文章编号: 0254-5357(2012)01-0024-05

# 矿物中<sup>4</sup>He同位素提取和含量测定研究

胡志中,杨 波,杜 谷,任 静,王 冠 (成都地质矿产研究所,四川成都 610081)

摘要:(U-Th)/He 定年是一种有效的低温热年代学定年技术,现已被广泛应用于地质研究的各个领域, 而矿物中<sup>4</sup>He同位素的有效提取和含量准确测定是该技术的关键。磷灰石和锆石是(U-Th)/He 定年最常 用的矿物,其<sup>4</sup>He提取条件及铀钍含量测定方法都较为成熟;而其他矿物(如磁铁矿、橄榄石、针铁矿、石榴子 石等)的研究则相对较少。文章介绍了当前国内外(U-Th)/He 研究中采用的<sup>4</sup>He同位素提取方法——真空 炉加热法和激光加热法,激光加热法因具有低<sup>4</sup>He背景值和耗时短的优点而成为主要的提取方法。以磷灰 石样品测试为例,介绍了成都地质矿产研究所建立的采用激光加热法和四极杆质谱提取<sup>4</sup>He同位素及其含 量测量过程、含量计算和校正方法。指出未来(U-Th)/He 测试技术除继续改进现有分析方法外,应加强对 更多不同矿物的测试研究。

# Study on <sup>4</sup>He Isotope Extraction and Quantitative Measurements in Minerals

HU Zhi-zhong, YANG Bo, DU Gu, REN Jing, WANG Guan (Chengdu Institute of Geology and Mineral Resources, Chengdu 610081, China)

Abstract: As an effective low-temperature thermochronometer method, the (U-Th)/He dating technique is currently widely applied in geological research. The efficient extraction and accurate content determination of <sup>4</sup>He in minerals are key for the (U-Th)/He dating technique. This paper introduces the laboratory extraction methods of <sup>4</sup>He in minerals and the <sup>4</sup>He content-determination method in Chengdu Institute of Geology and Mineral Resources. Apatite and zircon are the most common minerals for (U-Th)/He dating, while magnetite, olivine, goethite and garnet are used less for (U-Th)/He dating. There are some routine methods for <sup>4</sup>He extraction and U, Th content determination. The resistance furnace heating method and laser heating method <sup>4</sup>He extraction from minerals are introduced, and the latter method being more commonly applied because of the fast analysis and low He background. In Chengdu Institute of Geology and Mineral Resources, the laser heating method and the quadrupole mass spectrometer are used to extract and determine the <sup>4</sup>He content in apatite. This paper describes the <sup>4</sup>He content determination process, calculation and correction method adopted for apatite samples. Furthermore, the alternative minerals should be tested for (U-Th)/He dating to attempt to improve the routine analysis methods. Key words: (U-Th)/He dating; resistance furnace heating method; laser heating method; quantitative

measurement of <sup>4</sup>He isotope

收稿日期: 2011-11-15; 接受日期: 2011-12-08

— 24 —

作者简介: 胡志中,助理工程师,主要从事仪器分析工作。E-mail: hzz\_pot@ yahoo. com. cn。

(U-Th)/He 定年是当前热门的一种低温热年 代学定年技术,该技术因具有对温度敏感和精度高 的优点,而被运用于地质体定年、古地形研究、地质 体热演化、近地表构造活动等地质研究<sup>[1-6]</sup>。该定 年技术是利用锕系元素α衰变产生<sup>4</sup>He(α离子)发 展而来的,而对于多数矿物特别是磷灰石、锆石,其 含有的<sup>4</sup>He同位素主要由U、Th衰变产生。假设矿 物中不含有原始<sup>4</sup>He同位素,则<sup>4</sup>He生成的基本方程 可以表示为<sup>[2]</sup>:

$${}^{4}\text{He} = 8 \times {}^{238}\text{U} \left[ \exp \left( \lambda_{238}t \right) - 1 \right]$$
  
+ 7 × (  ${}^{238}\text{U}/137.88$ )  $\left[ \exp \left( \lambda_{235}t \right) - 1 \right]$   
+ 6 ×  ${}^{232}\text{Th} \left[ \exp \left( \lambda_{232}t \right) - 1 \right]$  (1)

式(1)中,<sup>4</sup>He、<sup>238</sup>U和<sup>232</sup>Th 指测量的原子数,*t* 为放 射性积累的时间或氦的年龄, $\lambda_{238}$ 、 $\lambda_{235}$ 、 $\lambda_{232}$ 分别 为<sup>238</sup>U、<sup>235</sup>U和<sup>232</sup>Th 的衰变常数,(1/137.88)代表了 现今的<sup>235</sup>U和<sup>238</sup>U的比率(丰度之比)。根据公式 (1)可知为了获得待测矿物的年龄,需要准确测定 其中的<sup>4</sup>He、<sup>238</sup>U和<sup>232</sup>Th 同位素含量,而<sup>4</sup>He同位素 提取和含量测定相对于<sup>238</sup>U、<sup>232</sup>Th 难度更大,因此建 立不同矿物中<sup>4</sup>He同位素的有效提取和含量准确测 定的方法对于(U-Th)/He 定年技术十分重要。本 文归纳总结了目前国内外(U-Th)/He 研究中采用 的<sup>4</sup>He同位素提取技术——真空炉加热法和激光加 热法,并简要介绍成都地质矿产研究所(以下简称 "本实验室")建立的<sup>4</sup>He同位素含量测试方法。

### 1 矿物中<sup>4</sup>He同位素的提取

早期(U-Th)/He研究采用双样品法测定同位 素含量:即把待测矿物样品分为两份,分别测定其中 的<sup>4</sup>He和<sup>238</sup>U、<sup>232</sup>Th的同位素含量<sup>[7-8]</sup>。当时为了避 免由于样品中 U、Th 含量不均一而产生的误差,一 般选取尺寸较大的矿物颗粒作为待测样品。但是在 实际研究中发现,如果缺乏对样品中U、Th分布的 详细研究,那么事实上很难确保样品颗粒尺寸满足 U、Th含量均一的要求<sup>[2,9]</sup>。因而随后通过研究改 进了分析方法,采用单样品法测试矿物样品:即测定 同一份样品中母体与子体同位素含量。单样品法虽 然克服了双样品法的不足,但是增加了<sup>4</sup>He同位素 的提取难度,因为提取时一方面需要让样品矿物颗 粒尽可能完全释放出其含有<sup>4</sup>He,另一方面还要避 免造成样品中母体同位素 U、Th 的损失,以确保随 后其含量的准确测定。(U-Th)/He研究中大多采 用将待测矿物置于真空条件下,通过加热的方式提 取待测矿物中<sup>4</sup>He同位素。加热的方式主要是真空 炉加热法和激光加热法。

#### 1.1 真空炉加热法

真空炉加热法是先将待测矿物装入金属容器中,然后放入耐高温真空炉内加热提取<sup>4</sup>He。早期 实验中多以不锈钢或钛作为容器材料,后来为了提 高加热效果以及适应更高提取温度的需要,多采用 传热性好且耐高温的铂金罐作为样品容器,并将其 运用于不同矿物中的<sup>4</sup>He提取<sup>[10-11]</sup>。Aciego 等<sup>[12-13]</sup>在测定橄榄石矿物的(U-Th)/He研究中, 采用将样品装入纯铂金罐中(Pt 纯度 > 99.99%), 置于适合低U、Th 含量样品的特制真空炉内加热提 取<sup>4</sup>He,结果表明该法能够有效提取出需高温提取 条件且尺寸较大的矿物颗粒中的<sup>4</sup>He,并且不会影 响随后的铀、钍含量的准确测定。

加热系统产生的<sup>4</sup>He气体会干扰样品的测定, 而系统产生的<sup>4</sup>He高背景值会使样品的选择受到限 制。由于早期真空炉加热产生的<sup>4</sup>He背景值较高, 因而只能测定体积很大的或者年龄超过几十个百万 年的矿物样品。虽然随着技术的改进,该法已能测 定几个百万年甚至更年轻的矿物样品,但是耗时较 长仍是该法的主要缺点<sup>[14-17]</sup>。

#### 1.2 激光加热法

激光加热法是利用激光技术加热样品提取 <sup>4</sup>He。相对于真空炉加热法,激光加热法具有<sup>4</sup>He背 景值更低、耗时更短的优点。最初研究者采用激光 直接加热矿物样品,实验中发现激光虽能够使样品 完全释放出其含有的<sup>4</sup>He,但同时也会造成U、Th 的 损失。他们推测认为这与激光加热时样品受热不均 有关<sup>[18-19]</sup>。

House 等<sup>[20]</sup>采用激光间接加热矿物的方法克服了此缺点,他们将矿物装入一个微小的(1 mm×1 mm)纯铂或钯胶囊中,然后使用激光加热胶囊,因为铂、钯良好的导热性能够让胶囊内样品均匀受热,从而避免了直接加热带来的U、Th的损失;并且胶囊在加热时产生的<sup>4</sup>He气体极低,不会对样品中的<sup>4</sup>He测定造成干扰。House 等<sup>[20]</sup>使用该法对一些磷灰石标准样品和榍石标准样品年龄测定发现,该法与真空炉加热法测定的年龄一致,并且具有更高的准确性和灵敏度。随后激光加热法逐渐被广大实验室所采用,并相继运用于锆石、萤石、榍石、磁铁矿等不同矿物中的<sup>4</sup>He提取。该加热法是目前(U – Th)/He 研究中<sup>4</sup>He同位素提取的主要方法<sup>[21-28]</sup>。

采用激光加热法,根据待测矿物种类以及铀钍

-25 -

含量测定的预处理方法而选择不同金属作为胶囊材料。磷灰石样品多采用纯铂金作为胶囊材料,其脱 气后通常不从胶囊内取出,直接使用 HNO<sub>3</sub>加热溶 解<sup>[29-30]</sup>。对于锆石等难溶的矿物,一般需要在高温 高压下用混合酸才能将其溶解,但在此条件下铂胶 囊容易被溶解,可能形成<sup>195</sup>Pt<sup>40</sup>Ar<sup>+</sup>和<sup>198</sup>Pt<sup>40</sup>Ar<sup>+</sup>等干 扰物影响铀的测定,因此锆石样品溶解前必须从铂 金胶囊中取出。但在实验中发现采用手工方式将颗 粒与样品分离,可能会造成样品的损失,因而有实验 室采用铌作为样品胶囊,脱气后将含样品的胶囊直 接装入混合酸溶液中在高温高压条件下溶解<sup>[31-33]</sup>。

无论选用真空炉加热法还是激光加热法,提取 矿物中的<sup>4</sup>He同位素,提取时普遍将每个样品在相 同条件下加热多次以确保提取完全。一般而言,不 含包裹体的磷灰石样品通常加热1~2次就能释放 出绝大部分的<sup>4</sup>He。但有些锆石样品却表现出很强 的<sup>4</sup>He保留能力,需要多次加热才能释放出绝大部 分的<sup>4</sup>He。部分磁铁矿样品提取时也出现了同样的 情况,而造成此现象的原因目前还不明确,还有待进 一步的研究阐明<sup>[2,32,34]</sup>。

## 2 <sup>4</sup>He同位素含量测定

<sup>4</sup>He同位素从矿物中提取后,需要通过测定和 含量校正以获知其准确含量,而(U-Th)/He研究 中较多采用四极杆质谱仪测定样品中的<sup>4</sup>He同位素 含量,并以<sup>3</sup>He稀释剂为内标和已知含量的<sup>4</sup>He气体 为标准的方式对其含量进行校正<sup>[29,35]</sup>。目前本实 验室(U-Th)/He研究采用的是 ASI 公司制造的 Alphachron系统——<sup>4</sup>He同位素提取和含量测定仪 进行相关测试,该仪器采用的激光加热法和四极杆 质谱提取并测定矿物中的<sup>4</sup>He含量,含量校正方法 类似前面所述。以磷灰石为例,本实验室<sup>4</sup>He同位 素提取和测定包括以下步骤。

(1)装入样品:将挑选出来符合测试要求的颗粒 装入铂金胶囊中,轻轻加紧胶囊两端使颗粒固定于胶 囊中,但同时保证气体能够交换。然后将包裹样品的 胶囊装入样品盘内(一次最多可装入 25 个胶囊),再 将样品盘置于真空室中抽取真空,当系统真空维持在 10<sup>-6</sup> Pa 时,则准备测定系统中<sup>4</sup>He气体。

(2)系统中<sup>4</sup>He气体测定:打开仪器中<sup>3</sup>He 气罐 向系统加入一定体积的<sup>3</sup>He 气体并和系统中的<sup>4</sup>He 气体混合,充分混合后的气体通过浓缩和纯化进入 HIDEN四极杆质谱仪测定<sup>4</sup>He和<sup>3</sup>He的峰高比值, 以检查系统背景值是否正常,并用于随后的校正计算,该比值表示为(<sup>4</sup>He/<sup>3</sup>He)<sub>Blank</sub>。

(3)<sup>4</sup>He标准气体的测定:打开仪器中<sup>3</sup>He 气罐 和<sup>4</sup>He标准气罐加入与之前测试时同等体积的<sup>3</sup>He 气体及一定体积已知准确含量的<sup>4</sup>He气体,通过相 同的过程测定其比值,此测定在样品测定前后进行 多次,取其平均值用于校正计算,该平均比值表示为 (<sup>4</sup>He/<sup>3</sup>He)<sub>Standard</sub>。

(4)磷灰石样品测定:采用激光加热样品胶囊
5 min(加热温度约为 950~1000 ℃),测定过程与
<sup>4</sup>He标准气体测定过程相同(但不加入标准<sup>4</sup>He气体),此测定重复1~2次,以确保样品完全释放出
<sup>4</sup>He同位素,该比值表示为(<sup>4</sup>He/<sup>3</sup>He)<sub>Sample</sub>。

(5)<sup>4</sup>He同位素含量计算:通过以上测定,样品 中的<sup>4</sup>He同位素含量可以通过以下计算获得:

$$n({}^{4}\text{He})_{\text{Sample}} = n({}^{4}\text{He})_{\text{Standard}} \times \frac{({}^{4}\text{He}/{}^{3}\text{He})_{\text{Sample}} - ({}^{4}\text{He}/{}^{3}\text{He})_{\text{Blank}}}{({}^{4}\text{He}/{}^{3}\text{He})_{\text{Standard}} - ({}^{4}\text{He}/{}^{3}\text{He})_{\text{Blank}}}$$
(2)

式(2)中, $n({}^{4}\text{He})_{\text{Sample}}$ 为样品中<sup>4</sup>He同位素的物质的 量, $n({}^{4}\text{He})_{\text{Standard}}$ 为<sup>4</sup>He标准气体的平均物质的量,其 他物理量的含义同前面所述。由于<sup>4</sup>He标准气罐中 <sup>4</sup>He标准气体物质的量会随着气瓶使用次数而发生 变化,因而需要定期校正罐中标准<sup>4</sup>He气体物质 的量。

当前(U-Th)/He 测试常采用 Durango 磷灰石 作为该方法的标准样品,并用于质量控制。表1为 本实验室对 Durango 磷灰石的测定结果,每个样品 在相同条件下加热两次,测定时系统中<sup>4</sup>He背景值 约为0.010 ncc STP。从实验结果可知第2次提取 出的<sup>4</sup>He含量约为第1次的0.15%,且接近系统背 景值,表明此第1次加热时就已提取完样品中的<sup>4</sup>He 同位素。测试时磷灰石样品通常在相同条件下加热 2~3次,虽然不含包裹体的磷灰石样品通常一次加 热就能释放出其中绝大部分的<sup>4</sup>He,但通过多次加 热以确保样品中<sup>4</sup>He释放完全。

表 1 Durango 磷灰石样品中<sup>4</sup>He测定结果

Table 1	Analytical	results o	of <sup>4</sup> He	in	Durango	apatite	samples
---------	------------	-----------	--------------------	----	---------	---------	---------

碜┰丂	第一次萃取		第二次萃取		
样品	<sup>4</sup> He含量	RSD/%	<sup>4</sup> He含量	RSD/%	
	(ncc STP)	(n = 10)	(ncc STP)	( <i>n</i> = 10 )	
Durango – 1	7.728	0.08	0.011	3.91	
Durango – 2	7.922	0.06	0.010	2.79	

#### 3 结语

(U-Th)/He 年代学定年技术经过多年发展, 特别是<sup>4</sup>He同位素的提取和含量测定方法的不断改 进,提高了该定年技术的准确度和精密度。目前,磷 灰石和锆石是(U-Th)/He 定年最常用的矿物,其 <sup>4</sup>He提取条件及铀钍含量测定方法都较为成熟;而 其他矿物(如磁铁矿、橄榄石、针铁矿、石榴子石等) 的研究相对较少。未来(U-Th)/He 测试技术除继 续改进现有分析方法外,也应加强对更多不同矿物 的测试研究,从而为该方法运用于更多领域提供有 力的技术支持。

#### 4 参考文献

- Ehlers T A. Crustal thermal processes and the interpretation of thermochronometer data[J]. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 2005, 58(1): 315 – 350.
- [2] Farley K A. (U-Th)/He dating: Techniques, calibrations, and applications [J]. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 2002, 47(1): 819-843.
- Clark M K, Farley K A, Zheng D W, Wang Z C, Duvall A R. Early cenozoic faulting of the northern Tibetan Plateau margin from apatite (U-Th)/He ages[J]. Earth and Planetary Science Letters, 2010, 296 (1 2): 78 88.
- [4] Qiu N S, Jiang G, Mei Q H, Chang J, Wang S J, Wang J Y. The Paleozoic tectonothermal evolution of the Bachu Uplift of the Tarim Basin, NW China: Constraints from (U-Th)/He ages, apatite fission track and vitrinite reflectance data [J]. Journal of Asian Earth Sciences, 2011, 41(6): 551-563.
- [5] Ault A K, Flowers R M, Bowring S A. Phanerozoic burial and unroofing history of the western Slave craton and Wopmay orogen from apatite (U-Th)/He thermochronometry[J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2009, 284(1-2): 1-11.
- [6] Ehlers T A, Farley K A. Apatite (U-Th)/He thermochronome try: Methods and applications to problems in tectonic and surface processes [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2003, 206(1-2): 1-14.
- [7] Wolf R A, Farley K A, Silver L T. Assessment of (U-Th)/He thermochronometry: The low-temperature history of the San Jacinto Mountains, California [J]. *Geology*, 1996, 25(1): 65-68.
- [8] 保增宽,袁万明,王世成,汤云晖,韩春明.磷灰石 (U-Th)/He定年技术及其应用简介[J].岩石矿物 学杂志,2005,24(2):126-132.
- [9] Farley K A, Stockli D F. (U-Th)/He dating of

phosphates: Apatite, monazite, and xenotime [J]. Review in Mineralogy and Geochemistry, 2002, 48(1): 559-577.

- [10] Reiners P W, Farley K A, Hickes H J. He diffusion and (U-Th)/He thermochronometry of zircon: Initial results from Fish Canyon Tuff and Gold Butte [J]. *Tectonophysics*, 2002, 349(1-4): 247-308.
- [11] Brady J T, Spotil J A. Southward-young (U-Th)/He ages in the northern California Coast Ranges due to a northward-migrating crustal welt [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2005, 235(1-2):107-122.
- [12] Aciego S M, DePaolo D J, Kennedy B M, Lamb M P, Sims K W W, Dietrich W D. Combining [<sup>3</sup> He] cosmogenic dating with U-Th/He eruption ages using olivine in basalt [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2007, 254(3-4): 288-302.
- [13] Aciego S M, Jourdan F, DePaolo D J, Kennedy B M, Renne P R, Sims K W W. Combined U-Th/He and <sup>40</sup>Ar/<sup>39</sup> Ar geochronology of post-shield lavas from the Mauna Kea and Kohala volcanoes, Hawaii [J]. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 2010, 74 (5): 1620 – 1635.
- [14] Söderlund P, Juez-Larré J, Page L M, Dunai T J. Extending the time range of apatite (U-Th)/He thermochronometry in slowly cooled terranes: Palaeozoic to Cenozoic exhumation history of southeast Sweden[J]. Earth and Planetary Science Letters, 2005, 239 (3-4): 266-275.
- Balestrieria M L, Stuart F M, Persano C, Abbate E, Bigazzi G. Geomorphic development of the escarpment of the Eritrean margin, southern Red Sea from combined apatite fission-track and (U-Th)/He thermochronometry
  [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2005, 231 (1-2): 97-110.
- [16] Adams B, Dietsch C, Owen L A, Caffee M W, Spotila J, Haneberg W C. Exhumation and incision history of the Lahul Himalaya, northern India, based on (U-Th)/ He thermochronometry and terrestrial cosmogenic nuclide methods [J]. *Geomorphology*, 2009, 107 (3-4):285-299.
- [17] Juez-Larré J, Kukowski N, Dunai T J, Hartley A J, Andriessen P A M. Thermal and exhumation history of the Coastal Cordillera arc of northern Chile revealed by thermochronological dating [J]. *Tectonophysics*, 2010, 495 (1-2): 48-66.
- [18] Stuart F M, Persano C. Laser melting of apatite for (U-Th)/He chronology: Progress to date [J]. 1999, EOS, 80 (F): 169.

- [19] Reiners P W, Farley K A. Helium diffusion and (U-Th)/He thermochronometry of titanite [J]. Geochimica et Cosmochimica Acta, 1999, 63 (22): 3845 - 3859.
- [20] House M A, Farley K A, Stockli D F. Helium chronometry of apatite and titanite using Nd-YAG laser heating [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2000, 183(3-4): 365-368.
- [21] Spiegel C, Kohn B, Belton D, Berner Z, Gleadow A. Apatite (U-Th-Sm)/He thermochronology of rapidly cooled samples: The effect of He implantation [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2009, 285(1-2): 105-114.
- [22] Mahéo G, Leloup P H, Valli F, Lacassin R, Arnaud N, Paquette J L, Fernandez A, Haibing L, Farley K A, Tapponnier P. Post 4Ma initiation of normal faulting in southern Tibet. Constraints from the Kung Co half graben[J]. Earth and Planetary Science Letters, 2007, 256(1-2): 233-243.
- [23] Daniší k M, Sachsenhofer R F, Privalov V A, Panova E A, Frisch W, Spiegel C. Low-temperature thermal evolution of the Azov Massif (Ukrainian Shield-Ukraine)—Implications for interpreting (U-Th)/He and fission track ages from cratons[J]. *Tectonophysics*, 2008,456(3-4):171-179.
- [24] Reiners P W, Spell T L, Nicolescu S, Zanetti K A. Zircon (U-Th)/He thermochronometry: He diffusion and comparisons with <sup>40</sup> Ar/<sup>39</sup> Ar dating[J]. Geochimica et Cosmochimica Acta, 2004, 68(8): 1857 - 1887.
- [25] Wolfe M R, Stockli D F. Zircon (U-Th)/He thermochronometry in the KTB drill hole, Germany, and its implications for bulk He diffusion kinetics in zircon
  [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2010, 295 (1-2): 69-82.
- [26] Schmitt A K, Stockli D F, Lindsay J M, Robertson R, Lovera O M, Kislitsyn R. Episodic growth and homogenization of plutonic roots in arc volcanoes from combined U-Th and (U-Th)/He zircon dating [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2010, 295 (1-2): 91-103.

- [27] Blackburn T J, Stockli D F, Carlson R W, Berendsen P. (U-Th)/He dating of kimberlites—A case study from north-eastern Kansas [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2008, 275 (1-2): 111-120.
- [28] Evans N J, Wilson N S F, Cline J S, McInnes B I A, Byrne J. Fluorite (U-Th)/He thermochronology: Constraints on the low temperature history of Yucca Mountain, Nevada[J]. Applied Geochemistry, 2005, 20 (6): 1099 - 1105.
- [29] Emmel B, Jacobs J, Crowhurst P, Daszinnies M C. Combined apatite fission-track and single grain apatite (U-Th)/He ages from basement rocks of central Dronning Maud Land (East Antarctica)—Possible identification of thermally overprinted crustal segments?
  [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2007, 264 (1-2): 72-88.
- [30] Hansen K, Reiners P W. Low temperature thermochronology of the southern East Greenland continental margin: Evidence from apatite (U-Th)/He and fission track analysis and implications for intermethod calibration[J]. Lithos, 2006, 92 (1-2): 117-136.
- [31] Evans N J, Byrne J P, Keegan J T, Dotter L E. Determination of uranium and thorium in zircon, apatite, and fluorite: Application to laser (U-Th)/He thermochronology[J]. Journal of Analytical Chemistry, 2005, 60 (12): 1159-1165.
- [32] Reiners P W. Zircon (U-Th)/He thermochronometry [J]. Reviews in Mineralogy and Geochemistry, 2005, 58(1): 151-176.
- [33] McInnes B I, Evans N J, McDonald B J, Kinny P D, Jakimowicz J. Zircon U-Th-Pb-He double dating of the Merlin kimberlite field, Northern Territory, Australia [J]. Lithos, 2009, 112: 592-599.
- [34] Blackburn T J, Stockli D F, Walker J D. Magnetite (U-Th)/He dating and its application to the geochronology of intermediate to mafic volcanic rocks [J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2007, 259(3-4): 360-371.
- [35] 张彦,陈文.<sup>4</sup>He同位素含量测试技术研究[J].地质 论评,2011,57(2):300-304.