



## (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1888872 B

(45) 授权公告日 2010.05.05

(21) 申请号 200510012051.7

(22) 申请日 2005.06.30

(73) 专利权人 中国科学院高能物理研究所

地址 100039 北京市石景山区玉泉路 19 号  
乙(72) 发明人 董金泉 袁万明 高绍凯 保增宽  
王世成(74) 专利代理机构 中科专利商标代理有限责任  
公司 11021

代理人 段成云

(51) Int. Cl.

G01N 21/84 (2006.01)

G01N 13/10 (2006.01)

G01N 23/22 (2006.01)

G01N 1/28 (2006.01)

(56) 对比文件

US 4425171 A, 1984.01.10, 全文.

M. Lang et al. Etching behaviour of

Alpha-recoil tracks in natural dark  
mica studied via artificial ion tracks.  
Nucl. Instr. and Meth. in Phys. Res.  
B209. 2003, 209357-361.U. A. Glasmacher et al. Alpha-recoil  
tracks in natural dark mica: Dating  
geological samples by optical and scanning  
force microscopy. Nucl. Instr. and Meth. in  
Phys. Res. B209. 2003, 209351-356.W. H. Huang et al. Fossil Alpha-  
particle recoil tracks: A new method  
of agedeterminations. Science 155  
3766. 1967, 155(3766), 1103-1106.

审查员 王海玲

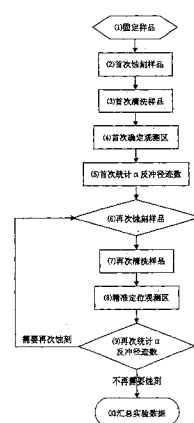
权利要求书 2 页 说明书 3 页 附图 3 页

(54) 发明名称

 $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法

(57) 摘要

本发明涉及第四纪地质、地理、灾害、考古等方面的年代学研究的测定技术领域,特别是一种  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法。方法包括两种方式:采用固定法和活动法。固定法包括:(1) 固定云母样品;(2) 首次蚀刻云母样品;(3) 首次清洗云母样品;(4) 首次确定观测区;(5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数;(6) 再次蚀刻云母样品;(7) 再次清洗云母样品;(8) 精准定位观测区;(9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数;(10) 汇总实验数据。活动法包括:(1) 选取云母样品准备载物片;(2) 首次蚀刻云母样品;(3) 首次清洗云母样品;(4) 首次确定观测区;(5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数;(6) 再次蚀刻云母样品;(7) 再次清洗云母样品;(8) 精准定位观测区;(9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数;(10) 汇总实验数据。



1. 一种  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法,采用固定法:其步骤如下:

- (1) 固定云母样品:云母样品固定在载物片上;
- (2) 首次蚀刻云母样品:把云母样品和载物片一起放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件为:含量 4% 氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ,蚀刻时间 30 分钟;
- (3) 首次清洗云母样品:用洗涤剂和纯净水,清洗云母样品观测表面;
- (4) 首次确定观测区:用 AUTOSCAN 自动测量系统对云母样品的观测区域进行首次定位,并摄取观测区域的图像;
- (5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在观测区域的图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计;
- (6) 再次蚀刻云母样品:把云母样品和载物片一起放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件为:含量 4% 氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ,蚀刻时间 30 分钟;
- (7) 再次清洗云母样品:用洗涤剂和纯净水,清洗云母样品观测表面;
- (8) 精准定位观测区:先用 AUTOSCAN 自动测量系统对云母样品的观测区域进行初步定位并在显示器上显示当前的观测区域,然后在显示器上打开上次观测区域的图像,对比当前的观测区域和上次观测区域的图像,手动缓慢移动显微镜的载物台,使当前的观测区域和上次观测区域的图像完全重合,并摄取当前观测区域的图像;
- (9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在上步摄取的观测区域图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计;

(10) 汇总实验数据:根据云母样品的蚀刻情况和和实验数据的多少决定,如果需要再次蚀刻,那么重复 (6)、(7)、(8) 和 (9) 步骤,如果不再需要蚀刻,那么汇总全部实验数据。

2. 一种  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法,采用活动法:其步骤如下:

- (1) 选取云母样品准备载物片:在载物片上制作一条平直的、高度与云母样品相近的基准棱;
- (2) 首次蚀刻云母样品:把云母样品放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件为:含量 4% 氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ,蚀刻时间 30 分钟;
- (3) 首次清洗云母样品:用洗涤剂和纯净水,清洗云母样品观测表面;
- (4) 首次确定观测区:把云母样品放在载物片上,使云母样品的基准边紧靠载物片上的基准棱,用显微镜对云母样品进行观测,选取观测区域,在观测区域边缘制作标记,进行首次定位,并摄取观测区域的图像;
- (5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在观测区域的图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计;
- (6) 再次蚀刻云母样品:把云母样品放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件为:含量 4% 氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ,蚀刻时间 30 分钟;
- (7) 再次清洗云母样品:用洗涤剂和纯净水,清洗云母样品观测表面;
- (8) 精准定位观测区:把云母样品放在载物片上,使云母样品的基准边紧靠载物片上的基准棱,在显微镜下寻找云母样品观测区域边缘的标记,对云母样品的观测区域进行初步定位并在显示器上显示当前的观测区域,然后在显示器上打开上次观测区域的图像,对比当前的观测区域和上次观测区域的图像,手动缓慢移动显微镜的载物台,使当前的观测区域和上次观测区域的图像完全重合,并摄取当前观测区域的图像;
- (9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在上步摄取的观测区域图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计;

(10) 汇总实验数据 :根据云母样品的蚀刻情况和实验数据的多少决定 :如果需要再次蚀刻,那么重复 (6) (7) (8) (9) 步骤,如果不再需要蚀刻,那么汇总全部实验数据。

## $\alpha$ 反冲径迹精准定位观测方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及第四纪地质、地理、灾害、考古等方面的年代学研究的测定技术领域，特别是一种  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法。

### 背景技术

[0002] 年轻样品的定年，直接关系到与人类生存有关的资源、环境研究，但它却是目前远未解决的科学难题，故成为当今国内外倍加关注的热点之一。现在可用于年轻样品测年的较好方法是  $^{14}\text{C}$  同位素法，但因具需样品含有机质炭而使应用大受限制。其它方法，诸如光释光法、电子自旋共振法等，尚处于实验室研究阶段，远未走向适用。

[0003]  $\alpha$  反冲径迹（英文：Alpha-recoil tracks，缩写：ART）是  $^{238}\text{U}$ 、 $^{235}\text{U}$ 、 $^{232}\text{Th}$  及他们的子体在  $\alpha$  衰变的同时重反冲核在矿物晶体中造成的辐射损伤。一个  $\alpha$  粒子每次发射释放几个 MeV 能量，这些能量的一部分作为反冲能（ $\sim 10^2\text{keV}$ ）转移到较重的子核上，当这些  $\alpha$  反冲核和晶格原子相互作用时，逐渐慢下来并产生  $\sim 10^3$  原子位移，形成单个潜  $\alpha$  反冲径迹（大小  $\sim 30\text{nm}$ ）。由于在衰变链内有连续的  $\alpha$  衰变，使反冲核更进一步移动，放大已经存在的潜 ART 到  $\sim 100\text{nm}$ ，这些潜 ART 经化学蚀刻放大后形成可以在相差显微镜下观测的径迹。由于重核进行  $\alpha$  衰变的几率比自发裂变大若干量级，ART 测年的灵敏度比 FT（裂变径迹）高数千倍，因此该方法适合年轻样品（ $10^2 \sim 10^6$  年）的年代测定，大大扩展了裂变径迹定年范围，适用于年轻火山和地质体的定年，有可能成为适于年轻样品测年的新兴年代学工具，可广泛应用于第四纪地质、地理、各种灾变环境等领域。

[0004] 由于 ART 的尺寸小密度高，能够在极小尺寸（ $< 0.5\text{mm}$ ）的云母样品上进行年代测定，因此，ART 定年有可能应用于远源火山灰产状的各种云母小片以及各种蚀变变质作用形成的绢云母的年代测定，从而使其适用范围愈发广泛。在陶器等考古样品中包含的小块云母，他们在烧制过程中经受高温，因此 ART 年龄可以代表其制造年代。在小块云母进行 ART 定年，对于考古样品的年代鉴定也有广泛应用前景。

### 发明内容

[0005] 本发明提供一种观测天然云母中  $\alpha$  反冲径迹的方法，主要用于  $\alpha$  反冲径迹测定天然云母的热年代，对减少天然云母热年代的测定误差，提高精度有重要意义。

[0006]  $\alpha$  反冲径迹（ART）的密度正比于云母中铀和钍的含量以及云母的年龄。通过测量 ART 面密度随蚀刻时间的变化或单位面积内 ART 产生的速度，以及垂直云母解理面的蚀刻速度，来计算 ART 的体密度，同时测量云母中的铀和钍的含量就可以计算云母的年龄。因此，准确测定 ART 的体密度对于得出正确的年龄，起着关键的作用。由于 ART 大小只有几个微米，必须在显微镜（目镜  $15\times$  物镜  $40\times$ ）下观测，观测区域与非观测区域相比没有明显的特征不易区分。要想获得 ART 的体密度，必须经过三次以上的蚀刻，每次蚀刻后再进行观测的区域必须与上一次观测区域完全重合，做的这一点非常困难。因此，本发明提供一种  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法，解决了该难题。

## 附图说明

[0007] 图 1 是云母样品固定在载物片上的示意图。

[0008] 图 2 是两次观测图像完全重合的示意图。

[0009] 图 3 是云母样品放置在载物片上的示意图。

[0010] 图 4 是本发明  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法,采用固定法的流程图。

[0011] 图 5 是本发明  $\alpha$  反冲径迹精准定位观测方法,采用活动法的流程图。

## 具体实施方式

[0012] 两种方式:固定法;活动法

[0013] (一)固定法:

[0014] (1) 固定云母样品:云母样品固定在载物片上(图 1)

[0015] (2) 首次蚀刻云母样品:把云母样品和载物片一起放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件根据情况而定(如:含量 4%氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ,蚀刻时间 30min)。

[0016] (3) 首次清洗云母样品:用各种洗涤剂(如:洗涤灵)和纯净水(如:去离子水),清洗云母样品观测表面。

[0017] (4) 首次确定观测区:用 AUTOSCAN 自动测量系统对云母样品的观测区域进行首次定位,并摄取观测区域的图像。

[0018] (5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在观测区域的图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计。

[0019] (6) 再次蚀刻云母样品:把云母样品和载物片一起放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件根据情况而定(如:含量 4%氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ,蚀刻时间 30min)。

[0020] (7) 再次清洗云母样品:用各种洗涤剂(如:洗涤灵)和纯净水(如:去离子水),清洗云母样品观测表面。

[0021] (8) 精准定位观测区:先用 AUTOSCAN 自动测量系统对云母样品的观测区域进行初步定位并在显示器上显示当前的观测区域,然后在显示器上打开上次观测区域的图像,对比当前的观测区域和上次观测区域的图像,手动缓慢移动显微镜的载物台,使当前的观测区域和上次观测区域的图像完全重合,两次观测图像完全重合(白框和黑格原图像没有是后加的,为了说明两次观测图像完全重合)(如图 2),并摄取当前观测区域的图像。

[0022] (9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数:在上步摄取的观测区域图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计。

[0023] (10) 汇总实验数据:根据云母样品的蚀刻情况和实验数据的多少决定:如果需要再次蚀刻,那么重复(6)(7)(8)(9)步骤,如果不再需要蚀刻,那么汇总全部实验数据。

[0024] (二)活动法:

[0025] (1) 选取云母样品准备载物片:把云母样品较为平直的一条边定为云母样品基准边。在载物片上制作一条平直的、高度与云母样品相近的基准棱(图 3)。

[0026] (2) 首次蚀刻云母样品:把云母样品放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件根据情况而定(如:含量 4%氢氟酸 HF,温度  $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ ,蚀刻时间 30min)。

[0027] (3) 首次清洗云母样品:用各种洗涤剂(如:洗涤灵)和纯净水(如:去离子水),清洗云母样品观测表面。

[0028] (4) 首次确定观测区 :把云母样品放在载物片上,使云母样品的基准边紧靠载物片上的基准棱,用显微镜对云母样品进行观测,选取观测区域,在观测区域边缘制作标记,进行首次定位,并摄取观测区域的图像。

[0029] (5) 首次统计  $\alpha$  反冲径迹数 :在观测区域的图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计。

[0030] (6) 再次蚀刻云母样品 :把云母样品放入氢氟酸 HF 蚀刻,蚀刻条件根据情况而定 (如 :含量 4% 氢氟酸 HF, 温度  $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ , 蚀刻时间 30min)。

[0031] (7) 再次清洗云母样品 :用各种洗涤剂 (如 :洗涤灵) 和纯净水 (如 :去离子水), 清洗云母样品观测表面。

[0032] (8) 精准定位观测区 :把云母样品放在载物片上,使云母样品的基准边紧靠载物片上的基准棱。在显微镜下寻找云母样品观测区域边缘的标记,对云母样品的观测区域进行初步定位并在显示器上显示当前的观测区域,然后在显示器上打开上次观测区域的图像,对比当前的观测区域和上次观测区域的图像,手动缓慢移动显微镜的载物台,使当前的观测区域和上次观测区域的图像完全重合,并摄取当前观测区域的图像。

[0033] (9) 再次统计  $\alpha$  反冲径迹数 :在上步摄取的观测区域图像上进行  $\alpha$  反冲径迹数的统计。

[0034] (10) 汇总实验数据 :根据云母样品的蚀刻情况和实验数据的多少决定 :如果需要再次蚀刻,那么重复 (6) (7) (8) (9) 步骤,如果不再需要蚀刻,那么汇总全部实验数据。

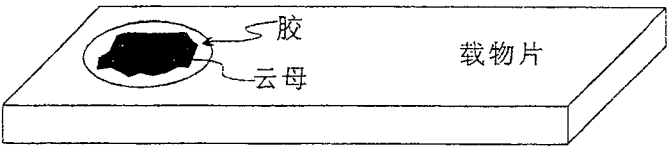


图 1

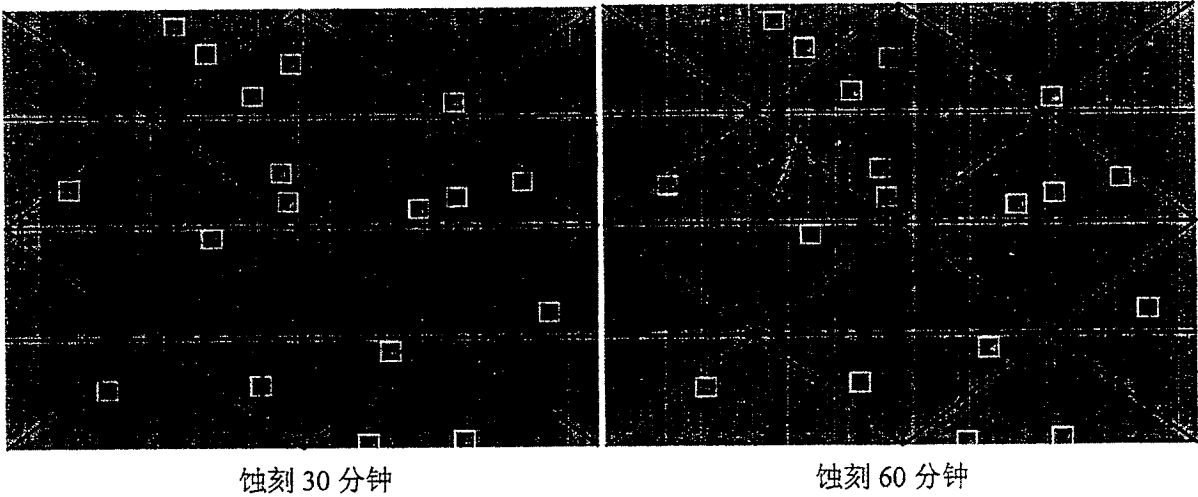


图 2

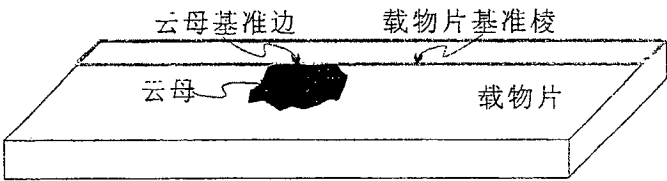


图 3

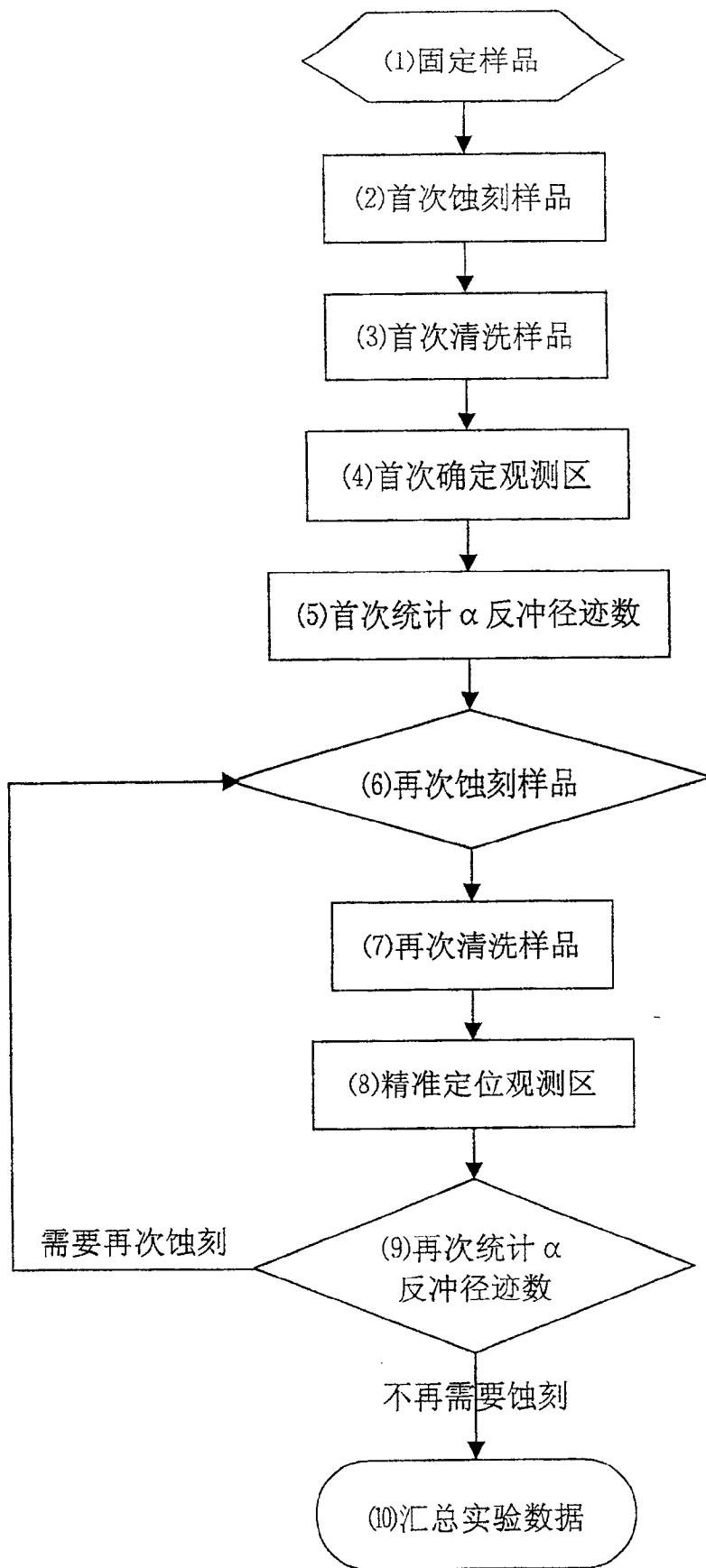


图 4

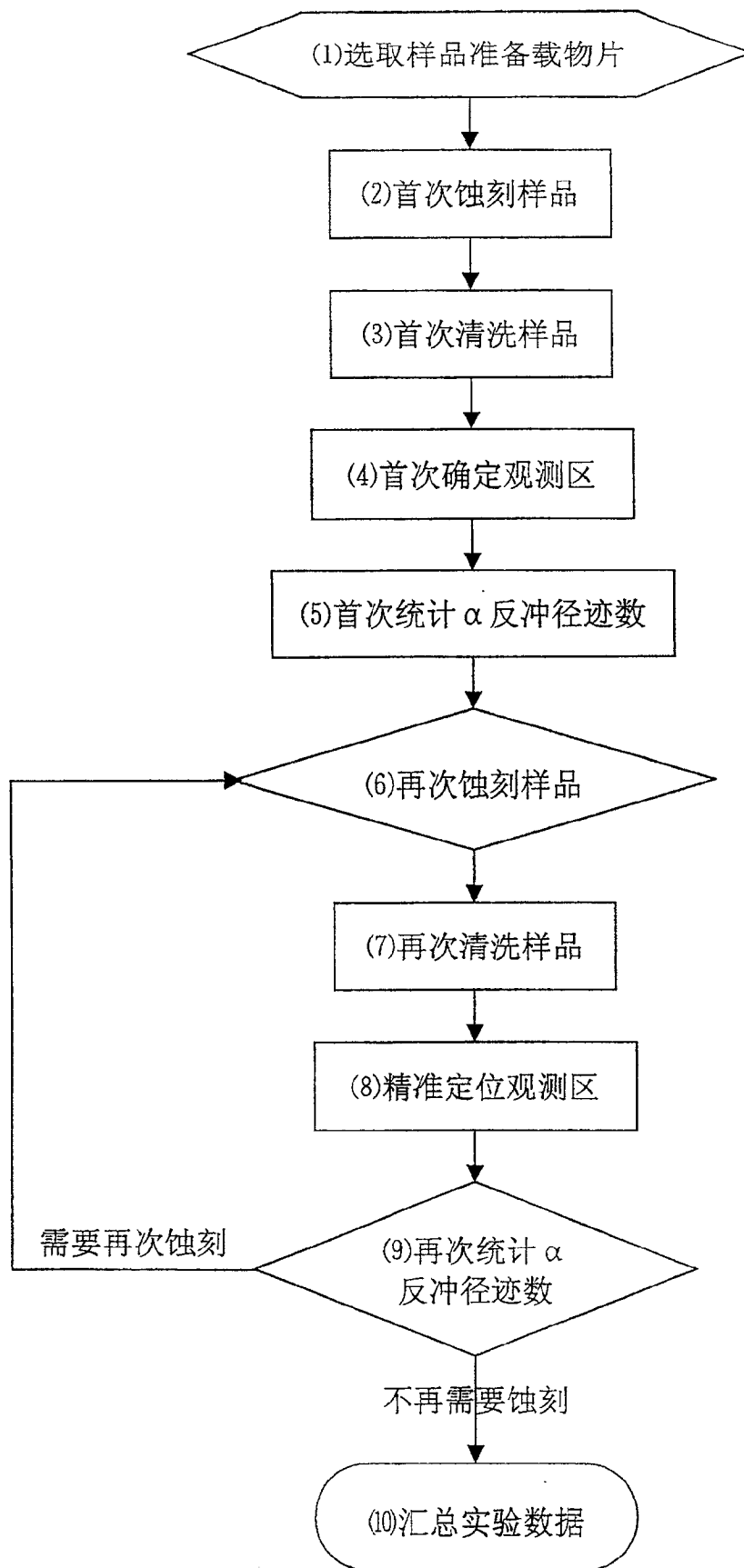


图 5