

张彦. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年矿物绢云母的提纯研究[J]. 岩矿测试, 2019, 38(6): 599 - 608.

ZHANG Yan. Study on the Separation of Sericite for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating[J]. Rock and Mineral Analysis, 2019, 38(6): 599 - 608.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11-2131/td.201904010042】

$^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年矿物绢云母的提纯研究

张彦

(自然资源部深地动力学重点实验室, 中国地质科学院地质研究所, 北京 100037)

摘要: 绢云母的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄是研究矿床形成年龄的重要手段,但是 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年矿物绢云母的提纯一直是一个难题。现有分离提纯方法得到的绢云母集合体中通常含有微斜长石,如本研究中常规磁选-重液法得到的微斜长石含量在0~28%,常规悬浮液法得到的微斜长石含量在3%~45%。当绢云母集合体中的微斜长石含量超过10%时,会直接影响测年的准确性。为探索一种有效的绢云母提纯方法,本文首先考察了常规磁选-重液法和常规悬浮液法的提纯效果,实验结果表明两种方法得到的绢云母纯度均不高,而且常规悬浮液法的粒度有时很细,不能满足定年要求。进而采用超声波解离-悬浮液法对磁选-重液法得到的含微斜长石的绢云母集合体进行了条件实验,绢云母的纯度从28%提高到77%,微斜长石相对于绢云母的含量从12.5%降为0。绢云母的粒度大于 $1\mu\text{m}$ 的占比在95%以上,最小粒度大于 $0.356\mu\text{m}$,大于 ^{39}Ar 核反冲丢失的理论估算值 $0.08\mu\text{m}$,该粒度下的绢云母在接受中子照射过程中不会引起明显的核反冲丢失,对中高高温阶段的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄影响不大。研究认为,对于采用磁选-重液法得到的绢云母集合体,当其中的微斜长石含量大于10%时,可以采用超声波解离-悬浮液法进一步富集绢云母,降低微斜长石的含量,保证测年的准确性。

关键词: $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年; 绢云母提纯; 微斜长石; ^{39}Ar 核反冲丢失; 超声波解离; 悬浮液法

要点:

- (1) 提高 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年矿物绢云母提纯率的关键是去除绢云母集合体中的微斜长石。
- (2) 超声波解离-悬浮液法得到的绢云母粒度不会引起明显的核反冲丢失。
- (3) 超声波解离-悬浮液法可以显著提高绢云母的纯度,保证测年的准确性。

中图分类号: P597.3; P619.273

文献标识码: A

在许多矿床的近矿蚀变岩石中,广泛分布着浅色细鳞片状的绢云母。绢云母化与成矿的热液-交代作用的最早阶段有关,因此绢云母的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄可以大致代表同期成矿的矿石的成矿年龄,是研究矿床形成年龄的重要手段^[1-13]。 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测年法不仅要求待测样品的纯度高,粒度也不能太细,因为该方法需要将含钾矿物在核反应堆中用热快中子照射,将 ^{39}K 变成 ^{39}Ar ,在照射过程中,由于产生的 ^{39}Ar 原子得到中子传递的动能会在矿物结构中发生位移^[14-31],位移距离的理论估算值为 $0.08\mu\text{m}$ ^[15],这种现象称之为核反冲效应。这种核反冲效应会导致

矿物颗粒边缘产生的一部分 ^{39}Ar 位移到颗粒以外,称之为核反冲丢失,导致丢失 ^{39}Ar 部分的颗粒边缘(对应低温阶段放出的气体)的年龄会偏老(假定颗粒边缘的 ^{40}Ar 没有丢失),因此 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测年法通常要求待测样品的粒度为40~60目($380\sim250\mu\text{m}$)或60~80目($250\sim180\mu\text{m}$),以保证颗粒内部(对应中高温阶段放出的气体)的 ^{39}Ar 原子不会因为核反冲效应而移出颗粒以外。然而,由于绢云母鳞片粒度很小(粒度一般小于 $110\mu\text{m}$,其主要部分的粒度小于 $30\mu\text{m}$),而且绢云母与石英、碳酸盐、硫化物以及被绢云母交代的长石残余非常紧密地交生在一

收稿日期: 2019-04-01; 修回日期: 2019-05-30; 接受日期: 2019-07-16

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(41573049); 中国地质调查局地质矿产调查评价专项(DD20190001, DD20190004)

作者简介: 张彦,教授级高级工程师,主要从事 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年代学研究。E-mail: yzhang737@sina.com。

起,使得绢云母在单矿物分离时存在着很大的困难。现有的分离提纯方法得到的绢云母纯度高低不等,大部分都含有微斜长石。如本研究的 X 射线衍射定量分析结果表明微斜长石的含量在 0 ~ 45% 之间,当微斜长石的含量相对于绢云母的含量超过 10% 时,会影响测年的准确性。因此,需要研究出一种更好的分离提纯方法作为现有方法的补充。

绢云母提纯的关键之一是使绢云母与其他矿物解离,由于绢云母的粒度很细,采用常规的破碎磨细方法会使其他矿物进入细粒的绢云母集合体中,给后续的提纯带来困难。因此,国外已有学者采用反复冷冻-解冻的方法^[32]使黏土矿物(粒度小于 2 μm)与其他矿物分离,目的是使其他矿物不会被过磨碎,然后采用悬浮液法取得了不错的效果。绢云母的提纯也可以采用这种破碎方法,但需要研制专门的冷冻-解冻装置,而且对于质地致密的岩石样品需要几天的时间才能彻底散开^[33]。此外,法国研究人员 Clauer^[34]指出超声波也是破碎含黏土矿物岩石的一种选择,但需要控制超声波对矿物的作用时间。

我国选矿实验室为了保证绢云母的粒度,大部分都是采用常规磁选-重液法分离出含绢云母矿物的集合体,粒度 60 ~ 80 目,最细不超过 100 目(149 μm)。选出的集合体中绢云母和微斜长石的含量高低不等。有的实验室将样品破碎到 100 目以下,采用常规悬浮液法选出绢云母矿物的集合体,这种方法获得的绢云母和微斜长石的含量也是高低不等。为了使绢云母与其他矿物完全解离,有的实验室会进一步磨碎矿物,导致绢云母及其他矿物存在过磨碎现象,得到的绢云母集合体的粒度在 0.05 μm 左右,小于理论估算的核反冲丢失距离,使测得的 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄偏老^[23]。李贺臣^[35]将含绢云母的全岩样品破碎至 1 ~ 2mm,清洗脱泥后在超声波水槽中振动 10min,然后把全部悬浮液收集起来作为最终的提纯产品进行了 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 测年分析,但并未对分离提纯后的绢云母集合体进行纯度和粒度分析,该文中说明了 3 个样品的年龄结果与地质情况基本是一致的,1 个样品的年龄结果偏年轻,该方法的优点是会使矿物过粉碎,值得借鉴。本文在前人工作的基础上,首先考察了常规磁选-重液法和常规悬浮液法的提纯效果,然后对超声波解离-悬浮液法进行条件试验,对提纯后的样品进行纯度和粒度检验,拟建立一种有效的绢云母提纯方法,提高 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 定年的准确性。

1 实验部分

1.1 绢云母磁选-重液法提纯流程

(1)粗选:将样品破碎至 60 ~ 80 目(250 ~ 180 μm),然后用簸箕振动,把上部含绢云母集合体的矿物收集起来,放入磁性分离机内,把绢云母集合体中磁性矿物分离除去。此步骤可重复多次,尽量把磁性矿物都分离除去。

(2)重液提纯:用三溴甲烷作为重液,根据需要选择重液的密度,把含绢云母集合体中的重矿物分离除去,尽可能提高绢云母的纯度。

(3)提纯:干燥后的绢云母集合体在镜下观察,根据镜下结果再次利用电磁精选或重液精选,进一步提纯绢云母集合体的纯度。

1.2 绢云母常规悬浮液法提纯流程

常规悬浮液法是将岩石样品破碎到 100 目(150 μm)以下,加水搅拌,有时需加入六偏磷酸钠促进样品分散,然后将上层悬浮液多次沉淀,取最后一次的上层悬浮液作为最终的含绢云母矿物的集合体。

1.3 绢云母超声波解离-悬浮液法提纯流程

将磁选-重液法得到的 60 ~ 80 目(250 ~ 180 μm)的绢云母集合体样品放入烧杯中,加入适量水,然后置于超声波水槽中进行振动,目的是使绢云母与其他矿物解离而不会使其他矿物被粉碎,根据需要确定超声波振动时间,然后根据需要确定悬浮液的沉淀时间,最后根据需要取相关段的悬浮液,晾干待测。

1.4 X 射线衍射分析

本项研究中为了检验绢云母集合体的提纯效果,需要对绢云母集合体进行矿物定量分析,矿物定量分析采用 X 射线衍射法,所用仪器为日本理学 D/max-rB X 射线衍射仪,测量条件为:工作电压 40kV,工作电流 100mA,发散狭缝 1°,防散射狭缝 1°,接收狭缝 0.3mm,扫描范围 3° ~ 70°,扫描速度 8°/min,采样步长 0.02°。计算方法为绝热法。X 射线衍射法的测试精度为:当矿物含量 > 40% 时,相对偏差 < 10%;当矿物含量在 20% ~ 40% 时,相对偏差 < 20%;当矿物含量在 5% ~ 20% 时,相对偏差 < 30%;当矿物含量 < 5% 时,相对偏差 < 40%。

1.5 激光粒度分析

本项研究中为了检验绢云母集合体的粒度,需要对绢云母集合体进行粒度分析。粒度分析采用激光粒度分析仪,仪器型号是 Mastersizer 2000。Mastersizer 2000 激光粒度分析仪的测量范围宽,

测量的粒度范围为 0.02 ~ 2000μm, 重现率优于 0.5%, 准确率优于 1%。

2 结果与讨论

2.1 绢云母提纯方法效果分析

2.1.1 磁选-重液法

为了考察磁选-重液法的提纯效果,本研究对来自不同选矿实验室的采用磁选-重液法得到的 16 件绢云母集合体样品(粒度为 60 ~ 80 目)进行粉晶 X 射线衍射定量分析,结果见表 1。16 件绢云母集合体样品的绢云母含量为 3% ~ 79%, 石英含量为 0 ~ 97%, 微斜长石含量为 0 ~ 28%。由此可见,磁选-重液法得到的绢云母集合体纯度不等,有的纯度很差。在这些杂质中,对年龄有影响的是微斜长石,微斜长石的分子式是 K[AlSi₃O₈], 其钾含量

一般比绢云母要高,因此微斜长石的存在会影响绢云母的年龄,其影响的程度与微斜长石的含量有关,微斜长石含量越低影响越小,所以选矿时尽可能把微斜长石去除。

2.1.2 常规悬浮液法

为了考察常规悬浮液法的提纯效果,本文对来自不同选矿实验室采用常规悬浮液法得到的 7 件绢云母集合体样品进行粉晶 X 射线衍射定量分析。这些样品编号为 FS15 ~ FS22, 其中 FS15 ~ FS19 样品是采用同样的提纯条件得到的,粒度近似。并对样品 FS15 及 FS21 进行了激光粒度分析,分析结果分别见表 2 和表 3。表 2 结果表明,常规悬浮液法得到的绢云母矿物集合体的纯度高低不等,大部分纯度很差,其中绢云母含量在 12% ~ 49%, 石英含量在 0 ~ 66%, 微斜长石含量在 0 ~ 45%。表 3 结果

表 1 采用磁选-重液法获得绢云母集合体粉晶 X 射线衍射矿物定量分析结果

Table 1 X-ray diffraction results of sericite-bearing aggregates concentrated with magnet-heavy liquid method

样品编号	绢云母集合体中矿物相对含量(%)									多型
	石英	绢云母	绿泥石	斜长石	微斜长石	方解石	纤铁矿	赤铁矿	蒙皂石	
FS1	35	29	20	9	4	3	-	-	-	2M ₁
FS3	19	62	19	-	-	-	-	-	-	2M ₁
FS4	-	68	12	-	13	-	-	-	7	2M ₁
FS5	27	20	24	13	7	-	-	-	9	2M ₁
FS6	25	31	24	-	11	-	9	-	-	2M ₁
FS7	-	33	39	-	28	-	-	-	-	2M ₁
FS8	58	26	11	-	5	-	-	-	-	2M ₁
FS9	97	3	-	-	-	-	-	-	-	2M ₁
FS10	68	28	-	-	4	-	-	-	-	2M ₁
FS11	68	28	-	-	4	-	-	-	-	2M ₁
FS12	55	31	-	7	3	-	-	4	-	2M ₁
FS13	-	79	7	-	14	-	-	-	-	2M ₁
FS14	47	53	-	-	-	-	-	-	-	2M ₁
FS20	42	28	10	6	4	-	-	-	10	2M ₁
FS25	10	14	57	11	8	-	-	-	-	2M ₁
W	53	30	6	7	4	-	-	-	-	2M ₁

注:表中“-”表示未检出,下面各表同。

表 2 采用常规悬浮液法获得绢云母集合体粉晶 X 射线衍射矿物定量分析结果

Table 2 X-ray diffraction results of sericite-bearing aggregates concentrated with conventional suspension method

样品编号	绢云母集合体中矿物相对含量(%)								
	石英	绢云母	绿泥石	斜长石	微斜长石	方铅矿	闪锌矿	高岭石	黄铁矿
FS15	66	27	-	4	3	-	-	-	-
FS16	32	16	3	-	44	-	-	-	5
FS17	41	28	-	-	22	-	-	-	9
FS18	47	26	-	-	22	-	-	-	5
FS19	40	12	-	-	45	-	-	-	3
FS21	-	49	-	-	-	23	18	10	-
FS22	23	13	6	-	23	-	-	-	2

表 3 采用常规悬浮液法获得绢云母集合体激光粒度分析结果

Table 3 Grain sizes measured by laser particle size analyzer for sericite – bearing aggregate concentrated with conventional suspension method

样品编号 FS15				样品编号 FS21							
粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)
1.096	–	11.482	–	0.010	–	0.105	–	1.096	–	11.482	–
1.259	0.00	13.183	8.89	0.011	0.00	0.120	7.91	1.259	0.00	13.183	0.13
1.445	0.00	15.136	9.04	0.013	0.00	0.138	7.95	1.445	0.00	15.136	0.01
1.660	0.00	17.378	8.77	0.015	0.00	0.158	7.54	1.660	0.01	17.378	0.00
1.905	0.00	19.953	8.07	0.017	0.00	0.182	6.69	1.905	0.27	19.953	0.00
2.188	0.02	22.909	7.03	0.020	0.00	0.209	5.44	2.188	0.68	22.909	0.00
2.512	0.14	26.303	5.75	0.023	0.00	0.240	3.93	2.512	1.19	26.303	0.00
2.884	0.32	30.200	4.43	0.026	0.00	0.275	2.34	2.884	1.77	30.200	0.00
3.311	0.63	34.674	3.21	0.030	0.00	0.316	0.82	3.311	2.34	34.674	0.00
3.802	1.05	39.811	2.09	0.035	0.00	0.363	0.00	3.802	2.83	39.811	0.00
4.365	1.62	45.709	1.12	0.040	0.23	0.417	0.00	4.365	3.17	45.709	0.00
5.012	2.35	52.481	0.34	0.046	1.15	0.479	0.00	5.012	3.30	52.481	0.00
5.754	3.22	60.256	0.00	0.052	1.93	0.550	0.00	5.754	3.22	60.256	0.00
6.607	4.24	69.183	0.00	0.060	2.90	0.631	0.00	6.607	2.91	69.183	0.00
7.586	5.34	79.433	0.00	0.069	4.06	0.724	0.00	7.586	2.40	79.433	0.00
8.710	6.47	91.201	0.00	0.079	5.43	0.832	0.00	8.710	1.76	91.201	0.00
10.000	7.50	104.713	0.00	0.091	6.60	0.955	0.00	10.000	1.11	104.713	0.00
11.482	8.35	120.226	0.00	0.105	7.44	1.096	0.00	11.482	0.54	120.226	0.00

注：表中每个粒度对应的“范围内体积”的数值，表示该粒级与相邻上一个粒级之间具有的所有颗粒的体积分数，以下粒度分析表格中的数据含义相同。

表明,FS15 的粒度为 1.905 ~ 52.481 μm ,小于 5 μm 的占比为 6.13%; FS21 的粒度为 0.035 ~ 15.136 μm ,小于 0.1 μm 的占比约 30%,FS21 的粒度超细的原因是选矿人员为了使绢云母与其他矿物分离,对含绢云母集合体矿物进行了磨细处理。由此可见,常规悬浮液法得到的绢云母集合体不仅纯度不高,而且粒度也很难保证。

2.1.3 超声波解离 – 悬浮液法

为了考察超声波解离 – 悬浮液法的提纯效果,本研究进行了下面的条件试验。

(1)超声波振动时间对提纯效果的影响

将磁选 – 重液法得到的 60 ~ 80 目绢云母集合体样品 FS11 放入烧杯中,加入适量水,分别振动不同时间,来考察超声波振动时间对粒度和提纯效果的影响,振动结束后将所有振动下来的细粒全部都收集起来进行粉晶 X 射线衍射定量分析和粒度分析,分析结果分别见表 4 和表 5。表 4 中“FS11 – 1 上”表示绢云母集合体样品 FS11 振动 1min 后的上层悬浮液,“FS11 – 5 上”表示绢云母集合体样品 FS11 振动 5min 后的上层悬浮液。

对比表 1 和表 4 可知,粒度为 60 ~ 80 目的绢云母集合体样品 FS11 经超声波解离 – 悬浮液法振动

表 4 采用超声波解离 – 悬浮液法获得绢云母集合体粉晶 X 射线衍射矿物定量分析结果

Table 4 X – ray diffraction results of sericite – bearing aggregates concentrated with ultrasonic disaggregation – suspension method

样品编号	绢云母集合体中矿物相对含量 (%)						
	绿泥石	绢云母	微斜长石	斜长石	蒙皂石	石盐	闪石 石英
FS11 – 1 上	–	63	4	–	–	–	33
FS11 – 5 上	–	71	3	–	–	–	26
FS20 上 – 1	11	41	6	7	16	–	19
FS20 – 20S – 2	23	77	–	–	–	–	–
FS7 – 10 上	16	53	12	–	–	8	11 –

1min 后,绢云母的含量从原来的 28% 增加到 63%,微斜长石的含量 4% 保持不变。经过计算,微斜长石相对于绢云母的含量从原来的 12.5% 下降为 6%,石英含量从原来的 68% 下降到 33%。粒度为 60 ~ 80 目的绢云母集合体样品 FS11 经超声波解离 – 悬浮液法振动 5min 后,绢云母的含量从原来的 28% 增加到 71%,经过计算,微斜长石相对于绢云母的含量从原来的 12.5% 下降为 4%,石英含量从原来的 68% 下降到 26%。说明延长振动时间会使

绢云母的含量提高,这主要是因为石英和微斜长石的粒度比绢云母稍大,延长振动时间即延长了石英和微斜长石的沉降时间,会使悬浮液中更多的石英和微斜长石沉淀下来,进而提高了悬浮液中绢云母的纯度。

从表 5 粒度分析可知,超声波解离 – 悬浮液法

得到的绢云母集合体样品“FS11 – 1 上”(振动 1min)的粒度在 1.905 ~ 60.256μm 之间,“FS11 – 5 上”(振动 5min)的粒度在 1.905 ~ 45.709μm 之间,说明延长振动时间会使较大颗粒的绢云母集合体进一步解离。操作时应随时观察解离效果,一般振动的瞬间就会有细粒矿物解离下来,悬浮液立刻变浑

表 5 采用超声波解离 – 悬浮液法获得绢云母集合体激光粒度分析结果

Table 5 Grain sizes measured by laser particle size analyzer for sericite – bearing aggregate concentrated with ultrasonic disaggregation – suspension method

样品 FS11 – 1				样品 FS11 – 5					
粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)
1.096	–	11.482	–	1.096	–	11.482	–	–	–
1.259	0.00	13.183	9.04	1.259	0.00	13.183	9.27	–	–
1.445	0.00	15.136	9.01	1.445	0.00	15.136	9.26	–	–
1.660	0.00	17.378	8.55	1.660	0.00	17.378	8.78	–	–
1.905	0.00	19.953	7.69	1.905	0.00	19.953	7.87	–	–
2.188	0.01	22.909	6.55	2.188	0.01	22.909	6.67	–	–
2.512	0.12	26.303	5.26	2.512	0.12	26.303	5.28	–	–
2.884	0.31	30.200	3.98	2.884	0.31	30.200	3.90	–	–
3.311	0.65	34.674	2.81	3.311	0.64	34.674	2.61	–	–
3.802	1.11	39.811	1.85	3.802	1.10	39.811	1.49	–	–
4.365	1.74	45.709	1.11	4.365	1.74	45.709	0.54	–	–
5.012	2.53	52.481	0.47	5.012	2.54	52.481	0.00	–	–
5.754	3.48	60.256	0.03	5.754	3.51	60.256	0.00	–	–
6.607	4.57	69.183	0.00	6.607	4.63	69.183	0.00	–	–
7.586	5.73	79.433	0.00	7.586	5.81	79.433	0.00	–	–
8.710	6.88	91.201	0.00	8.710	7.00	91.201	0.00	–	–
10.000	7.88	104.713	0.00	10.000	8.05	104.713	0.00	–	–
11.482	8.64	120.226	0.00	11.482	8.85	120.226	0.00	–	–

样品 FS20 上 – 1				样品 FS20 – 20S – 2					
粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)	粒度 (μm)	范围内体积 (%)
1.096		11.482		0.142	–	1.002	–	7.096	–
1.259	0.00	13.183	4.72	0.159	0.00	1.125	0.49	7.962	6.71
1.445	0.00	15.136	3.37	0.178	0.00	1.262	0.53	8.934	6.34
1.660	0.01	17.378	2.22	0.200	0.00	1.416	0.63	10.024	5.80
1.905	0.45	19.953	1.33	0.224	0.00	1.589	0.79	11.247	5.10
2.188	1.21	22.909	0.64	0.252	0.00	1.783	1.05	12.619	4.33
2.512	2.31	26.303	0.10	0.283	0.00	2.000	1.38	14.159	3.52
2.884	3.67	30.200	0.00	0.317	0.00	2.244	1.81	15.887	2.74
3.311	5.16	34.674	0.00	0.356	0.00	2.518	2.32	17.825	2.04
3.802	6.64	39.811	0.00	0.399	0.03	2.825	2.91	20.000	1.44
4.365	7.96	45.709	0.00	0.448	0.11	3.170	3.56	22.440	0.97
5.012	9.00	52.481	0.00	0.502	0.26	3.557	4.24	25.179	0.61
5.754	9.64	60.256	0.00	0.564	0.35	3.991	4.93	28.251	0.37
6.607	9.80	69.183	0.00	0.632	0.42	4.477	5.57	31.698	0.21
7.586	9.46	79.433	0.00	0.710	0.47	5.024	6.13	35.566	0.09
8.710	8.65	91.201	0.00	0.796	0.48	5.637	6.56	39.905	0.04
10.000	7.51	104.713	0.00	0.893	0.48	6.325	6.81	44.774	0.00
11.482	6.14	120.226	0.00	1.002	0.48	7.096	6.87	50.238	0.00

浊,这时应及时收集解离下来的细粒矿物。粒度分析结果说明了李贺臣^[35]提出的超声波振动时间10min是不合适的,会使绢云母进一步解离成更细小的颗粒,可能会造成³⁹Ar核反冲丢失。

(2) 悬浮液沉淀时间对提纯效果的影响

为了考察样品经超声波解离后,悬浮液沉淀时间对提纯效果的影响,对60~80目的绢云母集合体样品FS20进行了2次实验。第一次是超声波振动1min,悬浮液不沉淀全部收集起来,然后再振动1min,重复前面操作,直到烧杯中不再有细粒矿物被振动下来,将几次的悬浮液合并在一起摇晃均匀,然后取悬浮液的上半段进行粉晶X射线衍射定量分析和粒度分析,样品编号为“FS20上-1”。第二次是超声波振动20s,悬浮液不沉淀全部收集起来,然后再振动20s,重复前面操作,直到烧杯中不再有细粒矿物被振动下来,将几次的悬浮液合并在一起摇晃均匀,然后悬浮液沉淀10min,取悬浮液的中上段进行粉晶X射线衍射定量分析和激光粒度分析,样品编号为“FS20-20S-2”。上述粉晶X射线衍射定量分析结果见表4,激光粒度分析结果见表5。

从表4可知,悬浮液沉淀10min后,样品FS20中的绢云母含量从未沉淀的41%(FS20上-1)增加到77%(FS20-20S-2),未经超声波处理的60~80目样品FS20中的绢云母含量为28%(表1);微斜长石的含量从未沉淀的6%(FS20上-1)降低到0(FS20-20S-2),未经超声波处理的60~80目样品FS20中的微斜长石含量为4%(表1,经计算,微斜长石相对于绢云母的含量为12.5%);石英含量从未沉淀的19%(FS20上-1)降低到0(FS20-20S-2),未经超声波处理的60~80目样品FS20中的石英含量为42%(表1)。说明延长沉降时间会使石英和微斜长石的含量大幅下降,甚至为0。X射线衍射定量分析结果说明了李贺臣^[35]提出的把全部悬浮液都收集起来是不合适的,悬浮液中仍然含有微斜长石和石英等细粒矿物,延长沉降时间会使粒度稍大的石英和微斜长石更多地沉淀到底部,而使悬浮液上部的绢云母纯度大大提高。

从表5可知,绢云母集合体样品FS20-20S-2的粒度在0.356~39.905 μm 、0.356~1 μm 之间的部分占3.08%,在1~5 μm 之间的部分占36.34%,大于5 μm 的部分占60.58%,绢云母的粒度大于1 μm 的部分约占95%以上。

2.1.4 三种提纯方法小结

通过以上三种方法提纯效果的比较,可以看出

超声波解离-悬浮液法的提纯效果比较好,通过控制超声波的振动时间和悬浮液的沉降时间可以大幅提高绢云母的纯度,微斜长石的含量大幅降低,甚至为0。通过条件试验可知,超声波的振动时间越短越好,因样品的质地不同,要随时观察超声波的解离效果,及时倒出被解离下来的矿物,然后加水再继续振动,直到不再有矿物被振动下来为止。悬浮液的沉降时间以10min为宜,如果沉降10min后上层悬浮液中的样品量太少,可以适当缩短沉降时间。

2.2 绢云母粒度与³⁹Ar核反冲丢失量的关系

以上实验结果说明了超声波解离-悬浮液法处理石英和微斜长石的效果比磁选-重液法和常规悬浮液法都要好,多个样品经超声波解离-悬浮液法处理后粒度均大于0.356 μm ,大于理论估算的³⁹Ar核反冲距离0.08 μm ^[15]。尽管如此,本研究还需要对如此细粒的绢云母是否适合⁴⁰Ar/³⁹Ar测年进行讨论。

2.2.1 ⁴⁰Ar/³⁹Ar测年法粒度与³⁹Ar核反冲丢失量关系的研究

此前已有国外研究人员对⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄与粒度的关系进行了研究^[15,18,24]。Fred等^[18]对国外常用的⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄标样Fish Canyon透长石进行了粒度与年龄关系的研究,Fish Canyon透长石的标准年龄是28.02Ma。Fred等^[18]将Fish Canyon透长石破碎筛分成不同粒级(表6),每个粒级分成5~6份进行阶段升温或一次全熔⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄测试,结果见表6(表中年龄数据为每个粒级⁴⁰Ar/³⁹Ar阶段升温总气体年龄和一次全熔年龄的加权平均结果)。从结果来看,各粒级的年龄差别不是很大,即使粒度小于5 μm 也没有明显的核反冲丢失现象(虽然粒度<5 μm 的年龄略大于标准年龄,但是从原文的年龄谱图可以看出粒度<5 μm 的各阶段年龄误差很大,可能是样品量太小的原因)。

此外,Dong等^[15]对不同结晶度的黏土矿物伊利石进行了激光⁴⁰Ar/³⁹Ar阶段升温测年实验。实验结果表明,结晶度指数为0.17的浅变质伊利石(2M₁多型)样品的结晶程度好,晶格没有位错,晶片平均厚度为0.1 μm ,其真空密封核辐照⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄与其常规⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄基本一致,且与变质事件的年龄基本一致,对应的³⁹Ar核反冲丢失率为0.82%~0.99%,³⁹Ar核反冲丢失可以忽略不计。结晶度指数为0.4~0.84的近变质和成岩伊利石样品发生晶格位错的比例较高,晶片平均厚度为0.01 μm 或更小,其常规⁴⁰Ar/³⁹Ar年龄比真空密封核

辐照⁴⁰Ar/³⁹Ar 年龄老,对应的³⁹Ar 核反冲丢失率为 10.5% ~ 31.73%。Dong 等^[15]认为伊利石的核反冲丢失量与伊利石的结晶度有关,结晶程度低,晶格空位和晶格位错的比例就高,晶格空位和晶格位错为³⁹Ar 核反冲丢失提供了大量的通道,因此³⁹Ar 核反冲丢失的比例就高。

另外,结晶程度低,晶片的平均厚度就小,³⁹Ar 发生核反冲丢失的比例就高,Dong 等^[15]提出了一个简单的模型来解释伊利石晶片厚度与³⁹Ar 核反冲丢失率的关系,其原理是:伊利石为 2:1 型结构的黏土矿物,每个 2:1 结构层的厚度是 0.001μm,每个 2:1 结构层有 2 个附着 K⁺ 的面。对于晶片厚度为 0.01μm 的伊利石片,它由 10 个 2:1 结构层组成,有 20 个含有 K⁺ 的面,其中有 2 个面是暴露的而且 K⁺ 的链接力比较弱,在这 2 个面上产生的³⁹Ar 很容易发生核反冲丢失,丢失率为 10% (2/20)。对于晶片厚度为 0.1μm 的伊利石片,它由 100 个 2:1 结构层组成,有 200 个含有 K⁺ 的面,其中有 2 个面是暴露的,在这 2 个面上产生的³⁹Ar 丢失率为 1% (2/200)。这一模型与实验结果很一致,例如前述结晶度指数为 0.17,晶片平均厚度为 0.1μm 的浅变质伊利石的³⁹Ar 核反冲丢失量为 0.82% ~ 0.99%。前述结晶度指数划分标准为:IC > 0.43、IC = 0.43 ~ 0.26、IC < 0.26 分别代表伊利石处于成岩期 (diagenetic grade)、近变质期 (anchizone grade) 和浅变质期 (epizone grade)。

表 6 Fish Canyon 透长石不同粒级⁴⁰Ar/³⁹Ar 年龄结果

Table 6 ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating results for each fraction of the Fish Canyon sanidine

粒度(μm)	样品数量(份)	年龄(Ma, 2σ)
<5	6	28.79 ± 0.12
5 ~ 10	6	28.47 ± 0.13
10 ~ 15	6	28.29 ± 0.13
15 ~ 22	5	28.34 ± 0.09
22 ~ 28	6	28.35 ± 0.22
28 ~ 34	6	28.23 ± 0.06
34 ~ 38	5	28.47 ± 0.08
38 ~ 53	5	28.14 ± 0.03

2.2.2 超声波解离 - 悬浮液法得到的绢云母集合体粒度与³⁹Ar 核反冲丢失量的关系

从 Dong 等^[15]的分析可知,对于晶片平均厚度为 0.1μm、结晶程度好、晶格没有空位和位错的浅变质伊利石矿物,³⁹Ar 核反冲丢失可以忽略不计。

绢云母的结构与伊利石的结构相似,都是 2:1 型层状结构硅酸盐,绢云母层间 K⁺ 比伊利石多,因而层间联接更强,结晶程度更高。本项研究的粉晶 X 射线衍射分析结果表明绢云母的结晶程度很好,均为 2M₁多型(表 1),而且主体部分的最小粒度(1μm)是浅变质伊利石的 10 倍。因此,采用超声波解离 - 悬浮液法得到的绢云母在中子照射过程中丢失的³⁹Ar对 中高温阶段的⁴⁰Ar/³⁹Ar 年龄影响不大。对于采用磁选 - 重液法得到的微斜长石含量较高的绢云母集合体,可以采用超声波解离 - 悬浮液法进一步富集绢云母,降低微斜长石的含量,以提高测年的准确性。

3 结论

本文对⁴⁰Ar - ³⁹Ar 定年矿物绢云母的提纯方法,包括磁选 - 重液法、常规悬浮液法及超声波解离 - 悬浮液法进行了研究。研究表明,采用常规悬浮液法,绢云母的提纯效果最差而且粒度也很难保证,不建议采用。磁选 - 重液法是提纯绢云母单矿物的首选方法。超声波解离 - 悬浮液法可以作为磁选 - 重液法的补充,当磁选 - 重液法得到的绢云母集合体中的微斜长石相对于绢云母的含量超过 10% 时,可以考虑采用超声波解离 - 悬浮液法进一步富集绢云母,降低微斜长石的含量,提高测年的准确性。

4 参考文献

[1] 高允,孙艳,赵芝,等. 内蒙古武川县赵井沟铌钽多金属矿床白云母⁴⁰Ar - ³⁹Ar 同位素年龄及地质意义[J]. 岩矿测试,2017,36(5):551 - 558.

Gao Y, Sun Y, Zhao Z, et al. ⁴⁰Ar - ³⁹Ar dating of muscovite from the Zhaojinggou Nb - Ta polymetallic deposit in Wuchuan county of Inner Mongolia and its geological implications[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017,36(5):551 - 558.

[2] 刘国仁,李彦,王蕊,等. 新疆额尔齐斯构造带哲兰德金矿白云母⁴⁰Ar/³⁹Ar 同位素年龄及地质意义[J]. 岩矿测试,2018,37(6):705 - 712.

Liu G R, Li Y, Wang R, et al. ⁴⁰Ar/³⁹Ar dating of muscovite from the Zhelände Au deposit, Irtysh tectonic zone, Xinjiang and its geological implications[J]. Rock and Mineral Analysis, 2018,37(6):705 - 712.

[3] 侯淋,唐菊兴,林彬,等. 西藏东窝东矿床矿化蚀变过程元素迁移及绢云母⁴⁰Ar - ³⁹Ar 年代学及其地质意义[J]. 岩矿测试,2017,36(4):440 - 449.

- Hou L, Tang J X, Lin B, et al. Element migration during alteration and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of sericite from the Dongwudong deposit, Tibet and its geological significance [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2017, 36 (4): 440–449.
- [4] 高建京, 毛景文, 陈懋弘, 等. 豫西铁炉坪银铅矿床矿脉构造解析及近矿蚀变岩绢云母 $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ 年龄测定[J]. *地质学报*, 2011, 85(7): 1172–1187.
- Gao J J, Mao J W, Chen M H, et al. Vein structure analysis and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of sericite from sub-ore altered rocks in the Tieluping large-size Ag-Pb deposit of Western Henan Province [J]. *Acta Geologica Sinica*, 2011, 85(7): 1172–1187.
- [5] 高永伟, 张振亮, 王志华, 等. 西天山卡特巴阿苏金矿床成矿年代学及其地质意义——来自绢云母 $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ 同位素年龄证据[J]. *地质与勘探*, 2015, 51(5): 805–815.
- Gao Y W, Zhang Z L, Wang Z H, et al. Geochronology of the Katabaasu gold deposit in west tian shan and its geological significance: Evidence from $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ isotopic ages of sericite [J]. *Geology and Exploration*, 2015, 51(5): 805–815.
- [6] 胡芳芳, 范宏瑞, 杨进辉, 等. 胶东乳山金矿蚀变岩中绢云母 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄及其对金成矿事件的制约[J]. *矿物岩石地球化学通报*, 2006, 25(2): 109–114.
- Hu F F, Fan H R, Yang J H, et al. The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating age of sericite from altered rocks in the Rushan gold deposit, Jiaodong Peninsula and its constraints on the gold mineralization [J]. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 2006, 25(2): 109–114.
- [7] 纪现华, 孟祥金, 杨竹森, 等. 西藏纳如松多隐爆角砾岩型铅锌矿床绢云母 Ar-Ar 定年及其地质意义[J]. *地质与勘探*, 2014, 50(2): 281–290.
- Ji X H, Meng X J, Yang Z S, et al. The Ar-Ar geochronology of sericite from the cryptoexplosive breccia type Pb-Zn deposit in Narusongduo, Tibet and its geological significance [J]. *Geology and Exploration*, 2014, 50(2): 281–290.
- [8] 李金超, 孔会磊, 栗亚芝, 等. 青海东昆仑瑙木浑金矿蚀变绢云母 Ar-Ar 年龄、石英闪长岩锆石 U-Pb 年龄和岩石地球化学特征[J]. *地质学报*, 2017, 9(5): 979–994.
- Li J C, Kong H L, Li Y Z, et al. Ar-Ar age of altered sericite, zircon U-Pb age of quartz diorite and geochemistry of the Naomuhun gold deposit, East Kunlun [J]. *Acta Geologica Sinica*, 2017, 9(5): 979–994.
- [9] 刘协鲁, 王义天, 胡乔青. 陕西凤太矿集区柴蚂金矿床成矿时代的 $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ 年龄证据[J]. *矿床地质*, 2018, 37(1): 163–174.
- Liu X L, Wang Y T, Hu Q Q. Evidence of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age data for ore-forming time of Chaima gold deposit in Fengtai ore concentration area, Shaanxi Province [J]. *Mineral Deposits*, 2018, 37(1): 163–174.
- [10] 梁维, 杨竹森, 郑远川. 藏南扎西康铅锌多金属矿绢云母 Ar-Ar 年龄及其成矿意义[J]. *地质学报*, 2015, 89(3): 560–568.
- Liang W, Yang Z S, Zheng Y C. The Zhaxikang Pb-Zn polymetallic deposit: Ar-Ar age of sericite and its metallogenic significance [J]. *Acta Geologica Sinica*, 2015, 89(3): 560–568.
- [11] 袁霞, 陈文, 张斌, 等. 西天山望峰金矿床绢云母 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄及矿床成因研究[J]. *矿床地质*, 2017, 36(1): 57–67.
- Yuan X, Chen W, Zhang B, et al. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age of sericite and genetic study of Wangfeng gold deposit, West Tianshan Mountains [J]. *Mineral Deposits*, 2017, 36(1): 57–67.
- [12] 张万益, 聂凤军, 刘妍, 等. 内蒙古奥尤特铜-锌矿床绢云母 $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ 同位素年龄及地质意义[J]. *地球学报*, 2008, 9(5): 592–598.
- Zhang W Y, Nie F J, Liu Y, et al. $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ geochronology of the Aoyoute Cu-Zn deposit in Inner Mongolia and its significance [J]. *Acta Geoscientica Sinica*, 2008, 9(5): 592–598.
- [13] 祝向平, 陈华安, 马东方, 等. 西藏波龙斑岩铜金矿床钾长石和绢云母 $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ 年龄及其地质意义[J]. *矿床地质*, 2013, 32(5): 954–962.
- Zhu X P, Chen H A, Ma D F, et al. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of hydrothermal K-feldspar and hydrothermal sericite from Bolong porphyry Cu-Au deposit in Tibet [J]. *Mineral Deposits*, 2013, 32(5): 954–962.
- [14] Brhlke J K, Irwin J J. Laser microprobe analyses of noble gas isotopes and halogens in fluid inclusions: Analyses of microstandards and synthetic inclusions in quartz [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1992, 56 (1): 187–201.
- [15] Dong H, Hall C M, Peacor D R, et al. Mechanisms of argon retention in clays revealed by laser $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ dating [J]. *Science*, 1995, 267(5196): 355–359.
- [16] Dong H, Hall C M, Halliday A N, et al. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ illite dating of Late Caledonian (Acadian) metamorphism and cooling of K-bentonites and slates from the Welsh Basin, U. K [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 1997, 150(3–4): 337–351.
- [17] Dong H L, Hall C M, Halliday A N, et al. Laser $^{40}\text{Ar}-^{39}\text{Ar}$ dating of micrograin-size illite samples and

- implication for thin section dating [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1997, 61(18): 3803 – 3808.
- [18] Fred J, Jennifer P M, Paul R R. ^{39}Ar and ^{37}Ar recoil loss during neutron irradiation of sanidine and plagioclase [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2007, 71(11): 2791 – 2808.
- [19] Foland K A, Linder J S, Laskowski T E, et al. ^{40}Ar – ^{39}Ar dating of glauconies; Measured ^{39}Ar recoil loss from well – crystallized specimens [J]. *Chemical Geology*, 1984, 46(3): 241 – 264.
- [20] Foland K A, Hubacher F A, Arehart G B. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ar dating of very fine – grained samples: An encapsulated – vial procedure to overcome the problem of ^{39}Ar recoil loss [J]. *Chemical Geology*, 1992, 102(1 – 4): 269 – 276.
- [21] Halliday A N. ^{40}Ar – ^{39}Ar stepheating studies of clay concentrates from Irish orebodies [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1978, 42(12): 1851 – 1858.
- [22] Harrison T M, Fitz J D. Exsolution in hornblende and its consequences for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ age spectra and closure temperature [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1986, 50(2): 247 – 253.
- [23] Hess J C, Lippolt H J. Kinetics of Ar isotopes during neutron irradiation— ^{39}Ar loss from minerals as a source of error in $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating [J]. *Chemical Geology*, 1986, 59: 223 – 236.
- [24] Jeffrey H P, Se'bastien N, Paul R R. Quantification of ^{39}Ar recoil ejection from GA1550 biotite during neutron irradiation as a function of grain dimensions [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2006, 70(6): 1507 – 1517.
- [25] Lo C H, Onstott T C. ^{39}Ar recoil artifacts in chloritized biotite [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1989, 53: 2697 – 2711.
- [26] Lin L H, Onstott T C, Dong H L. Backscattered ^{39}Ar loss in fine – grained minerals; Implications for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ar geochronology of clay [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2000, 64(23): 3965 – 3974.
- [27] Min K, Renne P R, Huff W D. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ar dating of Ordovician K – bentonites in Laurentia and Baltoscandia [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2001, 185(1 – 2): 121 – 134.
- [28] Onstott T C, Miller M L, Ewing R C, et al. Recoil refinements: Implications for the $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ar dating technique [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1995, 59(9): 1821 – 1834.
- [29] Onstott T C, Mueller C, Vrolijk P J, et al. Laser $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ microprobe analyses of fine – grained illite [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 1997, 61(18): 3851 – 3861.
- [30] Smith P E, Evensen N M, York D. First successful ^{40}Ar – ^{39}Ar Ar dating of glauconies; Argon recoil in single grains of cryptocrystalline material [J]. *Geology*, 1993, 21(1): 41 – 44.
- [31] Tseng H Y, Heaney P E, Onstott T C. Characterization of lattice strain induced by neutron irradiation [J]. *Physics and Chemistry of Minerals*, 1995, 22(6): 399 – 405.
- [32] Liewig N, Clauer N, Sommer F. Rb – Sr and K – Ar dating of clay diagenesis in Jurassic sandstone reservoirs [J]. *American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, 1987, 71: 1467 – 1474.
- [33] 黄宝玲, 王大锐. 沉积岩中自生黏土矿物分离提纯方法的改进 [J]. *岩矿测试*, 2001, 20(3): 214 – 216.
Huang B L, Wang D R. An improved method for separation of authigenic clay minerals from sedimentary rocks [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2001, 20(3): 214 – 216.
- [34] Clauer N. The K – Ar and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Ar methods revisited for dating fine – grained K – bearing clay minerals [J]. *Chemical Geology*, 2013, 354: 163 – 185.
- [35] 李贺臣. 超声波分选法分离蚀变绢云母 [J]. *地质与勘探*, 1982(11): 31.
Li H C. Ultrasonic separation of sericites [J]. *Geology and Exploration*, 1982(11): 31.

Study on the Separation of Sericite for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ Dating

ZHANG Yan

(Key Laboratory of Deep – Earth Dynamics, Ministry of Natural Recourses; Institute of Geology, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100037, China)

HIGHLIGHTS

- (1) The key to improve the purity of sericite for $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating is to remove microcline from sericite aggregate.
- (2) The grain size of sericites obtained by the ultrasonic disaggregation – suspension method cannot cause obvious ^{39}Ar recoil loss.
- (3) Using the ultrasonic disaggregation – suspension method greatly improves the purity of sericites and the accuracy of dating.

ABSTRACT

BACKGROUND: The $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of sericites is a very important method for constraining the age of deposits, but the purity of sericite remains a problem. The sericite aggregate acquired by the available separation and purification method commonly contains microcline. For example, the content of microcline obtained by the conventional magnet – heavy liquid method in this study is 0 – 28%, whereas the content of microcline obtained by the conventional suspension method is 3% – 45%. When the content of microcline in the sericite aggregate exceeds 10%, it will directly affect the accuracy of dating.

OBJECTIVES: To find a useful method to increase the content of sericite and decrease the content of microcline while the grain size is not too fine to cause ^{39}Ar recoil loss during the irradiation.

METHODS: The purification effects of conventional magnetic separation – heavy liquid method and conventional suspension method are firstly investigated. The experimental results show that the purity of sericites obtained by the two methods are low, and the particle size of the conventional suspension method is irregular and cannot meet the requirements of dating. The ultrasonic disaggregation – suspension method was used to carry out conditional experiments on the microcline – bearing sericite aggregates obtained by the magnetic separation – heavy liquid method.

RESULTS: Using the ultrasonic disaggregation – suspension method, the content of sericite increased sharply while the content of microcline decreased greatly. For example, the content of sericite for one experiment increased from 28% to 77% and the content of microcline relative to sericite decreased from 12.5% to 0. The fraction of the grain size $<1\mu\text{m}$ was above 95% and the smallest grain size was $>0.356\mu\text{m}$ which was larger than $0.08\mu\text{m}$ estimated for the ^{39}Ar recoil distance. Such grain size cannot obviously cause ^{39}Ar recoil loss and did not have obvious effects on the age of middle to high temperature steps.

CONCLUSIONS: When the content of microcline relative to sericite in the sericite – bearing aggregates concentrated by magnet – heavy liquid method is more than 10%, the ultrasonic disaggregation – suspension method can be used to further increase the content of sericite and decrease the content of microcline to improve the accuracy of $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating.

KEY WORDS: $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating; sericite separation; microcline; ^{39}Ar recoil loss; ultrasonic disaggregation; suspension method