ICS 73.080
CCS D59

DZ

中 华 人 民 共 和 国 地 质 矿 产 行 业 标 准

DZ/T0184.3—202X

地质样品同位素分析方法 第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法

Methods for isotope analysis of geological samples—Part 3: Determination of in situ uranium-lead age of zircon—Laser Ablation-Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

（报批稿）

202X-XX-XX 发布　　202X-XX-XX 实施

中华人民共和国自然资源部　　发 布

目　　次

前　　言 II
引　　言 IV
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 术语和定义 1
4 方法原理 1
5 试剂和材料 1
6 仪器设备 2
7 分析步骤 2
7.1 准备工作 2
7.2 样品的分析步骤 2
8 分析结果的表述和计算 3
8.1 分析结果的表述 3
8.2 分析结果的计算 3
9 精密度和正确度 4
9.1 精密度 4
9.2 正确度 4
10 质量保证和控制 4
附　录　A　（资料性）　方法精密度与正确度 5
附　录　B　（资料性）　标准物质 6
参　考　文　献 7

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4—2015《标准编写规则第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件为DZ/T 0184-202X的第3部分。DZ/T 0184已经发布了以下部分：

——第1部分：总则和一般规定；
——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定激光剥蚀-电感耦合 等离子体质谱法；
——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法；
——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法；
——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法；
——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法；
——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法；
——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法；
——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法；
——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定 α能谱法；
——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 α能谱法；
——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法；
——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定 γ能谱法；
——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法；
——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法；
——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法；
——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法；
——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法；
——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法；
——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定 五氟化溴法；
——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法；
——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法；
——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法；
——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法；
——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法；
——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法；
——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法；
——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法；
——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法；
——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC 93）归口。

本文件起草单位：中国地质科学院矿产资源研究所、中国冶金地质总局山东局测试中心、西安地质矿产研究所、中国地质大学(北京)、成都地质矿产研究所、合肥工业大学、北京科荟测试技术有限公司、天津地质矿产研究所。

本文件主要起草人：王倩、侯可军、李延河、陈蕾、李凤春、李艳广、杨波、张亮亮、耿建珍、汪方跃、朱光有等。

引　言

运用地质样品同位素分析方法行业标准，严格规范分析技术要求，提交客观、可靠的同位素测试数据，是地质调查和地球科学研究工作可持续发展的重要保证。现行的行业标准DZ/T 0184.1～22-1997《同位素地质样品分析方法》，在地质样品同位素分析工作中发挥了重要作用。然而，自1997年发布实施以来一直未作过相应修订。随着地球科学研究的纵深发展，新的同位素实验室、新技术方法与新仪器日益增多，DZ/T 0184-1997已无法满足实际应用需求，修订该系列标准已是迫在眉睫。

本次修订工作，依据各方法使用和发展状况，将原22个标准修订为21个标准（DZ/T 0184.2-1997与DZ/T 0184.3-1997合并修订为1个方法），新制订16个标准方法。修订后的DZ/T 0184更名为《地质样品同位素分析方法》，由37个部分构成。

——第1部分：总则和一般规定。旨在确立同位素分析中需要遵守的总体原则和相关规则。

——第2部分：锆石 铀-铅体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定 激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法测定锆石铀-铅体系同位素年龄的分析方法。

——第4部分：地质样品 钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品钐-钕体系同位素年龄和钕同位素比值的分析方法。

——第5部分：地质样品 铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铷-锶体系同位素年龄和锶同位素比值的分析方法。

——第6部分：脉石英 铷-锶体系同位素年龄测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阳离子树脂分离纯化、同位素稀释热电离质谱法测定脉石英铷-锶体系同位素年龄的分析方法。

——第7部分：辉钼矿 铼-锇体系同位素年龄测定 电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、蒸馏法分离—电感耦合等离子体质谱法测定辉钼矿铼-锇体系同位素年龄的分析方法。

——第8部分：地质样品 钾-氩体系同位素年龄测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品钾-氩体系同位素年龄的分析方法。

——第9部分：地质样品 氩-氩同位素年龄及氩同位素比值测定 熔炉法。旨在确立熔炉—惰性气体质谱法测定地质样品氩-氩同位素年龄及氩同位素比值的分析方法。

——第10部分：地质样品 碳-14地质年龄测定 液闪能谱法。旨在确立液体闪烁能谱法测定地质样品碳-14地质年龄的分析方法。

——第11部分：碳酸盐岩 铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定碳酸盐岩铀系不平衡地质年龄和铀钍同位素比值的分析方法。

——第12部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 α能谱法。旨在确立α能谱法测定海洋、湖泊沉积物^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第13部分：沉积物 铅-210地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{210}Pb地质年龄的分析方法。

——第14部分：沉积物 铯-137地质年龄测定 γ能谱法。旨在确立γ能谱法测定海洋、湖泊沉积物中^{137}Cs含量及其地质年龄的分析方法。

——第15部分：地质样品 铅同位素组成测定 热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、热电离质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第16部分：地质样品 铅同位素组成测定 多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立混合酸分解、阴离子树脂分离纯化、多接收电感耦合等离子体质谱法测定地质样品铅同位素组成的分析方法。

——第17部分：岩石 锇同位素组成测定 负热电离质谱法。旨在确立混合酸分解、四氯化碳萃取分离、微蒸馏纯化、负热电离质谱法测定岩石样品锇同位素组成的分析方法。

——第18部分：锆石 微区原位铪同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定锆石铪同位素组成的分析方法。

——第19部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立氧化亚铜法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第20部分：硫酸盐矿物 硫同位素组成测定 二氧化硫法。旨在确立碳酸钠-氧化锌半熔法和五氧化二钒法转化收集SO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硫酸盐矿物硫同位素组成的分析方法。

——第21部分：硫化物矿物 硫同位素组成测定 六氟化硫法。旨在确立五氟化溴法转化收集SF_6、双路进样气体同位素质谱法测定硫化物矿物硫同位素组成的分析方法。

——第22部分：地质样品 硅同位素组成测定 四氟化硅法。旨在确立五氟化溴法转化收集SiF_4、双路进样气体同位素质谱法测定地质样品硅同位素组成的分析方法。

——第23部分：硅酸盐和氧化物矿物 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定硅酸盐和氧化物矿物氧同位素组成的分析方法。

——第24部分：水和非含氧矿物包裹体水 氧同位素组成测定 五氟化溴法。旨在确立五氟化溴氟化—石墨还原法转化收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水和非含氧矿物包裹体水氧同位素组成的分析方法。

——第25部分：天然水 氧同位素组成测定 二氧化碳-水平衡法。旨在确立二氧化碳-水平衡交换法收集CO_2、双路进样气体同位素质谱法测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第26部分：水 氧同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定水样中氧同位素组成的分析方法。

——第27部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第28部分：碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 磷酸法。旨在确立磷酸法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定碳酸盐岩和矿物碳氧同位素组成的分析方法。

——第29部分：微量碳酸盐岩和矿物 碳氧同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定微量古生物化石中碳酸盐碳氧同位素组成的分析方法。

——第30部分：水中溶解无机碳 碳同位素组成测定 连续流磷酸法。旨在确立磷酸法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、大气降水中溶解无机碳碳同位素组成的分析方法。

——第31部分：水中颗粒有机碳 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立燃烧法转化二氧化碳—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定地下水、地表水、海水中颗粒有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第32部分：水中溶解有机碳 碳同位素组成测定 燃烧法。旨在确立燃烧法转化收集二氧化碳、双路进样气体同位素质谱法测定地表水中溶解有机碳碳同位素组成的分析方法。

——第33部分：天然气单体烃 碳同位素组成测定 连续流燃烧法。旨在确立气相色谱分离—燃烧—连续流进样气体同位素质谱法，在线测定天然气单体烃碳同位素组成的分析方法。

——第34部分：水和含氢矿物 氢同位素组成测定 锌还原法。旨在确立金属锌还原法转化收集氢气、双路进样气体同位素质谱法测定水和含氢矿物氢同位素组成的分析方法。

——第35部分：水 氢同位素组成测定 连续流水平衡法。旨在确立水平衡—连续流进样气体同位素质谱法在线测定地下水、地表水、大气降水氢同位素组成的分析方法。

——第36部分：水 氢氧同位素组成测定 激光光谱法。旨在确立激光光谱法测定地下水、地表水、大气降水氢氧同位素组成的分析方法。

——第37部分：富硼矿物 微区原位硼同位素组成测定 激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法。旨在确立激光剥蚀-多接收电感耦合等离子体质谱法测定电气石、硼镁石等富硼矿物硼同位素组成的分析方法。

本文件为DZ/T 0184-202X 《地质样品同位素分析方法》的第3部分，采用激光剥蚀-电感耦合等离子质谱技术，测定锆石微区铀-铅年龄。该方法稳定可靠，方便快捷，具有可溯源性，可规范和保证各检验检测机构为地调、科研提供准确、可靠的锆石微区铀-铅年龄测试数据。

地质样品同位素分析方法
第3部分：锆石 微区原位铀-铅年龄测定
激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱法测定锆石微区原位铀-铅年龄的方法。

本文件适用于年龄为36-1068 Ma的锆石铀-铅年龄的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

GB/T 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法。

GB 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

DZ/T 0130.8 地质矿产实验室测试质量管理规范 第8部分：地质样品同位素分析。

JJF 1159 四级杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范。

3 术语和定义

DZ/T 0184.1对涉及到的术语进行了定义，本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱（LA-ICP-MS）测定锆石年龄的基本原理是将激光束聚焦于锆石样品表面使之剥蚀气化，由载气将样品微粒（气溶胶）送至ICP-MS等离子体中电离，经质谱系统进行质量过滤，最后用接收器分别检测^{202}Hg、^{204}Pb、^{206}Pb、^{207}Pb、^{208}Pb、^{232}Th和^{238}U不同质荷比的离子，进而得到^{207}Pb/^{206}Pb、^{207}Pb/^{235}U、^{206}Pb/^{238}U、^{208}Pb/^{232}Th同位素对比值。测试顺序为每测定8-10个待测样品点分析一组锆石外部标准样品（例如：锆石标准+8-10个测试样品点+锆石标准），通过锆石外部标准物质获得相关同位素对的校准因子来校准质量歧视和元素分馏效应，再根据放射性衰变定律计算待测样品年龄。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中所用试剂均为符合国家标准的分析纯化学试剂。

5.1 高纯氦载气，纯度 ≥99.999%。

5.2 氩气，纯度 ≥99.996%。

5.3 无水乙醇，优级纯。

5.4 锆石国际标准物质，GJ-1、Plešovice、91500 等（见表 B.1），作为外部标准。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体质谱仪，按 JJF 1159 经过检定。

6.2 激光剥蚀系统，能量密度大于 3 J/cm^2。

7 分析步骤

7.1 准备工作

7.1.1 样品的预处理

7.1.1.1 在双目显微镜下挑选合适的锆石用双面胶粘于载玻片上，放上 PVC 环，将环氧树脂和固化剂进行充分混合后注入 PVC 环中，待树脂充分固化后剥离样品靶。对样品靶打磨和抛光后进行反射光、透射光和阴极发光照相，查明样品表面的裂隙、内部包裹体以及是否存在成分环带。

7.1.1.2 样品测定之前用酒精擦拭样品表面，除去可能的污染。

7.1.2 仪器参数调试

7.1.2.1 启动 ICP-MS，启动后至少稳定 30 min，使其工作稳定。

7.1.2.2 调试 ICP-MS，使用调谐液对 ICP-MS 仪器参数进行调节，以获得较高的灵敏度和稳定性。

7.1.2.3 激光剥蚀系统和 ICP-MS 联机。

7.1.2.4 装样，用无水乙醇将样品表面擦拭干净，除去可能的污染；手动装入锆石靶。

7.1.2.5 启动激光剥蚀系统（LA），载气（He 气）流速通过激光软件逐步增加到设定值，连续冲洗样品池约 30 分钟，除去样品池和气路中可能存在的普通 Pb。

7.1.2.6 联机后调试，连续剥蚀人工合成硅酸盐玻璃 NIST SRM610，优化仪器参数，对仪器灵敏度、稳定性和氧化物产率进行优化，使 $^{238}U/^{232}Th \approx 1$。

7.1.2.7 建立 ICP-MS 分析方法，选择需要测定的同位素。

7.1.2.8 编制样品分析表，标准和样品测试前先对空白进行测量，测试时采用空白-标样 A，空白-标样 A，空白-标样 B，空白-样品，空白-样品，……，空白-样品，空白-标样 A，空白-标样 A，空白-标样 B，的测试流程。前后两组标准之间插入 8-10 个样品点。标样 A 为锆石标样，作为定量校准标样，标样 B 为锆石标样，作为质量监控标样。

7.2 样品的分析步骤

7.2.1 选择测试点位

根据锆石反射光、透射光和阴极发光图像，选取锆石样品测试点位。

7.2.2 激光剥蚀

根据锆石大小及U和Pb含量选择合适的激光束斑和剥蚀频率，按照样品分析表的顺序进行剥蚀。

7.2.3 质谱分析

每个测试点的时间间隔为载气吹扫至剥蚀信号降低至背景值，按照样品分析表的顺序进行分析。

7.2.4 定量校准

通过对样品前后两组标样的测定来校准未知样品的数据。标样A用来校准锆石的年龄。

7.2.5 质量监控

标样B为已知推荐值的锆石标准物质，为质量监控标样，随同测试样品分析。

8 分析结果的表述和计算

8.1 分析结果的表述

由于锆石初始Pb同位素比值可以认为接近0，所以锆石样品的铀-铅年龄以下式表示：

$$^{206}\mathrm{Pb}^{*}/^{238}\mathrm{U}^{*}=\mathrm{e}^{\lambda_1 t}-1 \quad \cdots\cdots(1)$$

$$^{207}\mathrm{Pb}^{*}/^{235}\mathrm{U}^{*}=\mathrm{e}^{\lambda_2 t}-1 \quad \cdots\cdots(2)$$

$$^{207}\mathrm{Pb}^{*}/^{206}\mathrm{Pb}^{*}=\frac{1}{137.881}\frac{(\mathrm{e}^{\lambda_2 t}-1)}{(\mathrm{e}^{\lambda_1 t}-1)} \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

$^{206}\mathrm{Pb}^{*}$、$^{207}\mathrm{Pb}^{*}$——样品放射性成因的Pb同位素；

$^{238}\mathrm{U}$、$^{235}\mathrm{U}$——样品现今的U同位素；

λ_1、λ_2——分别为$^{238}\mathrm{U}$、$^{235}\mathrm{U}$的衰变常数；

t——样品形成以后在封闭体系中所经历的时间，即样品的年龄。

8.2 分析结果的计算

同位素比值分馏校正按公式（4）计算，计算中的误差传递为公式（5）：

$$R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}=R_{\mathrm{mea}}^{\mathrm{sam}}*R_{\mathrm{ref}}^{\mathrm{std}}*\left(\frac{1}{R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}*\left(1-\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}\right)+\frac{1}{R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}}*\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}\right) \quad \cdots\cdots(4)$$

$$\sigma_{R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}}=R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}*\sqrt{\left(\frac{\sigma_{R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}}}{R_{\mathrm{mea}}^{\mathrm{sam}}}\right)^2+\left(\frac{\sigma_{R_{\mathrm{ref}}^{\mathrm{std}}}}{R_{\mathrm{ref}}^{\mathrm{std}}}\right)^2+\frac{\left(\left(1-\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}\right)*\frac{\sigma_{R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}}{\left(R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}\right)^2}\right)^2+\left(\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}*\frac{\sigma_{R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}}}{\left(R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}\right)^2}\right)^2}{\left(\left(1-\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}\right)/R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}+\left(\frac{t^{\mathrm{sam}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}{t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}-t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}\right)/R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}\right)^2}} \quad \cdots\cdots(5)$$

公式（4）中：

$R_{\mathrm{mea}}^{\mathrm{sam}}$——样品测定的同位素比值；

$R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}$——样品校正后的同位素比值；

$R_{\mathrm{ref}}^{\mathrm{std}}$——同位素外标std的同位素比值。

$R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}$、$R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}$——样品前后两次测定同位素外标std的同位素比值；

t^{sam}、$t_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}$、$t_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}$——样品及前后两次测定同位素外标的时间（实际计算中以分析次序代表时间变化）。

公式（5）中：

$\sigma_{R_{\mathrm{cor}}^{\mathrm{sam}}}$——样品的不确定度；

$\sigma_{R_{\mathrm{ref}}^{\mathrm{std}}}$——外标std推荐值的不确定度；

$\sigma_{R_{\mathrm{mea1}}^{\mathrm{std}}}$——在样品前测定同位素外标std的不确定度；

$\sigma_{R_{\mathrm{mea2}}^{\mathrm{std}}}$——在样品后测定同位素外标std的不确定度。

9 精密度和正确度

9.1 精密度

按GB/T 6379.2的规定方法选择2个不同年龄的锆石标样在八家实验室进行了方法精密度试验，八家实验室对2个锆石年龄水平的试样11次测定结果的统计，得到的重复性限和再现性限，如表1。

表1 方法精密度

分析项目	水平范围（m）	重复性限 r	再现性限 R
铀-铅年龄（Ma）	338.0~1059.9	25.0	26.5

9.2 正确度

按照GB/T 6379.4的规定方法，选择2个不同年龄的锆石标样在八家实验室进行了方法正确度试验，得到方法正确度数据（见表A.1）。

10 质量保证和控制

10.1 每批样品分析，采用重复样分析和标准物质验证等方法进行质量保证和控制；

10.2 分析者应能熟练操作电感耦合等离子体质谱和激光剥蚀系统，并能正确的处理实验数据；

10.3 仪器定期检定或校准，在有效使用期内；

10.4 按照 DZ/T 0130.8《地质矿产实验室测试质量管理规范 第 8 部分：地质样品同位素分析》进行质量控制。

附 录 A
（资料性）
方法精密度与正确度

方法精密度与正确度统计结果见表A.1。

表A.1 仪器参考工作条件

统计参数	水平	
	1	2
参加实验室数目（p）	8	8
可接受实验室数（p）	8	8
真值或接受值（μ）	1059.9	338.0
总体平均值（m）	1058.3	337.9
重复性标准差（S_r）	8.8	3.8
重复性（r）	9.4	4.0
再现性标准差（S_R）	25.0	10.7
再现性（R）	26.5	11.2
测量方法偏倚（δ）	-1.6	-0.1
$\delta-A*S_R$	-8.3	-2.9
$\delta+A*S_R$	5.2	2.8
注：$A*S_R$ 为测量方法偏倚的 95%的置信区间		

附 录 B
（资料性）
标准物质

常用锆石铀-铅年龄标准物质的推荐值见表B.1。

表B.1 常用锆石铀-铅年龄标准物质的推荐值

标准物质	类型	推荐年龄（Ma）
GJ-1	锆石	599.8
Plešovice	锆石	338.0
91500	锆石	1059.9

参 考 文 献

[1] 侯可军，李延河，田有荣．LA-MC-ICP-MS锆石微区原位U-Pb定年技术[J]. 矿床地质，2009, 28(4):481-492.

[2] 刘勇胜，胡兆初，李明,等．LA-ICP-MS在地质样品元素分析中的应用[J]. 科学通报，2013, 58(36):3753-3769.

[3] 范晨子，胡明月，赵令浩,等. 锆石铀-铅定年激光剥蚀-电感耦合等离子体质谱原位微区分析进展[J]. 岩矿测试, 2012, 31(1):29-46.

[4] 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 & Planetary Science Letters, 1972, 14(3):281-304.

[5] Li X H, Liang X, Sun M, et al. Precise $^{206}Pb/^{238}U$ age determination on zircons by laser ablation microprobe-inductively coupled plasma-mass spectrometry using continuous laser ablation [J]. Chemical Geology, 2001, 175(3–4):209-219.

[6] Jackson S E, Pearson N J, Griffin W L, et al. The application of laser ablation-inductively coupled plasma-mass spectrometry to in situ U–Pb zircon geochronology [J]. Chemical Geology, 2004, 211(1):47-69.

[7] Orihashi Y, Nakai S, Hirata T. U-Pb Age Determination for Seven Standard Zircons using Inductively Coupled Plasma–Mass Spectrometry Coupled with Frequency Quintupled Nd-YAG (λ = 213 nm) Laser Ablation System: Comparison with LA-ICP-MS Zircon Analyses with a NIST Glass Reference Mater [J]. Resource Geology, 2010, 58(2):101-123.

[8] Liu Y.S., Gao S., Hu Z.C., Gao C.G., Zong K.Q. and Wang D.B., 2010. Continental and oceanic crust recycling-induced melt-peridotite interactions in the Trans-North China Orogen: U-Pb dating, Hf isotopes and trace elements in zircons from mantle xenoliths. Journal of Petrology, 51: 537-571

[9] Wiedenbeck M, Allé P, Corfu F, et al. Three natural zircon standards for U-Th-Pb, Lu-Hf, trace element and REE analyses [J]. Geostandards & Geoanalytical Research, 2010, 19(1):1-23.

[10] Sláma J, Košler J, Condon D J, et al. Plešovice zircon — A new natural reference material for U-Pb and Hf isotopic microanalysis [J]. Chemical Geology, 2008, 249(1):1-35.

[11] 李冰，杨红霞等．电感耦合等离子体质谱原理和应用[M].北京:地质出版社，2005.

[12] GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写[S].

[13] GB/T 20001.4-2001 标准编写规则 第4部分：化学分析方法[S].

[14] GB/T 6379.1-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义[S].

[15] GB/T 6379.2-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S].

[16] GB/T 6379.4-2004 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第4部分：确定标准测量方法正确度的基本方法[S].

[17] DZ/T 0130.3-2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第3部分：岩石矿物样品化学成分分析[S].

[18] JJF 1159-2006 中华人民共和国国家计量技术规范：四级杆电感耦合等离子体质谱仪校准规范[S]. 中国计量出版社, 2007.