的准确性, 必须定期做糖碳和本底碳的合成苯。并进行测量和比较。糖碳标准的有关数据列于附录 B 中。

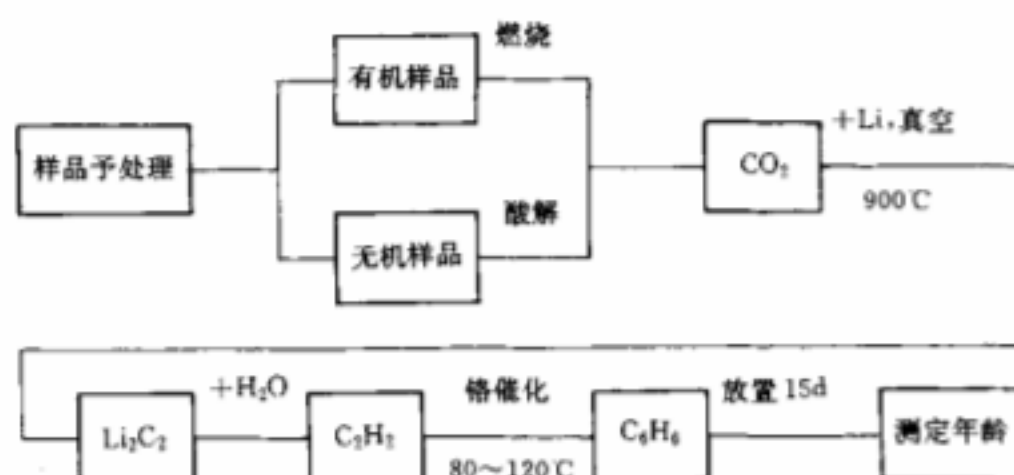
9.2 水解用水系地表水, 考虑核试验使地表水中的氚含量增加, 同时因季节降水量及补偿情况变化, 涨落较大, 也必须注意氚的影响, 所以每换一批蒸馏水都必须重新合成糖碳和本底苯, 以避免水中含氚量不同而引起的误差。每配制一批浓缩闪烁液也要重复该项工作。

10 精密度

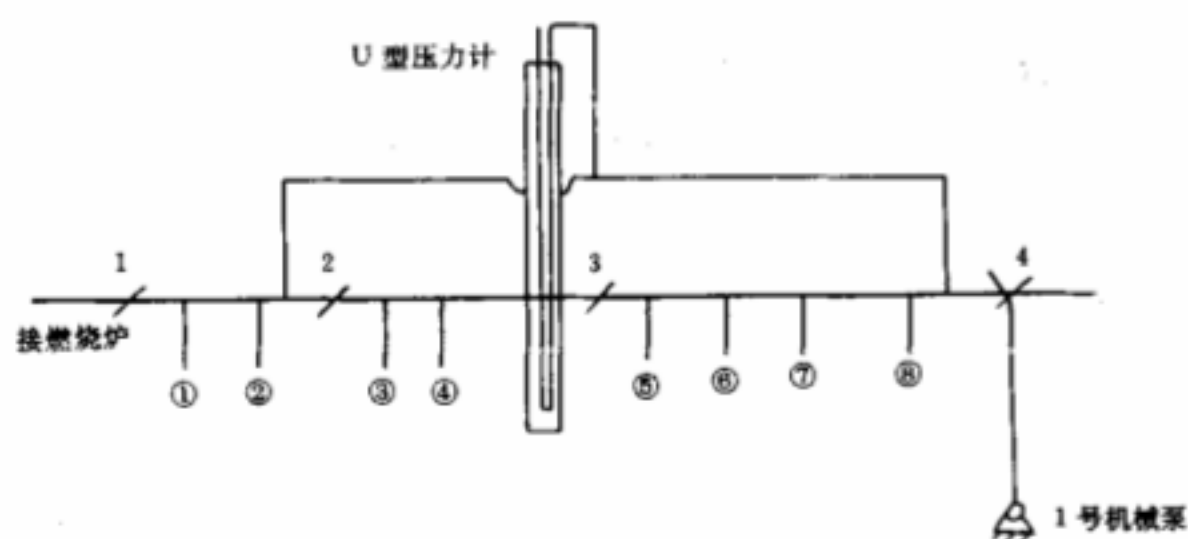
对于距今 20 000 年以内的样品, 本方法测定的 ^{14}C 年龄的不确定度可达 $\pm 1\%$ 左右。对于年龄大于 20 000 年的样品, 由于大气中 ^{14}C 比度的变化, 其不确定度要大于 $\pm 1\%$ 。

附录 A
(标准的附录)
玻璃真空系统图

A1 总框图

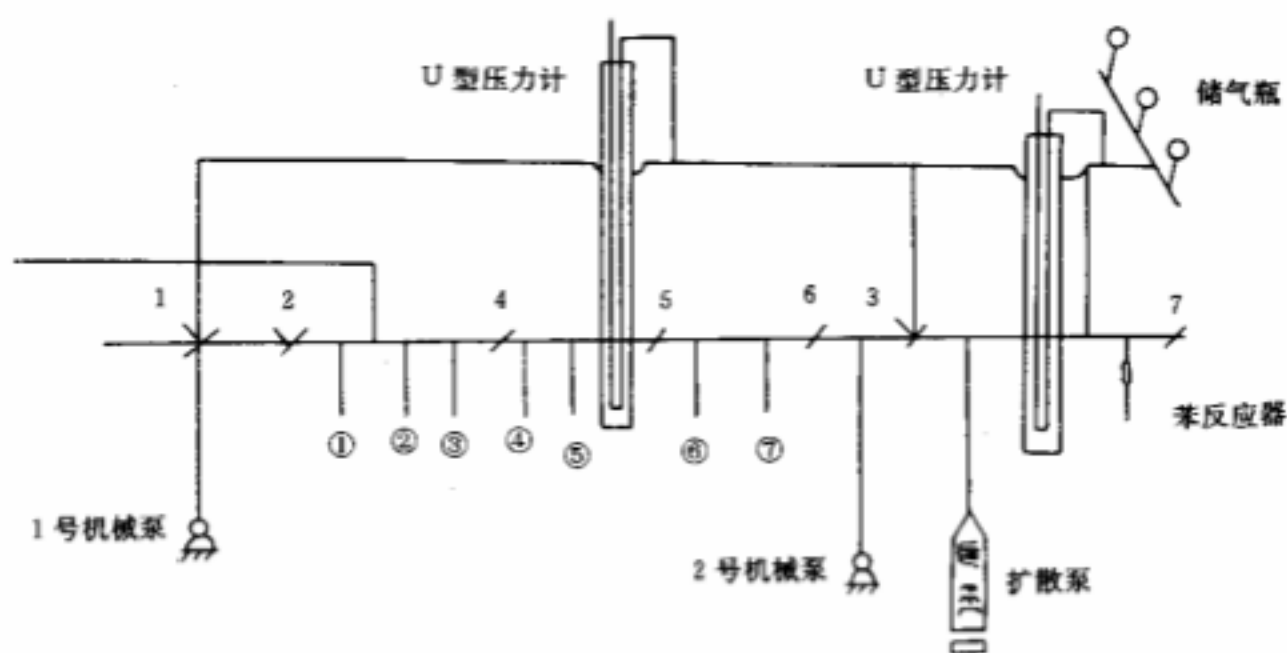


A2 燃烧部分真空系统示意图



图中 1~4—玻璃真空活塞；①~⑧—冷阱或其他容器的接口

A3 纯化合成部分真空系统示意图



图中 1~7—玻璃真空活塞；①~⑦—冷阱或其他容器的接口

附录 B

(标准的附录)

质量监控

B1 经国家技术监督局批准为国家实物标准的糖碳(GSB A650001—87)相对于国际标准(NBS 草酸; ANU(澳大利亚国立大学)蔗糖; IAEA(国际原子能机构)维也纳淀粉, 海德堡碳酸盐等)的 ^{14}C 放射性比度的平均比值为 $\bar{R}=1.362\pm0.002$; 糖碳标准相对于国际标准 PDB 的 $\delta^{13}\text{C}$ 值为 $\delta^{13}\text{C}=-19.32\pm0.56\text{‰}$ 。

附录 C

(提示的附录)

补充说明

本方法中使用或涉及到易燃、易爆及有毒物质(试剂及中间产物), 因此要注意安全防护, 实验室要具有良好的通风条件, 具有危害性的物质要注意隔离保存, 注意防火, 实验中要穿戴防护工作服及手套、眼镜等。