

引用格式: 王森, 张拴宏, 张琪琪, 等, 2022. LA-ICP-MS 锆石微区 U-Pb 定年方法及不同束斑直径对年龄结果的影响作用探讨 [J]. 地质力学学报, 28 (4): 642-652. DOI: 10.12090/j.issn.1006-6616.2021140

Citation: WANG S, ZHANG S H, ZHANG Q Q, et al., 2022. In-situ zircon U-Pb dating method by LA-ICP-MS and discussions on the effect of different beam spot diameters on the dating results [J]. Journal of Geomechanics, 28 (4): 642-652. DOI: 10.12090/j.issn.1006-6616.2021140

# LA-ICP-MS 锆石微区 U-Pb 定年方法及不同束斑直径对年龄结果的影响作用探讨

王森<sup>1,2,3</sup>, 张拴宏<sup>1,2,3</sup>, 张琪琪<sup>1,2,3</sup>, 梁霞<sup>1,2,3</sup>, 孔令昊<sup>1,2,3</sup>, 胡国辉<sup>1,2,3</sup>,  
王开<sup>1,2,3</sup>, 王宏宇<sup>1,2,3</sup>, 蔡瑜杭<sup>1,2,3</sup>

WANG Sen<sup>1,2,3</sup>, ZHANG Shuanhong<sup>1,2,3</sup>, ZHANG Qiqi<sup>1,2,3</sup>, LIANG Xia<sup>1,2,3</sup>, KONG Linghao<sup>1,2,3</sup>,  
HU Guohui<sup>1,2,3</sup>, WANG Kai<sup>1,2,3</sup>, WANG Hongyu<sup>1,2,3</sup>, CAI Yuhang<sup>1,2,3</sup>

1. 中国地质科学院地质力学研究所, 北京 100081;
2. 自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室, 北京 100081;
3. 中国地质调查局极地地质研究中心, 北京 100081

1. *Institute of Geomechanics, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100081, China;*
2. *Key Laboratory of Paleomagnetism and Tectonic Reconstruction, Ministry of Natural Resources, Beijing 100081, China;*
3. *Research Center of Polar Geosciences, China Geological Survey, Beijing 100081, China*

## In-situ zircon U-Pb dating method by LA-ICP-MS and discussions on the effect of different beam spot diameters on the dating results

**Abstract:** By using the newly introduced GeoLas HD 193 nm ArF excimer laser ablation system and the Agilent 7900 quadrupole inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS) in the Key Laboratory of Paleomagnetism and Tectonic Reconstruction at the Institute of Geomechanics, we successfully established the in-situ zircon U-Pb dating method and trace element analytical method by LA-ICP-MS. U-Pb dating experiments were carried out on Plešovice, Temoral and Qinghu zircons under the experimental conditions of 32  $\mu\text{m}$  beam spot diameter, 5.0 J/cm<sup>2</sup> energy density and 5 Hz denudation frequency using the standard zircon 91500 as the external standard. The ideal age results are consistent with their recommended values, and the measured U-Pb ages for Plešovice zircon remain stable in different periods. Meanwhile, a comparative study of the U-Pb dating results in different laboratories was carried out on an unknown sample 11-5, and the dating results are consistent with that obtained in the State Key Laboratory of Geological Processes and Mineral Resources at China University of Geosciences (Wuhan) within analytical error. Trace elements in zircon standard 91500 and glass standard NIST SRM 612 were analyzed by using NIST SRM 610 as an external standard and <sup>29</sup>Si as an internal standard, and the measured values are consistent with the recommended values of trace element contents. In addition, the influence of different beam spot diameters on the zircon U-Pb age results was explored by using the Plešovice zircon as an example. The results show that a denudation diameter of 16~44  $\mu\text{m}$  can obtain reliable zircon U-Pb ages similar to the recommended age, and under the same energy density and denudation frequency conditions, U-Pb ages obtained by using 32~44  $\mu\text{m}$  beam spot diameters are more accurate than those obtained by 16~24  $\mu\text{m}$  beam spot diameters.

**Keywords:** LA-ICP-MS; zircon; U-Pb dating; trace element

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2018YFC0603802); 中国地质科学院地质力学研究所中央财政科研项目结余经费新开项目 (所科研 54)

This research is financially supported by the National Key Research and Development Program Project (Grant 2018YFC0603802) and the Fundamental Research Funds of the Institute of Geomechanics, Chinese Academy of Geological Sciences (Grant No. 54)

第一作者简介: 王森 (1986—), 男, 副研究员, 从事区域地质、构造地质学及同位素年代学研究。E-mail: wangsen\_cug@163.com

收稿日期: 2021-10-14; 修回日期: 2022-04-24; 责任编辑: 王婧

**摘要:** 利用自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室新引进的 GeoLas HD 型 193nm ArF 准分子激光剥蚀系统和 Agilent 7900 型四极杆电感耦合等离子质谱仪, 成功建立了 LA-ICP-MS 锆石微区 U-Pb 定年及微量元素分析测试方法。以标准锆石 91500 为外标, 在 32  $\mu\text{m}$  束斑直径、5.0  $\text{J}/\text{cm}^2$  能量密度和 5 Hz 剥蚀频率等实验条件下, 对 Plešovice、Temora1 和 Qinghu 锆石标样开展了 U-Pb 定年实验, 所测年龄结果与各标样推荐值在误差范围允许的条件下一致, 并且 Plešovice 年龄结果在不同时间段内保持稳定。同时对未知年龄样品 11-5 开展了不同实验室测年结果对比研究, 所测结果与中国地质大学(武汉)地质过程与矿产资源国家重点实验室所测年龄在误差允许范围内一致。以 NIST SRM 610 为外标, $^{29}\text{Si}$  为内标, 分析测试了锆石 91500 和 NIST SRM 612 标准样品的微量元素含量, 实验测试结果与推荐值一致。在此基础上探索总结了不同剥蚀斑束直径对 U-Pb 年龄结果的影响, 认为在同样的能量密度和剥蚀频率条件下, 16~44  $\mu\text{m}$  的剥蚀直径可以获取可靠的锆石 U-Pb 年龄, 但 32~44  $\mu\text{m}$  相比 16~24  $\mu\text{m}$  小斑束直径所测得的年龄更加精准。

**关键词:** LA-ICP-MS; 锆石; U-Pb 定年; 微量元素

**中图分类号:** P597 **文献标识码:** A **文章编号:** 1006-6616 (2022) 04-0642-11

**DOI:** 10.12090/j.issn.1006-6616.2021140

## 0 引言

激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱 (LA-ICP-MS) 是近二三十年发展起来的由激光剥蚀系统和电感耦合等离子体质谱仪联用的仪器系统, 该分析技术具有原位、实时、快速的分析测试优势以及灵敏度高、空间分辨率高等优点, 广泛应用于地质、材料和环境等研究领域。其中在地质学领域的应用包括富 U 副矿物的 U-Pb 定年、流体包裹体分析、单矿物微区原位微量元素分析等 (郭海浩等, 2014; 付乐兵等, 2015; 李献华等, 2015; Fu et al., 2017; 彭陆等, 2017; 张乐骏和周涛发, 2017; 李政林等, 2019; 叶丽娟等, 2019; 于超等, 2019; 林旭等, 2021; Liu et al., 2021)。激光剥蚀进样系统 (LA) 将固体样品直接导入 ICP-MS 或 MC-ICP-MS 不仅避免了湿法消解样品的种种困难和缺点, 而且消除了水和酸所致的多原子粒子干扰, 提高了进样效率, 增强了 ICP-MS 及 MC-ICP-MS 的实际检测能力及应用范围。在原位微区同位素年代学研究中, 锆石因其具备较高的封闭温度、高 U 等放射性元素含量、离子扩散率低、能够保持矿物形成时的物理化学特征等优势, 已经成为 U-Pb 定年最理想矿物 (Corfu et al., 2003; 王岚等, 2012; 李献华等, 2015; 彭陆等, 2017; 周亮亮等, 2017; 栾燕等, 2019; 雷海佳等, 2021)。尽管 LA-ICP-MS 锆石微区分析技术应用广泛, 但对地质样品中元素含量及同位素比值的准

确分析仍受多种因素制约, 如仪器的工作条件、不同样品基体组成的分馏效应、基体匹配标准物质的不足、量化计算策略和有效的灵敏度漂移校正等 (王岚等, 2012; 刘勇胜等, 2013; 李献华等, 2015; 周亮亮等, 2017; 于超等, 2019)。

自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室于 2019 年新引进了安捷伦科技公司 Agilent 7900 型四极杆电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 和美国相干 (Coherent) 公司 GeoLasHD 型 193 nm 准分子激光剥蚀系统 (LA), 采用二者联机, 建立了 LA-ICP-MS U-Pb 定年及微量元素测试实验室, 并开展了锆石、石榴石、磷灰石、榍石等含 U 矿物 U-Pb 测年工作。文章利用激光剥蚀-电感耦合等离子质谱系统建立了锆石微区 U-Pb 定年及微量元素分析方法, 并利用该方法对国内外常用的多个锆石标样 (Plešovice、Temora1 和 Qinghu) 及人工玻璃标样 NIST SRM612 开展了实验测试, 获得了精准的 U-Pb 年龄和微量元素结果, 并在此基础上探索不同剥蚀斑束可能对年龄结果的影响。

## 1 实验分析

### 1.1 仪器简介

实验测试和数据处理均在自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室完成。电感耦合等离子质谱仪 (ICP-MS) 由美国安捷伦科技公司生产, 型号为 Agilent 7900。该仪器将 ICP 的高温 (8000 K) 电离特性与四极杆质谱计的快速灵敏扫描的优点

相结合, 具有检出限低、动态线性范围宽、谱线简单、干扰少、分析精度高、分析速度快以及可提供同位素信息等优点。

实验使用的激光剥蚀系统是由美国相干 (Coherent) 公司生产, 仪器类型为 GeoLas HD ArF 准分子激光器, 波长 193 nm, 与 ICP-MS 联机, 可以进行锆石微量元素和 U-Pb 同位素的微区分析。该剥蚀系统可在样品表面形成近乎完美的平顶 (flat top) 束斑, 束斑直径可在 5~160  $\mu\text{m}$  逐档变化; 单脉冲能量可达 200 mJ, 最高重复频率 20 Hz, 平均功率 4 W, 经光学系统匀光和聚焦能量密度可达 20  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ 。

## 1.2 分析方法

### (1) 仪器参数优化

实验前先对 ICP-MS 仪器参数进行优化, 通过引入 Agilent 生产的标准调谐液 (1ppb 的 Li、Co、Y、Ce、Tl 等), 对仪器主要的工作参数 (RF 线圈功率、RF 匹配、采样深度及载气流速等) 进行自定义调谐, 提高元素分析灵敏度、降低氧化物和双电荷产率的干扰。通常以  $\text{RSD} < 5\%$ , 氧化物  $^{156}\text{CeO}^+ / ^{140}\text{Ce}^+ < 2\%$ , 双电荷  $^{70}\text{Ce}^{++} / ^{140}\text{Ce}^+ < 3\%$ , 质量轴  $\pm 0.05$ , 峰宽 0.6~0.8 为参考条件, 将仪器调谐到最佳分析状态。然后调整激光器能量密度、剥蚀频率、氦气流速等参数, 对实验条件进行优化, 以锆石 91500 为标样、以 Ple 为监控样检验仪器调谐后的稳定性和测试结果的准确性。经过长期试验, 本实验采取的主要工作参数如表 1 所示。

表 1 LA-ICP-MS 主要工作参数

Table 1 Major working parameters of the LA-ICP-MS

激光剥蚀系统 (GeoLasHD 193 nm ArF 准分子)		电感耦合等离子质谱系统 (Agilent 7900)	
分析参数	工作条件	分析参数	工作条件
工作波长	193 nm	等离子气流	15 L/min
能量密度	5 $\text{mJ}/\text{cm}^2$	RF 功率	1550 W
剥蚀频率	5 Hz	RF 匹配	1.8 V
采样时间	50 s	采样深度	6.0 mm
束斑直径	44/32/24 $\mu\text{m}$	载气流速	0.6~0.9 L/min
载气类型	100% 氦气	分析同位素	202、204、206 ~ 208、 232、238
载气流速	0.4 L/min	积分时间	25~30 ms/同位素

### (2) 样品前期处理

首先用常规方法将原岩样品进行物理破碎, 并经淘洗后进行磁法和重液分选, 在双目显微镜下挑选出纯净的锆石颗粒。其次将锆石颗粒制成环氧树脂制靶, 然后打磨并抛光使其中心暴露出

来。最后对靶上锆石进行显微镜下透射光、反射光观察、照相, 并进行阴极发光或背散射电子成相, 以确定锆石内部结构和成因类型。

### (3) 实验分析

锆石 U-Pb 同位素测试采用点剥蚀的方式, 以 91500 为外标, Plešovice、Temora1 或 Qinghu 为监控标样。每测定 6 个样品点加测 1 组标样 (2 个 91500) 和 1 个监控标样 (Plešovice、Temora1 或 Qinghu), 背景采集时间 20~30 s, 样品剥蚀时间 50 s, 管路吹扫时间 20~30 s, 信号采集时间共 100 s。激光剥蚀过程中采用氦气作载气, 氩气为补偿气调节仪器灵敏度, 两者在进入 ICP 之前通过一个 T 型接头混合。测试过程中, 在每个批处理的首尾分别加测 1 组标样 (NIST SRM 610 和 NIST SRM 612) 对仪器的质量歧视和漂移进行校正 (王岚等, 2012; 刘勇胜等, 2013)。详细实验参数见表 1 所示。

## 2 数据处理

与分析时间有关的 U-Pb 同位素比值漂移, 利用标准锆石 91500 的同位素比值变化采用线性内插的方式进行校正, 标准锆石 91500 的 U-Pb 同位素推荐比值参考 Wiedenbeck et al. (2004), 采用锆石 Plešovice、Temora1 或 Qinghu 作为监控样, 监测分析精度。样品的同位素比值及元素含量采用 ICPMSDataCal 10.9 软件 (Liu et al., 2010) 进行处理分析, 锆石 U-Pb 年龄谱和图绘制及年龄加权平均值计算采用 Isoplot 3.0 软件来完成 (Ludwig, 2003)。锆石微量元素含量的计算利用 NIST SRM 610 作为外标、 $^{29}\text{Si}$  作为内标的方法进行定量计算, NIST SRM 610 中元素含量的推荐值参考 Jochum et al. (2011)。锆石 U-Pb 同位素比值、年龄数据及锆石微量元素单次测量的标准偏差为  $1\sigma$ , 年龄加权平均值采用  $2\sigma$ 。

## 3 分析结果

以锆石 91500 和 NIST SRM 610 为标样, 测定了 Plešovice、Temora1 和 Qinghu 的 U-Pb 同位素、微量元素和 NIST SRM 612 微量元素。

### 3.1 不同锆石标样 U-Pb 年龄分析结果

监控样品可以及时反映锆石 U-Pb 定年日常实

验的仪器稳定性和数据可靠性。自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室 2020 年和 2021 年上半年累计测试了近 80000 个测试点, 为利用监控样监测实验室仪器分析状态和实验测试结果提供了前提和保障。采用的监控样品主要为锆石 Plešovice, Temora1 和 Qinghu, 采用的激光斑束直径为 32  $\mu\text{m}$ 。

(1) Plešovice 锆石

锆石 Plešovice 是该实验室最常用的锆石 U-Pb 分析监控样品, 为了检验实验方法的有效性和仪器的稳定性, 定期对监控样 Plešovice 的年龄进行统计分析。文章分别随机选取 2020 年上半年、2020 年下半年和 2021 年上半年某一时间段内

Plešovice U-Pb 年龄结果, 分析实验方法的有效性和实验结果的可靠性。所选取的 2020 年上半年 (5 月 11 日—19 日) 测试的 214 个锆石 Plešovice 测试点 U-Pb 年龄比较集中, 在 U-Pb 谐和图上表现为密集簇状分布在谐和线及其附近 (图 1a)。因统计数据中有少数测点谐和度稍差, 年龄值起伏在用 Isoplot 做图时未能计算出一致年龄, 但从样品谐和度 (主体  $\geq 98\%$ , 平均值  $> 97\%$ ) 及整体分布来看,  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$  年龄整体上与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄相一致, 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $337.34 \pm 0.44$  Ma (MSWD=1.2,  $N=214$ ; 图 1b), 可以代表样品的年龄。2020 年下半年 (10 月 24 日—31 日)

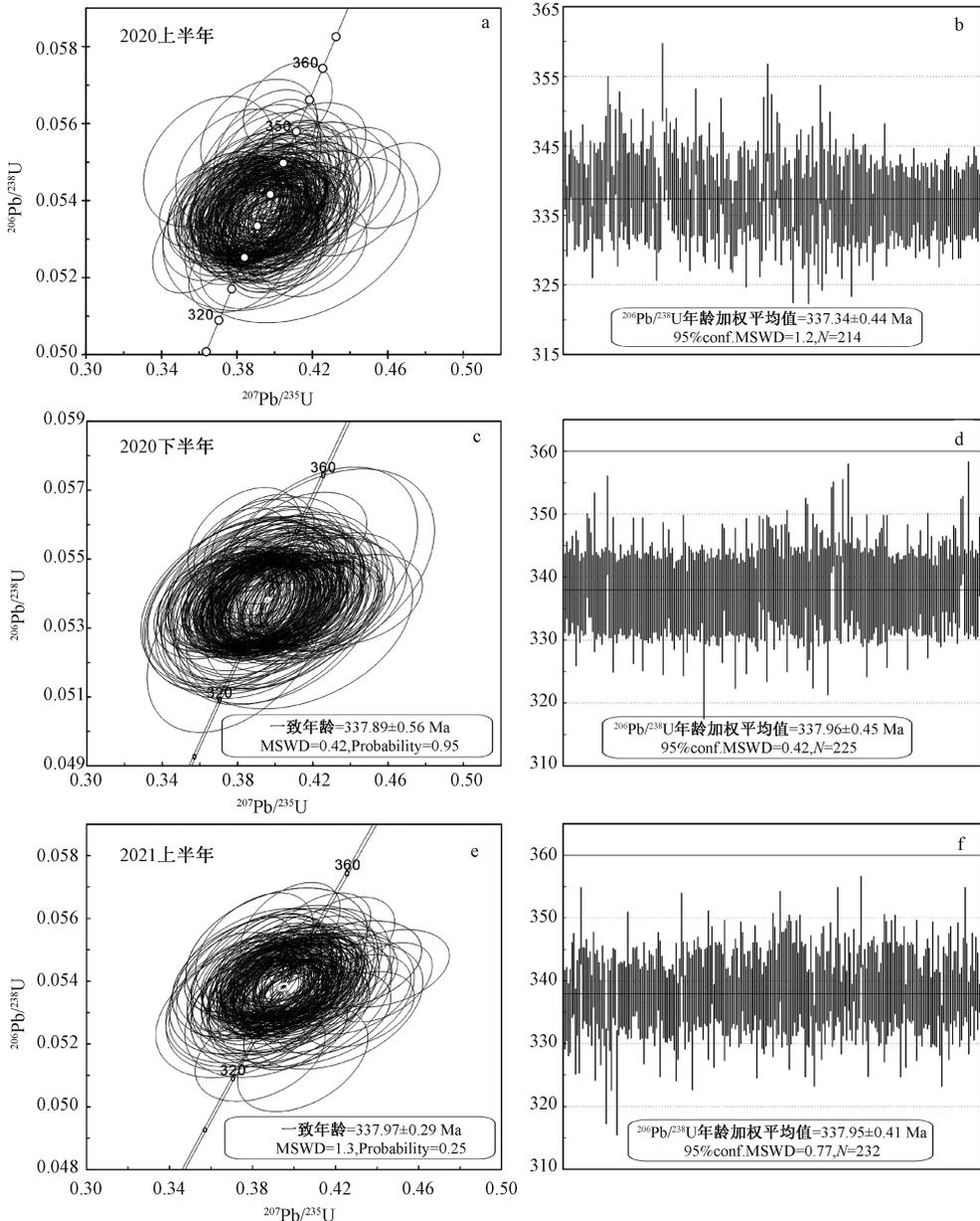
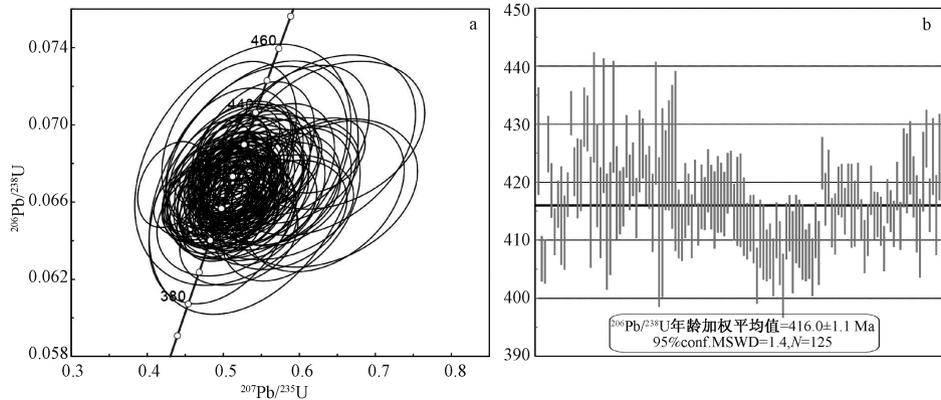


图 1 不同时间段 Plešovice 锆石 U-Pb 谐和图和年龄加权平均值  
 Fig. 1 U-Pb concordia plot and weighed mean age of the zircon Plešovice in different periods

测得的 225 个 Plešovice 数据在 U-Pb 谐和图中的投影呈现密集簇状, 分布于谐和线及其附近 (图 1c), 获得的一致年龄为  $337.89 \pm 0.56$  Ma, 与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值  $337.96 \pm 0.45$  Ma (MSWD=0.42,  $N=225$ ) 一致 (图 1d)。2021 年上半年 (6 月 8 日—12 日) 所测的 232 个 Plešovice 数据的 U-Pb 年龄比较集中, 在 U-Pb 谐和图上表现出密集簇状分布在谐和线及其附近 (图 1e), 一致年龄为  $337.97 \pm 0.29$  Ma (MSWD = 1.3), 与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值  $337.95 \pm 0.41$  Ma (MSWD=0.77,  $N=232$ ) 一致 (图 1f)。



(a) U-Pb 谐和图; (b) 年龄加权平均值

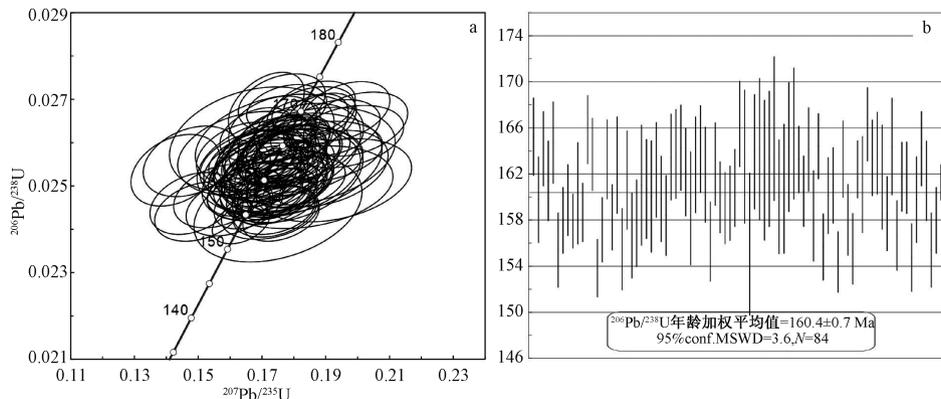
图 2 Temoral 锆石 U-Pb 谐和图及年龄加权平均值

Fig. 2 U-Pb concordia plot and weighed mean age of the zircon Temoral

(a) U-Pb concordia plot; (b) Weighed mean age

### (3) Qinghu 锆石

以 91500 为外标, 测得 84 个 Qinghu 数据, 计算出的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄在 144~171 Ma 范围, 主要集中在 157~163 Ma, 在 U-Pb 谐和图上表现出密集簇状, 集中分布在谐和线及其附近 (图 3a),  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $160.4 \pm 0.7$  Ma



(a) U-Pb 谐和图; (b) 年龄加权平均值

图 3 Qinghu 锆石 U-Pb 谐和图及年龄加权平均值

Fig. 3 U-Pb concordia plot and weighed mean age of the zircon Qinghu

(a) U-Pb concordia plot; (b) Weighed mean age

### (2) Temoral 锆石

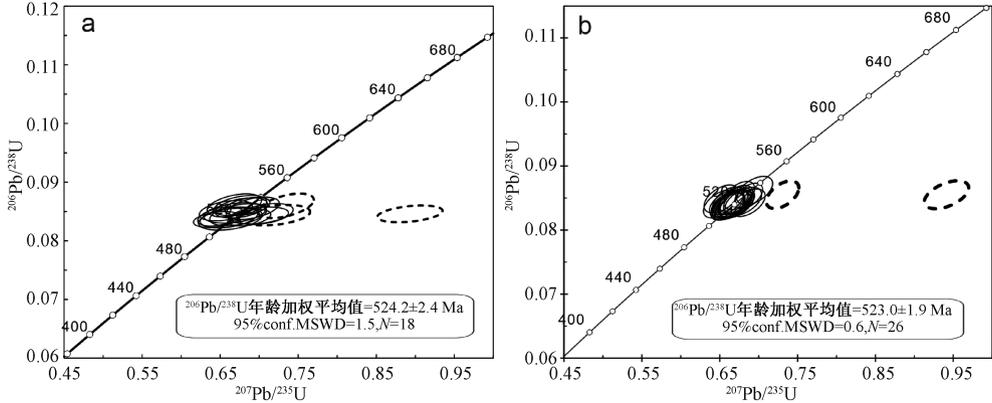
以 91500 为外标, 获得了 125 个 Temoral 数据, 计算出的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄在 401~433 Ma 范围, 主要集中在 413~418 Ma, 在 U-Pb 谐和图上表现出密集簇状, 集中分布在谐和线及其附近 (图 2a)。因实验测试点数较少, 少数测点结果浮动较大, 在用 Isoplot 作图时未获得一致年龄, 但所有测点整体保持了较高的谐和度, 说明  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$  年龄与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄整体上是一致的, 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $416.0 \pm 1.1$  Ma (MSWD=1.4,  $N=125$ ; 图 2b)。

(MSWD=3.6,  $N=84$ ; 图 3b)。因 Qinghu 标样为小颗粒锆石作为实验室的辅助监测样, 并没有进行严格的照相选择环带发育较好的点位, 故年龄结果有一定的起伏, 但整体上具有较高的谐和度和集中的年龄范围,  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$  年龄与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄整体上是一致的。

### 3.2 未知样品 U-Pb 年龄结果

为了验证自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室锆石 U-Pb 同位素分析结果的可靠性, 选取此前在中国地质大学 (武汉) 地质过程与矿产资源国家重点实验室已经测试的锆石样品 11-5 ( $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $523.0 \pm 1.9 \text{ Ma}$ ,  $\text{MSWD} = 0.6$ ,  $N = 26$ ), 在自然资源

部古地磁与古构造重建重点实验室重新开展了锆石 U-Pb 测年。其中有两个点偏离谐和线落入谐和线右方, 可能为  $^{207}\text{Pb}$  含量较低测试偏差引起, 剔除少数不谐和年龄点之后, 获得  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $524.2 \pm 2.4 \text{ Ma}$  ( $\text{MSWD} = 1.5$ ,  $N = 18$ ), 两个年龄值在实验误差允许条件下一致 (图 4)。



a—自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室测试结果; b—中国地质大学 (武汉) 地质过程与矿产资源国家重点实验室测试结果

图 4 样品 11-5 不同实验室 U-Pb 年龄对比图

Fig. 4 Comparison of U-Pb concordia plot for sample 11-5 from different Laboratories

(a) Results from the Key Laboratory of Paleomagnetism and Tectonic Reconstruction; (b) Results from the State Key Laboratory of Geological Processes and Mineral Resources

### 3.3 微量元素分析结果

在进行 U-Pb 同位素测定的基础上, 对每个测点同步开展了微量元素分析。以 NIST SRM 610 为外标, 以  $^{29}\text{Si}$  为内标, 分别对标准样品 91500 和 NIST SRM 612 进行 La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、

Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu 等主要稀土元素分析。文章分别选取了锆石 91500 和 NIST SRM 612 的 108 和 123 个测点, 测试了微量元素含量, 结果如图 5 所示, 其中灰色区域表示各元素图谱分布范围, 实线表示平均值和标准值。

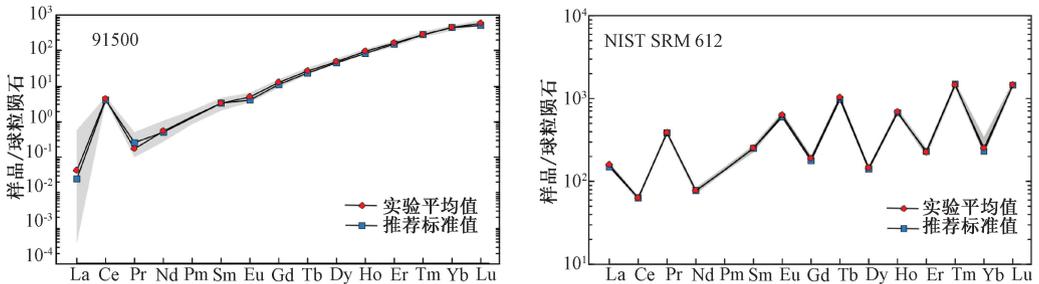


图 5 锆石 91500 和 NIST SRM612 标样稀土元素球粒陨石标准化配分模式图 (球粒陨石标准值据 Sun and McDonough, 1989; 91500 锆石的微量元素平均含量的参考值据王岚等, 2012)

Fig. 5 Chondrite-normalized REEs patterns of the standard sample 91500 and NIST SRM612 (Chondrite-normalized values are cited from Sun and McDonough, 1989; reference values of trace elements for zircon 91500 are cited from Wang et al., 2012)

## 4 讨论

### 4.1 锆石 U-Pb 年龄准确性分析

#### (1) Plešovice 锆石

Plešovice 锆石是挪威卑尔根大学地球科学系实

验室 U-Pb 测定标准, Sláma et al. (2008) 报道的 TIMS 法测出  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄为  $337.13 \pm 0.37 \text{ Ma}$ 。侯可军等 (2009) 以 GJ-1 为外标, 利用 LA-MC-ICP-MS 法测出的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $337.3 \pm 0.9 \text{ Ma}$ 。王岚等 (2012) 以 GJ-1 为外标, 利用 LA-ICP-MS 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值

为  $338.7 \pm 2.4$  Ma。此次实验以 91500 为外标, 从 Plešovice 锆石的 3 批共 671 个测点中获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄主要集中在 335~338 Ma, 分别获得了  $337.34 \pm 0.44$  Ma (MSWD = 1.2,  $N = 214$ )、 $337.96 \pm 0.45$  Ma (MSWD = 0.42,  $N = 225$ ) 和  $337.95 \pm 0.41$  Ma (MSWD = 0.77,  $N = 232$ ) 的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值。实验随机选取 2020 上半年和 2021 上半年内某一小时内测试结果进行统计分析, 从锆石年龄的谐和度和一致年龄可以看出  $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$  年龄与  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  一致, 并且不同时间段内的一致年龄和年龄加权平均值非常接近。这些结果在误差范围内与国内外 Plešovice 标样的参考值一致, 说明自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室建立的 U-Pb 测年方法在不同时间段内保持了年龄结果的准确性和长期稳定性。

### (2) Temora1 锆石

Temora1 锆石产自澳大利亚东南部新南威尔斯的 Temora 镇, 是澳大利亚国立大学 U-Pb 同位素分析标样, TIMS 法和 SHRIMP 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄分别为  $416.75 \pm 0.24$  Ma 和  $416.6 \pm 1.0$  Ma (Black et al., 2003)。Yuan et al. (2004) 利用 LA-ICP-MS 法获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $415.2 \pm 4.1$  Ma。谢烈文等 (2008) 通过 LA-ICP-MS 获得的年龄为  $416 \pm 5$  Ma。文章利用 LA-ICP-MS 方法对 Temora1 标样的 125 个测点获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄主要集中在 413~418 Ma 范围, 年龄加权平均值为  $416.0 \pm 1.1$  Ma (MSWD = 1.4,  $N = 125$ ), 与上述推荐的标准年龄值在误差范围允许范围内一致。

### (3) Qinghu 锆石

Qinghu 锆石样品采自中国广东化州与广西陆川的交界之处的清湖岩体, 为中国科学院地质与地球物理研究所离子探针实验室的内部标准。Li et al. (2009) 报道的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  TIMS 年龄为  $159.38 \pm 0.12$  Ma。李献华等 (2013) 对 Qinghu 锆石颗粒进行 U-Pb 同位素分析, 获得  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  平均值为  $159.7 \pm 3.8$  Ma。侯可军等 (2009) 利用 LA-MC-ICP-MS 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄为  $159.7 \pm 0.5$  Ma。文章采用 LA-ICP-MS 法测得 84 个 Qinghu 数据的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄主要分布在 157~163 Ma 较窄的范围, 年龄加权平均值为  $160.4 \pm 0.7$  Ma (MSWD = 3.6,  $N = 84$ ), 与已有报道的年龄在误差允许范围内一致。测试精度不高的原因是部分锆石颗粒较小, 剥蚀时间较短等因素。

### (4) 样品 11-5

除了对上述 Plešovice 等标样 U-Pb 测年之外, 文章对样品 11-5 开展不同激光剥蚀—电感耦合等离子质谱实验室测年结果对比研究, 在自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $524.2 \pm 2.4$  Ma (MSWD = 1.5,  $N = 18$ ), 与此前在中国地质大学 (武汉) 地质过程与矿产资源国家重点实验室测得的  $523.0 \pm 1.9$  Ma (MSWD = 0.6,  $N = 26$ ) 在误差允许范围内一致, 验证了该实验室建立的锆石 U-Pb 同位素分析方法是可靠的。

## 4.2 微量元素结果分析

在锆石 U-Pb 同位素分析过程中, 以 NIST SRM 610 为外标, 同步分析了 La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Y、Nb、Hf、Ta 等微量元素含量, 并与国内外其他实验室测得的参考数值进行对比, 以验证实验方法的可行性和数据的准确性。91500 作为宝石级别的锆石颗粒, 具有相对稳定的微量元素含量, 随机选取的 108 个 91500 测点表现出一致的稀土含量特征, 除元素含量特别低的 La (平均值  $0.006 \times 10^{-6}$ 、Nd (平均值  $0.024 \times 10^{-6}$ ) 和 Pr (平均值  $0.024 \times 10^{-6}$ ) 之外, 其他稀土元素含量变化范围较小, 在稀土元素标准化配分模式图中分布于较窄的变化区间内 (图 5a)。虽然 91500 的 La、Pr 和 Nd 元素因含量低、接近仪器的检测限使得测试误差偏大, 但所有测试点的微量元素含量的平均值与国内外实验室测得的推荐值非常接近, 对应两条曲线在稀土元素标准化配分模式图中重合或近重合 (图 5a)。以 NIST SRM 610 为外标, 测得 123 个 NIST SRM 612 测点的微量元素含量值非常接近, 在稀土元素标准化配分模式图中分布在较窄的变化区间内 (图 5b), 各元素的平均含量与推荐值 (Jochum et al., 2011) 含量一致, 对应两条曲线在稀土元素标准化配分模式图中重合 (图 5b)。上述结果表明利用此实验方法获得的微量元素含量比较准确, 测试结果可靠。

## 4.3 影响实验数据准确度的因素探讨

在 LA-ICP-MS 锆石 U-Pb 同位素分析中, 决定实验数据精度的关键因素在于保证被分析元素具有足够高的灵敏度、进样信号稳定性, 及对元素分馏效应进行有效控制和校正。要想获得精确的年龄数据, 一方面是寻找适合锆石同位素测试的仪

器参数, 以降低剥蚀过程中产生的分馏效应, 同时又要保证被分析元素具有足够高的灵敏度和信号稳定性, 另一方面是采用有效的方法对元素分馏效应、质量漂移进行校正 (周亮亮等, 2017)。对实验的仪器参数的优化主要包括激光器的能量密度、剥蚀频率、氦气流速及质谱仪的 RF 功率、采样深度、载气 (氦气) 流速等主要工作参数。

(1) 不同斑束直径对年龄结果的影响

自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室主要开展了 16  $\mu\text{m}$ 、24  $\mu\text{m}$ 、32  $\mu\text{m}$  和 44  $\mu\text{m}$  斑束直径的 U-Pb 同位素分析工作, 以 Plešovice 锆石为

监控样, 在相同的能量密度 (5.0  $\text{mJ}/\text{cm}^2$ )、载气流速 (0.4  $\text{L}/\text{min}$ ) 和剥蚀频率 (5 Hz) 等实验条件下 (详细参数见表 1), 分析不同斑束直径对锆石 U-Pb 年龄结果的影响。此实验室常用的斑束直径为 32  $\mu\text{m}$ , 只有当待测锆石颗粒较小时采取较小斑束进行实验, 对 U 含量偏低的样品采取适当增加斑束直径的方法提高分析精度。因此, 使用 16  $\mu\text{m}$ 、24  $\mu\text{m}$  和 44  $\mu\text{m}$  测得的 Plešovice 监控样数据整体上相对少, 文章选择最能代表锆石形成时代的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄对不同斑束测得的结果进行对比分析。从图 6 中 Plešovice 结果可以看出, 除了

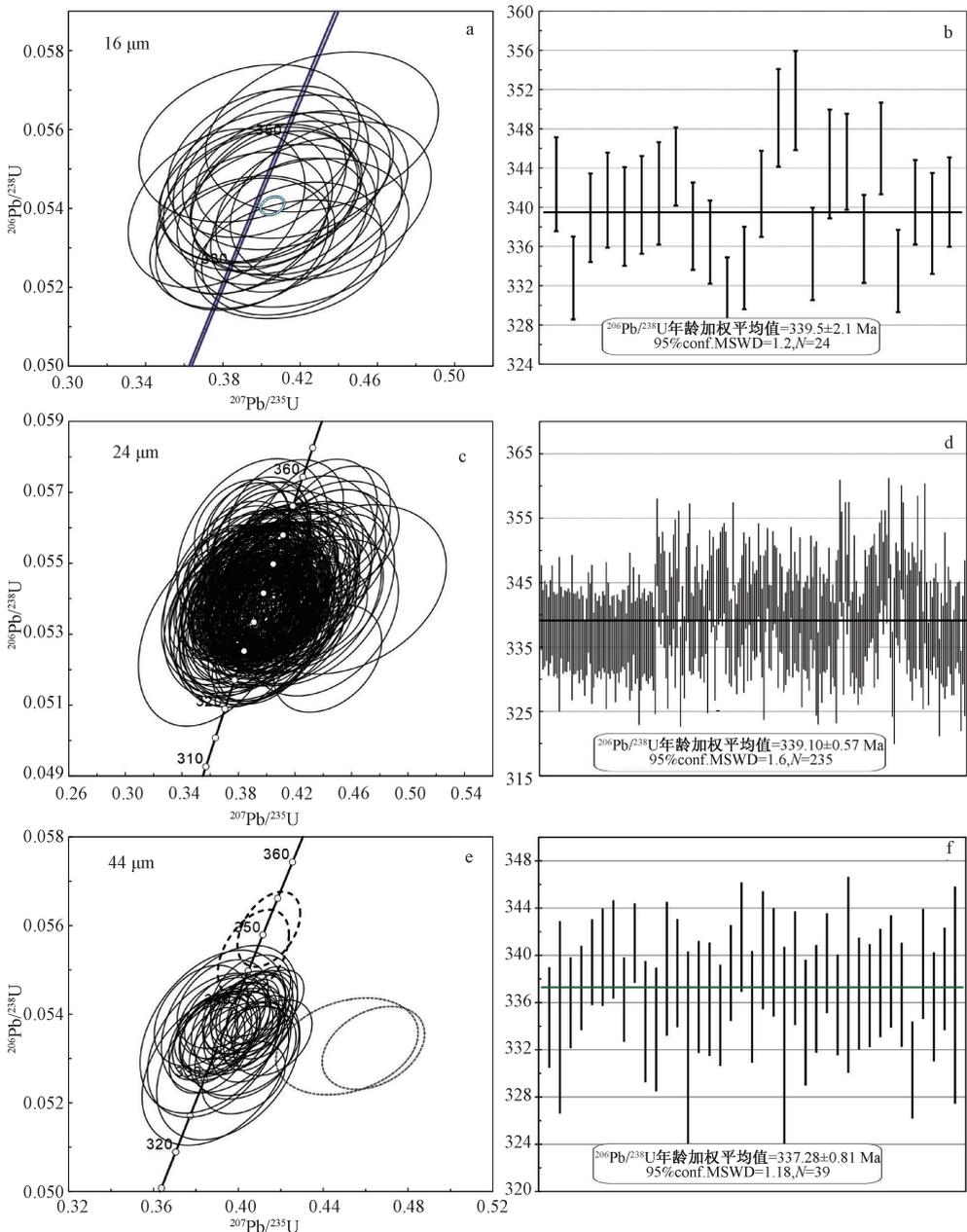


图 6 不同斑束直径剥蚀取样获得的 Plešovice U-Pb 谱和图及年龄加权平均值  
 Fig. 6 U-Pb concordia plot and weighed mean age of the zircon Plešovice obtained by different beam spot diameters

实验结果比较稳定的 32  $\mu\text{m}$  斑束直径之外, 较小束斑直径 (16  $\mu\text{m}$  和 24  $\mu\text{m}$ ) 也可以获得可靠的锆石 U-Pb 年龄, 获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值分别为  $339.5 \pm 2.1 \text{ Ma}$  (MSWD = 1.2,  $N = 24$ ) 和  $339.10 \pm 0.57 \text{ Ma}$  (MSWD = 1.6,  $N = 235$ ), 稍高于国内外实验室的推荐值  $337.13 \pm 0.37 \text{ Ma}$  (Sláma et al., 2008), 但在实验误差允许范围内比较接近。较大斑束 44  $\mu\text{m}$  的 Plešovice  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $337.28 \pm 0.81 \text{ Ma}$  (MSWD = 1.18,  $N = 39$ ), 与推荐值一致。在相同能量密度条件下, 较小的斑束直径 (16  $\mu\text{m}$  和 24  $\mu\text{m}$ ) 获得的样品剥蚀量相对偏低, 这对仪器测量的精度产生一定的影响, 表现出相对大的误差值, 在加权平均图谱上也表现出相对分散的特征。虽然小斑束直径 (16  $\mu\text{m}$  和 24  $\mu\text{m}$ ) 剥蚀采样获得的年龄加权平均值和 MSWD 值略微偏高, 但仍然可以获得与标样推荐值相接近的年龄值。排除统计点数量及随机误差等因素外, 相比之下使用 32~44  $\mu\text{m}$  的大斑束直径可以获得更加接近推荐值的年龄。

此外, 自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室通常采用 32  $\mu\text{m}$  斑束直径开展 U-Pb 同位素分析, 当样品的锆石颗粒较小或者目标区域较小时方采用较小斑束 (通常采用 16  $\mu\text{m}$  和 24  $\mu\text{m}$ ), 所以不同斑束直径获得年龄数据存在数量上的巨大差别, 16  $\mu\text{m}$  和 24  $\mu\text{m}$  的年龄数据相对缺少。对已有数据统计表明, 用小斑束直径获

取的年龄结果与 32  $\mu\text{m}$  的年龄结果偏差较小 (2 Ma 左右), 随着数据量的增加, 将更好地反映不同斑束对锆石年龄结果准确性的影响。因此, 自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室需要在未来一段时间进一步加强对小斑束年龄结果的统计和分析工作, 综合分析不同斑束直径对年龄结果的影响。

(2) 不同时间段仪器检测灵敏度变化对年龄结果的影响

从监控样 Plešovice 锆石的 U-Pb 年龄结果可以看出, 在一个较长时间内 U-Pb 年龄总体上保持稳定并与推荐值一致, 但是在相对较短的时间内, 由于仪器检测灵敏度的动态变化可能会导致分析结果在一定范围内波动。文章以 24  $\mu\text{m}$  束斑直径获得的 Plešovice 年龄结果为例 (图 7), 在选取的某一时间段内所有测点的 U-Pb 年龄加权平均值为  $339.1 \pm 0.6 \text{ Ma}$ , 但在不同时间阶段表现出一定的波动性, 在 5 个相对小的时间阶段内 U-Pb 年龄加权平均值分别为  $337.0 \pm 0.8 \text{ Ma}$ 、 $341.2 \pm 1.6 \text{ Ma}$ 、 $339.2 \pm 1.3 \text{ Ma}$ 、 $341.7 \pm 1.6 \text{ Ma}$  和  $335.9 \pm 1.5 \text{ Ma}$  (图 7)。这种监控样 U-Pb 年龄结果随时间变化的特征表明, 仪器检测灵敏度随时间的变化可能对年龄结果产生一定的影响。在校正样品年龄时, 可以考虑利用所测得的 Plešovice 年龄的加权平均值与推荐值之间的年龄差去校正被测样品年龄, 从而提高被测样品年龄的准确度。

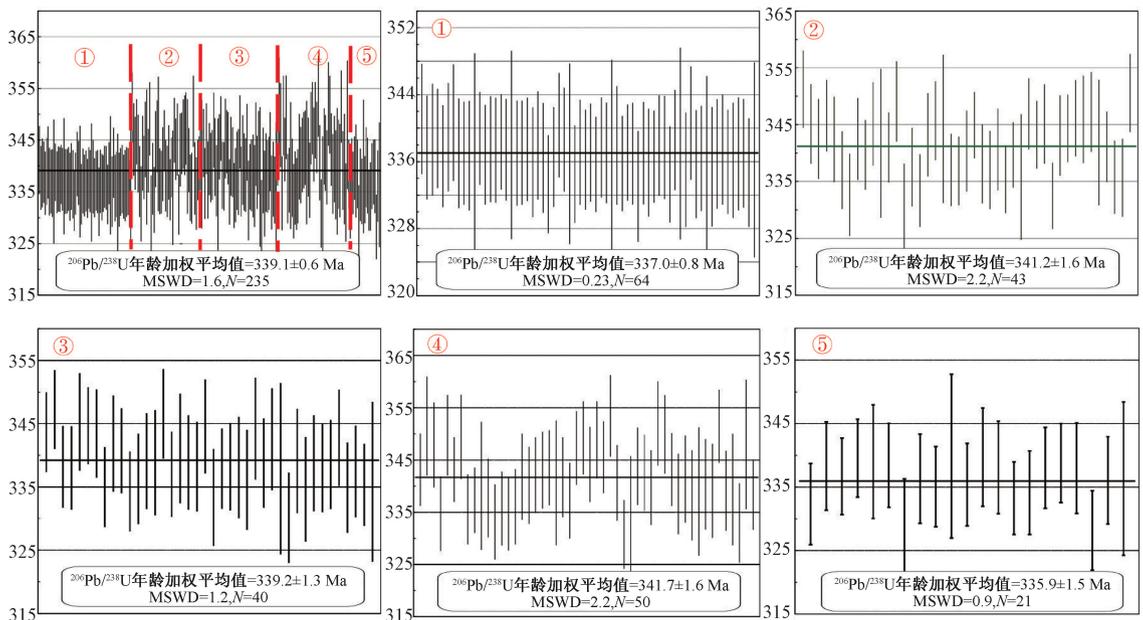


图 7 不同时间段内 24  $\mu\text{m}$  斑束直径获得的 Plešovice U-Pb 年龄加权平均值

Fig. 7 Weighed U-Pb mean ages of the zircon Plešovice with the 24  $\mu\text{m}$  beam spot diameter in different periods

## 5 结论

(1) 利用自然资源部古地磁与古构造重建重点实验室新引进的 GeoLas HD 型 193 nm ArF 准分子激光剥蚀系统和 Agilent 7900 型四极杆电感耦合等离子体质谱仪, 成功建立了 LA-ICP-MS 锆石 U-Pb 测年和微量元素分析方法和实验流程, 通过实验测试确定了仪器最佳工作参数。

(2) 以 91500 为外标, 对 Plešovice、Temoral 和 Qinghu 锆石开展了 LA-ICP-MS U-Pb 同位素分析, 获得了 Temoral 锆石  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $416.0 \pm 1.1$  Ma, Qinghu 锆石  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $160.4 \pm 0.7$  Ma, 3 个不同时间段内 Plešovice 锆石  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $337.34 \pm 0.44$  Ma、 $337.96 \pm 0.45$  Ma 和  $337.95 \pm 0.41$  Ma, 所测结果与标样的推荐值在误差范围允许的条件下一致, 并且在不同时间段内保持了年龄结果的准确性和长期稳定性。

(3) 对未知年龄样品 11-5 开展不同实验室测年结果对比研究, 在此实验室获得的  $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$  年龄加权平均值为  $524.2 \pm 2.4$  Ma, 与此前在中国地质大学(武汉)地质过程与矿产资源国家重点实验室测得的  $523.0 \pm 1.9$  Ma 在误差允许范围内一致, 说明此实验室建立的锆石 U-Pb 同位素分析方法是可靠的。

(4) 以 NIST SRM 610 为外标, 分析了锆石 91500 和 NIST SRM 612 标准样品的微量元素含量, 结果与推荐值一致, 说明利用文章所建立的微量元素测试方法比较可靠, 实验获得的微量元素含量比较准确。

(5) 探索了不同斑束直径对 U-Pb 年龄结果的影响, 结果表明  $16 \sim 44 \mu\text{m}$  剥蚀直径可以获取可靠的锆石 U-Pb 年龄, 在相同的能量密度和剥蚀频率条件下,  $32 \mu\text{m}$  和  $44 \mu\text{m}$  比小斑束直径 ( $16 \mu\text{m}$  和  $24 \mu\text{m}$ ) 所测得的锆石 U-Pb 年龄更加精准。

(6) 讨论了不同时间段仪器检测灵敏度变化对年龄结果的影响, 认为利用监控样 U-Pb 年龄的加权平均值与推荐值之间的差值去校正被测样品年龄, 可以提高被测样品年龄的准确度。

致谢: 感谢中国地质科学院矿产资源研究所侯可军博士和西北大学地质学系第五春荣教授等在测试技术与方法方面的帮助与指导。感谢中国地质

科学院地质研究所王彦斌研究员对本文提出的宝贵意见。

## References

- BLACK L P, KAMO S L, ALLEN C M, et al., 2003. TEMORA 1: a new zircon standard for Phanerozoic U-Pb geochronology [J]. *Chemical Geology*, 200 (1-2): 155-170.
- CORFU F, HANCHAR J M, HOSKIN P W O, et al., 2003. Atlas of zircon textures [J]. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 153 (1): 469-500.
- FU L B, WEI J H, ZHANG D H, et al., 2015. A review of LA-ICPMS analysis for individual fluid inclusions and its applications in ore deposits [J]. *Journal of Central South University (Science and Technology)*, 46 (10): 3832-3840. (in Chinese with English abstract)
- FU Y, SUN X M, LI D F, et al., 2017. LA-ICP-MS U-Th-Pb dating and trace element geochemistry of allanite: implications on the different skarn metallogenesis between the Giant Beiya Au and Machangqing Cu-Mo- (Au) deposits in Yunnan, SW China [J]. *Minerals*, 7 (12): 251.
- GUO H H, XIAO Y L, GU X P, et al., 2014. LA-ICP-MS allanite U-Th-Pb LA-ICP-MS Allanite U-Th-Pb geochronology study on Guangdong Xinfeng REE-rich granite [J]. *Acta Geologica Sinica*, 88 (6): 1025-1037. (in Chinese with English abstract)
- HOU K J, LI Y H, TIAN Y R, 2009. In situ U-Pb zircon dating using laser ablation-multi ion counting-ICP-MS [J]. *Mineral Deposits*, 28 (4): 481-492. (in Chinese with English abstract)
- JOCHUM K P, WEIS U, STOLL B, et al., 2011. Determination of reference values for NIST SRM 610-617 glasses following ISO guidelines [J]. *Geostandards and Geoanalytical Research*, 35 (4): 397-429.
- LEI H J, SHEN X M, LIU X J, et al., 2021. LA-ICP-MS in-situ zircon U-Pb dating and its application in zircon geochronology of the Jianchuan Syenite in Western Yunnan [J]. *Geotectonica et Metallogenia*, 45 (4): 822-838. (in Chinese with English abstract)
- LI Z L, LIU X J, XIAO W J, et al., Geochronology, geochemistry and Hf isotopes of volcanic rocks in Pingxiang area, southwest Guangxi: implications for the latest stage of paleo-Tethyan ocean northward subduction [J]. *Journal of Geomechanics*, 25 (5): 932-946. (in Chinese with English abstract).
- LI X H, LIU Y, LI Q L, et al., 2009. Precise determination of Phanerozoic zircon Pb/Pb age by multicollector SIMS without external standardization [J]. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 10 (4): Q04010.
- LI X H, TANG G Q, GONG B, et al., 2013. Qinghu zircon: a working reference for microbeam analysis of U-Pb age and Hf and O isotopes [J]. *Chinese Science Bulletin*, 2013, 58 (36): 4647-4654.
- LI X H, LIU X M, LIU Y S, et al., 2015. Accuracy of LA-ICPMS zircon U-Pb age determination: an inter-laboratory comparison [J]. *Science China Earth Sciences*, 58 (10): 1722-1730.
- LIN X, LIU H J, WU Z H, et al., 2021. Provenance study on geochemical elements of detrital K-feldspar in Quaternary gravel layer

- in Yichang and its geological significance [J]. *Journal of Geomechanics*, 27 (6): 1024-1034.
- LIU E T, ZHAO J X, WANG H, et al., 2021. LA-ICPMS *in-situ* U-Pb geochronology of low-uranium carbonate minerals and its application to reservoir diagenetic evolution studies [J]. *Journal of Earth Science*, 32 (4): 872-879.
- LIU Y S, HU Z C, ZONG K Q, et al., 2010. Reappraisal and refinement of zircon U-Pb isotope and trace element analyses by LA-ICP-MS [J]. *Chinese Science Bulletin*, 55 (15): 1535-1546.
- LIU Y S, HU Z C, LI M, et al., 2013. Applications of LA-ICP-MS in the elemental analyses of geological samples [J]. *Chinese Science Bulletin*, 58: 3863-3878. (in Chinese with English abstract)
- LUAN Y, HE K, TAN X J, 2019. In situ U-Pb dating and trace element determination of standard zircons by LA-ICP-MS [J]. *Geological Bulletin of China*, 38 (7): 1206-1218. (in Chinese with English abstract)
- LUDWIG K R, 2003. ISOPLOT 3.00: a geochronological toolkit for Microsoft excel [M]. Berkeley: Berkeley Geochronology Center.
- PENG L, LI Q Z, CHAI F D, et al., 2017. Single zircon in situ U-Pb age by LA-ICPMS at small beam spot [J]. *Journal of Hefei University of Technology*, 40 (1): 110-116. (in Chinese with English abstract)
- SLÁMA J, KOŠLER J, CONDON D J, et al., 2008. Plešovice zircon—A new natural reference material for U-Pb and Hf isotopic microanalysis [J]. *Chemical Geology*, 249 (1-2): 1-35.
- SUN S S, MCDONOUGH W F, 1989. Chemical and isotopic systematics of oceanic basalts: implications for mantle composition and processes [J]. *Geological Society, London, Special Publications*, 42 (1): 313-345.
- WANG L, YANG L Q, WANG Y P, et al., 2012. In situ U-Pb dating and trace element simultaneity determination of zircon by LA-ICP-MS [J]. *Acta Geoscientia Sinica*, 33 (5): 763-772. (in Chinese with English abstract)
- WIEDENBECK M, HANCHAR J M, PECK W H, et al., 2004. Further characterisation of the 91500 zircon crystal [J]. *Geostandards and Geoanalytical Research*, 28 (1): 9-39.
- XIE L W, ZHANG Y B, ZHANG H H, et al., 2008. *In situ* simultaneous determination of trace elements, U-Pb and Lu-Hf isotopes in zircon and baddeleyite [J]. *Chinese Science Bulletin*, 53 (10): 1565-1573.
- YE L J, XIAO Z B, TU J R, et al., 2019. U-Pb isotopic dating in situ microanalysis of uranium minerals by EPMA and LA-ICPMS [J]. *Acta Geoscientia Sinica*, 40 (3): 479-482. (in Chinese with English abstract)
- YU C, YANG Z M, ZHOU L M, et al., 2019. Impact of laser focus on accuracy of U-Pb dating of zircons by LA-ICPMS [J]. *Mineral Deposits*, 38 (1): 21-28. (in Chinese with English abstract)
- YUAN H L, GAO S, LIU X M, et al., 2004. Accurate U-Pb Age and trace element determinations of zircon by laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. *Geostandards and Geoanalytical Research*, 28 (3): 353-370.
- ZHANG L J, ZHOU T F, 2017. Minerals *in-situ* LA-ICPMS trace elements study and the applications in ore deposit genesis and exploration [J]. *Acta Petrologica Sinica*, 33 (11): 3437-3452. (in Chinese with English abstract)
- ZHOU L L, WEI J Q, WANG F, et al., 2017. Optimization of the working parameters of LA-ICP-MS and its application to zircon U-Pb dating [J]. *Rock and Mineral Analysis*, 36 (4): 350-359. (in Chinese with English abstract)

## 附中文参考文献

- 付乐兵, 魏俊浩, 张道涵, 等, 2015. 单个流体包裹体成分 LA-ICPMS 分析与矿床学应用进展 [J]. *中南大学学报 (自然科学版)*, 46 (10): 3832-3840.
- 郭海浩, 肖益林, 谷湘平, 等, 2014. 广东新丰稀土花岗岩中褐帘石 LA-ICP-MS 的 U-Th-Pb 定年研究 [J]. *地质学报*, 88 (6): 1025-1037.
- 侯可军, 李延河, 田有荣, 2009. LA-MC-ICP-MS 锆石微区原位 U-Pb 定年技术 [J]. *矿床地质*, 28 (4): 481-492.
- 雷海佳, 沈晓明, 刘希军, 等, 2021. LA-ICP-MS 锆石 U-Pb 定年实验流程的建立及其在滇西剑川正长岩锆石年代学中的应用 [J]. *大地构造与成矿学*, 45 (4): 822-838.
- 李政林, 刘希军, 肖文交, 等, 2019. 桂西南凭祥火山岩年代学、地球化学及 Hf 同位素研究: 对古特提斯洋最晚北向俯冲事件的启示 [J]. *地质力学学报*, 25 (6): 932-946.
- 李献华, 唐国强, 龚冰, 等, 2013. Qinghu (清湖) 锆石: 一个新的 U-Pb 年龄和 O, Hf 同位素微区分析工作标样 [J]. *科学通报*, 58 (20): 1954-1961.
- 李献华, 柳小明, 刘勇胜, 等, 2015. LA-ICPMS 锆石 U-Pb 定年的准确度: 多实验室对比分析 [J]. *中国科学: 地球科学*, 45 (9): 1294-1303.
- 林旭, 刘海金, 吴中海, 等, 2021. 宜昌第四纪砾石层钾长石主、微量元素物源研究及其地质意义 [J]. *地质力学学报*, 27 (6): 1024-1034.
- 刘勇胜, 胡兆初, 李明, 等, 2013. LA-ICP-MS 在地质样品元素分析中的应用 [J]. *科学通报*, 58: 3753-3769.
- 栾燕, 何克, 谭细娟, 2019. LA-ICP-MS 标准锆石原位微区 U-Pb 定年及微量元素的分析测定 [J]. *地质通报*, 38 (7): 1206-1218.
- 彭陆, 李全忠, 柴发达, 等, 2017. 单颗粒锆石小束斑 LA-ICPMS 原位微区 U-Pb 年龄的测定 [J]. *合肥工业大学学报 (自然科学版)*, 40 (1): 110-116.
- 王岚, 杨理勤, 王亚平, 等, 2012. 锆石 LA-ICP-MS 原位微区 U-Pb 定年及微量元素的同时测定 [J]. *地球学报*, 33 (5): 763-772.
- 谢烈文, 张艳斌, 张辉煌, 等, 2008. 锆石/斜锆石 U-Pb 和 Lu-Hf 同位素以及微量元素成分的同时原位测定 [J]. *科学通报*, 53 (2): 220-228.
- 叶丽娟, 肖志斌, 涂家润, 等, 2019. LA-ICPMS 与 EPMA 结合测定铀矿物微区原位 U-Pb 年龄 [J]. *地球学报*, 40 (3): 479-482.
- 于超, 杨志明, 周利敏, 等, 2019. 激光焦平面变化对 LA-ICPMS 锆石 U-Pb 定年准确度的影响 [J]. *矿床地质*, 38 (1): 21-28.
- 张乐骏, 周涛发, 2017. 矿物原位 LA-ICPMS 微量元素分析及其在矿床成因和预测研究中的应用进展 [J]. *岩石学报*, 33 (11): 3437-3452.
- 周亮亮, 魏均启, 王芳, 等, 2017. LA-ICP-MS 工作参数优化及在锆石 U-Pb 定年分析中的应用 [J]. *岩矿测试*, 36 (4): 350-359.