

赵子贤,施 炜. 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术及其在脆性构造中的应用[J]. 地球科学与环境学报, 2019, 41(5): 505-516.
ZHAO Zi-xian, SHI Wei. LA-(MC-)ICP-MS U-Pb Dating Technique of Calcite and Its Application in Brittle Structures[J]. Journal of Earth Sciences and Environment, 2019, 41(5): 505-516.

方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术 及其在脆性构造中的应用

赵子贤^{1,2}, 施 炜^{1,2*}

(1. 中国地质科学院地质力学研究所, 北京 100081;

2. 自然资源部新构造运动与地质灾害重点实验室, 北京 100081)

摘 要:脆性构造形成于地壳浅层, 记录了地壳浅层构造变形过程, 精确限定浅层地壳变形时代是构造地质研究的热点和难点之一。由于脆性构造变形发生于较低的温压环境, 岩石应变速率快, 变质和交代作用相对较弱, 难以形成韧性构造变形中可定年的同构造新生矿物, 所以脆性构造的精确定年一直是学界难题。近年来, 方解石 U-Pb 定年技术取得重要进展, 通过脆性构造变形同构造方解石脉 U-Pb 定年可以精确限定构造变形时代。对近几年方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术研究进展进行总结, 系统地介绍了同构造方解石脉特征、方解石 U-Pb 定年基本原理、方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法及应用实例, 指出该方法目前存在的关键问题和技术难点在于方解石 U-Pb 年龄代表的地质意义和其定年的成功率。野外识别同构造方解石脉, 划分不同期次方解石, 确定原生域和次生域能够准确揭示其年龄的地质意义; 圈定最优待测靶区, 选择合适的普通铅校正方法以及寻找理想的方解石标样有利于提高定年结果精度和准确性。

关键词:脆性构造; 构造变形; 方解石; U-Pb 定年; LA-(MC-)ICP-MS; 同位素年代学; 普通铅; 标准样品

中图分类号: P597

文献标志码: A

文章编号: 1672-6561(2019)05-0505-12

LA-(MC-)ICP-MS U-Pb Dating Technique of Calcite and Its Application in Brittle Structures

ZHAO Zi-xian^{1,2}, SHI Wei^{1,2*}

(1. Institute of Geomechanics, Chinese Academy of Geological Sciences, Beijing 100081, China; 2. Key Laboratory of Neotectonic Movement and Geohazard, Ministry of Natural Resources, Beijing 100081, China)

Abstract: Brittle structures are formed in the shallow crust and record the deformation process of shallow crust structures. How to precisely define the age of shallow crustal deformation is one of the hotspots and difficulties in structural geology research. Brittle structural deformation occurs in a lower temperature and pressure environment, which results in a faster rock strain rate and a relatively weaker metamorphism and metasomatism. As a result, it is difficult to form syntectonic new minerals similar to the measurable age of ductile deformation, which makes precise dating of

收稿日期: 2019-03-22; 修回日期: 2019-07-04 投稿网址: <http://jese.chd.edu.cn/>

基金项目: 中国地质调查局地质调查项目(DD20190018); 国家重点研发计划项目(2017YFC0601402)

作者简介: 赵子贤(1991-), 男, 河北石家庄人, 中国地质科学院地质力学研究所理学博士研究生, E-mail: zhaozixiancn@163.com。

* 通讯作者: 施 炜(1971-), 男, 内蒙古呼和浩特人, 中国地质科学院地质力学研究所研究员, 博士研究生导师, 理学博士, E-mail: shiweinmg@163.com。

brittle structures become a difficult problem in the field of earth science. In recent years, the calcite U-Pb dating technology has made important progress, and the calcite U-Pb dating from brittle structural deformation can accurately date the age of structural deformation. The research progress of the calcite LA-(MC-)ICP-MS U-Pb dating technique in recent years was summarized, the characteristics of the syntectonic calcite vein, the theoretical basis of U-Pb isotope dating of calcite, the LA-(MC-)ICP-MS U-Pb dating technique of calcite and its examples of application were systematically introduced. Furthermore, pointing out the key problems and technical difficulties of this method at present depends on the geological significance of calcite U-Pb age and the success rate of age determination. Identifying syntectonic calcite veins in the field, dividing different stages of calcite and determining primary and secondary domains, can accurately reveal the geological significance of its age; besides, the accuracy of dating results can be improved by delineating the optimal target area to be measured, choosing reasonable common lead correction method and searching for ideal calcite reference materials.

Key words: brittle structure; structural deformation; calcite; U-Pb dating; LA-(MC-)ICP-MS; isotope chronology; common lead; reference material

0 引言

构造变形期次和时代是了解地壳动力学变化和构造演化史的有效手段^[1-3]。依据变形产出环境、应变速率和构造变形产物的不同,可以将构造变形分为韧性构造变形和脆性构造变形。地壳深部具有较高的地温环境,岩石应变速率较慢,以韧性构造变形为主,形成以糜棱岩系列为主的岩石,并有一系列新生矿物,如白云母、黑云母和角闪石等。通过同位素定年技术,对这些新生矿物进行绝对定年,便可以获得与之相关的韧性构造变形活动时间,计算当时的隆升/剥蚀速率等,了解地壳深部动力学和演化史^[4]。然而,地壳浅部地温环境较低,岩石应变速率往往很快,以脆性构造变形为主,难以有大量新生矿物生成。而在地质应用以及构造地质学研究中,脆性构造变形的绝对年龄对于理解与脆性构造变形有关的地质事件及其演化至关重要^[5-8]。因此,脆性构造变形的精确定年一直是地球科学领域众多学者关注的焦点。

传统脆性构造变形时代限定主要通过脆性构造相关地层或岩体年龄,结合区域不整合关系与区域构造解析,对脆性构造变形进行时代约束^[9-11]。一些学者利用磷灰石裂变径迹低温热年代学的方法,辅以磷灰石裂变径迹冷却史模拟分析,对断裂活动的时间进行了约束^[12-16]。Wang 等从构造-沉积角度出发,将构造变形与沉积事件结合,利用生长地层年龄限定脆性断层的活动时代^[17-18]。然而,以上方法只能将脆性构造变形限定在某一时间范围,不能获得其绝对年龄。为了获得精确的脆性构造变形时

代,国内外学者进行了许多尝试,并取得了一定进展。Van Der Pluijm 等利用断层泥中自生伊利石 Ar-Ar 和 Rb-Sr 定年,成功测得脆性断层形成时代^[19]。但是,断层泥中围岩碎屑伊利石的混入、浅层地壳低温环境下伊利石的同构造重结晶不彻底以及封闭温度等问题导致很难获得纯净的伊利石年龄^[4,20]。还有学者聚焦同构造矿物脉体和纤维定年,当地壳流体压力超过岩石的拉伸强度,流体压力会导致岩石产生裂隙,矿物质将在其中结晶^[21]。一种方法是对方解石脉进行 Sm-Nd 定年,但这只适用于 Sm/Nd 值范围较大的样品^[22];另一种方法是对方解石擦痕纤维进行 U-Th 定年^[23],但其定年范围仅限于 1~600 ka^[24]。Ault 等对断裂带内赤铁矿进行 (U-Th)/He 定年,获得断层滑动产生的热异常年龄,然而浅层地壳环境下,脆性断裂活动很难产生能够重置赤铁矿 He 体系的高温^[25]。

近年来,方解石 U-Pb 定年技术逐渐获得应用,在地质年代学领域得到了迅猛发展^[1-3,26-37]。Rasbury 等总结了沉积作用和成岩作用形成的碳酸盐岩方解石 U-Pb 定年方法,并对定年原理、样品采集和实验过程进行了论述^[26];Li 等首次报道了碳酸盐岩 LA-MC-ICP-MS U-Pb 定年技术,并用 TIMS 法对实验结果进行验证,开启了激光原位碳酸盐岩 U-Pb 年代分析的大门^[27];之后,方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术被广泛应用于脆性构造变形时代的确定^[1-3,34-37]。本文拟对近几年方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法研究进展进行总结,系统介绍同构造方解石脉特征、方解石 U-Pb 定

年基本原理、方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法及应用实例,指出这一方法存在的关键问题和技术难点,以期方解石 U-Pb 定年技术广泛应用于脆性构造变形绝对年龄测定及相关科研工作提供参考。

1 同构造方解石脉特征

同构造方解石脉是指在裂隙发育的递进变形过程中,富含 CO₂ 的热流体充填,且裂隙形成和流体充填近于同时形成的脉体^[38-39]。同构造方解石脉比较完整地记录了裂隙的发育史,是研究脆性构造变形的良好对象。脆性构造方解石 U-Pb 定年的首要环节便是根据同构造方解石脉的特征,采集、制备样品,圈定待测靶区。

1.1 宏观特征

岩石的破裂模式控制着脉体的宏观形态,根据同构造方解石脉产出裂隙的破裂机制,可以分为伸

展拉张型、挤压剪切型和混合型脉体^[40]。伸展拉张型脉体在地壳表层岩石中广泛发育,这是由于岩石抗拉张强度低,在各级构造事件中更容易满足条件,轻微的拉张应力就会使岩石形成张裂隙,为矿物质沉淀结晶提供空间^[41-42]。野外常见的伸展拉张型脉体有充填张节理裂隙[图 1(a)]和正断层裂隙的同构造方解石脉,其中正断层裂隙内的方解石脉受断层活动影响可以形成方解石擦痕纤维[图 1(b)]。挤压剪切型脉体是矿物质在挤压剪切作用形成的裂隙中沉淀结晶形成的脉体。野外常见的挤压剪切型脉体是充填剪节理裂隙[图 1(a)、(c)]和逆断层裂隙的同构造方解石脉。其中,剪节理裂隙常形成 X 型共轭剪裂脉,逆断层裂隙内方解石脉受后期断层活动影响可以形成方解石擦痕纤维[图 1(d)]。混合型脉体受控于伸展拉张和挤压剪切两种机制,野外可见充填兼具伸展和挤压两种性质断层或张剪性节理裂隙的同构造方解石脉。

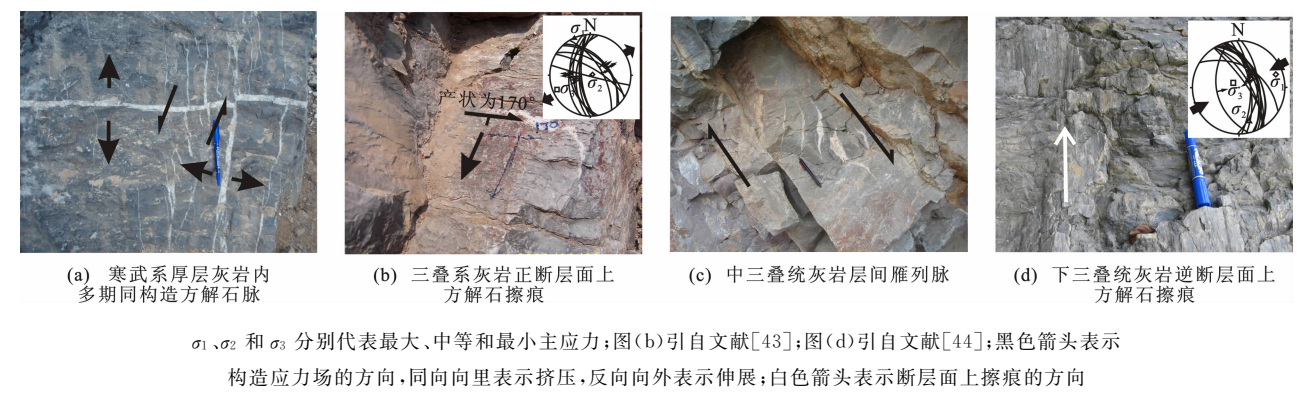


图 1 同构造方解石脉宏观特征

Fig. 1 Macroscopic Characteristics of Syntectonic Calcite Veins

1.2 微观特征

同构造方解石脉的微观特征是指组成脉矿物的晶体形态、生长方式和显微构造特征。

同构造方解石脉的晶体形态主要可以分为块状、拉长块状、纤维状和扩展状 4 种类型^[45]。块状方解石脉的晶体颗粒为粒状,近似等大,随机分布;拉长块状方解石脉的晶体颗粒具有一定的延长性,通常长宽比约为 10 : 1,许多模拟实验证实晶体倾斜于 C 轴方向是最初生长的主要方向^[42];纤维状方解石脉的晶体颗粒呈纤维状、杆状,具有较大的长宽比,且长轴的延伸方向具有一致性,研究表明其是超高压流体下形成和排泄的一种标型矿物^[39,46-48];扩展状方解石脉的晶体颗粒与上述类型的不同之处在于新生晶体颗粒形成于现存晶体之上,而非原始晶体的逐渐增大,其颗粒边界呈锯齿状^[42]。野外较为

常见的是复合结构的同构造方解石脉,在同一脉体内可以出现多种晶体形态。

根据 Bons 等的划分规则^[40,45],同构造方解石脉的生长方式主要有 4 种类型:对向生长、背向生长、扩展生长和压力影。典型的对向生长方解石脉晶体颗粒的生长方向是从脉体两边向中心生长,在脉体中心部位形成中间面,其两侧脉体对称分布;背向生长方解石脉晶体颗粒从脉体中间部位向两侧生长,脉体与围岩之间具有两个生长面;扩展生长方解石脉形成于裂开-愈合机制^[21],随着脉体的生长,破裂面会将现存脉体切穿,形成新的生长面,因此,其生长面并不总是在同一个平面;压力影是一种特殊的生长方式,岩石在压溶作用下,碳酸盐矿物发生溶解扩散,向低压区运移沉淀形成方解石晶体颗粒,该种构造脉体的形成并未伴随裂隙的裂开。

同构造方解石脉的显微构造特征反映其后期变形作用,主要有 3 种类型:①剪切破裂面上发育的方解石均沿着破裂面发生剪切变形;②角砾状方解石胶结物围绕棱角明显的角砾碎片生长;③裂隙内的方解石发生微变形或者形成剪切成因的 S 型或 C 型构造^[37]。

2 方解石 U-Pb 定年基本原理

方解石 U-Pb 定年基本原理是利用放射性同位素衰变原理,即放射性的²³⁸U 和²³⁵U 通过一系列衰变产生稳定的²⁰⁶Pb、²⁰⁷Pb,通过 Pb 同位素异常来计算样品的地质年龄。²³⁸U 和²³⁵U 都为地球的长半衰期元素,²³⁸U 的丰度占 U 元素的 99.276%,其半衰期为 4.47×10^9 ,²³⁵U 的丰度为 0.72%,其半衰期为 7.03×10^8 。其一般的衰变方程为

$$N(^{206}\text{Pb})_m = N(^{206}\text{Pb})_i + N(^{238}\text{U})(e^{\lambda_{238}t} - 1) \quad (1)$$

$$N(^{207}\text{Pb})_m = N(^{207}\text{Pb})_i + N(^{235}\text{U})(e^{\lambda_{235}t} - 1) \quad (2)$$

式中: $N(^{206}\text{Pb})_m$ 和 $N(^{207}\text{Pb})_m$ 为矿物或岩石中现今 Pb 同位素含量; $N(^{206}\text{Pb})_i$ 和 $N(^{207}\text{Pb})_i$ 为矿物或岩石形成时的初始 Pb 同位素含量; $N(^{238}\text{U})$ 和 $N(^{235}\text{U})$ 为矿物或岩石中现今 U 同位素含量; λ_{238} 和 λ_{235} 为²³⁸U 和²³⁵U 的衰变常数; t 为矿物或岩石形成时间。

由于²⁰⁴Pb 是 Pb 同位素中唯一稳定的非放射性成因同位素,其样品中含量与初始值一致,可将式(1)和(2)改写为

$$\frac{N(^{206}\text{Pb})_m}{N(^{204}\text{Pb})_m} = \frac{N(^{206}\text{Pb})_i}{N(^{204}\text{Pb})_i} + \frac{N(^{238}\text{U})}{N(^{204}\text{Pb})_i}(e^{\lambda_{238}t} - 1) \quad (3)$$

$$\frac{N(^{207}\text{Pb})_m}{N(^{204}\text{Pb})_m} = \frac{N(^{207}\text{Pb})_i}{N(^{204}\text{Pb})_i} + \frac{N(^{235}\text{U})}{N(^{204}\text{Pb})_i}(e^{\lambda_{235}t} - 1) \quad (4)$$

另外,通过式(3)和(4)联立还可以得到²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb 年龄公式为

$$\frac{\frac{N(^{207}\text{Pb})_m}{N(^{204}\text{Pb})_m} - \frac{N(^{207}\text{Pb})_i}{N(^{204}\text{Pb})_i}}{\frac{N(^{206}\text{Pb})_m}{N(^{204}\text{Pb})_m} - \frac{N(^{206}\text{Pb})_i}{N(^{204}\text{Pb})_i}} = \frac{N(^{235}\text{U})e^{\lambda_{235}t} - 1}{N(^{238}\text{U})e^{\lambda_{238}t} - 1} = \frac{1}{137.88} \frac{e^{\lambda_{235}t} - 1}{e^{\lambda_{238}t} - 1} \quad (5)$$

根据式(3)、(4)和(5),测定一个样品会同时获得 3 个独立的同位素年龄(即²⁰⁶Pb/²³⁸U 年龄、²⁰⁷Pb/²³⁵U 年龄和²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb 年龄),据此可以进行结果可靠性的内部检验。如果这 3 组年龄在误差范围内一致,说明矿物形成以来其 U-Pb 同位素体系是封闭的,这 3 个年龄中的任何一个都可以代表矿物的形成年龄^[49-50]。然而,由于普通铅扣除不当或者同位

素体系的轻微开放,通常测得的这 3 组年龄不一致,需要进一步通过 U-Pb 谐和曲线来获取矿物的形成年龄。在方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年中,主要应用 Tera-Wasserbur 谐和曲线来获取样品的形成年龄。

3 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法

目前,方解石微区原位 LA-(MC-) ICP-MS U-Pb 定年技术所使用的方法包括单接收器方法(LA-ICP-MS)和多接收器方法(LA-MC-ICP-MS)^[1-3,26-37]。这两种定年方法各自具有不同的特点,主要体现在仪器本身的灵敏度和接收器配置上。在激光剥蚀(LA)部分,LA-ICP-MS 往往配备 200 μm 激光束,而 LA-MC-ICP-MS 更多采用 100 μm 激光束,后者具有更高的空间分辨率,能够测试 U 含量较低的方解石样品。在接收器部分,LA-MC-ICP-MS 质谱测试仪装备了多个法拉第杯,实现了同位素高精度同时测量,能够满足 U 含量极低的方解石 U-Pb 定年,测得的数据误差较小。已发表的数据表明,LA-MC-ICP-MS 法获得的方解石²⁰⁶Pb/²³⁸U 年龄误差可以控制在 4% 以内(表 1)。此外,这一方法可以获得高精度的 Pb 同位素数据,因此,对于普通铅含量较高的矿物定年具有一定的优势,被广泛应用于锆石、金红石、独居石以及磷灰石等含铀矿物^[51-53]。其不足之处在于难以准确测定²⁰⁴Pb 含量,因为实验过程中²⁰⁴Pb 离子信号较弱以及氦气中²⁰⁴Hg 的干扰,从而导致对普通铅的准确扣除有一定影响。LA-ICP-MS 法精度不及 LA-MC-ICP-MS 法,通常测得的单点数据误差较大,对于方解石这类 U、Pb 含量相对较低的副矿物,其²⁰⁶Pb/²³⁸U 年龄误差通常大于 10%(表 1),而对于锆石 U、Pb 含量相对较高的副矿物,可以获得较高精度的数据,其²⁰⁶Pb/²³⁸U 年龄误差可以控制在 5% 以内,并且应用 LA-ICP-MS 法的成本相对较为便宜。

3.1 实验仪器

目前,LA-ICP-MS 方解石 U-Pb 定年采用的激光剥蚀系统主要为 Resolution S-155 型,电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)系统有 Nu Instruments Attom 和 Elements 等型号;LA-MC-ICP-MS 方解石 U-Pb 定年采用的激光剥蚀系统主要为 New Wave Research 193 nm FX ArF 准分子激光器,电感耦合等离子体质谱系统主要有 Nu Plasma 和 Neptune 等型号^[1-3,26-37]。

表 1 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年主要数据
Tab. 1 Major Data of Calcite LA-(MC-)ICP-MS U-Pb Dating

样品名称	产出部位	$w(\text{U})/10^{-6}$	$N(^{238}\text{U})/N(^{206}\text{Pb})$	$N(^{207}\text{Pb})/N(^{206}\text{Pb})$	t/Ma	年龄 误差	MSWD 值	分析 点数	仪器类型	文献 来源
TJN-0-1	破裂愈合脉	0.127	28.05~107.53	0.26~0.71	44.80±2.00	4%	1.9	20	LA-ICP-MS	[1]
TJN-5-2	破裂愈合脉	0.271	112.46~161.79	0.06~0.21	41.70±1.90	6%	1.4	25	LA-ICP-MS	[1]
LEY-2-1	破裂愈合脉	0.069	32.00~436.62	0.25~0.87	11.20±1.10	10%	2.3	53	LA-ICP-MS	[1]
TJN-2-3	内爆角砾岩	0.015	1.15~147.05	0.21~1.00	40.90±8.10	20%	2.5	30	LA-ICP-MS	[1]
CV-1	平行层脉	2.473	0.31~19.25	0.61~0.81	84.00±5.00	6%	6.6	40	LA-ICP-MS	[3]
CV-2a	母岩	0.676	0.51~1.32	0.82~0.83	103.00±34.00	33%	0.7	7	LA-ICP-MS	[3]
SF-1_V1a	逆断层	1.710	45.82~153.40	0.05~0.61	40.60±0.50	1%	1.6	17	LA-ICP-MS	[3]
SF-1_V2a	逆断层	2.541	20.52~164.10	0.15~0.75	33.30±0.50	2%	0.7	21	LA-ICP-MS	[3]
SFN1	断层	0.600	12.20~406.00	0.07~0.78	15.83±0.40	3%	1.6	26	LA-MC-ICP-MS	[2]
SFN4	断层	0.130	17.40~460.00	0.11~0.83	13.65±0.50	4%	1.2	16	LA-MC-ICP-MS	[2]
YG3	断层	0.350	4.35~360.00	0.07~0.74	16.97±0.60	4%	2.3	48	LA-MC-ICP-MS	[2]
YF4c	断层	1.200	1.28~266.00	0.33~0.82	15.53±0.50	4%	2.3	47	LA-MC-ICP-MS	[2]
F1-1	擦痕	0.720	0.21~94.98	0.20~0.83	54.70±0.90	2%	0.4	7	LA-MC-ICP-MS	[35]
F1-7	擦痕	0.260	0.18~80.13	0.59~0.84	67.00±1.50	2%	2.0	6	LA-MC-ICP-MS	[35]
F1-6A	擦痕	0.186	0.21~36.34	0.05~0.82	64.20±1.90	3%	0.6	16	LA-MC-ICP-MS	[35]

注： t 为年龄，误差类型为 $\pm 2\sigma$ ； $w(\cdot)$ 为元素含量(质量分数，下同)； $N(\cdot)/N(\cdot)$ 为元素同位素比值， $N(\cdot)$ 为元素同位素含量；MSWD 为平均标准权重偏差。

3.2 样品前期处理

样品前期处理包括样品采集、薄片制备和待测靶区圈定等。首先，在野外根据同构造方解石脉特征采集相关样品，样品采集必须选择新鲜露头开采，详细记录方解石产出地质条件，充分考虑构造或后期岩浆活动的影响；之后在双目镜下把方解石用双面胶粘于载玻片上，放上 PVC 环，用环氧树脂和固化剂进行充分混合后注入 PVC 环中，放入烘箱烘干，待树脂充分固化后将样品靶从载玻片上剥离；将样品靶进行打磨和剖光后，在单偏光镜、正交偏光镜和阴极发光显微镜下进行图像分析；根据方解石显微照片圈定合适的待测靶区，优选表面平整、无包裹体或裂隙和杂质少的部位，减少普通铅的影响。注意测试之前，用酒精或无水乙醇将其表面清洗干净，避免表面铅污染。

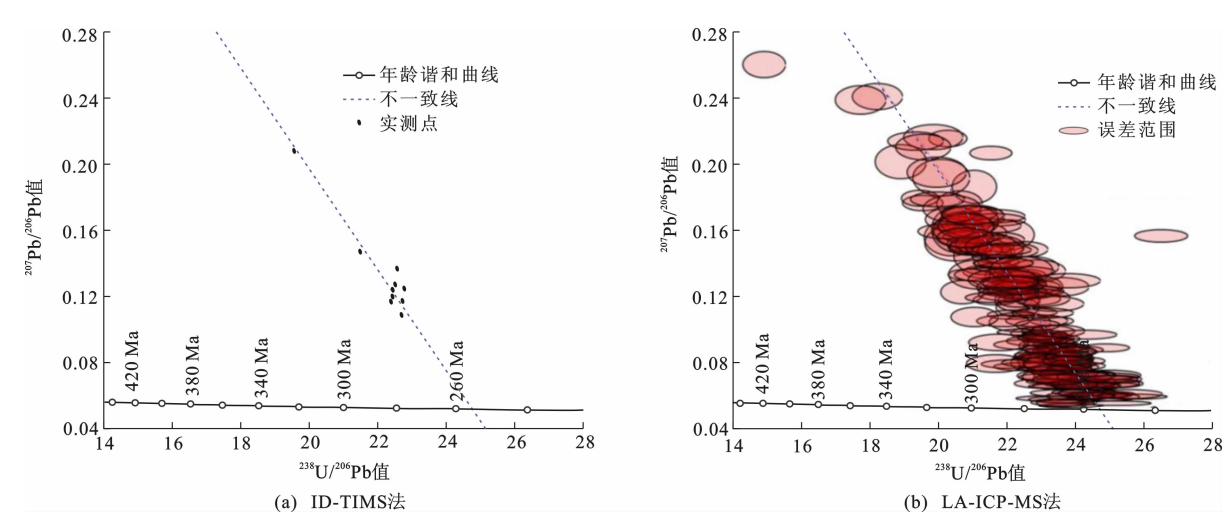
3.3 实验过程与数据处理

根据近年来报道的方解石 LA-(MC-)ICP-MS-U-Pb 定年技术，其实验过程与数据处理方法基本相同^[1-3,26-37]。本节以 Hansman 等采用的方法^[3]为例，介绍方解石 LA-ICP-MS U-Pb 定年实验过程与数据处理方法。

采用 193 nm ArF 准分子激光剥蚀系统与 Thermo Scientific Element 2 型电感耦合等离子体质谱仪对方解石薄片进行 LA-ICP-MS U-Pb 定年

分析。样品在氦气(进气量为 0.4 L·min⁻¹)环境中剥蚀，之后与氩气(0.9 L·min⁻¹)和氮气(0.05 L·min⁻¹)混合进入 ICP-MS 中分析。将 ICP-MS 信号调节到最大灵敏度，同时保持氧化物形成(以 ²⁴⁸ThO/²³²Th 为检测对象)低于 0.2%，并确保不发生 Th/U 分馏现象。激光剥蚀束斑直径为 215 μm，频率为 8 Hz，能量密度为 1 J·cm⁻²。²⁰⁶Pb 和 ²³⁸U 的检出限分别约为 0.2×10⁻⁶和 0.03×10⁻⁶。每个分析点的总分析时间为 68 s(包括前期 3 s 的剥蚀以消除表面污染、采集背景信号时间 20 s、激光剥蚀取样时间 20 s、冲洗样品池及管路时间 25 s)。

原始数据使用 MS Excel©内置表格程序来完成^[54-55]。背景校正之后，剔除²⁰⁷Pb/²⁰⁶Pb 和 ²⁰⁶Pb/²³⁸U 异常值(误差类型为 $\pm 2\sigma$)。使用 NIST-614 标准玻璃和方解石标准样品 WC-1(ID-TIMS U-Pb 年龄为 (254.4±6.4) Ma，LA-ICP-MS U-Pb 年龄为 (254.4±1.7) Ma)^[30](图 2)作为外标，对原始数据进行质量漂移和同位素分馏效应校正。使用镁灰白云岩(产自德国 Tettenborn 石膏坑)作为二级标准样品进行重复分析，获得(259.5±5.2) Ma(MSWD 值为 0.99，分析点数为 17 个)和(255.3±5.8) Ma(MSWD 值为 1.4，分析点数为 18 个)的下交点年龄，验证了该方法的可重复性。同时，对叠层石灰岩(产自纳米比亚南部寒武纪—前寒武纪地层)进行



图件引自文献[30]

图 2 方解石标准样品 WC-1 的 Tera-Wasserburg 谐和曲线

Fig. 2 Tera-Wasserburg Concordia Diagrams of the WC-1 Reference Material of Calcite

ICP-MS U-Pb 定年, 获得 (543.8 ± 5.3) Ma (MSWD 值为 1.4) 的下交点年龄, 误差范围内与其上覆的火山灰夹层锆石 U-Pb 年龄 $((543 \pm 1)$ Ma) 一致^[3]。以上数据表明 LA-ICP-MS U-Pb 定年技术有着约 2% 或更好的精度和可重复性。分析数据使用 Iso-plot 3.75 程序制作 Tera-Wasserburg 谐和曲线^[56], 并计算下交点年龄。

4 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年实例

近年来, 随着测试仪器的精度逐渐提高, 国外一些学者逐渐将 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术应用于方解石这类低铀矿物的年龄测定^[1-3, 26-37], 这种方法适用于碳酸盐岩及其他方解石脉体和纤维, 在地质学尤其是脆性构造地质学领域展现出巨大的应用潜力。

Li 等利用 TIMS 和 LA-MC-ICP-MS 两种定年方法, 对侏罗纪菊石的成岩年龄进行 U-Pb 定年^[27]。结果显示, TIMS 法获得 U-Pb 年龄为 (171 ± 16) Ma (MSWD 值为 0.51), LA-MC-ICP-MS 法为 (165.5 ± 3.3) Ma, 两种方法获得的年龄在误差范围内保持一致, 并且 LA-MC-ICP-MS 法获得的年龄精度更高, 该项研究开创了碳酸盐岩 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年的先河。Roberts 等通过 TIMS 和 LA-ICP-MS 两种定年对方解石标准样品 WC-1 开展年代学分析, 其获得的年龄一致, 并且 LA-ICP-MS 定年技术获得的年龄精度更高(图 2、表 1)^[30]。以上对比研究表明, 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术比 TIMS 法具有更高的精度和效率以及良好的应

用前景。

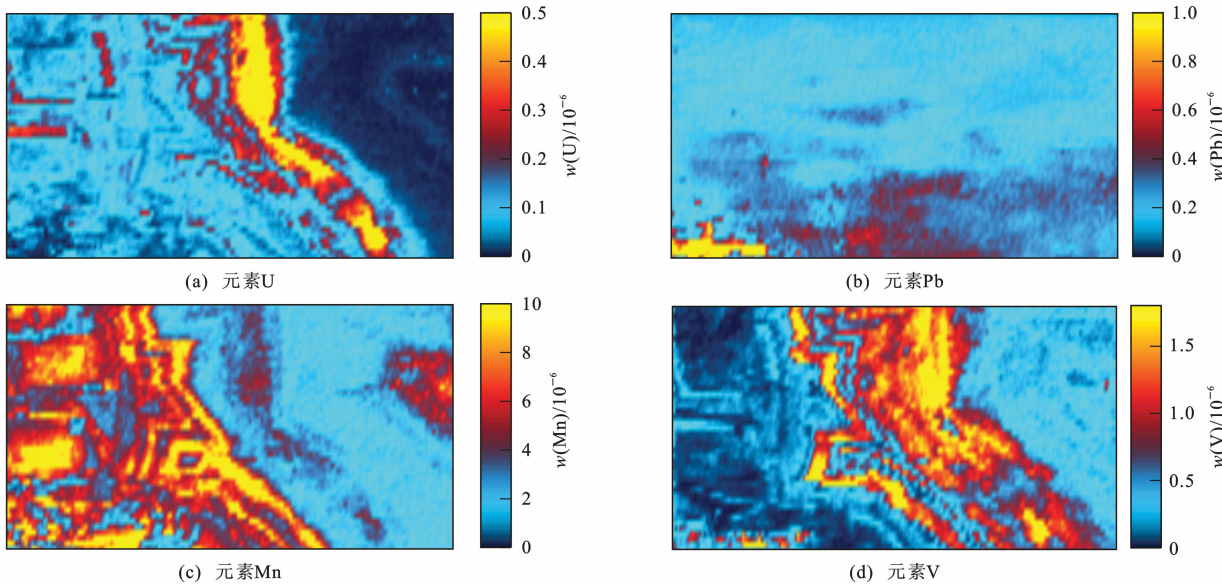
随后, 方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术被广泛应用于脆性构造变形的绝对年龄测定^[1-3, 34-37]。Roberts 等选取与大陆裂解有关的脆性断层作为研究对象, 对 3 期断层内同构造方解石脉进行 LA-ICP-MS U-Pb 定年, 获得了 11.2~44.8 Ma 等 9 组年龄, 将大西洋东北缘法罗群岛地区裂解时间限定在始新世中期到中新世中期^[1]。Nuriel 等选取死海转换地区脆性断裂同构造方解石脉进行 LA-MC-ICP-MS U-Pb 定年, 获得 6.2~20.1 Ma 等 28 组年龄, 成功确定了脆性断裂的活动期次^[2]。Ring 等对阿尔卑斯山脉脆性断裂同构造方解石脉进行 LA-ICP-MS U-Pb 定年, 从 3 个样品中获得 21.8~25.3 Ma 等 6 组年龄, 揭露了该区渐新世—中新世伸展构造变形时间^[34]。Goodfellow 等对瑞典东南部灰岩共轭走滑断层中的 4 组方解石擦痕纤维进行 LA-MC-ICP-MS U-Pb 定年, 获得 63.3~67.0 Ma 和 54.7 Ma 两组年龄, 确定了该区古新世断层活动的绝对时间^[35]。Beaudoin 等选取产自美国怀俄明州比格霍恩盆地内同构造方解石脉进行 LA-ICP-MS U-Pb 定年, 获得 1.75~89.70 Ma 等 24 组年龄, 结合构造应力场反演, 确定了该地区的构造演化序列^[36]。Nuriel 等对产自土耳其北部北安纳托利亚断裂带的同构造方解石脉进行 LA-MC-ICP-MS U-Pb 定年, 获得 11.7~41.4 Ma 等 5 组年龄, 确定了脆性构造变形的绝对时代^[37]。Hansman 等总结前人方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术, 首次将该技术应用于多期次脆性构造变形事件年龄测定, 结合区域构造解析, 得出阿曼 Al Hajar 山脉中

生代以来的构造演化史^[8]。

5 一些关键问题及解决方法

近年来,方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术取得了不断发展和进步,成为了同位素年代学领域的研究热点^[1-3,26-37]。但在实际分析测试中发现,由于方解石往往具有多期性,且后期重结晶现象

也很普遍^[57],其年龄的地质意义是制约方解石 U-Pb 定年技术广泛应用的关键科学问题之一。此外,与锆石相比,方解石中 U 含量非常低,普通铅含量高,不同晶域的 U、Pb 含量变化很大(表 1、图 3)。因此,选定最优待测靶区、普通铅的准确扣除、采用理想标样进行外部校正是成功获得精准 U-Pb 年龄的关键所在。



图件引自文献[1]

图 3 方解石 LA-(MC-)ICP-MS 元素分布

Fig. 3 Distributions of LA-(MC-)ICP-MS Elements of Calcite

5.1 方解石 U-Pb 年龄的地质意义

由于方解石往往具有多期性,当流体存在时,即使在低温条件下也极易发生重结晶作用,不同期次、不同晶域方解石样品的 U-Pb 年龄代表不同的地质事件,具有不同的地质意义。方解石 U-Pb 定年的首要环节便是对其进行期次划分,并识别原生域和次生域。阴极发光观测技术是识别不同期次、不同晶域方解石的有效方法。不同期次结晶的方解石晶体由于流体中的 pH 值、Eh 值及所含微量元素性质不同,具有不同的发光强度和颜色,以此识别不同期次的方解石。当脉体后期发生重结晶作用时,也可以通过阴极发光图像判断方解石的原始晶体形态^[46]。方解石常见的阴极发光强度颜色为橙色、橙黄色、橙红色,少数方解石为褐色、蓝色和绿色。

5.2 选择最优待测靶区

选择最优待测靶区是方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 年代学研究中的基本前提。研究表明,方解石中的 U 含量普遍比锆石低 2~4 个数量级,锆石中 U 含量通常大于 10×10^{-6} ,平均约为 $200 \times$

10^{-6} ,而方解石中 U 含量通常低于 1×10^{-6} ,并且其普通铅含量在样品铅总含量中的占比一般比锆石高得多;此外,方解石在结晶过程中 U 和 Pb 的分布极不均匀,具有很强的非均质性,在毫米尺度上²³⁸U/²⁰⁶Pb 值变化很大,最大与最小的比值可达 1 000^[1](表 1)。LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年中常用于圈定待测靶区的透射光、反射光、背散射光和阴极发光图像不能有效显示样品 U、Pb 等微量元素的分布特征。为使方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年达到最佳精度和准确度,一些学者在对方解石样品进行光学分析后,利用 LA-(MC-)ICP-MS 元素成像技术获得元素分布(图 3),根据不同元素的分布特征,选取高 U 含量且低普通铅含量的范围作为 LA-(MC-)ICP-MS 定点分析最优待测靶区,取得了良好的效果^[1,33]。

5.3 普通铅校正

普通铅校正是 U-Pb 年代学研究中的基本科学问题。普通铅校正的前提是估计初始普通铅的组成。获得初始普通铅组成的方法主要有两种:①测

量与待测样品同源且达到同位素平衡的、具有高普通铅组成的矿物(如斜长石、方铅矿等);②根据其他矿物定年方法,在已获得样品大致年龄的情况下,根据地球 Pb 同位素组成演化曲线即可获得。对于低普通铅矿物(如锆石、斜锆石等),普通铅组成对 U-Pb 定年结果影响甚微,几乎可以不进行普通铅校正。但对于方解石这类高普通铅矿物,普通铅校正就变得至关重要。

常用的普通铅校正方法有 ^{204}Pb 校正法、 ^{207}Pb 校正法和 ^{208}Pb 校正法^[58-66]。其中, ^{204}Pb 校正法不适用于方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年,因为方解石中 ^{204}Pb 含量较低,激光方法无法准确测量; ^{208}Pb 校正法假设条件较多,要求 U-Th-Pb 体系封闭且 Th/U 值低于 0.5; ^{207}Pb 校正法适用于 U-Pb 体系封闭的年轻样品(年龄小于 1 200 Ma),假设条件较少,对仪器的检出限要求相对宽泛,适用于方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法的普通铅校正^[1-3,27-33]。

Tera-Wasserburg 谐和曲线是 ^{207}Pb 校正法的几何表达,其横坐标为 $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ 值,纵坐标为 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 值^[67-68]。Tera-Wasserburg 谐和曲线的几何原理是根据一组样品实测 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 值和 $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ 值及二者误差拟合出一条 ^{207}Pb 演化线(不一致线),这条演化线与纵轴的交点为初始 Pb 同位素组成($(^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb})_i$),与 Tera-Wasserburg 谐和曲线的下交点对应样品的 $^{238}\text{U}/^{206}\text{Pb}$ 年龄(图 2)^[30]。Tera-Wasserburg 谐和曲线的优点在于进行不一致回归计算时,不需要引入误差相关系数,并且可以一步完成普通铅扣除和元素分馏效应的校正。此外,Tera-Wasserburg 谐和曲线中一致线与传统谐和曲线中一致线相比具有不同的曲率,使得相对年轻矿物的谐和性程度可以得到较充分的显示。在锡石、独居石、磷灰石和金红石等含铀副矿物的 U-Pb 定年中,为减少普通铅扣除所引起的误差,多数学者选择采取 Tera-Wasserburg 谐和曲线来进行普通铅校正^[61-62,64-66]。

5.4 理想标样

在微区原位 LA-(MC-)ICP-MS 定年分析过程中,标准样品的作用包括定量校正和数据质量监控两个方面,可靠的标准样品是利用 LA-(MC-)ICP-MS 获得准确分析数据的关键。理想的方解石标样需要满足以下几点:①放射性成因 Pb 比例非常高(大于 98%);②U 含量适中,与测试样品中 U 含量相差不大;③低普通铅含量(小于 1×10^{-6});④具有

足够的存储量以供学术界长期使用^[30]。

已有文献表明,当前方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年采用的标样主要有人工合成的标准玻璃(如 NIST-614、NBS-981、NBS-960 等)和天然矿物(如 WC-1、ASH-15D、AHX-1 等)两类^[1-3,26-37]。多数学者采用 NIST-614 标准玻璃作为外标,对原始数据进行校正,由于该标样为玻璃样品,与方解石的基体不同。因此,使用 NIST-614 标准玻璃校正之后,需采用 WC-1、ASH-15D、AHX-1 等天然矿物进行辅助校正^[1-3,31,34-37]。WC-1 产自美国得克萨斯州西部的特拉华盆地断层,U 平均含量为 3.7×10^{-6} ,普通铅含量为 0.18×10^{-6} ,Roberts 对该标样进行反复测定的结果都在 $(254.46 \pm 6.4)\text{Ma}$ 的误差范围之内,但由于该标样中含有不同程度的普通铅,其并不是理想标样,主要作为次要标样进行辅助校正^[30]。ASH-15D 产自以色列的洞穴碳酸盐岩,Vaks 等利用同位素稀释法获得该标样的年龄为 $(3.001 \pm 0.012)\text{Ma}$,并在澳大利亚墨尔本大学、英国利兹大学和牛津大学实验室互相验证^[69]。AHX-1 取自中国塔里木盆地寒武系孔洞充填方解石,U 平均含量只有 0.14×10^{-6} ,普通铅含量非常低,是理想标样。澳大利亚昆士兰大学在开展方解石 U-Pb 年代学研究中采用了 ASH-15D 标样,通过数十次对测,获得 $(209.2 \pm 1.3)\text{Ma}$ 的加权平均年龄,但该成果还未发表,也未得到其他实验室的证明^[70]。Goodfellow 等采用 NIST-614 标准玻璃校正之后,利用一些实验室工作标样(如 GSC、WP21 等)进行辅助校正,取得了良好的效果^[35,37]。Pisapia 等直接利用标准玻璃(如 NBS-981、NBS-960)对原始数据进行校正,以消除基体效应,同样获得了较好的年龄数据^[32]。由此可见,虽然当前方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年标样研究工作取得一定进展,但仍缺乏可够选取的标样,各实验室使用的标样种类十分有限,现有标样也没有相互共享,在未来的研究中需要寻找出更多的标样并在不同的实验室共享,以推动测试参数标准化进程。

综上所述,方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术面临的关键问题和技术难点是其年龄的地质意义和定年成功率。在实际工作中,需要根据方解石样品中 U 含量、非放射成因 Pb 含量、定年精度要求等因素,结合区域地质背景对年龄数据进行合理解释,进而获得可靠的分析结果。此外,分析误差、方解石脉或脉体内年龄变化、某些区域轻微开放的 U-Pb 体系等因素也会引起方解石 U-Pb 年龄的

MSWD 值大于 2.0,从而产生分散的数据^[26],因此,需要谨慎使用这些年龄数据。

6 结 语

(1)方解石是进行脆性构造变形定年的理想矿物,对其开展 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年可以获得脆性构造变形的绝对年龄。

(2)野外识别同构造方解石脉,采集制备定年薄片,划分不同期次的方解石,确定原生域和次生域,能够准确揭示方解石 U-Pb 年龄所代表的地质意义。

(3)圈定最优待测靶区,选择合适的普通铅校正方法,寻找理想的方解石标样,有利于提高定年结果精度和准确性。

(4)方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年方法是脆性构造变形最为有效和理想的定年方法之一,但要获得具有地质意义的精准年龄数据,还需结合详细的野外地质资料,辅以方解石成因矿物学研究,以及与其他间接定年手段进行对比分析。方解石 LA-(MC-)ICP-MS U-Pb 定年技术在脆性构造变形研究中取得了迅猛发展,精准限定了脆性构造变形时代,该方法的开发和利用将对理解区域构造演化史和地壳浅层次动力学背景具有重要的科学意义。

中国地质科学院地质力学研究所张栓宏研究员和中国地质大学(北京)柳长峰副研究员在成文过程中给予了建设性意见和建议,在此一并表示感谢。

参 考 文 献:

References:

- [1] ROBERTS N M W, WALKER R J. U-Pb Geochronology of Calcite-mineralized Faults: Absolute Timing of Rift-related Fault Events on the Northeast Atlantic Margin[J]. *Geology*, 2016, 44(7): 531-534.
- [2] NURIEL P, WEINBERGER R, KYLANDER-CLARK A R C, et al. The Onset of the Dead Sea Transform Based on Calcite Age-strain Analyses[J]. *Geology*, 2017, 45(7): 587-590.
- [3] HANSMAN R J, ALBERT R, GERDES A, et al. Absolute Ages of Multiple Generations of Brittle Structures by U-Pb Dating of Calcite[J]. *Geology*, 2018, 46(3): 207-210.
- [4] 郑 勇,李海兵,王世广,等.断层泥自生伊利石年龄分析及其在龙门山断裂带的应用[J]. *地球学报*, 2019, 40(1): 173-185.
- ZHENG Yong, LI Hai-bing, WANG Shi-guang, et al. Authigenic Illite Age Analysis for Fault Gouge and Its Application to the Longmen Shan Fault Belt[J]. *Acta Geoscientica Sinica*, 2019, 40(1): 173-185.
- [5] BLUNDELL D J. The Timing and Location of Major Ore Deposits in an Evolving Orogen: The Geodynamic Context[J]. Geological Society, London, Special Publications, 2002, 204: 1-12.
- [6] FINK R, VIRGO S, ARNDT M, et al. Solid Bitumen in Calcite Veins from the Natih Formation in the Oman Mountains: Multiple Phases of Petroleum Migration in a Changing Stress Field[J]. *International Journal of Coal Geology*, 2016, 157: 39-51.
- [7] JOLIE E, MOECK I, FAULDS J E. Quantitative Structural-geological Exploration of Fault-controlled Geothermal Systems: A Case Study from the Basin-and-range Province, Nevada (USA) [J]. *Geothermics*, 2015, 54: 54-67.
- [8] COWAN D S. Do Faults Preserve a Record of Seismic Slip? A Field Geologist's Opinion[J]. *Journal of Structural Geology*, 1999, 21(8/9): 995-1001.
- [9] ZHANG Y Q, MA Y S, YANG N, et al. Cenozoic Extensional Stress Evolution in North China[J]. *Journal of Geodynamics*, 2003, 36(5): 591-613.
- [10] SHI W, DONG S W, LI J H, et al. Formation of the Moping Dome in the Xuefengshan Orocline, Central China and Its Tectonic Significance[J]. *Acta Geologica Sinica (English Edition)*, 2013, 87(3): 720-729.
- [11] 朱 光,王 薇,顾承串,等.郯庐断裂带晚中生代演化历史及其对华北克拉通破坏过程的指示[J]. *岩石学报*, 2016, 32(4): 935-949.
- ZHU Guang, WANG Wei, GU Cheng-chuan, et al. Late Mesozoic Evolution History of the Tan-Lu Fault Zone and Its Indication to Destruction Processes of the North China Craton[J]. *Acta Petrologica Sinica*, 2016, 32(4): 935-949.
- [12] SHI W, ZHANG Y Q, DONG S W, et al. Intra-continental Dabashan Orocline, South Western Qinling, Central China[J]. *Journal of Asian Earth Sciences*, 2012, 46: 20-38.
- [13] 李松峰,徐思煌.磷灰石裂变径迹研究进展[J]. *重庆科技学院学报(自然科学版)*, 2009, 11(1): 61-64.
- LI Song-feng, XU Si-huang. Study on Progress of Apatite Fission Track[J]. *Journal of Chongqing University of Science and Technology (Natural Sciences Edition)*, 2009, 11(1): 61-64.
- [14] 宫 伟,姜效典.利用磷灰石裂变径迹约束断裂活动时限的制约因素[J]. *海洋地质与第四纪地质*, 2015, 35(2): 101-109.
- GONG Wei, JIANG Xiao-dian. Application of Apatite Fission Track to Timing Fault Movement and Con-

- straints[J]. Marine Geology and Quaternary Geology, 2015, 35(2):101-109.
- [15] 王先美, 钟大赉, 王毅. 利用磷灰石裂变径迹约束脆性断裂活动的时限[J]. 地球物理学进展, 2008, 23(5):1444-1455.
- WANG Xian-mei, ZHONG Da-lai, WANG Yi. A Case of Application Using Apatite Fission Track to Restrict the Time of Brittle Fault Movement[J]. Progress in Geophysics, 2008, 23(5):1444-1455.
- [16] 丁林. 裂变径迹定年方法的进展及应用[J]. 第四纪研究, 1997, 17(3):272-280.
- DING Lin. Advance of Fission-track Analysis Method and Its Application[J]. Quaternary Sciences, 1997, 17(3):272-280.
- [17] WANG Y C, DONG S W, SHI W, et al. The Jurassic Structural Evolution of the Western Daqingshan Area, Eastern Yinshan Belt, North China[J]. International Geology Review, 2017, 59(15):1-23.
- [18] WANG Y C, DONG S W, CHEN X H, et al. Yan-shanian Deformation Along the Northern Margin of the North China Craton: Constraints from Growth Strata in the Shiguai Basin, Inner Mongolia, China[J]. Basin Research, 2018, 30(6):1155-1179.
- [19] VAN DER PLUIJM B A, HALL C M, VROLIJK P J, et al. The Dating of Shallow Faults in the Earth's Crust[J]. Nature, 2001, 412:172-175.
- [20] RING U, UYSAL I T, GLODNY J, et al. Fault-gouge Dating in the Southern Alps, New Zealand[J]. Tectonophysics, 2017, 717:321-338.
- [21] RAMSAY J G. The Crack-seal Mechanism of Rock Deformation[J]. Nature, 1980, 284:135-139.
- [22] UYSAL I T, ZHAO J X, GOLDING S D, et al. Sm-Nd Dating and Rare-earth Element Tracing of Calcite: Implications for Fluid-flow Events in the Bowen Basin, Australia[J]. Chemical Geology, 2007, 238(1/2):63-71.
- [23] NURIEL P, ROSENBAUM G, ZHAO J X, et al. U-Th Dating of Striated Fault Planes[J]. Geology, 2012, 40(7):647-650.
- [24] GILBERT A S. Encyclopedia of Geoarchaeology[M]. Berlin: Springer, 2017.
- [25] AULT A K, REINERS P W, EVANS J P, et al. Linking Hematite (U-Th)/He Dating with the Microtextural Record of Seismicity in the Wasatch Fault Damage Zone, Utah, USA[J]. Geology, 2015, 43(9):771-774.
- [26] RASBURY E T, COLE J M. Directly Dating Geologic Events: U-Pb Dating of Carbonates[J]. Reviews of Geophysics, 2009, DOI:10.1029/2007RG000246.
- [27] LI Q, PARRISH R R, HORSTWOOD M S A, et al. U-Pb Dating of Cements in Mesozoic Ammonites[J]. Chemical Geology, 2014, 376:76-83.
- [28] COOGAN L A, PARRISH R R, ROBERTS N M W. Early Hydrothermal Carbon Uptake by the Upper Oceanic Crust: Insight from *In-situ* U-Pb Dating[J]. Geology, 2016, 44(2):147-150.
- [29] BURISCH M, GERDES A, WALTER B F, et al. Methane and the Origin of Five-element Veins: Mineralogy, Age, Fluid Inclusion Chemistry and Ore Forming Processes in the Odenwald, SW Germany[J]. Ore Geology Reviews, 2017, 81:42-61.
- [30] ROBERTS N M W, RASBURY E T, PARRISH R R, et al. A Calcite Reference Material for LA-ICP-MS U-Pb Geochronology[J]. Geochemistry, Geophysics, Geosystems, 2017, 18(7):2807-2814.
- [31] GODEAU N, DESCHAMPS P, GUIHOU A, et al. U-Pb Dating of Calcite Cement and Diagenetic History in Microporous Carbonate Reservoirs: Case of the Urgonian Limestone, France[J]. Geology, 2018, 46(3):247-250.
- [32] PISAPIA C, DESCHAMPS P, BATTANI A, et al. U/Pb Dating of Geodic Calcite: New Insights on Western Europe Major Tectonic Events and Associated Diagenetic Fluids[J]. Journal of the Geological Society, 2018, 175(1):60-70.
- [33] YOKOYAMA T, KIMURA J, MITSUGUCHI T, et al. U-Pb Dating of Calcite Using LA-ICP-MS: Instrumental Setup for Non-matrix-matched Age Dating and Determination of Analytical Areas Using Elemental Imaging[J]. Geochemical Journal, 2018, 52(6):531-540.
- [34] RING U, GERDES A. Kinematics of the Alpenrhein-Bodensee Graben System in the Central Alps: Oligocene/Miocene Transtension Due to Formation of the Western Alps Arc[J]. Tectonics, 2016, 35(6):1367-1391.
- [35] GOODFELLOW B W, VIOLA G, BINGEN B, et al. Palaeocene Faulting in SE Sweden from U-Pb Dating of Slickenfibre Calcite[J]. Terra Nova, 2017, 29(5):321-328.
- [36] BEAUDOIN N, LACOMBE O, ROBERTS N M W, et al. U-Pb Dating of Calcite Veins Reveals Complex Stress Evolution and Thrust Sequence in the Bighorn Basin, Wyoming, USA[J]. Geology, 2018, 46(11):1015-1018.
- [37] NURIEL P, CRADDOCK J, KYLANDER-CLARK A R C, et al. Reactivation History of the North Anato-

- lian Fault Zone Based on Calcite Age-strain Analyses [J]. *Geology*, 2019, 47(5): 465-469.
- [38] 邵世才,何绍勋. 剪切带型金矿床中含石英脉的一种可能生成机制[J]. *大地构造与成矿学*, 1994, 18(2): 155-162.
- SHAO Shi-cai, HE Shao-xun. Formation Mechanism of the Gold-bearing Quartz Veins[J]. *Geotectonica et Metallogenia*, 1994, 18(2): 155-162.
- [39] 张艳妮,李荣西,刘海青. 纤维状方解石脉与构造流体研究[J]. *地质科技情报*, 2014, 33(4): 12-18.
- ZHANG Yan-ni, LI Rong-xi, LIU Hai-qing. A Review of Fibrous Calcite Vein and Tectonic Fluids[J]. *Geological Science and Technology Information*, 2014, 33(4): 12-18.
- [40] BONS P D, ELBURG M A, GOMEZ-RIVAS E A. Review of the Formation of Tectonic Veins and Their Microstructures[J]. *Journal of Structural Geology*, 2012, 43: 33-62.
- [41] 王兴安,刘正宏,王挽琼,等. 内蒙古大青山逆冲推覆构造带中同构造方解石脉[J]. *吉林大学学报(地球科学版)*, 2012, 42(增3): 111-118.
- WANG Xing-an, LIU Zheng-hong, WANG Wan-qiong, et al. Syntectonic Calcite Veins in Daqingshan Thrust Nappe Structure, Inner Mongolia[J]. *Journal of Jilin University (Earth Science Edition)*, 2012, 42 (S3): 111-118.
- [42] 佟昕. 巢北地区二叠系、三叠系碳酸盐岩方解石脉的微观特征与裂缝活动关系研究[D]. 青岛: 中国石油大学, 2015.
- TONG Xin. Study on the Relationship Between Calcite Vein Microscopic Characteristics and Fracture Activities of Permian and Triassic Limestones in Northern Chaohu Area[D]. Qingdao: China University of Petroleum, 2015.
- [43] 田密,施炜,李建华,等. 江汉盆地西北部断陷带构造变形分析与古应力场演化序列[J]. *地质学报*, 2010, 84(2): 159-170.
- TIAN Mi, SHI Wei, LI Jian-hua, et al. Tectonic Deformation Analysis and Paleostress Field Sequence of the Grabens in the Northwestern Jiangnan Basin[J]. *Acta Geologica Sinica*, 2010, 84(2): 159-170.
- [44] 董树文,施炜,张岳桥,等. 大巴山晚中生代陆内造山构造应力场[J]. *地球学报*, 2010, 31(6): 769-780.
- DONG Shu-wen, SHI Wei, ZHANG Yue-qiao, et al. The Tectonic Stress Field in the Dabashan Orogen Resulting from Late Mesozoic Intra-continental Orogeny[J]. *Acta Geoscientica Sinica*, 2010, 31(6): 769-780.
- [45] BONS P D, MONTENARI M. The Formation of Antitaxial Calcite Veins with Well-developed Fibres, Opaminda Creek, South Australia[J]. *Journal of Structural Geology*, 2005, 27(2): 231-248.
- [46] PARNELL J, HONGHAN C, MIDDLETON D, et al. Significance of Fibrous Mineral Veins in Hydrocarbon Migration: Fluid Inclusion Studies[J]. *Journal of Geochemical Exploration*, 2000, 69/70: 623-627.
- [47] HILLIER R D, COSGROVE J W. Core and Seismic Observations of Overpressure-related Deformation Within Eocene Sediments of the Outer Moray Firth, UKCS[J]. *Petroleum Geoscience*, 2002, 8(2): 141-149.
- [48] STONELEY R. Fibrous Calcite Veins, Overpressures, and Primary Oil Migration[J]. *AAPG Bulletin*, 1983, 67(9): 1089-1091.
- [49] 陈岳龙,杨忠芳,赵志丹. 同位素地质年代学与地球化学[M]. 北京: 地质出版社, 2005.
- CHEN Yue-long, YANG Zhong-fang, ZHAO Zhi-dan. *Isotopic Geochronology and Geochemistry* [M]. Beijing: Geological Publishing House, 2005.
- [50] 陈文,万渝生,李华芹,等. 同位素地质年龄测定技术及应用[J]. *地质学报*, 2011, 85(11): 1917-1947.
- CHEN Wen, WAN Yu-sheng, LI Hua-qin, et al. *Isotope Geochronology: Technique and Application* [J]. *Acta Geologica Sinica*, 2011, 85(11): 1917-1947.
- [51] YUAN H L, GAO S, DAI M N, et al. Simultaneous Determinations of U-Pb Ages, Hf Isotopes of Zircon by Excimer Laser-ablation Quadrupole and Multiple-collector ICP-MS[J]. *Chemical Geology*, 2008, 247(1/2): 100-118.
- [52] 崔玉荣,周红英,耿建珍,等. LA-MC-ICP-MS 独居石微区原位 U-Pb 同位素年龄测定[J]. *地球学报*, 2012, 33(6): 865-876.
- CUI Yu-rong, ZHOU Hong-ying, GENG Jian-zhen, et al. *In-situ* LA-MC-ICP-MS U-Pb Isotopic Dating of Monazite [J]. *Acta Geoscientica Sinica*, 2012, 33(6): 865-876.
- [53] 周红英,李怀坤,崔玉荣,等. 金红石 U-Pb 同位素定年技术研究[J]. *地质学报*, 2013, 87(9): 1439-1446.
- ZHOU Hong-ying, LI Huai-kun, CUI Yu-rong, et al. Rutile U-Pb Isotopic Dating Methodology [J]. *Acta Geologica Sinica*, 2013, 87(9): 1439-1446.
- [54] GERDES A, ZEH A. Combined U-Pb and Hf Isotope LA-(MC-) ICP-MS Analyses of Detrital Zircons: Comparison with SHRIMP and New Constraints for the Provenance and Age of an Armorican Metasediment in Central Germany[J]. *Earth and Planetary Science*

- Letters, 2006, 249(1/2): 47-61.
- [55] GERDES A, ZEH A. Zircon Formation Versus Zircon Alteration; New Insights from Combined U-Pb and Lu-Hf *In-situ* LA-ICP-MS Analyses, and Consequences for the Interpretation of Archean Zircon from the Central Zone of the Limpopo Belt[J]. Chemical Geology, 2009, 261(3/4): 230-243.
- [56] LUDWIG K R. User's Manual for Isoplot 3. 75: A Geochronological Toolkit for Microsoft Excel[R]. Berkeley; Berkeley Geochronology Center, 2012.
- [57] CHERNIAK D J. An Experimental Study of Strontium and Lead Diffusion in Calcite and Implications for Carbonate Diagenesis and Metamorphism[J]. Geochimica et Cosmochimica Acta, 1997, 61(19): 4173-4179.
- [58] 万渝生, 刘敦一, 简平, 等. 独居石和锆石 SHRIMP U-Pb 定年对比[J]. 科学通报, 2004, 49(12): 1185-1190.
WAN Yu-sheng, LIU Dun-yi, JIAN Ping, et al. Comparison of SHRIMP U-Pb Dating of Monazite and Zircon[J]. Chinese Science Bulletin, 2004, 49(12): 1185-1190.
- [59] PAQUETTE J L, GONCALVES P, DEVOUARD B, et al. Micro-drilling ID-TIMS U-Pb Dating of Single Monazites: A New Method to Unravel Complex Polymetamorphic Evolutions, Application to the UHT Granulites of Andriamena (North-central Madagascar) [J]. Contributions to Mineralogy and Petrology, 2004, 147(1): 110-122.
- [60] STOREY C D, JEFFRIES T E, SMITH M. Common Lead-corrected Laser Ablation ICP-MS U-Pb Systematics and Geochronology of Titanite[J]. Chemical Geology, 2006, 227(1/2): 37-52.
- [61] LI Q L, LIN W, SU W, et al. SIMS U-Pb Rutile Age of Low-temperature Eclogites from Southwestern Chinese Tianshan, NW China[J]. Lithos, 2011, 122(1/2): 76-86.
- [62] LI Q L, LI X H, WU F Y, et al. *In-situ* SIMS U-Pb Dating of Phanerozoic Apatite with Low U and High Common Pb[J]. Gondwana Research, 2012, 21(4): 745-756.
- [63] 李艳广, 汪双双, 刘民武, 等. 斜锆石 LA-ICP-MS U-Pb 定年方法及应用[J]. 地质学报, 2015, 89(12): 2400-2418.
LI Yan-guang, WANG Shuang-shuang, LIU Min-wu, et al. U-Pb Dating Study of Baddeleyite by LA-ICP-MS Technique and Application[J]. Acta Geologica Sinica, 2015, 89(12): 2400-2418.
- [64] 王小娟, 刘玉平, 缪应理, 等. 都龙锡锌多金属矿床 LA-MC-ICP-MS 锡石 U-Pb 测年及其意义[J]. 岩石学报, 2014, 30(3): 867-876.
WANG Xiao-juan, LIU Yu-ping, MIAO Ying-li, et al. *In-situ* LA-MC-ICP-MS Cassiterite U-Pb Dating of Dulong Sn-Zn Polymetallic Deposit and Its Significance[J]. Acta Petrologica Sinica, 2014, 30(3): 867-876.
- [65] 刘颖. LA-ICP-MS 榍石 U-Pb 定年方法优化及其地质应用[D]. 北京: 中国地质大学, 2018.
LIU Ying. Method Optimization and Geological Application of the LA-ICP-MS Titanite U-Pb Dating[D]. Beijing: China University of Geosciences, 2018.
- [66] 崔玉荣, 涂家润, 陈枫, 等. LA-(MC-)ICP-MS 锡石 U-Pb 定年研究进展[J]. 地质学报, 2017, 91(6): 1386-1399.
CUI Yu-rong, TU Jia-run, CHEN Feng, et al. The Research Advances in LA-(MC-)ICP-MS U-Pb Dating of Cassiterite[J]. Acta Geologica Sinica, 2017, 91(6): 1386-1399.
- [67] TERA F, WASSERBURG G J. U-Th-Pb Systematics in Three Apollo 14 Basalts and the Problem of Initial Pb in Lunar Rocks[J]. Earth and Planetary Science Letters, 1972, 14(3): 281-304.
- [68] TERA F, WASSERBURG G J. U-Th-Pb Systematics in Lunar Highland Samples from the Luna 20 and Apollo 16 Missions[J]. Earth and Planetary Science Letters, 1972, 17(1): 36-51.
- [69] VAKS A, WOODHEAD J, BAR-MATTHEWS M, et al. Pliocene-Pleistocene Climate of the Northern Margin of Saharan-Arabian Desert Recorded in Speleothems from the Negev Desert, Israel[J]. Earth and Planetary Science Letters, 2013, 368: 88-100.
- [70] 刘恩涛, ZHAO Jian-xin, 潘松圻, 等. 盆地流体年代学研究新技术: 激光原位方解石 U-Pb 定年法[J]. 地球科学, 2019, 44(3): 698-712.
LIU En-tao, ZHAO Jian-xin, PAN Song-qi, et al. A New Technology of Basin Fluid Geochronology: *In-situ* U-Pb Dating of Calcite[J]. Earth Science, 2019, 44(3): 698-712.