

锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年分析方法进展

刘文博¹, 陶霓^{1,2*}, 孙敬博³, 温汉捷^{1,2}1. 长安大学 地球科学与资源学院, 西安 710054; 2. 自然资源部新能源矿产与资源信息工程技术创新中心, 西安 710054;
3. 中国地质科学院地质研究所 同位素热年代学实验室, 北京 100037

摘要: 锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法是一项结合锆石激光原位微区(U-Th)/He和U-Pb定年技术的前沿方法, 该方法能够实现同时在锆石矿物微区上获得(U-Th)/He和U-Pb两种同位素体系年龄数据。U-Th-Pb-He双定年技术不仅显著提高了(U-Th)/He定年的分析效率, 而且使得(U-Th)/He和U-Pb两种年龄数据更为紧密地耦合起来, 从而揭示矿物及其赋存岩石地层丰富的热演化历史, 增强了这两种同位素年代学体系年龄数据解释的有效性与可靠性。本文系统梳理了锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法的发展历程与现状, 收集了已发表的相关标准样品与自然样品数据, 并尝试分析已有测试数据中可能存在的技术难点与挑战。目前, U-Th-Pb-He双定年方法及其技术流程已能提供一定精度与空间分辨率的同位素和年龄数据, 尽管仍然存在着一些技术困难, 包括⁴He含量的精准测量、U-Th微区不均一和含U-Th显微包裹体对U-Th同位素含量定量分析的影响等, 已有相应的解决方法。国内外相关实验室针对U-Th-Pb-He双定年方法的上述技术问题正在持续开展深入的理论与实验研究, 相关进展有望促进锆石U-Th-Pb-He双定年分析数据精度、可靠性与可解释性, 为地球科学相关领域的研究提供更为准确可靠的技术支撑。

关键词: (U-Th)/He; U-Pb; 双定年; 锆石; 激光原位微区

中图分类号: P597 文章编号: 1007-2802(2025)01-0162-16 doi: 10.3724/j.issn.1007-2802.20240104

A review on the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double datingLIU Wen-bo¹, TAO Ni^{1,2*}, SUN Jing-bo³, WEN Han-jie^{1,2}1. School of Earth Science and Resources, Chang'an University, Xi'an 710054, China;
2. Engineering Technology Innovation Center of New Energy Minerals and Resource Information, Ministry of Natural Resources, Xi'an 710054, China;
3. Laboratory of Isotope Thermochronology, Institute of Geology, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100037, China

Abstract: The zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating method is an innovative frontier method combined with zircon laser *in-situ* (U-Th)/He and U-Pb dating techniques. It can be used to simultaneously obtain the *in-situ* dating data of both the (U-Th)/He and U-Pb two isotopic systems from microanalytical spots of zircons. This technique not only obviously improves the (U-Th)/He dating analytical efficiency, but also offers a better coupling of two chronological datasets of the (U-Th)/He and U-Pb isotopic systems. Thus, more plenty thermal evolution histories of minerals and their hosting rocks and strata can be revealed, the efficiency and reliability of interpretations for dating data of these two isotopic systems can be enhanced. In this paper, the development process and current status of the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating method have been systematically reviewed, the published results of both standards and natural samples have been collected, and the possible associated technical difficulties and challenges in the existed test data have been attemptly analyzed. It also conducts in-depth analysis and

收稿编号: 2024-0086, 2024-05-12 收到, 2024-07-25 改回

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(41703055, 42073054, 42127801); 中央高校基本科研业务费专项项目(300102272207); 中国地质科学院地质研究所基本科研业务费项目(J2311)

第一作者简介: 刘文博(1999—), 男, 硕士研究生, 研究方向: 构造地质学. email: 2023127088@chd.edu.cn

*通信作者简介: 陶霓(1989—), 女, 副教授, 研究方向: 低温热年代学方法与应用. email: ni.tao@chd.edu.cn

引用此文:

刘文博, 陶霓, 孙敬博, 温汉捷. 2025. 锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年分析方法进展. 矿物岩石地球化学通报, 44(1): 162–177

Liu W B, Tao N, Sun J B, Wen H J. 2025. A review on the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating. Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry, 44(1): 162–177

discussion on the current difficulties and challenges. Up to now, the isotopic dating data with a certain precision and spatial resolution are capably provided by application of the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating method and its technical process. Although there are still some technical difficulties and challenges, including precise measurement of ^4He content, the influences of U-Th micro-heterogeneity and/or U-Th-bearing micro-inclusions of zircons on the quantitative analysis of contents of U-Th isotopes, some relevant solutions are provided. The in-depth theoretical and experimental researches on the above-mentioned technical difficulties of the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating method are being actively and continuously carried out by researchers in laboratories at home and abroad. It is expected that some relevant research progresses will further improve the accuracy, reliability and interpretability of the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating data, and provide more accurate and reliable technical support for researches of earth sciences and related fields.

Key words: (U-Th)/He; U-Pb; double dating; zircon; laser *in-situ* microanalysis

0 引言

锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年分析方法, 即在同一颗锆石矿物颗粒上, 同时原位上获得(U-Th)/He和U-Pb两种同位素体系的微区(20~100 μm)年龄(Evans et al., 2015; Horne et al., 2016)。锆石U-Pb年龄反映的是U-Pb同位素体系对~900 $^{\circ}\text{C}$ 高温地质过程的响应(Mattinson, 1978; Cherniak, 1993; Burgess et al., 2021; Wu et al., 2023), 而锆石(U-Th)/He热年代学对应的是160~200 $^{\circ}\text{C}$ 温度区间(Reiners et al., 2004; Guenthner et al., 2013)的地质过程。这二者的结合是探讨造山带(许长海等, 2010; Wang et al., 2012; 胡瑞忠等, 2014; Deng et al., 2016; Liu et al., 2017; Yang et al., 2017; Tao et al., 2019)或岩体抬升剥露过程(李齐等, 2001; 李海兵等, 2008; 袁万明等, 2009; 常健等, 2011; 吕红华等, 2013; 杨莉等, 2022)、沉积盆地成熟度与热历史(郑德文等, 2000; 邱楠生等, 2010; Shi et al., 2011; Wu et al., 2016; Tao et al., 2017; 孙敬博等, 2017; 陶霓, 2017)、物源分析(Xu et al., 2017; 徐杰和姜在兴, 2019; Zawacki et al., 2022)、矿床剥蚀与保存(周祖翼等, 2003; McInnes et al., 2009; 常远等, 2010; Danišik et al., 2013; Tao et al., 2023; 胡儒权和武丽艳, 2024)、地形地貌演化(Shen et al., 2016; Monteiro et al., 2018; 刘静等, 2018)以及新构造活动过程(陶亚玲等, 2020; 王洋等, 2022)等中上地壳地质作用与过程的重要方法(Yan et al., 2009; Tang et al., 2014; Wu et al., 2016)。

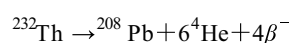
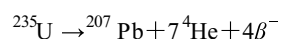
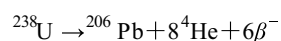
尽管已经有传统的方法来获得锆石(U-Th)/He年龄即传统单颗粒全溶法(Reiners, 2005; Evans et al., 2005; 黄勇等, 2021)和U-Pb年龄, 如热电离质谱(TIMs法)、二次离子探针(SIMS法)、激光剥蚀电感耦合等离子体质谱仪(LA-ICP-MS法)等(徐夕生等, 2003; 袁洪林等, 2003; 刘勇胜等, 2004), 但同时在微

区上获得(U-Th)/He和U-Pb年龄, 不但能够显著提高分析效率, 更重要的是具有同源性的两种年龄数据可将其分别对应的地质过程更为紧密地耦合在一起。这种双定年方法允许我们更准确地重构冷却过程与热历史, 大大强化年龄数据地质解释的可靠性。近年来, 国内外学者开始了在锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方面的探索与尝试, 初步建立了这一方法的理论基础, 提出了若干技术路线, 并逐步对标准样品和自然样品进行实验验证与应用, 积累了一定数量的原始数据。本文系统梳理锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法的发展历程与主要进展, 总结主流测试方法和分析手段, 讨论目前所面临的核心技术难点与挑战, 为系统了解锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法的现状与可适用性提供重要参考。

1 LA-ICP-MS锆石U-Th-Pb-He双定年基本原理

锆石是一种在地壳中常见的矿物, 它含有的铀(U)、钍(Th)和钷(Sm)等元素具有放射性, 能够自发或人工诱发发生 α 衰变、裂变等过程(Parrish, 1990; 李献华等, 2013)。(U-Th)/He测年就是根据矿物中母体同位素 ^{238}U 、 ^{235}U 、 ^{232}Th 、 ^{147}Sm 发生 α 衰变产生 ^4He 子体同位素发展而来。其中, ^{147}Sm 产生的 ^4He 含量远远低于其他三种同位素, 因此计算中通常不予考虑。

U、Th同位素 α 衰变方程如下:



根据上述衰变方程, 得到 ^4He 年龄计算基本公式为:

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

式中, ^4He 、 ^{238}U 、 ^{235}U 、 ^{232}Th 为测量的现今含量; t 指代的是 ^4He 积累的时间即(U-Th)/He年龄; λ_{238} 、 λ_{235} 、 λ_{232} 分别是 ^{238}U 、 ^{235}U 、 ^{232}Th 的衰变常数($\lambda_{238}=1.551\times 10^{-10}\text{ a}^{-1}$, $\lambda_{235}=9.849\times 10^{-10}\text{ a}^{-1}$, $\lambda_{232}=4.948\times 10^{-11}\text{ a}^{-1}$; Farley, 2002)。

衰变过程中产生的 α 粒子(^4He)具有4~8 MeV的初始动能,使得 α 粒子在形成后能够在晶体内部运移一段距离后才停止,这个距离称为 α 停止距离(Farley et al., 1996)。 α 停止距离的长短不仅和初始动能有关,而且与所在母体类型、晶体成分和密度等相关(Farley et al., 1996)。 ^{238}U 、 ^{235}U 、 ^{232}Th 及 ^{147}Sm 的 α 停止距离不同,分别为15.55 μm 、18.05 μm 、18.43 μm 及4.76 μm (Ketcham et al., 2011),具体数值还取决于周围基质的成分。由于 α 停止距离会使矿物颗粒边部的 α 粒子溅射离开晶体,导致测得的 α 粒子含量偏低、(U-Th)/He年龄随之偏小,该现象称为 α 溅射效应。

锆石矿物U、Th含量还会受到其邻近矿物U、Th浓度的影响。具体来说,如果锆石矿物晶体外围存在含U、Th浓度较高(高于锆石)的物质, α 粒子则会被植入到锆石晶体内部,这就可能会造成(U-Th)/He年龄较实际年龄偏大(Spiegel et al., 2009; Murray et al., 2014)。在大多数情况下,锆石晶体的U、Th浓度通常较基质更高,因此,外部基质 α 粒子植入对年龄的影响仅在基质U、Th含量异常高的特殊情况下予以分析校正。然而, α 溅射效应是普遍存在的,直接导致(U-Th)/He年龄偏低(Farley et al., 1996),因此需要采取相应的措施或方法对偏差进行校正。曾有学者提出采用机械手段去除晶体最外层20 μm 的部分,但该方法实施难度大,仅对宝石级样品进行过试验性操作(如Sri Lanka锆石和Durango磷灰石等;Farley, 2002),不适用于晶体形态复杂、粒度仅数十微米(常见颗粒粒度多不超过300 μm)的大部分自然样品。Farley等(1996)提出另一种方式是对年龄进行 F_T 校正。Farley等(1996)通过研究 α 溅射效应对球状、桶状和立方体状矿物晶体中He保存性的影响,指出待测矿物的最小粒径须不小于80 μm ,才能通过引入 F_T 因子比较有效地校正 α 溅射效应,获得比较准确的锆石(U-Th)/He校正年龄:

$$F_T = 1 - 3S/4R + S^3/16R$$

$$T_{\text{校正年龄}} = T_{\text{实测年龄}} / F_T$$

式中, F_T 代表锆石中He的总保存率, S 为 α 粒子的平均停止距离, R 为等效球半径。

U-Pb测年的基本原理同样也是基于U同位素的 α 衰变,但是与(U-Th)/He测年相比,U-Pb体系对应的母体与子体同位素分别是 ^{238}U 、 ^{235}U 与 ^{206}Pb 、 ^{207}Pb ,是最早

用来测定地质年龄的放射性同位素测年方法之一(Fryer et al., 1993; Rowley et al., 1997):

$$^{206}\text{Pb} = ^{238}\text{U} (e^{\lambda_{238}t} - 1)$$

$$^{207}\text{Pb} = ^{235}\text{U} (e^{\lambda_{235}t} - 1)$$

式中, t 为矿物的U-Pb年龄, λ 是衰变常数。

LA-ICP-MS是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(刘勇胜等, 2013; 李献华等, 2015)。自20世纪80年代开创激光和电感耦合等离子体联用技术以来,该系统具有原位、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(Gray, 1985; Jackson and Günther, 2003)。激光剥蚀进样系统(LA)将固体样品直接导入电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)中,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的实际检测能力及应用范围(Corfu et al., 2003; 侯振辉, 2020; 王森等, 2022)。LA-ICP-MS锆石U-Pb定年是利用激光(现多为准分子激光)将锆石表面剥蚀(几微米至数十微米之间),剥蚀的粒子通过载气被引入质谱仪进行含量分析,通过测量锆石中U、Th、Pb各种同位素比值,计算获得锆石的U-Pb年龄(王磊等, 2015; 张清清等, 2020; 曾礼传等, 2023)。

LA-ICP-MS锆石U-Th-Pb-He双定年的基本原理是使用激光剥蚀锆石颗粒,获得匹配的 ^4He 、 ^{204}Pb 、 ^{206}Pb 、 ^{207}Pb 、 ^{235}U 、 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{230}Th 和 ^{147}Sm 等同位素数据,获得(U-Th)/He与U-Pb年龄(图1)。不难看出,锆石LA-ICP-MS U-Th-Pb-He双定年方法需要高精度的稀有气体质谱仪、等离子体质谱仪及各自适用的激光剥蚀系统,还需要考虑激光剥蚀点位的选择和同位素含量计算方法,而这些方面也构成了目前U-Th-Pb-He双定年方法研究关注的焦点与难点。

2 研究进展与现状

2.1 国外研究进展与现状

2.1.1 (U-Th)/He测年发展历程 (U-Th)/He同位素定年技术的发展经历了3个阶段(付山岭和赵成海, 2017):

①1987—2000年,通过采用马弗炉对矿物颗粒进行加热,提取 ^4He 后,再使用X射线荧光光谱法(XRF)或TIMS对U-Th含量进行分析(Zeitler et al., 1987; Lippolt et al., 1994; Wolf et al., 1996; Tagami et al., 2003)。该方法耗时长、系统误差大,且难以控制加热速率,不利于 ^4He 的扩散研究;

②2000—2006年,House等(2000)首次采用激光

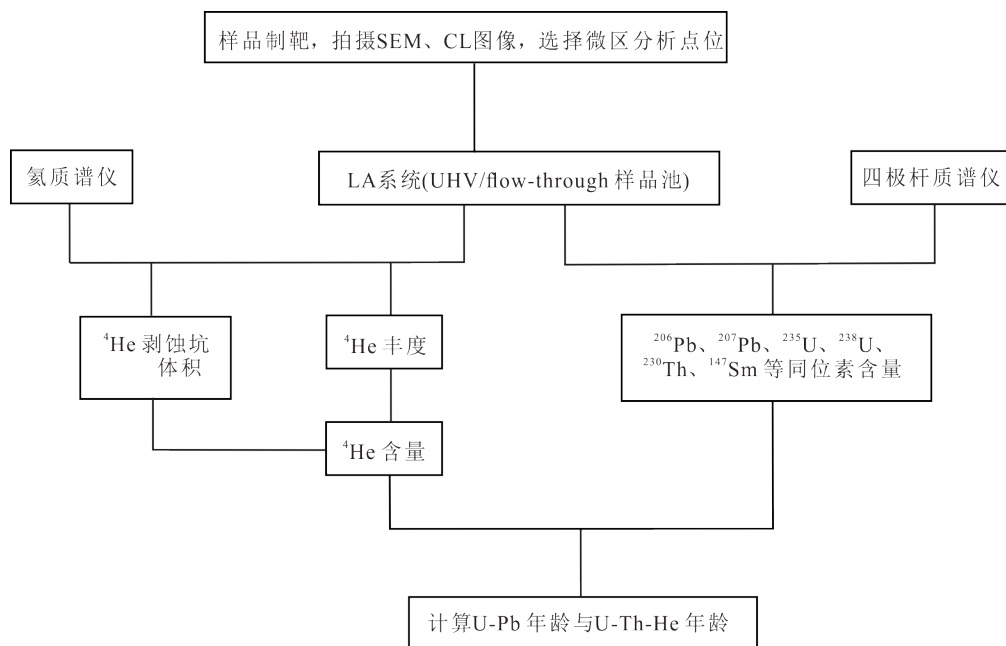


图1 锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年流程图(引自陶霓,2017;Wu et al.,2023)

Fig.1 A flow chart of the zircon laser *in-situ* microanalytical U-Th-Pb-He double dating method (after Tao,2017;Wu et al.,2023)

方法加热放置于铂或铌囊内的磷灰石、榍石矿物和锆石矿物(Reiners et al.,2004)颗粒来提取 ^4He ,经过酸溶后采用同位素稀释法在ICP-MS上进行U-Th含量的测试。该方法的测试对象是单颗粒矿物晶体,实验流程具体为:(1)显微镜下观察锆石矿物颗粒、表征颗粒特征(包括透明度、晶型、是否含有包裹体或裂缝、颗粒长、宽、高测量等);(2)将经过挑选的锆石单颗粒置入微细高纯度铌金属管内,使用二极管激光器加热,提取、测量 ^4He 含量;(3)将已抽取氦气的锆石颗粒溶解(借助强酸、高压釜、烘箱等工具),使用同位素稀释法在电感耦合等离子体质谱仪上测量U、Th含量(Evans et al.,2005);(4)计算(U-Th)/He初始年龄,并进行 F_T 校正以克服颗粒边缘的氦溅射过程造成(U-Th)/He原始年龄数据较“真实值”偏小的问题(Farley,2002)。传统全溶方法 ^4He 本底值远低于真空炉方法,具备明显优越性,这也是目前广泛使用的技术,然而,这种方法也具有明显的弊端,包括:(1)实验人员虽然耗费相当长的时间在显微镜下观察矿物颗粒,但是肉眼在光学显微镜下始终不能识别矿物晶体内部的显微包裹体、成分环带,这种情况下使用单颗粒的子体、母体含量计算(U-Th)/He年龄,难以确定年龄数据的真实性,妨碍分析数据的地质意义。(2)传统全溶锆石(U-Th)/He方法须借助强腐蚀性的氟化氢溶液溶解锆石颗粒,对实验操作人员有潜在的安全隐患。传统方法的这些弊端激发研究人员开发能够克服以上缺点的(U-Th)/He定年方法。

③Boyce等(2006)开创了原位(U-Th)/He同位素定年技术研究,取得了显著成果,并使用原位微区激光剥蚀技术方法,在无U、Th分带的巴西宝石级独居石样品(常用为电子探针分析标样)中较为准确地测量出 ^4He 含量(表1)。该独居石样品的U、Th含量为多个电子探针点分析数据的平均值,分别高达 1516×10^{-6} 和 83243×10^{-6} 。该方法获得的(U-Th)/He年龄与传统方法结果分别为 $(455.3\pm 3.7)\text{ Ma}(2\sigma)$ 和 $(449.6\pm 9.8)\text{ Ma}(2\sigma)$,在误差范围内是一致的。Boyce等(2009)接着证明了上述方法同样适用于来自普通花岗岩样品的独居石,并提出由于(U-Th)/He体系子体 ^4He 在晶体内存在 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的衰变反冲距离,其有效母体不是 ^4He 剥蚀坑内的母体,而是 ^4He 剥蚀坑及其周围 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 范围内的母体,因此应采用比子体剥蚀坑半径更大、深度更深的母体剥蚀坑采集“有效母体含量”。“有效母体含量”概念的提出,对于获得有意义的母体含量十分重要。

Vermeesch等(2012)应用激光剥蚀 ^{29}Si 信号的程度来校正标准和未知样品之间的可变烧蚀深度,提出了一种基于同位素比值测量与标样已知(U-Th)/He年龄获得样品(U-Th)/He年龄的方法。该方法须将未知样品与标样间隔分析,标样消耗量大,用于碎屑锆石激光(U-Th)/He研究或大量样品的分析有一定难度。

Tripathy-Lang等(2013)针对电子探针测量锆石、磷灰石等常见(U-Th)/He测年载体矿物(U、Th含量几十到几百ppm)精度受限这一问题,使用SIMS获取了Ladakh Range碎屑锆石微区U-Th含量(表1)。 ^4He 含

表 1 近年激光原位微区 (U-Th) /He与U-Th-Pb-He定年研究方法汇总
Table 1 Summary of recent methodological studies on the zircon laser *in-situ* microanalytical (U-Th) /He and U-Th-Pb-He dating methods

方法技术	测试样品	激光原位 (U-Th)/He测试方法			方法文献
		He含量	U-Th含量	(U-Th)/He年龄	
激光原位微区 (U-Th)/He定年	标准样品:巴西独居石 地质样品:巴基斯坦花岗岩独居石	³ He稀释剂法+ Balzers Prisma四极杆质谱仪 测量He;干涉显微镜激光共焦显微镜测量子 体剥蚀坑体积	电子探针直接测量 电子探针直接测量; 有效母体含量校正	由于子体与母体同位素 含量直接计算	Boyce et al.,2006 Boyce et al.,2009
	标准样品:Sri Lanka锆石	193 nm准分子激光器 MAP 215-50磁质谱仪测量标样与未知样品 的He含量	LA-ICP-MS测量标样与未知样品的Th/U值	Th/U值耦合法间接获得	Vermeesch et al.,2012
	地质样品:拉达克地区碎屑 锆石	Durango标样+Helix SFT质谱仪测量He;干涉 显微镜测量子体剥蚀坑体积	SIMS测量含量	由于子体、母体含量直接 计算	Tripathy-Lang et al.,2013
	标准样品:LGC-1	RESOCHRON+ ³ He示踪剂+Pfeiffer PrismaPlus™四极杆质谱仪;原子力 显微镜测量子体剥蚀坑体积	Compex 102准分子激光器+Agilent 7700 ICP- MS/New Wave NWR193 激光剥蚀系统 + Agilent 7700 ICP-MS		Tian et al.,2017
	标准样品:Sri Lanka锆石	RESOCHRON+Alphachron™ 氦质谱仪测量He;原子力显微镜测量子体 剥蚀坑体积	RESOCHRON+Alphachron™ 氦质谱仪测量He;原子力显微镜测量子体 剥蚀坑体积		Evans et al.,2015
激光原位微区 U-Th-Pb-He双定年	标准样品:Fish Canyon凝灰 岩的锆石和榍石	Analyte G2激光剥蚀系统+Alphachron™氦 质谱仪或Pfeiffer-Balzers Prisma四极杆质谱 仪测量He;干涉显微镜测量子体和母体剥蚀坑 体积测量	Analyte G2激光剥蚀系统+Thermo iCAP Q质谱仪	由于子体、母体含量直接 计算	Horne et al.,2016
	地质样品:Gonfolite碎屑锆石	193 nm准分子激光器 Analyte G2激光剥蚀系统+ ³ He稀释剂法+ 四极杆质谱仪	Analyte G2激光剥蚀系统+同位素稀释法+ Thermo Fisher Element2单接收ICP-MS		Malusa et al., 2022
	地质样品:Northern Awash碎 屑锆石	Analyte G2激光剥蚀系统+Nu仪器公司的 惰性气体质谱仪	Analyte G2激光剥蚀系统+Thermo iCAP Q质谱仪		Zawacki et al.,2022
	标准样品:SAO1碎屑锆石	RESOCHRON+干涉显微镜/共聚焦激光扫描 显微镜测量剥蚀坑体积	RESOCHRON+Thermo iCAP Q质谱仪		Wu et al.,2023

量的测量没有沿用 ^3He 稀释剂法,而是采用测量外标Durango磷灰石的 ^4He 来校正样品的 ^4He 含量。

Tian等(2017)介绍了一种新的Sri Lanka锆石参考物质LGC-1,用于原位(U-Th)/He定年,这种锆石是一种潜在的年龄参考材料,具有厘米大小的宝石质量属性,已与世界各地的许多实验室共享(Hourigan et al., 2005; Dunkl et al., 2024)。Tian等(2017)应用LA-ICP-MS方法来测定U-Pb年龄,在科廷大学进行原位(U-Th)/He定年,方法大致遵循Evans等(2015)的方案。这项研究为锆石(U-Th)/He定年方法提供了新的标样物质支持。中国地震局地质研究所地震动力学国家重点实验室对LGC-1分别成功开展了传统和激光原位微区方法进行(U-Th)/He定年(Hao et al., 2023)。

Wu等(2023)对一种新的天然锆石标准矿物SA01进行原位(U-Th)/He定年。这种天然锆石母核素如U、Th、Sm分布均匀,表现为锆石阴极发光(CL)图像发光程度较暗,没有分区,激光拉曼光谱同样显示单个矿物碎片结构是均匀的。该研究在中国科学院地质与地球物理研究所(U-Th)/He实验室的测试流程与Evans等(2015)的方案相似。SA01锆石测试结果具有可重复的传统与原位方法(U-Th)/He年龄、Th/U值,激光原位微区分析得到的(U-Th)/He年龄和Th/U值与常规单颗粒全溶得到的(U-Th)/He年龄、Th/U值一致,表明结构和组成的均质性使其成为传统和激光原位微区(U-Th)/He和U-Pb定年的良好标准物质。

激光原位微区(U-Th)/He测年作为一种独立的测试技术,其方法在最近十年日趋成熟,已发展为热年代学领域的技术创新点和关注焦点(Boyce et al., 2006, 2009; Vermeesch et al., 2012; Tripathy-Lang et al., 2013; 陶宽, 2017)。激光原位微区(U-Th)/He定年测试不再只单纯依赖对矿物的人工镜下观察,而是结合阴极发光(CL)、扫描电镜图像对矿物颗粒内部结构和成分的反映,选择原位微区分析的点位。对比传统方法,激光原位微区(U-Th)/He定年技术有以下主要优势:(1)能够在矿物颗粒内部选择微区测试位置,有更高的空间分辨率;(2)大大降低了由于矿物颗粒内部结构(如显微包裹体、成分环带等)的不可见、不可知造成的数据无法评估和解释的可能;(3)传统方法中存在的颗粒边缘的氦溅射效应可以通过选择距离矿物颗粒边缘大于20 μm 的激光微区分析点位来解决(Boyce et al., 2006; Tripathy-Lang et al., 2013),因此无需再进行矿物颗粒体积测量和与之相关的 F_T 校正,提高了(U-Th)/He年龄数据和原始同位素数据之间的相关度;(4)提高了分析的效率和自动化程度;(5)无需实验人员进行强腐蚀性溶解操作。

2.1.2 U-Th-Pb-He双定年发展历程 激光原位微区(U-Th)/He定年技术的上述发展为开发U-Th-Pb-He双定年方法提供了重要的标样积累和方法基础。目前,已有澳大利亚科廷大学(Evans et al., 2015)、亚利桑那州立大学实验室(Horne et al., 2016; Zawacki et al., 2022)和德克萨斯大学奥斯汀分校UTChron实验室(Malusà et al., 2022)等实验室成功将LA-ICP-MS锆石U-Pb和(U-Th)/He定年测试结合起来,获得了同一颗锆石颗粒上的U-Pb和(U-Th)/He年龄。

Evans等(2015)使用RESOLUTION激光剥蚀系统分别联机专门用于分析氦含量的稀有气体质谱仪(AlphachronTM)和常规Agilent 7700s四极杆质谱仪,实现用LA-ICP-MS直接原位测量Sri Lanka锆石标样的He和U、Th、Sm、Pb的含量。RESOLUTION激光剥蚀系统配备Complex 102准分子激光器,所发射的193 nm激光可以在锆石颗粒表面产生较为规整的近平底剥蚀坑,同时不明显熔融样靶上的其他物质,有助于更为准确地测量剥蚀坑体积。AlphachronTM氦质谱仪加载 ^3He 稀释剂和 ^4He 标准气体用于稀释和测量 ^4He 含量,无需外标,准确度较高。Evans等(2015)仅测量 ^4He 剥蚀坑体积而无需测U、Th的剥蚀孔体积便可得到(U-Th)/He年龄,其关键在于(U-Th)/He体系母体含量通过LA-ICP-MS数据获得。激光探针或短波脉冲式激光提取氦气对周围介质的加热影响较小或可忽略不计,该实验采用了较宽且较浅的 ^4He 激光剥蚀坑,对U、Th、Sm、Pb进行更窄、更深的烧蚀,这种方法提高了氦坑体积测量的准确性,这是准确确定年龄的关键因素。每增加一次剥蚀坑体积测量都会增大整个测试的测量误差和系统误差,所以应尽量简化测试步骤。该研究形成了LA-ICP-MS原位微区U-Th-Pb-He双定年的方法雏形:(1)矿物晶体样靶抛光并进行CL和扫描电镜拍照,在远离颗粒边缘、包裹体和裂缝的区域选为分析点;(2)使用193 nm准分子激光剥蚀系统和氦同位素质谱仪组合测量 ^4He ;(3)确定剥蚀坑体积用于计算样品 ^4He 含量时的单位换算($\text{mole}/\mu\text{m}^3$ 和 mole);(4)使用LA-ICP-MS测量 ^{204}Pb 、 ^{206}Pb 、 ^{207}Pb 、 ^{235}U 、 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{230}Th 、 ^{147}Sm 等同位素含量;(5)采用k-calibration参数校正法计算(U-Th)/He和U-Pb年龄。

Malusà等(2022)对阿尔卑斯山Gonfolite Group碎屑锆石开展了双定年测试。具体做法是把未抛光的锆石颗粒固定在一英寸的圆形环氧树脂上,进行锆石U-Pb深度剖面测定,然后选择具有U-Pb定年消融坑的、非火山/深成锆石颗粒进行He分析,其对应的U、Th和Sm浓度则使用Thermo Fisher Element²单收集器 ICP-MS进行同位素稀释来测定,最终通过计算得出U-Pb

和(U-Th)/He的年龄。U-Pb和(U-Th)/He双重定年年龄数据提供了关于岩浆和剥露事件的时间约束,证明了结合地层序列对热年代学年龄趋势进行分析的重要性,为原位双定年方法应用于碎屑热年代学并进行正确地质解释的应用范例。

激光原位剥蚀技术能够快速高效地同步测定多种矿物单颗粒的微区U-Pb年龄和(U-Th)/He年龄。Horne等(2016)系统描述了激光剥蚀双定年技术(Laser Ablation Double Dating, LADD)。LADD集成了激光剥蚀气体源质谱(LA-GMS)和LA-ICP-MS,来确定锆石形成U-Pb的时间和封闭温度较低(140~200 ℃)的(U-Th)/He热年代学年龄。Horne等(2016)通过将LADD技术应用于特征良好的Fish Canyon凝灰岩标准锆石和钛矿晶体证明了其可行性。Zawacki等(2022)应用LADD技术对碎屑锆石进行了(U-Th)/He和U-Pb分析(图2)。该研究选取的锆石来自于Northern Awash(NA)粉砂质粘土和West Turkana(WTK)细粒到中粒砂质沉积,采用Frantz磁选和LST重液法分离出锆石,对其进行打磨去除外部20~30 μm部分,接着在矿物颗粒边缘位置选择激光点位并应用具有更好的检测极限和更高精度的惰性气体质谱仪(相较于小型四极杆质谱仪)上分析He。这种方法的分析流程较为简化提高了碎屑矿物的U-Th-Pb-He双定年的效率,并减少或消除传统(U-Th)/He分析中由于选择性挑选晶体而造成的采样偏差。

综合以上,目前锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年测试的实验流程归纳如下:首先,在双目显微镜下对锆石矿物颗粒进行人工挑选,制靶并抛光,进行CL和扫描电镜照相,利用照片仔细观察锆石颗粒内部的成分分布和包裹体结构,以作为测年时选择点位的依据。其次,提取氦气时,将样靶载入激光器真空样品舱内,并将激光器与分析测量⁴He的惰性气体质谱仪相连接。使用激光斑束剥蚀抛光的锆石样品表面提取氦气(斑束直径~20~50 μm,斑束直径应根据颗粒大小、预期(U-Th)/He年龄和⁴He含量等因素进行调整)。斑束位置应远离包裹体并且距离颗粒边缘大于20 μm。使用冷的和热的Ti-Zr吸气装置对剥蚀产生的气体进行净化处理,并向净化后的待测气体内加入³He。³He与待测气体扩散进入质谱仪以进行³He/⁴He值测量。依据同位素稀释法,每个剥蚀坑释放的⁴He含量可以通过³He气体的含量、已知体积的⁴He气体标样的含量计算得出。每个样品点测试后,测试一个空白点(与样品点测试各项参数设置相同,但不触发激光剥蚀样品)。每4个样品点测试后,测试一个已知体积的⁴He气体标样。再次,通过显微扫描技术扫描⁴He剥蚀坑,计算剥蚀坑体积。剥蚀坑体积测量完成后,将样品靶载入有载气通过的准分子激光剥蚀系统,并将其与四极杆质谱仪联机,测试U、Th、Sm、Pb等元素的多种同位素(²³⁸U, ²³⁵U, ²³²Th, ²³⁰Th, ¹⁴⁷Sm, ²⁰⁴Pb, ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb, ²⁰⁸Pb等)的含量。分析点选择放置在先前的

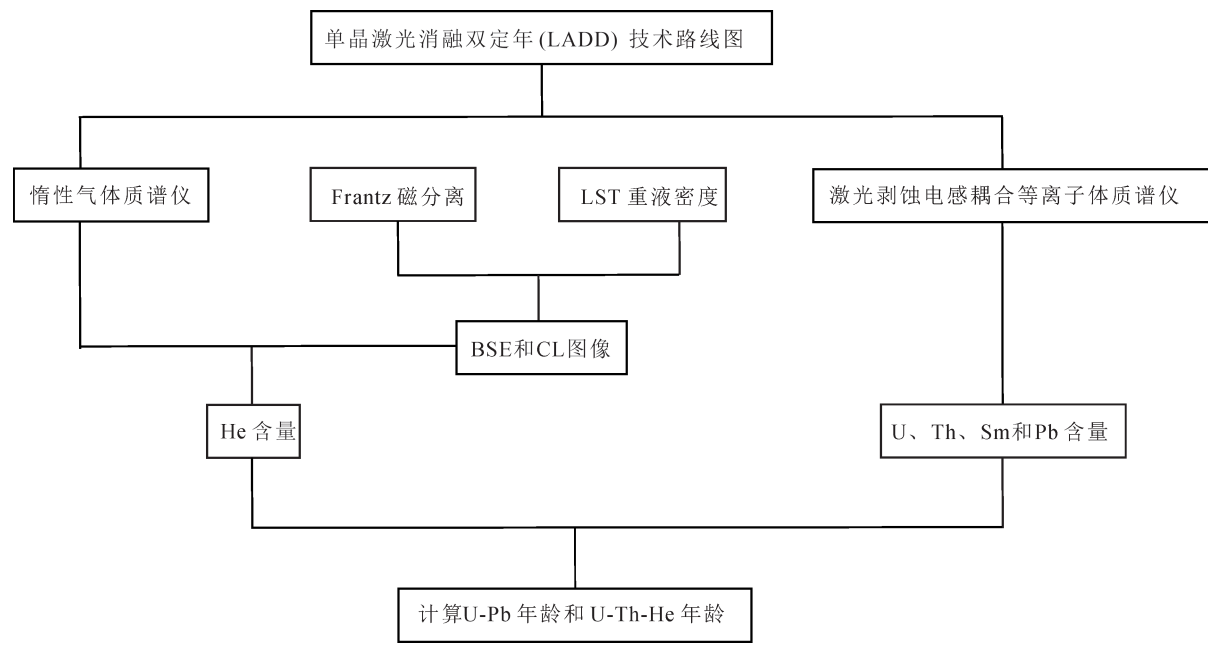


图2 单晶激光消融双定年(LADD)技术路线图(引自Horne et al.,2016;Zawacki et al.,2022)
Fig.2 The laser ablation double dating (LADD) technological roadmap for single crystal
(after Horne et al.,2016;Zawacki et al.,2022)

^4He 剥蚀坑中心,激光斑束半径为 ^4He 剥蚀坑半径 $\pm 20\ \mu\text{m}$ 。增大激光强度使剥蚀坑深度为 ^4He 剥蚀坑深度 $\pm 20\ \mu\text{m}$ 。NST 610(^{29}Si)作为主标样来计算元素含量。分别使用以上步骤同时获得的He、U、Th、Sm的同位素数据计算(U-Th)/He年龄,Pb、U、Th的同位素数据计算U-Pb年龄。

部分研究尽管报道了一些“双定年”年龄数据,但其锆石(U-Th)/He年龄仍旧应用传统方法(单颗粒全溶)获得(Campbell et al., 2005; Reiners, 2005; McInnes et al., 2009),因而尚不能视为真正的锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年数据。在我国,近年来多家科研院所与高校陆续筹建(U-Th)/He年代学实验室,包括中国地质科学院地质研究所、中国科学院地质与地球物理研究所、中国地震局地质研究所、中国石化无锡石油地质研究所、中国科学院地球化学研究所、中国科学院地球环境研究所、中国地质大学(北京、武汉)、应急管理部国家自然灾害防治研究院、浙江大学、中山大学、西北大学和成都理工大学等。这些实验室大多数配有先进的超真空激光剥蚀系统、氦质谱仪、四极杆ICP-MS等分析仪器,其中中国科学院地质与地球物理研究所的(U-Th)/He实验室已经成功建立了激光原位(U-Th)/He定年方法,实现了SA01标准锆石的原位(U-Th)/He定年(Wu et al., 2023)。

2.2 定年结果精确度和误差分析

为了更直观地比较激光原位微区方法与传统单颗粒全溶法(U-Th)/He年龄结果(图3),本文对部分已发表的锆石标准样品和自然样品的年龄数据(附表1)进行了系统的收集和分析。

孙敬博等(2017)对来自伦敦大学学院地球科学系实验室开发的Sri Lanka标准锆石进行了传统(U-Th)/He测年,年龄范围为 $(446.6\pm 16)\sim(489.5\pm 18.6)\ \text{Ma}$ (图3),加权平均值为 $(479.0\pm 8.0)\ \text{Ma}$,与该实验室的参考值 $(470\pm 11)\ \text{Ma}$ (Tian et al., 2017)在误差范围内一致。孙敬博等(2017)还应用传统方法测得FCT锆石的(U-Th)/He年龄范围为 $(25.81\pm 1)\sim(30.72\pm 0.9)\ \text{Ma}$,加权平均值为 $(28.18\pm 0.51)\ \text{Ma}$,与参考值 $(28.48\pm 0.03)\ \text{Ma}$ (Schmitz and Bowring, 2001)一致。Tian等(2017)和Hao等(2023)都对LGC-1锆石进行了传统方法定年,分别测得其(U-Th)/He年龄加权平均值为 $(462.0\pm 21.0)\ \text{Ma}$ (图3)和 $(484.1\pm 9.6)\ \text{Ma}$ (图3),在误差范围内一致,体现了传统方法测试数据具有较高的准确度和可重现性。

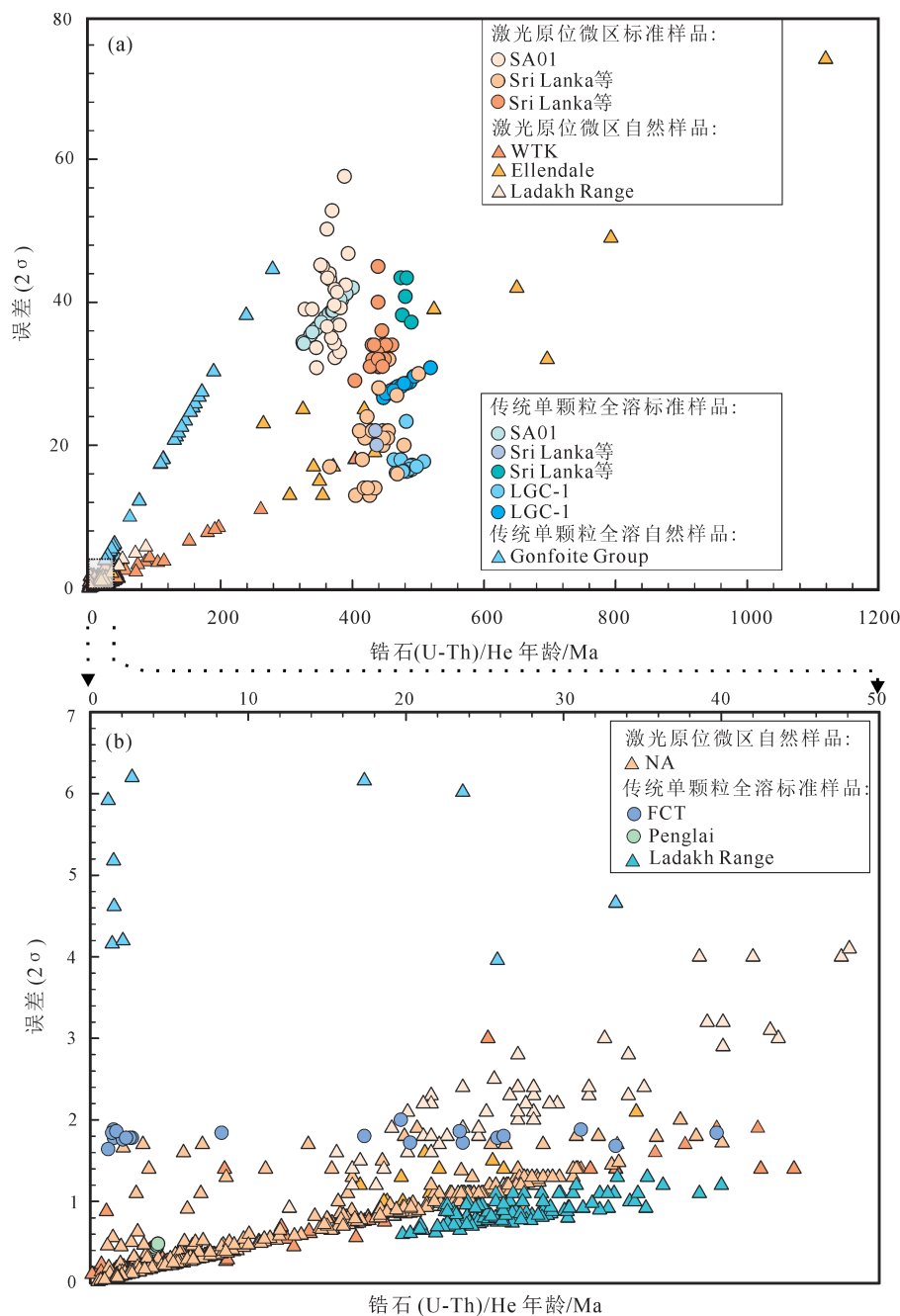
根据Boyce等(2006)的数据,对于U和Th分布均匀的宝石级独居石矿物,传统方法获得的3个平行样品的年龄分别为 $(449\pm 17)\ \text{Ma}$ (2σ ,下同)、 $(450\pm 17)\ \text{Ma}$

和 $(450\pm 18)\ \text{Ma}$,平均年龄为 $(449.6\pm 9.8)\ \text{Ma}$,显示出很高的精确度。然而,同一样品采用激光原位剥蚀法获得的28个点位的年龄范围则更广,为 $(438.1\pm 9.1)\sim(480.2\pm 10)\ \text{Ma}$,平均年龄为 $(455.3\pm 3.7)\ \text{Ma}$ (图3),各点位的年龄分布较为分散,这表明激光原位剥蚀法的(U-Th)/He年龄精度相对传统方法较差。尽管如此,与传统方法的溶样过程和 α 粒子射出效应校正相比,对于颗粒较大($>200\ \mu\text{m}$)、形状不规则且富含U、Th的锆石、磷钇矿和独居石等矿物,激光原位剥蚀法依然是一个可行的选择,特别是对于成分均匀的大颗粒锆石和独居石,其测试准确性可能会高于成分不均匀、带有环带的颗粒。Wu等(2023)应用传统方法和激光原位方法分别测得SA01标准锆石年龄为 $(325\pm 17.2)\sim(400.4\pm 21)\ \text{Ma}$ 和 $(328\pm 19.5)\sim(390.1\pm 21.2)\ \text{Ma}$ (图3),加权平均值分别为 $(358.5\pm 9.2)\ \text{Ma}$ 与 $(363.7\pm 13.6)\ \text{Ma}$,在误差范围内一致,激光原位方法的加权平均年龄误差相对稍大。Tripathy-Lang等(2013)对另一种Sri Lanka标准锆石也进行激光原位微区方法测年,其(U-Th)/He年龄范围为 $(404\pm 18.5)\sim(460\pm 17)\ \text{Ma}$ (图3),与Evans等(2015)的年龄范围一致,可见相比传统方法,激光原位微区方法标准锆石年龄具有较大的离散度。

近年来也有一些研究将激光原位微区(U-Th)/He方法拓展到自然样品。Tripathy-Lang等(2013)研究获得印度喜马拉雅西北部Ladakh Range碎屑锆石自然样品的传统和激光原位(U-Th)/He加权平均年龄分别为 $(27\pm 0.4)\ \text{Ma}$ (离散度为14%)与 $(29\pm 0.9)\ \text{Ma}$ (离散度为34%)(图3)。激光原位微区方法在锆石定年中具有一定的优势,并与传统方法的结果相吻合。然而,对于特定样品和研究目的,选择合适的方法进行年龄测定仍然需要综合考虑样品特征和研究需求。

本文对部分已发表的锆石标准样品与自然样品U-Th-Pb-He双定年数据(附表1)进行了整理,对比分析了这些定年技术的准确性和可靠性(图4)。

Evans等(2015)对Sri Lanka标准锆石和Ellendale碎屑锆石自然样品进行激光原位微区U-Th-Pb-He双定年,结果显示,Sri Lanka标准锆石的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄范围为 $(536\pm 7)\sim(582\pm 9.5)\ \text{Ma}$ (1σ ;下同)(图4),加权平均值为 $(566\pm 4.5)\ \text{Ma}$,激光原位方法年龄波动较大,范围为 $(400\pm 6.5)\sim(463\pm 8)\ \text{Ma}$,加权平均值为 $(422\pm 4.5)\ \text{Ma}$ 。还采用传统方法测得的Sri Lanka标准锆石13个全颗粒(U-Th-Sm)/He年龄非常一致,均为 $(437\pm 10)\ \text{Ma}$ (附表1)。Evans等(2015)获得了澳大利亚西部Ellendale碎屑锆石自然样品 $(17.1\pm 0.6)\sim(34.6\pm 1.0)\ \text{Ma}$ 的原位(U-Th-Sm)/He年龄(图3),数据离散(离散度高达155%),其 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄范围为



数据来源: Tripathy-Lang等(2013); Evans等(2015); 孙敬博等(2017); Tian等(2017); Malusa等(2022); Zawacki等(2022); Hao等(2023); Wu等(2023)

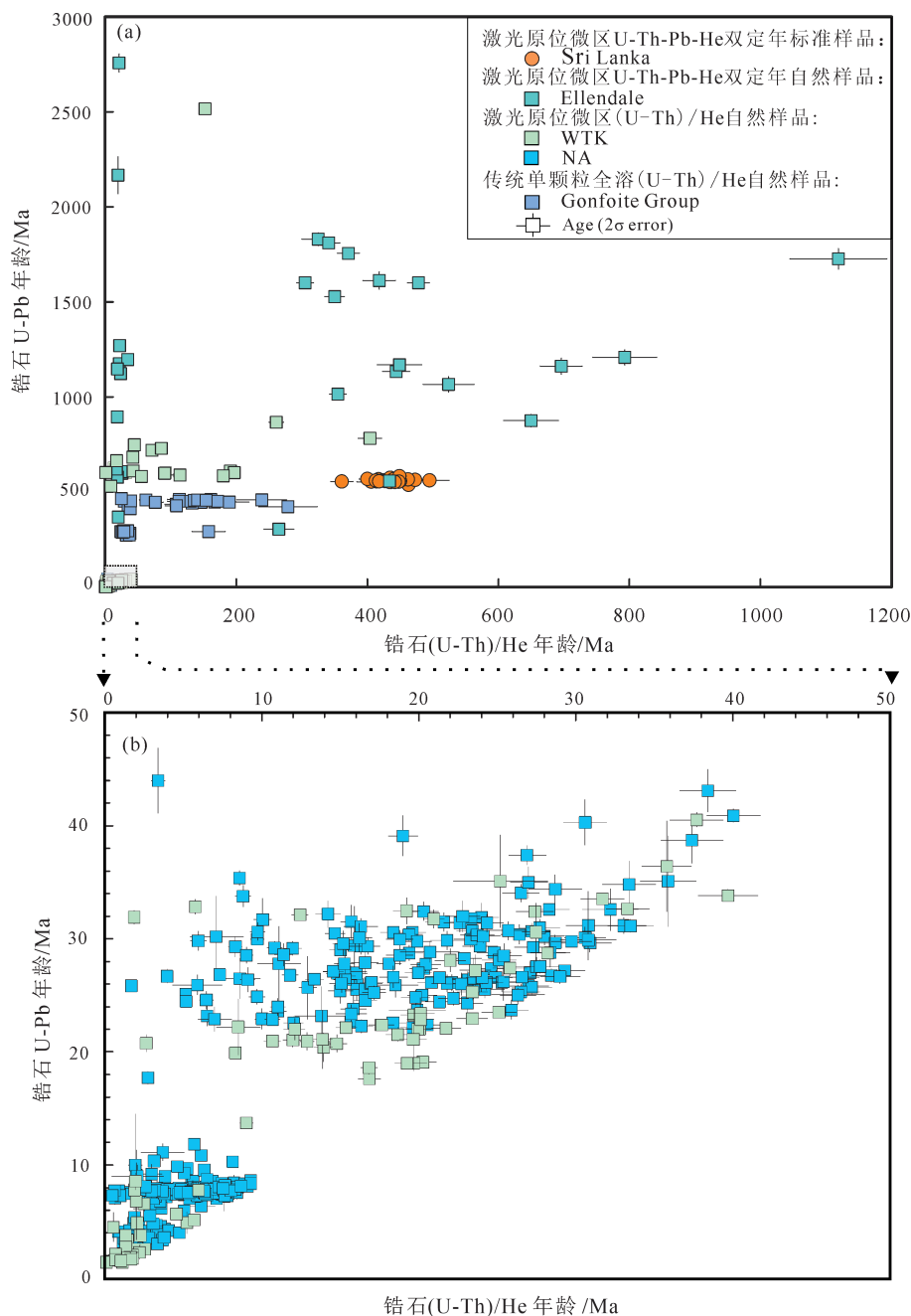
图3 部分已发表的锆石标准样品与自然样品激光原位微区与传统单颗粒全溶法 (U-Th)/He 年龄数据

Fig.3 Compilation of published (U-Th)/He dating data of zircons from standards and natural samples by using the laser in-situ microanalytical and conventional crystal dissolution methods

(368 ± 5.5)~(2757 ± 24) Ma, 显示出较大的离散度(离散度为54%)。

Zawacki等(2022)利用激光原位微区方法对东非裂谷两个主要的裂谷盆地Northern Awash和West Turkana开展了基于碎屑锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年技术的物源分析与裂谷发育过程研究(图4)。该研究获得了Northern Awash盆地4个样品379粒和

West Turkana盆地1个样品109粒碎屑锆石(U-Th)/He和U-Pb双定年年齡。Northern Awash盆地(U-Th)/He和U-Pb年龄范围分别为(0.62 ± 0.02)~(40.01 ± 0.86) Ma和(2.87 ± 0.07)~(35.39 ± 0.35) Ma。其中, $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄集中分布在7~8 Ma(峰值为7.75 Ma)、<5 Ma(峰值为3.7 Ma)以及始新世晚期到中新世早期。West Turkana盆地(U-Th)/He和U-Pb年龄范围分



数据来源: Evans等(2015); Malusà等(2022); Zawacki等(2022)

图4 部分已发表的锆石标准样品与自然样品U-Th-Pb-He双定年数据

Fig.4 Compilation of published U-Th-Pb-He double dating data of zircons from standards and natural samples

别为 $(0.11 \pm 0.05) \sim (196.9 \pm 4.2)$ Ma和 $(1.41 \pm 0.043) \sim (2515.9 \pm 4.3)$ Ma, 峰值为1.6 Ma。两个盆地锆石(U-Th)/He年代反映了在裂谷环境中, 地层低温同位素体系被晚期基性火山活动和/或热液活动相关热过程部分重置。尽管大多数锆石(U-Th)/He年龄明显小于同一锆石的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄, 值得注意的是, 两个盆地中都有部分锆石具有相同/接近的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 和(U-Th)/He年龄, 表明盆地源区岩浆锆石结晶时间与喷发时间间隔短。该研究很好地反映了激光原位微区

U-Th-Pb-He双定年方法可以高效测定大量样品, 尤其是碎屑锆石样品, 对于揭示沉积物源组成及其有关的地质与热演化过程尤其独到的优势。

3 分析难点与解决路径

锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法的改进在多个方面取得了显著成效。首先, 通过该方法的高空间分辨率和高精度分析, 能够更准确地解析地质事件和环境演化, 从而揭示地球历史的更多细节。其

次,其快速测定和高效性使得能够处理大量样品,尤其是碎屑样品,为研究人员提供了更全面地了解地质事件机制和影响的机会。这些成效已经在地质年代学、矿床学和沉积学等多个领域得到了应用,例如用于矿床成因(McInnes et al., 2009),以及沉积物源的组成(Xu et al., 2017; Zawacki et al., 2022; Dunkl et al., 2024)与环境演化(Shen et al., 2016; Monteiro et al., 2018; 刘静等, 2018)的关系。这些成效的实现主要得益于先进的仪器设备和精密的实验流程,例如高分辨率的激光原位微区分析仪器以及对数据处理和解释的不断优化。

在进行锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年的过程中,存在着一些难点,研究人员通过不断探索和改进,尝试提出了一些解决路径。锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法的难点主要有以下3个方面:①激光微区(U-Th)/He分析中,没有仪器可以精准地同时测量子体同位素 ^4He 和母体同位素 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{147}Sm 的含量,子体和母体的含量需要分别在两次激光剥蚀中获得,尽管这两次激光剥蚀可以在同一位置进行,但两次剥蚀的并不是完全相同的物质;②锆石内部常见的U-Th环带结构和 ^4He 在晶体内部平均 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的衰变反冲距离对(U-Th)/He微区分析是有影响的。锆石颗粒表层的U-Th环带/分带结构指示U-Th母体含量的不均一。(U-Th)/He微区测年采用的激光斑束半径可能跨越不止一个的U-Th成分带;③锆石晶体内部显微包裹体对同位素微区分析结果的影响。锆石晶体内部如果存在高U、Th含量的包裹体,一方面,在(U-Th)/He或U-Pb同位素分析中会释放出异常多的U、Th母体,造成同位素年龄较真实值偏小。另一方面,高U、Th含量包裹体衰变产生的 ^4He 会溅射进入邻近区域,造成 ^4He 衰变反冲距离范围内的 ^4He 含量异常增高,导致(U-Th)/He年龄较真实值偏大。

针对上述难点,在激光微区(U-Th)/He分析中,子体同位素 ^4He 和母体同位素 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{147}Sm 的含量不能精准地同时测量,这一难点目前可以通过提取母体的激光斑束与提取子体时留下的激光剥蚀坑同心放置来最大限度的加以克服(Tripathy-Lang et al., 2013)。已有实验室采用同心激光斑束方法原位分析锆石和磷灰石样品(U-Th)/He体系的子体和母体含量,其结果与标样参考值在误差内是一致的,说明同心斑束方法是可行的(Tripathy-Lang et al., 2013; Evans et al., 2015; Horne et al., 2016)。提取氦并测量其同位素含量的仪器是专用的一种惰性气体质谱仪——氦质谱仪。氦质谱仪,与普通ICP-MS不同,具有高真空系统,能够测量样品中氦同位素丰度,特别是测量低浓度下的氦同位素,以进行地质年代学定年研究。在颗粒

成分均匀的情况下测定 ^4He 同位素含量时,剥蚀坑大小的选择是决定 ^4He 含量是否能被准确测量的关键。激光剥蚀较浅时,剥蚀坑体积近似圆柱体,但无法获得足够测量的He;剥蚀坑较深时,剥蚀坑呈现不规则状,剥蚀坑的体积也很难准确测量。剥蚀坑体积计算是制约原位微区(U-Th)/He定年技术发展的关键因素之一,需明确建立体积计算公式的技术方案。此外,激光剥蚀过程中的热效应会导致剥蚀坑周边区域释放He气从而影响 ^4He 的测定。因此,在实验过程中,应评估侧向释放He对最终结果的影响程度,并建议将 ^4He 同位素含量的测试误差控制在2%(2σ)以下,且尽可能追求更低的误差。对于 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{206}Pb 等同位素来说,如何保证未知样品和标准样品的剥蚀坑的直径和深度相等是准确测定上述同位素含量的关键。建议在不同类型的仪器上进行 ^{238}U 、 ^{232}Th 、 ^{206}Pb 等同位素含量测试,以比较其测试结果的准确性,如可在四极杆ICP-MS、多接收ICP-MS及SIMS上测定。在进行(U-Th)/He微区分析时,主要有锆石内部常见的U-Th环带结构和 ^4He 在晶体内部平均 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的衰变反冲距离的影响,解决这一难点,测量母体的激光斑束同心圆半径应比测量 ^4He 子体的斑束同心圆半径大 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ (U、Th、Sm衰变产生的He在锆石晶体内的平均衰变反冲距离(Farley et al., 1996),同时增大激光强度使大斑束同时比小斑束深 $\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ (Boyce et al., 2006; Tripathy-Lang et al., 2013; Horne et al., 2016),这样母体激光斑束覆盖了氦溅射效应可影响范围内的全部母体成分环带,保证测量全部可能对剥蚀坑内的 ^4He 含量有贡献的母体的含量。运用多种显微(三维)成像技术(阴极发光、透射光和反射光等),能够一定程度削弱锆石晶体内部的(U、Th含量异常)显微包裹体对同位素微区分析结果的影响。在进行原位测试之前,需要确保所选择的激光微区分析点位与任何识别到的包裹体的距离大于 $20\text{ }\mu\text{m}$ (^4He 衰变反冲距离)。原子力显微镜是一种通过检测探针和样品作用力来呈现样品表面形貌的高分辨率技术,适用于微细平整样品表面的分析(刘延辉等, 2003; Yang et al., 2014),而共聚焦激光扫描显微镜具有快速成像速度和大样品扫描范围的优势,适用于处理大样品数量(White and Aoms, 1987; Minsky, 1988)。通过整合这些显微技术,可以准确地刻画激光剥蚀坑形态,降低相关物质含量测量误差,从而保证同位素微区分析结果的准确性。此外,随着 ^4He 测试技术的进步,当 ^4He 检测限足够低时,低U、Th含量的矿物进行原位(U-Th)/He同位素定年也将成为可能,这也是未来该领域重要的发展趋势之一(付山岭和赵成海, 2017)。样品靶制备的选材也是亟待解决的问题之

一。传统上,锆石样品靶材质选用环氧树脂,但其挥发分可能对提取He气产生影响,进而导致最终结果出现偏差(Horne et al., 2016; Hao et al., 2023)。尽管还有其他材料如聚四氟乙烯(Evans et al., 2015; Tian et al., 2017)和钢(Boyce et al., 2006, 2009; Vermeesch et al., 2012; 付山岭和赵成海, 2017)被用来制备样品靶,但每种材料都有其局限。其中,钢具有足够的延展性,可以制作相对坚固的氦气分析支架,但其制备方法复杂且繁琐;聚四氟乙烯可以在透射光下观察到包裹体,但它对颗粒的吸附能力较低,难以固定小样品。一种新型的锡合金材料因其硬度高、抛光性能好,以及在高真空下具有较低的脱气率,被认为是一种有潜力的制靶材料(Hao et al., 2023)。

4 结束语

锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法能够同时获取锆石微区的(U-Th)/He和U-Pb年龄数据,极大提高了分析效率,并增强了年代学数据解释的可靠性和有效性。该方法实施流程关键步骤,包括锆石样品的选择和制备、激光原位微区分析、同位素含量测量和年龄计算。实验过程中存在的关键技术难点是精准测量⁴He含量、U-Th微区不均一性以及锆石内部U-Th含量异常显微包裹体对同位素含量分析的影响等。解决这些难点不仅有赖于进一步改进分析技术和标定方法,还需要加强对于样品中可能存在的地质复杂性的理解。目前锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法,最主流的分析仪器配置是(双样品池)激光剥蚀+ICP-MS系统,该系统能够在锆石中准确地确定微区的元素组成和同位素比值,更高效、更准确进行地质样品分析。锆石激光原位微区U-Th-Pb-He双定年方法已经并将继续应用于年龄测定、解析地质事件、理解地质过程及其机制,为地质学及相关领域年代学研究提供了更准确可靠的技术支持。

附表1见<http://10.3724/j.issn.1007-2802.20240104>

作者贡献声明: 刘文博,数据收集、分析与总结,图件绘制、论文撰写及排版;陶霓,论文构思和指导撰写、图件选择与校对、论文审阅与修改;孙敬博,论文审阅和修改;温汉捷,论文指导和审阅。

利益冲突声明: 作者保证本文无利益冲突。

致谢: 感谢两位匿名审稿人对本文提出的建设性意见及建议。

参考文献 (References):

Boyce J W, Hodges K V, Olszewski W J, Jercinovic M J, Carpenter B D,

- Reiners P W. 2006. Laser microprobe (U-Th)/He geochronology. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 70(12): 3031–3039
- Boyce J W, Hodges K V, King D, Crowley J L, Jercinovic M, Chatterjee N, Bowring S A, Searle M. 2009. Improved confidence in (U-Th)/He thermochronology using the laser microprobe: An example from a Pleistocene leucogranite, Nanga Parbat, Pakistan. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 10(9): 1525–2027
- Burgess S D, Vazquez J A, Waythomas C F, Wallace K L. 2021. U-Pb zircon eruption age of the Old Crow tephra and review of extant age constraints. *Quaternary Geochronology*, 66: 101168
- Campbell I H, Reiners P W, Allen C M, Nicolescu S, Upadhyay R. 2005. He Pb double dating of detrital zircons from the Ganges and Indus Rivers: Implication for quantifying sediment recycling and provenance studies. *Earth and Planetary Science Letters*, 237(3–4): 402–432
- 常远, 许长海, Peter W.Reiners, 周祖翼. 2010. 米仓山—汉南隆起白垩纪以来的剥露作用: 磷灰石(U-Th)/He年龄记录. *地球物理学报*, 53(4): 912–919 [Chang Y, Xu C H, Reiners P, Zhou Z Y. 2010. The exhumation evolution of the Micang Shan-Hannan uplift since Cretaceous: Evidence from apatite (U-Th)/He dating. *Chinese Journal of Geophysics*, 53(4): 912–919 (in Chinese with English abstract)]
- 常健, 邱楠生, 左银辉, 李翠翠. 2011. 塔里木柯坪塔格地区构造抬升的新证据: 来自(U-Th)/He年龄的约束. *地球物理学报*, 54(1): 163–172 [Chang J, Qiu N S, Zuo Y H, Li C C. 2011. The new evidence on tectonic uplift in Kepingtage Area, Tarim, China: Constraints from (U-Th)/He ages. *Chinese Journal of Geophysics*, 54(1): 163–172 (in Chinese with English abstract)]
- Cherniak D J. 1993. Lead diffusion in titanite and preliminary results on the effects of radiation damage on Pb transport. *Chemical Geology*, 110(1–3): 177–194
- Corfu F. 2003. Atlas of zircon textures. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 53(1): 469–500
- Danišik M, Evans N J, Ramanaidou E R, McDonald B J, Mayers C, McInnes B I A. 2013. (U-Th)/He chronology of the Robe River channel iron deposits, Hamersley Province, Western Australia. *Chemical Geology*, 354: 150–162
- Deng B, Yong Z Q, Liu S G, Li Z W, Zhao G P, MISE Z H, Tang C. 2016. Cenozoic mountain-building processes in the Daliangshan, southeastern margin of the Tibetan Plateau: Evidence from low-temperature thermochronology and thermal modeling. *Chinese Journal of Geophysics* (in Chinese), 59(6): 2162–2175
- Dunkl I, Malis F, Lünsdorf N K, Schöning J, von Eynatten H. 2024. Zircon U-Pb-He double dating of modern sands from the inn river catchment: Assessing resolution and potential in a complex orogenic setting. *Journal of Geophysical Research (Earth Surface)*, 129(1): e2023JF007360
- Evans N J, Byrne J P, Keegan J T, Dotter L E. 2005. Determination of uranium and thorium in zircon, apatite, and fluorite: Application to laser (U-Th)/He thermochronology. *Journal of Analytical Chemistry*, 60(12): 1159–1165
- Evans N J, McInnes B I A, McDonald B, Danišik M, Becker T, Vermeesch P, Shelley M, Marillo-Sialer E, Patterson D B. 2015. An in situ technique for (U-Th-Sm)/He and U-Pb double dating. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 30(7): 1636–1645

- Farley K A, Wolf R A, Silver L T. 1996. The effects of long alpha-stopping distances on (U-Th)/He ages. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60 (21): 4223–4229
- Farley K A. 2002. (U-Th)/He dating: Techniques, calibrations, and applications. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 47(1): 819–844
- Fryer B J, Jackson S E, Longerich H P. 1993. The application of laser ablation microprobe-inductively coupled plasma-mass spectrometry (LAM-ICP-MS) to in situ (U)-Pb geochronology. *Chemical Geology*, 109(1–4): 1–8
- 付山岭, 赵成海. 2017. 原位U-Th/He同位素定年技术研究进展及其低温矿床学应用前景. *岩矿测试*, 36(1): 1–13 [Fu S L, Zhao C H. 2017. Progress of in situ U-Th/He Isotopic Dating Technique and Its Application to Low Temperature Deposits. *Rock and Mineral Analysis*, 36(1): 1–13 (in Chinese with English abstract)]
- Gray A L. 1985. Solid sample introduction by laser ablation for inductively coupled plasma source mass spectrometry. *Analyst*, 110(5): 551–556
- Guenther W R, Reiners P W, Ketchum R A, Nasdala L, Giester G. 2013. Helium diffusion in natural zircon: Radiation damage, anisotropy, and the interpretation of zircon (U-Th)/He thermochronology. *American Journal of Science*, 313(3): 145–198
- Hao Y Q, Wang Y, Zhang Z Q, Yu J X, Wang Y Z, Pang J Z, Zhang W F, Zheng D W. 2023. Advancing (U-Th)/He zircon dating: Novel approaches in sample preparation and uncertainty reduction. *Lithosphere*, Special: 14
- House M A, Farley K A, Stockli D. 2000. Helium chronometry of apatite and titanite using Nd-YAG laser heating. *Earth and Planetary Science Letters*, 183(3–4): 365–368
- Hourigan J K, Reiners P W, Brandon M T. 2005. U-Th zonation-dependent alpha-ejection in (U-Th)/He chronometry. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 69(13): 3349–3365
- 胡瑞忠, 温汉捷, 苏文超, 彭建堂, 毕献武, 陈佑纬. 2014. 矿床地球化学近十年若干研究进展. *矿物岩石地球化学通报*, 33(2): 127–144 [Hu R Z, Wen H J, Su W C, Peng J T, Bi X W, Chen Y W. 2014. Some advances in ore deposit geochemistry in last decade. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 33(2): 127–144 (in Chinese with English abstract)]
- Horne A M, van Soest M C, Hodges K V, Tripathy-Lang A, Hourigan J K. 2016. Integrated single crystal laser ablation U/Pb and (U-Th)/He dating of detrital accessory minerals—Proof-of-concept studies of titanites and zircons from the Fish Canyon tuff. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 178: 106–123
- 侯振辉. 2020. 激光剥蚀束斑大小及深度对锆石U-Pb定年准确度的影响. *矿物岩石地球化学通报*, 39(6): 1067–1076, 1066 [Hou Z H. 2020. Assessing the effects of aperture and depth of hole ablated by laser beam on the accuracy of zircon U-Pb dating. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 39(6): 1067–1076, 1066 (in Chinese with English abstract)]
- 黄勇, 付山岭, 赵成海, 高伟. 2021. 低温热年代学方法及其在矿床学研究中的应用. *矿物岩石地球化学通报*, 40(4): 958–973 [Huang Y, Fu S L, Zhao C H, Gao W. 2021. Low-temperature thermochronology and its applications for studying ore deposits. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 40(4): 958–973 (in Chinese with English abstract)]
- 胡瑞忠, 温汉捷, 苏文超, 彭建堂, 毕献武, 陈佑纬. 2014. 矿床地球化学近十年若干研究进展. *矿物岩石地球化学通报*, 33(2): 127–144 [Hu R Z, Wen H J, Su W C, Peng J T, Bi X W, Chen Y W. 2014. Some advances in ore deposit geochemistry in last decade. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 33(2): 127–144 (in Chinese with English abstract)]
- 胡儒权, 武丽艳. 2024. (U-Th)/He热年代学方法研究进展及其应用. *矿物学报*, 44(2): 273–286 [Hu R Q, Wu L Y. 2024. Advances of the(U-Th)/He thermochronology and its applications. *Acta Mineralogica Sinica*, 44(2): 273–286 (in Chinese with English abstract)]
- Jackson S E, Günther D. 2003. The nature and sources of laser induced isotopic fractionation in laser ablation-multicollector-inductively coupled plasma-mass spectrometry. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 18(3): 205–212
- Ketchum R A, Gautheron C, Tassan-Got L. 2011. Accounting for long alpha-particle stopping distances in (U-Th-Sm)/He geochronology: Refinement of the baseline case. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 75(24): 7779–7791
- Lippolt H J, Leitz M, Wernicke R S, Hagedorn B. 1994. (Uranium + thorium)/helium dating of apatite: Experience with samples from different geochemical environments. *Chemical Geology*, 112(1–2): 179–191
- 李齐, 王瑜, 万景林, 李大明, 王非. 2001. 秦岭造山带中段中生代构造抬升的热年代学证据. *矿物岩石地球化学通报*, 20(4): 263–265 [Li Q, Wang Y, Wan J L, Li D M, Wang F. 2001. Thermochronological evidence of tectonic uplift for the middle area of Qinling in meso-cenozoic. *Bulletin of Mineralogy Petrology and Geochemistry*, 20(4): 263–265 (in Chinese with English abstract)]
- 刘延辉, 王弘, 孙大亮, 王民, 姚伟峰, 杨雪娜. 2003. 原子力显微镜及其在各个研究领域的应用. *科技导报*, 21(3): 9–12, 67 [Liu Y H, Wang H, Sun D L, Wang M, Yao W F, Yang X N. 2003. An atomic force microscope and its application. *Science & Technology Review*, 21(3): 9–12, 67 (in Chinese with English abstract)]
- 刘勇胜, 高山, 柳小明, 袁洪林, 周炼. 2004. 汉诺坝大麻坪低 ϵ Nd中性麻粒岩包体单颗粒锆石U-Pb年代学研究. *地球化学*, 33(3): 261–268 [Liu Y S, Gao S, Liu X M, Yuan H L, Zhou L. 2004. Zircon geochronology of the low ϵ Nd intermediate granulite xenoliths from Damaping, Hannuoba, China. *Geochimica*, 33(3): 261–268(in Chinese)]
- 李海兵, VALLI Franck, ARNAUD Nicolas, 陈松永, 许志琴, TAPPONNIER Paul, LACASSIN Robin, 司家亮, 邱祝礼. 2008. 喀喇昆仑断裂带走滑过程中伴随的快速隆升作用: 热年代学证据. *岩石学报*, 24(7): 1552–1566 [Li H B, Franck V, Nicolas A, Chen S Y, Xu Z Q, Paul T, Robin L, Si J L, Qiu Z L. 2008. Rapid uplifting in the process of strike-slip along the Karakorum fault zone in western Tibet: Evidence from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ thermochronology. *Acta Petrologica Sinica*, 24(7): 1552–1566 (in Chinese with English abstract)]
- 刘勇胜, 胡兆初, 李明, 高山. 2013. LA-ICP-MS在地质样品元素分析中的应用. *科学通报*, 58(36): 3753–3769 [Liu Y S, Hu Z C, Li M, Gao S. 2013. Application of LA-ICP-MS in elemental analysis of geological samples. *Chinese Science Bulletin*, 58(36): 3753–3769(in Chinese)]
- 吕红华, 常远, 王玮, 周祖翼. 2013. 天山中新世早期快速剥露: 磷灰石裂变径迹与(U-Th)/He低温热年代学证据. *中国科学(地球科学)*, 43(12): 1964–1974 [(Lü H W, Wang W, Zhou Z Y. 2013. Rapid exhumation of the Tianshan Mountains since the early Miocene:

- Evidence from combined apatite fission track and (U-Th)/He thermochronology. *Scientia Sinica (Terrae)*, 43(12): 1964–1974(in Chinese)]
- 李献华, 唐国强, 龚冰, 杨岳衡, 侯可军, 胡兆初, 李秋立, 刘宇, 李武显. 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. *科学通报*, 58(20): 1954–1961 [Li X H, Tang G Q, Gong B, Yang Y H, Hou K J, Hu Z C, Li Q L, Liu Y, Li W X. 2013. Qinghu zircon: A working reference for microbeam analysis of U-Pb age and Hf and O isotopes. *Chinese Science Bulletin*, 58(20): 1954–1961(in Chinese)]
- 李献华, 柳小明, 刘勇胜, 苏犁, 孙卫东, HUANG HuiQing, YI Keewook. 2015. LA-ICPMS锆石U-Pb定年的准确度: 多实验室对比分析. *中国科学: 地球科学*, 45 (9): 1294–1303 [Li X H, Liu X M, Liu Y S, Su L, Sun W D, Huang H Q, Yi K. 2015. Accuracy of LA-ICPMS zircon U-Pb age determination: An inter-laboratory comparison. *Science China: Earth Sciences*, 45 (9): 1294–1303(in Chinese)]
- Liu L P, Li Z X, Danišik M, Li S Z, Evans N, Jourdan F, Tao N. 2017. Thermochronology of the Sulu ultrahigh-pressure metamorphic terrane: Implications for continental collision and lithospheric thinning. *Tectonophysics*, 712–713: 10–29
- 刘静, 张金玉, 葛玉魁, 王伟, 曾令森, 李根, 林旭. 2018. 构造地貌学: 构造-气候-地表过程相互作用的交叉研究. *科学通报*, 63(30): 3070–3088 [Liu J, Zhang J Y, Ge Y K, Wang W, Zeng L S, Li G, Lin X. 2018. Tectonic geomorphology: An interdisciplinary study of the interaction among tectonic climatic and surface processes. *Chinese Science Bulletin*, 63(30): 3070–3088 (in Chinese with English abstract)]
- Mattinson J M. 1978. Age, origin, and thermal histories of some plutonic rocks from the Salinian Block of California. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 67(3): 233–245
- Minsky M. 1988. Memoir on inventing the confocal scanning microscope. *Scanning*, 10(4): 128–138
- McInnes B I A, Evans N J, McDonald B J, Kinny P D, Jakimowicz J. 2009. Zircon U-Th-Pb-He double dating of the Merlin kimberlite field, Northern Territory, Australia. *Lithos*, 112: 592–599
- Murray K E, Orme D A, Reiners P W. 2014. Effects of U-Th-rich grain boundary phases on apatite helium ages. *Chemical Geology*, 390: 135–151
- Monteiro H S, Vasconcelos P M P, Farley K A, Lopes C A M. 2018. Age and evolution of diachronous erosion surfaces in the Amazon: Combining (U-Th)/He and cosmogenic ^3He records. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 229: 162–183
- Malusà M G, Anfinson O A, Stockli D F. 2022. (Mis)Identification of magmatic and exhumation ages by detrital zircon U-Pb and He double dating: A case study from the Bergell-Gonfolite system (European Alps). *Chemical Geology*, 606: 120970
- Parrish R R. 1990. U-Pb dating of monazite and its application to geological problems. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 27(11): 1431–1450
- 邱楠生, 汪集暘, 梅庆华, 姜光, 陶成. 2010. (U-Th)/He年龄约束下的塔里木盆地早古生代构造-热演化. *中国科学: 地球科学*, 40(12): 1669–1683 [Qiu N S, Wang J Y, Mei Q H, Jiang G, Tao C. 2010. Tectonic-thermal evolution of Tarim Basin in Early Paleozoic under (U-Th)/He age constraints. *Scientia Sinica (Terrae)*, 40(12): 1669–1683(in Chinese)]
- Rowley D B, Xue F, Tucker R D, Peng Z X, Baker J, Davis A. 1997. Ages of ultrahigh pressure metamorphism and protolith orthogneisses from the eastern Dabie Shan: U/Pb zircon geochronology. *Earth and Planetary Science Letters*, 151(3–4): 191–203
- Reiners P W, Spell T L, Nicolescu S, Zanetti K A. 2004. Zircon (U-Th)/He thermochronometry: He diffusion and comparisons with $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 68(8): 1857–1887
- Reiners P W. 2005. (U-Th)/(He-Pb) double dating of detrital zircons. *American Journal of Science*, 305(4): 259–311
- Schmitz M D, Bowring S A. 2001. U-Pb zircon and titanite systematics of the Fish Canyon Tuff: An assessment of high-precision U-Pb geochronology and its application to young volcanic rocks. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 65(15): 2571–2587
- Spiegel C, Kohn B, Belton D, Berner Z, Gleadow A. 2009. Apatite (U-Th-Sm)/He thermochronology of rapidly cooled samples: The effect of He implantation. *Earth and Planetary Science Letters*, 285(1–2): 105–114
- Shi X B, Kohn B, Spencer S, Guo X W, Li Y M, Yang X Q, Shi H C, Gleadow A. 2011. Cenozoic denudation history of southern Hainan Island, South China Sea: Constraints from low temperature thermochronology. *Tectonophysics*, 504(1–4): 100–115
- Shen X M, Tian Y T, Li D W, Qin S W, Vermeesch P, Schwanethal J. 2016. Oligocene-Early Miocene River incision near the first bend of the Yangze River: Insights from apatite (U-Th-Sm)/He thermochronology. *Tectonophysics*, 687: 223–231
- 孙敬博, 陈文, 喻顺, 沈泽, 田云涛. 2017. 锆石(U-Th)/He定年技术研究. *岩石学报*, 33(6): 1947–1956 [Sun J B, Chen W, Yu S, Shen Z, Tian Y T. 2017. Study on zircon (U-Th)/He dating technique. *Acta Petrologica Sinica*, 33(6): 1947–1956(in Chinese)]
- Tagami T, Farley K A, Stockli D F. 2003. (U-Th)/He geochronology of single zircon grains of known Tertiary eruption age. *Earth and Planetary Science Letters*, 207(1–4): 57–67
- Tripathy-Lang A, Hodges K V, Monteleone B D, van Soest M C. 2013. Laser (U-Th)/He thermochronology of detrital zircons as a tool for studying surface processes in modern catchments. *Journal of Geophysical Research: Earth Surface*, 118(3): 1333–1341
- Tang D L K, Seward D, Wilson C J N, Sewell R J, Carter A, Paul B T. 2014. Thermotectonic history of SE China since the Late Mesozoic: Insights from detailed thermochronological studies of Hong Kong. *Journal of the Geological Society*, 171(4): 591–604
- Tian Y T, Vermeesch P, Danišik M, Condon D J, Chen W, Kohn B, Schwanethal J, Rittner M. 2017. LGC-1: A zircon reference material for in situ (U-Th)/He dating. *Chemical Geology*, 454: 80–92
- Tao N, Li Z X, Danišik M, Evans N J, Batt G E, Li W X, Pang C J, Jourdan F, Xu Y G, Liu L P. 2017. Thermochronological record of Middle-Late Jurassic magmatic reheating to Eocene Rift-related rapid cooling in the SE South China Block. *Gondwana Research*, 46: 191–203
- 陶霓. 2017. 锆石原位微区U-Th-Pb-He双定年方法研究. 中国矿物岩石地球化学学会第九次全国会员代表大会暨第16届学术年会 [Tao N. 2017. Research on in-situ micro-area U-Th-Pb-He double dating method of zircon. The 9th National Member Congress and the 16th Academic Annual meeting of the Mineralogical, Petrogeochemical Society of China]
- Tao N, Li Z X, Danišik M, Evans N J, Li R X, Pang C J, Li W X, Jourdan F, Yu Q, Liu L P, Batt G E, Xu Y G. 2019. Post-250 Ma thermal evolution of the

- central Cathaysia Block (SE China) in response to flat-slab subduction at the proto-Western Pacific margin. *Gondwana Research*, 75: 1–15
- 陶亚玲, 张会平, 葛玉魁, 庞建章, 俞晶星, 张佳伟, 赵旭东, 马宇发. 2020. 青藏高原东缘新生代隆升剥露与断裂活动的低温热年代学约束. *地球物理学报*, 63(11): 4154–4167 [Tao Y L, Zhang H P, Ge Y K, Pang J Z, Yu J X, Zhang J W, Zhao X D, Ma Z F. 2020. Cenozoic exhumation and fault activities across the eastern Tibet: Constraints from low-temperature thermochronological data. *Chinese Journal of Geophysics*, 63(11): 4154–4167 (in Chinese with English abstract)]
- Tao N, Duan J, Danišik M, Jiao J G, Dong Y P, Evans N J, Gao Y L, Jiao R H, Rahn M. 2023. Paleozoic tectonothermal evolution of the Jinchuan Ni-Cu sulfide deposit, NW China: New constraints from $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ and (U-Th)/He thermochronology. *Journal of Asian Earth Sciences*, 250: 105622
- Vermeesch P, Sherlock S C, Roberts N M W, Carter A. 2012. A simple method for in situ U–Th–He dating. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 79: 140–147
- White J G, Amos W B. 1987. Confocal microscopy comes of age. *Nature*, 328: 183–184
- Wolf R A, Farley K A, Silver L T. 1996. Helium diffusion and low-temperature thermochronometry of apatite. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 60(21): 4231–4240
- Wang E, Kirby E, Furlong K P, van Soest M, Xu G, Shi X, Kamp P J J, Hodges K V. 2012. Two-phase growth of high topography in eastern Tibet during the Cenozoic. *Nature Geoscience*, 5(9): 640–645
- 王磊, 杨建国, 王小红, 全守村, 李文明, 谢燮, 齐琦, 姜安定. 2015. 甘肃北山营毛沱地区花岗岩类LA-ICP-MS锆石U-Pb定年及地质意义. *矿物岩石地球化学通报*, 34(3): 583–591 [Wang L, Yang J G, Wang X H, Quan S C, Li W M, Xie X, Qi Q, Jiang A D. 2015. LA-ICP-MS zircon U-Pb dating and its geological implications of yingmaotuo granitic rocks. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 34(3): 583–591 (in Chinese with English abstract)]
- Wu L, Monié P, Wang F, Lin W, Ji W B, Bonno M, Münch P, Wang Q C. 2016. Cenozoic exhumation history of Sulu terrane: Implications from (U-Th)/He thermochronology. *Tectonophysics*, 672–673: 1–15
- 王森, 张拴宏, 张琪琪, 梁霞, 孔令昊, 胡国辉, 王开, 王宏宇, 蔡瑜杭. 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. *地质力学学报*, 28(4): 642–652 [Wang S, Zhang S H, Zhang Q Q, Liang X, Kong L H, Hu G H, Wang K, Wang H Y, Cai Y H. 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. *Journal of Geomechanics*, 28(4): 642–652 (in Chinese with English abstract)]
- 王洋, 王岳军, 张培震, 张进江, 张波, 刘静, 周人杰, 王伟涛, 张会平, 李长军. 2022. 青藏高原东南缘断裂体系新生代构造演化. *中国科学: 地球科学*, 52(5): 777–802 [Wang Y, Wang Y J, Zhang P Z, Zhang J J, Zhang B, Liu J, Zhou R J, Wang W T, Zhang H P, Li C J. 2022. Cenozoic tectonic evolution of fault system in southeast margin of Qinghai-Tibet Plateau. *Scientia Sinica (Terrae)*, 52(5): 777–802(in Chinese)]
- Wu L, An J, Wang F, Yang L K, Shen X M, Zhang Z Y, Huang C, Ren R, Liu B, Shi W B, Wang Y Z. 2023. SA01: A new potential reference material for zircon in situ (U–Th)/He and U–Pb double dating. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 38(3): 642–655
- 徐夕生, 邓平, S.Y.O'Reilly, W.L.Griffin, 周新民, 谭正中. 2003. 华南贵东杂岩体单颗粒锆石激光探针ICPMS U–Pb定年及其成岩意义. *科学通报*, 48(12): 1328–1334 [Xu X S, Deng P, O'reilly S, Griffin W, Zhou X M, Tan Z Z. 2003. Single zircon laser probe ICPMS U–Pb dating of Guidong complex in South China and its diagenetic significance. *Chinese Science Bulletin*, 48(12): 1328–1334(in Chinese)]
- 许长海, 周祖翼, 常远, GUILLOT Franois. 2010. 大巴山弧形构造带形成与两侧隆起的关系: FT和(U-Th)/He低温热年代约束. *中国科学: 地球科学*, 40(12): 1684–1696 [Xu C H, Zhou Z Y, Chang Y, Franois G. 2010. Relationship between the formation of Daba Mountain arc tectonic belt and the uplift on both sides: FT and (U–Th)/He low-temperature thermal age constraints. *Scientia Sinica (Terrae)*, 40(12): 1684–1696(in Chinese)]
- Xu J, Stockli D F, Snedden J W. 2017. Enhanced provenance interpretation using combined U–Pb and (U–Th)/He double dating of detrital zircon grains from lower Miocene strata, proximal Gulf of Mexico Basin, North America. *Earth and Planetary Science Letters*, 475: 44–57
- 徐杰, 姜在兴. 2019. 碎屑岩物源研究进展与展望. *古地理学报*, 21(3): 379–396 [Xu J, Jiang Z X. 2019. Provenance analysis of clastic rocks: Current research status and prospect. *Journal of Palaeogeography (Chinese Edition)*, 21(3): 379–396 (in Chinese with English abstract)]
- 袁洪林, 吴福元, 高山, 柳小明, 徐平, 孙德有. 2003. 东北地区新生代侵入体的锆石激光探针U-Pb年龄测定与稀土元素成分分析. *科学通报*, 48(14): 1511–1520 [Yuan H L, Wu F Y, Gao S, Liu X M, Xu P, Sun D Y. 2003. Zircon laser probe U-Pb dating and rare earth element composition analysis of Cenozoic intrusions in Northeast China. *Chinese Science Bulletin*, 48(14): 1511–1520(in Chinese)]
- 袁万明, 杨志强, 张招崇, 邓军. 2009. 安徽省黄山山体的隆升与剥露. *中国矿物岩石地球化学学会第12届学术年会论文集* [Yuan W M, Yang Z Q, Zhang Z C, Deng Z. 2009. The rise and stripping of Mount Huangshan in Anhui province. *Proceedings of the 12th Annual Conference of Mineralogy, Petrology and Geochemistry Society of China*]
- Yan Y, Carter A, Bin X, Lin G, Brichau S, Hu X Q. 2009. A fission-track and (U–Th)/He thermochronometric study of the northern margin of the South China Sea: An example of a complex passive margin. *Tectonophysics*, 474(3–4): 584–594
- Yang J, Gong M H, Wang X T, Chen X H, Wang X, Wang Z. 2014. Observation and characterization of asphalt microstructure by atomic force microscopy. *Journal of Southeast University (English Edition)*, 30(3): 353–357
- Yang Z, Shen C B, Ratschbacher L, Enkelmann E, Jonckheere R, Wauschkuhn B, Dong Y P. 2017. Sichuan Basin and beyond: Eastward foreland growth of the Tibetan Plateau from an integration of Late Cretaceous-Cenozoic fission track and (U–Th)/He ages of the eastern Tibetan Plateau, Qinling, and Daba Shan. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 122(6): 4712–4740
- 杨莉, 袁万明, 洪树炯, 冯子睿. 2022. 裂变径迹技术及其地质应用. *中国地质调查*, 9(3): 104–112 [Yang L, Yuan W M, Hong S J, Feng Z R. 2022. Fission track technology and its geological applications. *Geological Survey of China*, 9(3): 104–112 (in Chinese with English abstract)]
- Zawacki E E, van Soest M C, Hodges K V, Scott J J, Barboni M, Strecker M R, Feibel C S, Campisano C J, Arrowsmith J R. 2022. Sediment provenance and silicic volcano-tectonic evolution of the northern East African Rift

- System from U/Pb and (U-Th)/He laser ablation double dating of detrital zircons. *Earth and Planetary Science Letters*, 580: 117375
- Zeitler P K, Herczeg A L, McDougall I, Honda M. 1987. U-Th-He dating of apatite: A potential thermochronometer. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 51(10): 2865-2868
- 曾礼传, 杨昌毕, 杨飞祥, 王加昇. 2023. 滇东南曼龙沟卡林型金矿床磷灰石 LA-ICP-MS U-Pb 成矿年代学研究. *矿物岩石地球化学通报*, 42(1): 147-156 [Zeng L C, Yang C B, Yang F X, Wang J S. 2023. The apatite LA-ICP-MS U-Pb dating of the Manlonggou Carlin-type gold deposit in the southeastern Yunnan, China. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 42(1): 147-156 (in Chinese with English abstract)]
- 张清清, 高剑峰, 唐燕文, 闵康. 2020. 福建行洛坑钨矿床黑钨矿 LA-ICP-MS U-Pb 年龄和微量元素地球化学特征. *矿物岩石地球化学通报*, 39(6): 1278-1291, 1311 [Zhang Q Q, Gao J F, Tang Y W, Min K. 2020. In-situ LA-ICP-MS U-Pb dating and trace element analyses of wolframites from the xingluokeng tungsten deposit in Fujian Province, China. *Bulletin of Mineralogy, Petrology and Geochemistry*, 39(6): 1278-1291, 1311 (in Chinese with English abstract)]
- 郑德文, 王非, 张培震, 李大明. 2000. 磷灰石 U-Th/He 法: 一种低温热年代计. *地震地质*, 22(4): 427-435 [Zheng D W, Wang F, Zhang P Z, Li D M. 2000. Apatite U-Th/He dating method—a low temperature thermochronometer. *Seismology and Geology*, 22(4): 427-435 (in Chinese with English abstract)]
- 周祖翼, 许长海, P.W.Reiners, 杨凤丽, R.A.Donelick. 2003. 大别山天堂寨地区晚白垩世以来剥露历史的(U-Th)/He 和裂变径迹分析证据. *科学通报*, 48(6): 598-602 [Zhou Z Y, Xu C H, Reiners P, Yang F L, Donelick R. 2003. Evidence from (U-Th)/He and fission track analysis of denudation history since Late Cretaceous in Tiantangzhai Area of Dabie Mountain. *Chinese Science Bulletin*, 48(6): 598-602(in Chinese)]

(本文责任编辑: 龚超颖; 英文审校: 张兴春)

·亮点速读·

大规模地幔不均一性是板块构造旋回的产物

地球地幔被环太平洋俯冲带分隔为非洲和太平洋两大区域,在其深部地幔中都存在着一个大的低剪切波速省(LLSVP),而这种半球尺度的地幔结构与全球构造和动力学演化之间是否存在动态联系尚不清楚。为了阐明这个问题,来自科廷大学的 Doucet L.A 和李正祥教授收集了来自洋中脊浅层地幔来源的海相火成岩以及与地幔柱相关的洋岛和大洋高原玄武岩样品的元素和同位素地球化学数据,并通过机器学习方法对相关数据进行了分类和梳理。

通过分析总长 65000 km 和 3983 个上地幔来源的洋中脊玄武岩、洋岛玄武岩和大洋大火成岩省样品数据,他们发现来自非洲地幔域的玄武岩比太平洋地幔域的玄武岩具有更高的 $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 、 $^{177}\text{Hf}/^{176}\text{Hf}$ 和 $^{232}\text{U}/^{238}\text{U}$

以及低的 $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ 组成。他们通过机器学习的卷积神经网络(CNN)、随机森林和二次判别分析(QDA)算法检验发现,上述非洲和太平洋地幔域在统计上同样呈现出显著差异,即来自太平洋地幔域的玄武岩具有较均一的元素和同位素组成特征,而来自非洲地幔域的玄武岩则具有更大范围的组成变化。

他们注意到在同位素关系图中,非洲地区与 EM1 端元间的趋势线与其和大陆上地壳间的趋势线非常接近,而这一现象在太平洋地区却不存在。相反,EM2 端元倾向不仅在太平洋地区较为明显,而且也出现在非洲地区。据此,他们推测 EM1 可能反映了约 700 Ma 以来罗德尼亚-潘基亚超大陆旋回期间大陆上地壳物质的富集作用,而 EM2 可能代表了与罗德尼亚-潘基亚超大陆旋回相关的更古老俯冲的富集特

征。作者认为,这两个地幔域(包括其 LLSVP)与超大陆旋回和超海洋演化在地球动力学和化学上的耦合关系可以用超大陆旋回及其相关的超大洋演化来解释,表明地幔结构和组成的性质是动态的,而不是静止的。

(以上成果发表在国际著名期刊 *Nature Geoscience* 上; Doucet L S, Li Z X. 2024. Large-scale mantle heterogeneity as a legacy of plate tectonic supercycles. *Nature Geoscience*, <https://doi.org/10.1038/s41561-024-01558-3>)

(袁超 编译)