

QUY TRÌNH PHÂN TÍCH TUỔI ĐỒNG VỊ U-Pb ZIRCON BẰNG LA-ICP-MS

PHẠM TRUNG HIẾU¹, NGUYỄN THỊ BÍCH THỦY², NGUYỄN THỊ DUNG³, BÙI THỂ VINH⁴

¹Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, ĐHQG-HCM, 227 Nguyễn Văn Cừ, Q. 5, Tp. Hồ Chí Minh;

²Tạp chí Địa chất, 6 Phạm Ngũ Lão, Hà Nội; ³Bảo tàng Thiên nhiên Việt Nam - Viện Hàn lâm Khoa học và Công nghệ Việt Nam, 18 Hoàng Quốc Việt, Q. Cầu Giấy, Hà Nội; ⁴Liên đoàn Bản đồ Địa chất miền Nam, 200 Lý Chính Thắng, Q.3, Tp. Hồ Chí Minh

Tóm tắt: Phương pháp đồng vị U-Pb trong nghiên cứu địa hoá đồng vị có tốc độ phát triển nhanh trong những năm gần đây. Thực tế, đồng vị U-Pb trên zircon được các nhà địa chất thế giới ứng dụng rộng rãi trong nghiên cứu cơ bản địa chất và khoáng sản từ những năm 50 của thế kỷ XX để xác định tuổi thành tạo của đá và khoáng vật. Ngày nay, các khoáng vật titanit, monazit và baddeleyit cũng thường được dùng để định tuổi của đá bằng đồng vị U-Pb. Các tỉ số đồng vị U-Pb trong các khoáng vật zircon có thể phân tích bằng nhiều phương pháp khác nhau và đều cho kết quả rất đáng tin cậy. Một trong những phương pháp phân tích không tốn nhiều thời gian cho quá trình chuẩn bị mẫu mà lại cho kết quả có độ chính xác cao đó là phân tích đồng vị U-Pb trên đơn khoáng zircon bằng LA-ICP-MS.

I. MỞ ĐẦU

LA-ICP-MS (Laser Ablation Inductively coupled plasma mass Spectrometry) là sự kết hợp giữa thiết bị Laser Probe kỹ thuật bào mòn bề mặt tinh thể và thiết bị ICP-MS (khối phổ), dùng laser (đường kính từ 20-120 μm) trực tiếp bào mòn vị trí bất kỳ nào đó trên bề mặt zircon hoặc khoáng vật nào đó. Sau khi thiết bị Laser làm nóng chảy điểm phân tích đó thông qua đường truyền bằng khí Ar hoặc khí He dẫn tới ICP-MS để tiến hành phân tích hàm lượng đồng vị. Thiết bị này có thể phân tích được thành phần các nguyên tố ở thể lỏng và rắn. Một trong những khoáng vật thường được phân tích hiện nay bằng LA-ICP-MS là zircon.

Zircon là một trong những khoáng vật có tính chất hoá lý ổn định, không bị ảnh hưởng dưới tác dụng của biến chất thấp [2, 7], bền vững về mặt cơ học. Zircon có mặt trong hầu hết các thành tạo địa chất và có các đặc tính nêu trên nên thường được chọn để định tuổi kết tinh của nó và giá trị tuổi đó được cho là tuổi kết tinh của đá magma nếu zircon được tách từ đá đó. Ngoài ra, zircon còn được dùng để xác định các sự kiện địa chất xảy ra kể từ khi khoáng vật zircon được hình thành bằng đồng vị U-Pb kết hợp với hình ảnh cấu trúc bên trong của hạt zircon đó. Trước đây, các nhà địa chất thường phân tích đồng vị U-Pb trên zircon bằng phương pháp pha loãng đồng vị, song phương pháp này mất nhiều thời gian, cần phòng siêu sạch, giá thành đắt. Trong những năm gần đây, nhờ tiến bộ khoa học kỹ thuật phát triển, tuổi đồng vị U-Pb trên zircon được xác định bằng phương pháp bào mòn zircon nhờ tia laser và phân tích trên thiết bị ICP-MS hoặc thiết bị SHRIMP, SIMS.

Hiện nay, ở Việt Nam đã có cơ sở có LA-ICP-MS, song chưa có nhân lực để tiếp cận và thực hành phân tích trên máy đó. Bởi vậy, nghiên cứu này giới thiệu các bước cần thiết từ lựa chọn đơn khoáng zircon cho đến phân tích và xử lý số liệu phân tích U-Pb zircon trên thiết bị LA- ICP-MS.

II. LỰA CHỌN TRỌNG LƯỢNG MẪU ĐỂ PHÂN TÍCH ĐƠN KHOÁNG ZIRCON HỆ ĐỒNG VỊ U-Pb

Các hạt zircon sau khi đã được tách tuyển từ đá hoặc mẫu đất trọng sa sẽ được lựa chọn bằng tay dưới kính soi nổi nhằm loại bỏ những hạt zircon chứa bao thể gây ảnh hưởng đến kết quả phân tích, những hạt zircon vỡ nứt... cần chú ý rằng chúng ta nên lựa chọn một cách có hệ thống, đại diện các hạt zircon từ zircon hạt lớn đến hạt nhỏ, không màu hoặc có màu, khác nhau về hình thái...

để phân tích. Một điều quan trọng nữa là trước khi làm các phương pháp thí nghiệm để chuẩn bị phân tích tuổi cho zircon, chúng ta nên dùng kính soi nổi để mô tả kỹ về hình dáng, kích thước, màu sắc các hạt zircon. Màu sắc của zircon có ý nghĩa quan trọng và sự miêu tả sơ bộ dưới kính, có thể suy đoán được phần nào tuổi từ công đoạn này. Thông thường những hạt zircon càng tối màu thì chứa hàm lượng U-Pb càng cao, có tuổi cổ hơn và có thể độ cứng cũng giảm xuống. Chính vì vậy độ axit, bazơ của đá và màu sắc tinh thể zircon có mối quan hệ nhất định, zircon trong các đá thiên về axit thường không màu hoặc có màu vàng với mức độ đậm nhạt khác nhau; màu sắc của zircon trong các đá mafic thì tương đối phong phú, ngoài không màu còn hay gặp màu hồng thit ...v v [14],

III. ĐẶC ĐIỂM CƠ BẢN CỦA ZIRCON, CÁC PHƯƠNG PHÁP NGHIÊN CỨU CẤU TRÚC BÊN TRONG ZIRCON

Zircon là một khoáng vật bền vững về mặt cơ học, khá phổ biến trong các đá magma, trầm tích và biến chất. Zircon có nhiệt độ nóng chảy (>900°C) đối với hệ đồng vị U-Pb [27], do đó nó được nhiều nhà địa chất sử dụng trong nghiên cứu cơ bản địa chất và tiến hóa kiến tạo. Không cùng một loại đá thì hình thái tinh thể, thành phần thạch hóa của đơn khoáng zircon sẽ khác nhau, hình thái zircon có thể phản ánh quá trình hoá lý môi trường thành tạo nên khoáng vật zircon. Có thể nói rằng môi trường thành tạo và kết tinh hoá lý là quá trình chủ đạo dẫn tới sự phát triển các mặt tinh thể zircon, nhiệt độ của chất dung môi là nhân tố chủ yếu khống chế sự phát triển của các mặt trụ, đồng thời nước trong dung nham đặc biệt là dung nham granit có tác dụng quan trọng trong quá trình hình thành khoáng vật zircon; những nhân tố tác dụng hậu magma ảnh hưởng đến thành phần hoá học của đơn khoáng zircon, gần như không ảnh hưởng đến hình thái zircon. Thông thường zircon trong các đá magma axit có hình dạng rất đẹp trong suốt không màu, hoặc vàng nhạt, hình trụ dài, còn trong đá mafic hay siêu mafic có hình trụ ngắn, các đá biến chất bề mặt thường bảo tồn các dạng tái kết tinh [28]. Zircon tách từ các đá trầm tích có hình dạng phức tạp bởi nó phụ thuộc vào điều kiện, môi trường và khoảng cách vận chuyển.

Nghiên cứu cấu trúc bên trong tinh thể zircon có ý nghĩa đặc biệt quan trọng trong quá trình phân tích tuổi đồng vị U- Pb zircon. Bước này thông thường được thực hiện trước khi phân tích tuổi U-Pb, với mục đích để lựa chọn điểm phân tích cho phù hợp và kết hợp với kết quả phân tích luận giải quá trình tiến hoá, hoạt động địa chất của khu vực nghiên cứu. Hiện nay các phương pháp thường được dùng để nghiên cứu cấu trúc phân bố khoáng vật zircon chủ yếu gồm: (1) phương pháp khắc axit HF (Binocular microscope BM, Transmitted light microscopy TL, Reflected light microscopy RL); (2) phương pháp kính hiển vi điện tử quét (SEM) Scanning Electronic Microscopy; 3) phương pháp phát quang âm cực (CL) Cathodoluminescence [14]. Trong những phương pháp nêu trên, phương pháp phát quang âm cực (CL) cho kết quả ảnh rõ nét nhất, nhưng diện tích chụp thường được 1 đến vài đơn khoáng, do vậy giá thành thường cao hơn các phương pháp còn lại. Phương pháp khắc axit HF hiện nay ít được sử dụng do tốn thời gian và độ phức tạp cao.

IV. QUY TRÌNH PHÂN TÍCH ĐỒNG VỊ U- Pb ZIRCON LA-ICP-MS

1. Ưu và nhược điểm của LA-ICP-MS

Phương pháp này bắt đầu sử dụng từ đầu những năm 90 của Thế kỷ 20, phương pháp định tuổi này trước kia chủ yếu dùng để định tuổi đồng vị $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ zircon tiền Cambri, với độ chính xác có thể chấp nhận được. Những năm gần đây sự phát triển của khoa học công nghệ bào mòn bề mặt bằng tia laser và độ chính xác của ICP-MS được nâng cao dẫn tới phương pháp này được sử dụng rộng rãi, phương pháp LA-ICP-MS giá thành thấp hơn phương pháp SHRIMP, SIMS, tốc độ phân tích nhanh, thích hợp với phân tích một số lượng mẫu lớn. Thực chất của phương pháp này là sự kết hợp giữa thiết bị Laser Probe kỹ thuật bào mòn bề mặt tinh thể và thiết bị ICP-MS,

dùng laser (đường kính từ 20-120 μm) trực tiếp bào mòn vị trí bất kỳ nào đó trên bề mặt zircon. Sau khi làm nóng chảy điểm phân tích đó thông qua đường truyền bằng khí Ar hoặc khí He dẫn tới thiết bị ICP-MS để tiến hành phân tích hàm lượng đồng vị. Ngoài những ưu điểm trên, phương pháp này cũng có một số nhược điểm như đường kính của điểm bắn tương đối lớn, không thích hợp với những hạt zircon nhỏ có đường kính <40 (μm) thường làm vỡ hạt zircon trong quá trình phân tích, ngoài ra trong quá trình hiệu chỉnh ^{204}Pb còn nhiều ý kiến bàn cãi về vấn đề ảnh hưởng của nguyên tố Hg trong quá trình hiệu chỉnh Pb ban đầu, và khi hiệu chỉnh tuổi trùng hợp bằng phần mềm Glitter nếu không có kinh nghiệm rất dễ dẫn đến cho kết quả không chính xác, đối với những điểm phức tạp trên bề mặt zircon phương pháp này còn hạn chế nhất định, đôi lúc cho tuổi hỗn hợp.

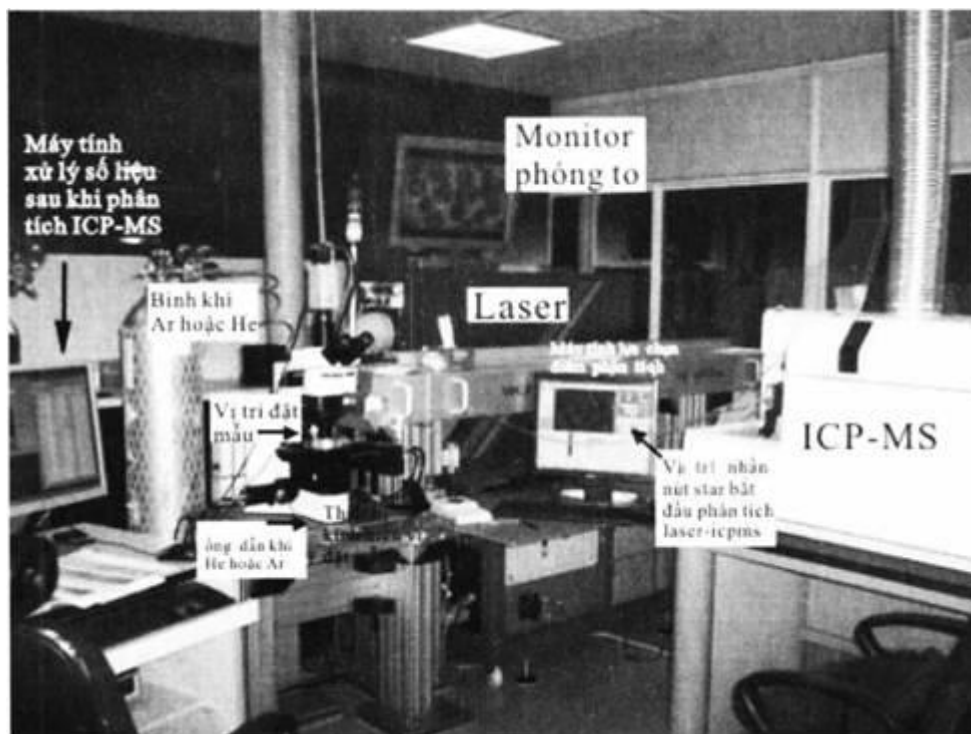
2. Quy trình phân tích LA-ICP-MS

Chuẩn bị mẫu: Zircon sau khi tuyển được dán lên mặt trên tấm thủy tinh thông qua băng dính 2 mặt, dán khoảng trên dưới 150 hạt zircon, sau đó dùng vòng tròn nhựa PVC (đường kính khoảng 13 mm dày 7-10 mm) dính bao lại tất cả những hạt zircon đó, phần rỗng trong vòng tròn nhựa PVC được lấp đầy bằng một hỗn hợp dung dịch được pha trộn theo tỷ lệ nhất định nhựa epoxy. Tiếp theo mẫu được đưa vào tủ sấy để ở nhiệt độ từ 40-60°C thời gian từ 1 ngày đến 2 ngày với mục đích làm cho hỗn hợp dung dịch đó gắn kết và gắn chặt với hạt zircon. Sau đó, loại bỏ tấm kính ra và tiến hành mài mòn hạt zircon bằng giấy nháp có độ hạt khác nhau cho đến khi lộ phần trung tâm hạt để tiến hành nghiên cứu cấu trúc bên trong zircon, đồng thời lựa chọn các điểm phân tích.

Mẫu zircon sau khi mài tới phần trung tâm và được đánh bóng, phân tích đặc điểm cấu trúc phân bố bên trong và chụp ảnh CL bằng phương pháp phát quang âm cực trên thiết bị microprob CAMECA hoặc các thiết bị SEM. Công việc chuẩn bị này còn cho phép phân tích kỹ cấu trúc bên trong của khoáng vật zircon để có thể luận giải các quá trình kết tinh của zircon đồng thời lựa chọn những hạt không có khuyết tật để tiến hành phân tích LA-ICP-MS U-Pb.

Phòng thí nghiệm LA-ICP-MS: Thiết bị gồm có ICP-MS và thiết bị bào mòn bề mặt bằng Laser GeoLas200M do công ty MicroLas của Đức sản xuất hoặc của Anh và nhiều nước khác, thiết bị kính hiển vi phân cực với mục đích đặt mẫu phân tích và điều chỉnh tiêu cự phân tích và các thiết bị máy tính phụ trách phân tích Laser và thiết bị máy tính phụ trách phân tích thành phần zircon sau khi được ống dẫn khí Ar hoặc He dẫn từ thiết bị kính hiển vi sang máy phân tích ICP-MS (Hình 1). Trong quá trình thực hiện thí nghiệm sử dụng He hoặc khí Ar làm vật chất tải lượng khí mài mòn bằng laser.

Phân tích: Sử dụng phương pháp bào mòn đơn điểm, trong quá trình phân tích sử dụng điểm bào mòn có đường kính 30-40 μm , có thể sử dụng 20 μm nếu cần phân tích những hạt zircon nhỏ và không có rìa sinh trưởng, hoặc các hạt zircon có rìa sinh trưởng nhỏ và thiết bị phân tích cần ổn định thì đường kính này mới có thể đảm bảo kết quả phân tích chính xác. Nếu phân tích bao thể của đá hay khoáng vật có thể chọn đường kính lớn hơn 60-90 μm , để giúp ICP-MS đạt đủ điều kiện phân tích chính xác về thành phần.



Hình 1. Cấu hình của máy LA-ICP-MS phân tích đồng vị U-Pb zircon.

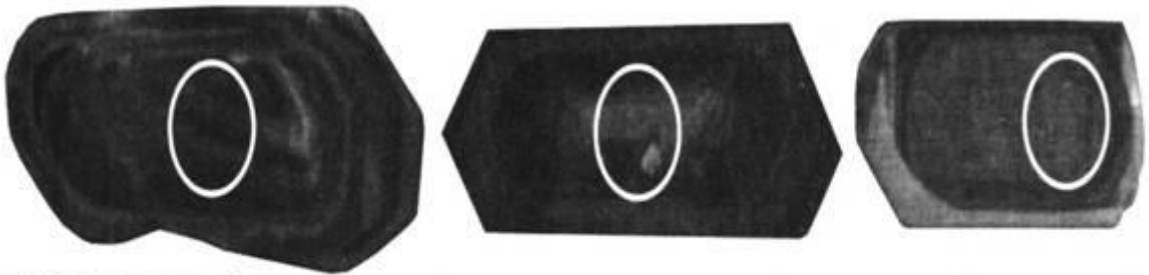
Cần phân tích mẫu chuẩn trước khi phân tích mẫu zircon thật. Sử dụng mẫu chuẩn zircon 91500, NIST610, các tỷ số đồng vị và tuổi của mẫu chuẩn do mình phân tích phải được so sánh và phải tương đồng (trong sai số cho phép) với kết quả chuẩn đã được phân tích ở các phòng thí nghiệm khác nhau trên thế giới. Mẫu zircon sau khi chuẩn bị xong gắn vào bàn kính cùng với mẫu chuẩn zircon 91500 và NIST 610, bề mặt của chúng được rửa sạch bằng acid HCl có nồng độ thấp, hoặc rửa bằng cồn 90 độ, mẫu được bố trí chặt chẽ sau khi vận các ốc bao quanh bộ phận đặt mẫu. Sau đó hiệu chỉnh thiết bị, tăng áp đủ điều kiện phân tích 295-300 Hz. Mẫu chuẩn 91500 và NIST 610 được phân tích có tỷ lệ đồng vị đạt trong phạm vi cho phép tiến hành phân tích mẫu zircon, cứ 5-10 điểm phân tích thì phân tích 1-2 mẫu chuẩn để tiện trong quá trình hiệu chỉnh số liệu phân tích. Bộ phận thiết bị Laser có mục đích bắn trực tiếp tia laser vào bề mặt khoáng vật zircon, sau đó bộ phận ICP-MS kết hợp với đầu dẫn khí Ar hoặc He dẫn lượng vật chất được bào mòn qua thiết bị ICP-MS để phân tích.

Bộ phận monitor màn hình phóng to giúp ta dễ dàng quan sát điểm phân tích và lựa chọn điểm phân tích trên bề mặt zircon khi kết hợp với kết quả phân tích ảnh SEM hoặc ảnh CL. Khi lựa chọn hợp lý điểm phân tích ta nhấn nút **Star** trên màn hình phụ trách phân tích laser, thiết bị sẽ trực tiếp phân tích. Thời gian mỗi điểm phân tích khoảng từ 20-30s, kết thúc mỗi điểm phân tích, chúng ta tiếp tục điều chỉnh đầu tia laser sang hạt zircon cần phân tích kế tiếp. Thiết bị phân tích ICP-MS sẽ trực tiếp phân tích thành phần và kết quả số liệu sẽ hiện ra và lưu lại ở thiết bị máy tính ta có thể tự đặt chế độ phân tích tự động, hoặc chúng ta tự phân tích và ghi kết quả dưới dạng file excel.

Xử lý số liệu thô: Sau khi máy phân tích xong thì các số liệu trên phải được xử lý và hiệu chỉnh hàm lượng chì ban đầu có trong mẫu. Việc xử lý này nhờ phần mềm chuyên dụng “*Glitter 4.0*” cài sẵn trong máy tính. Giá trị chì ban đầu trong mẫu được xử lý dựa trên kết quả đo thực

nghiệm $^{206}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$, $^{208}\text{Pb}/^{204}\text{Pb}$ của Stacy and Krammer (1975)[20]. Cuối cùng ta được số liệu như thể hiện trong Bảng 1.

Chú ý khi chọn điểm bắn tia laser và thao tác trong quá trình phân tích: Trước khi ra lệnh bắn tia laser vào hạt zircon ta cần phải chọn vị trí bắn. Tùy theo mục đích của người sử dụng giá trị tuổi phân tích mà chọn bắn cá nhân lssxn vành tăng trưởng. Bởi phần nhân và phần riềm tăng trưởng, riềm biến chất của hạt zircon sẽ cho giá trị tuổi khác nhau. Do đó, nghiên cứu kỹ hình thái, cấu trúc bên trong đơn khoáng zircon là rất cần thiết. Trong quá trình xử lý số liệu, hãy dựa vào ảnh CL, quan sát vị trí tia laser phân tích trên bề mặt zircon, bởi vì những hạt zircon có cấu trúc bên trong phức tạp và có nhân di sót thì các vị trí khác nhau sẽ cho tuổi khác nhau. Nếu như vị trí chọn trên hạt zircon để phân tích là giao điểm giữa nhân và riềm zircon thì kết quả đó chỉ để tham khảo, nó không có ý nghĩa chính xác về tuổi thành tạo zircon hay tuổi zircon di sót. Bởi vậy, khi xử lý số liệu cần xem xét đến vị trí bắn tia laser trên hạt zircon đó (Hình 2).



Hình 2. Hình ảnh cấu trúc bên trong của zircon tách từ đá magma. Các vòng tròn là điểm được chọn để phân tích.

Mẫu chuẩn zircon 91500 là đá quý zircon có trọng lượng khoảng 238 g, tại bảo tàng khoáng vật, Đại học Harvard, zircon này đã được phân tích bởi 3 nhà sản xuất TIMS (khối phổ ion hóa nhiệt) ở các phòng thí nghiệm khác nhau, hiện nay là mẫu chuẩn cho zircon được sử dụng nhiều nhất [5, 26]), tính đồng nhất của nó đã được phân tích và xác nhận [26], Tuổi $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ của zircon 91500 là $1062,4 \pm 0,8$ Tr.n, sai số 2 sigma (2σ), tuổi $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ là $1065,4 \pm 0,6$ Tr.n (Horn và nnk đã sử dụng LA-ICP-MS)hân tích zircon 91500 và cho tuổi là 1061 ± 4 Tr.n (2σ), tuổi $^{207}\text{pb}/^{206}\text{pb}$ là 1074 ± 8 Tr n (2σ).

Bảng 1. Kết quả xử lý số liệu

Tỷ số đồng vị đã được hiệu chỉnh								Tuổi (Tr)
$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1 σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1 σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1 σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1 σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$
0,05306	0,00379	0,56994	0,04375	0,07732	0,00220	331	123	458
0,07447	0,00664	0,80931	0,07671	0,07905	0,00225	1054	146	602
0,05131	0,00323	0,47825	0,03605	0,06635	0,00170	255	125	397
0,10871	0,00559	4,88089	0,28439	0,32427	0,00720	1778	74	1799
0,06401	0,00721	0,60605	0,06646	0,07732	0,00333	742	160	481
0,07387	0,00546	1,50032	0,11406	0,14830	0,00393	1038	111	931
0,05168	0,00485	0,07312	0,01135	0,01091	0,00048	271	264	72
0,07135	0,00833	0,79287	0,10563	0,08007	0,00236	967	229	593
0,06555	0,00530	0,38828	0,03538	0,04205	0,00120	792	144	333
0,06600	0,00575	0,60876	0,05481	0,07049	0,00221	806	136	483
0,06027	0,00716	0,30555	0,04022	0,03884	0,00106	613	243	271
0,05291	0,00529	0,60834	0,06161	0,08489	0,00297	325	165	483
0,05409	0,00350	0,44284	0,03099	0,06022	0,00147	375	114	372
0,07060	0,00449	1,36189	0,09349	0,13802	0,00336	946	101	873
0,06921	0,00465	0,67525	0,05065	0,07322	0,00205	905	108	524
0,06248	0,00341	1,03042	0,06533	0,11833	0,00253	690	99	719
0,06496	0,01438	0,60986	0,11912	0,06635	0,00340	773	337	483
0,04406	0,00458	0,08006	0,00871	0,01353	0,00039	-68	169	78
0,05063	0,00290	0,22195	0,01375	0,03175	0,00068	224	103	204

Ghi chú: bảng số liệu trên đã lược bỏ các tỷ số đồng vị và phổ tuổi không cần thiết trong quá trình tính toán tu

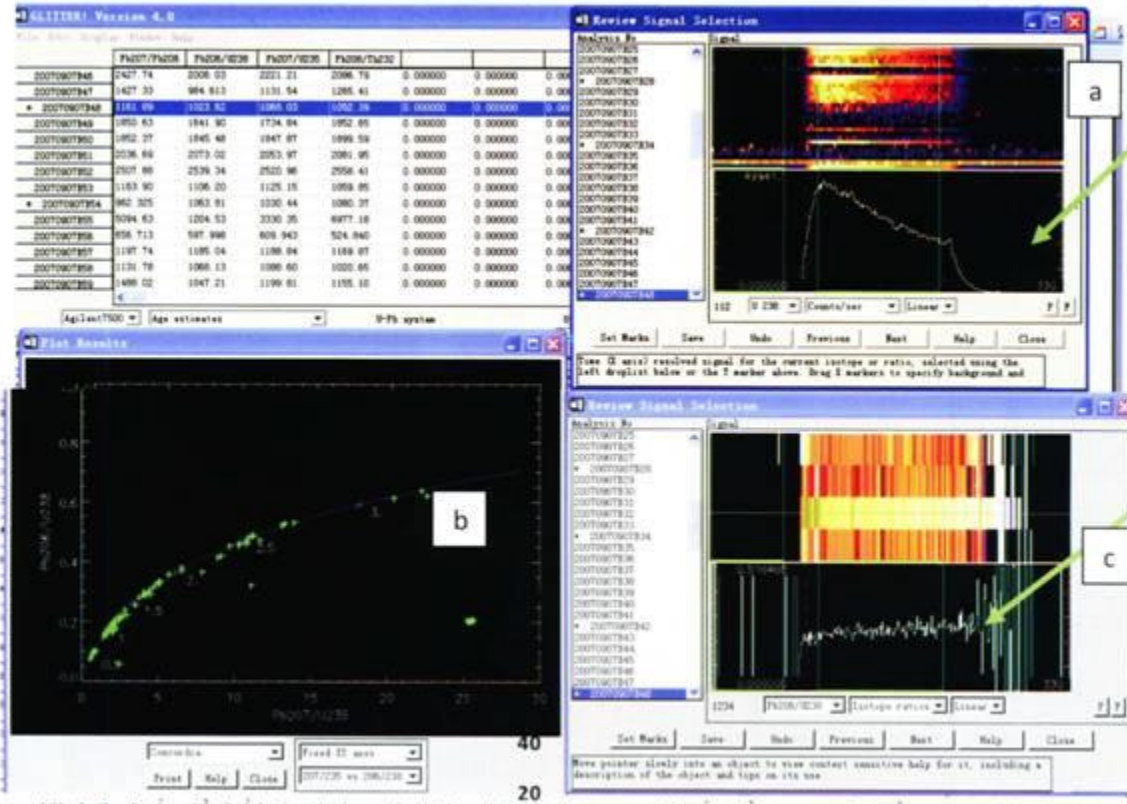
Mẫu chuẩn cần phải được điều chỉnh nhiều lần sao cho lựa chọn vị trí khi phân tích có tín hiệu tốt nhất và kết quả phù hợp với kết quả đã được công nhận trong phạm vi sai số phân tích cho phép. Trong trường hợp mẫu chuẩn zircon 91500 được điều chỉnh nhiều lần mà kết quả phân tích $^{206}\text{Pb}/\text{U}^{238}$ không ở vị trí dao động trong phạm vi trên dưới 1064 Ma thì một số trường hợp sau có thể xảy ra:

(1) Mẫu chuẩn chọn không đúng, hãy mở nút **“Reference Material”** lựa chọn mẫu chuẩn với chế độ 91500 U/Pb **Standard zircon**;

(2) Ghi sai kết quả, không phải kết quả của mẫu chuẩn 91500. Lúc này hãy lựa chọn vị trí điểm phân tích nào nhiều khả năng nhất là **91500**, sau đó quan sát xem kết quả phân tích của nó có dao động trên dưới 1064 không? Nếu như không ở vị trí này, chắc chắn đó không phải là mẫu chuẩn, lúc đó nên xóa vị trí mẫu đó đi, không để nó ảnh hưởng đến kết quả sau khi hiệu chỉnh. Nếu tín hiệu mẫu chuẩn quá kém, hoặc kết quả phân tích sai số lớn, ảnh hưởng đến toàn bộ kết quả phân tích, thì nên xóa mẫu chuẩn đó đi. Lệnh lựa chọn **Edit >Toggle Standard Off**, thì mẫu chuẩn đó sẽ không tham gia vào trong quá trình xử lý và hiệu chỉnh số liệu;

(3) Nếu như phần mềm xuất hiện những sự cố không rõ ràng, hãy đóng phần mềm lại, xóa file Glitter ở nền màn hình tự động hình thành trong quá trình cài đặt và sửa đổi file thành một tên nào đó có đuôi “.gli”, mở lại và xử lý từ đầu;

(4) Sau khi điều chỉnh xong mẫu chuẩn 91500, xử lý từng điểm phân tích một, trong quá trình xử lý số liệu, chú ý điều chỉnh sao cho sai số giữa tỷ số Pb^{206}/U^{238} và tỷ số Pb^{207}/U^{235} trong phạm vi cho phép. Nhưng kết quả phải được lựa chọn khi đường tín hiệu bằng phẳng nhất cùng lúc phải rộng nhất (Hình 3c), đường tín hiệu không ổn định cần loại bỏ (Hình 3a).



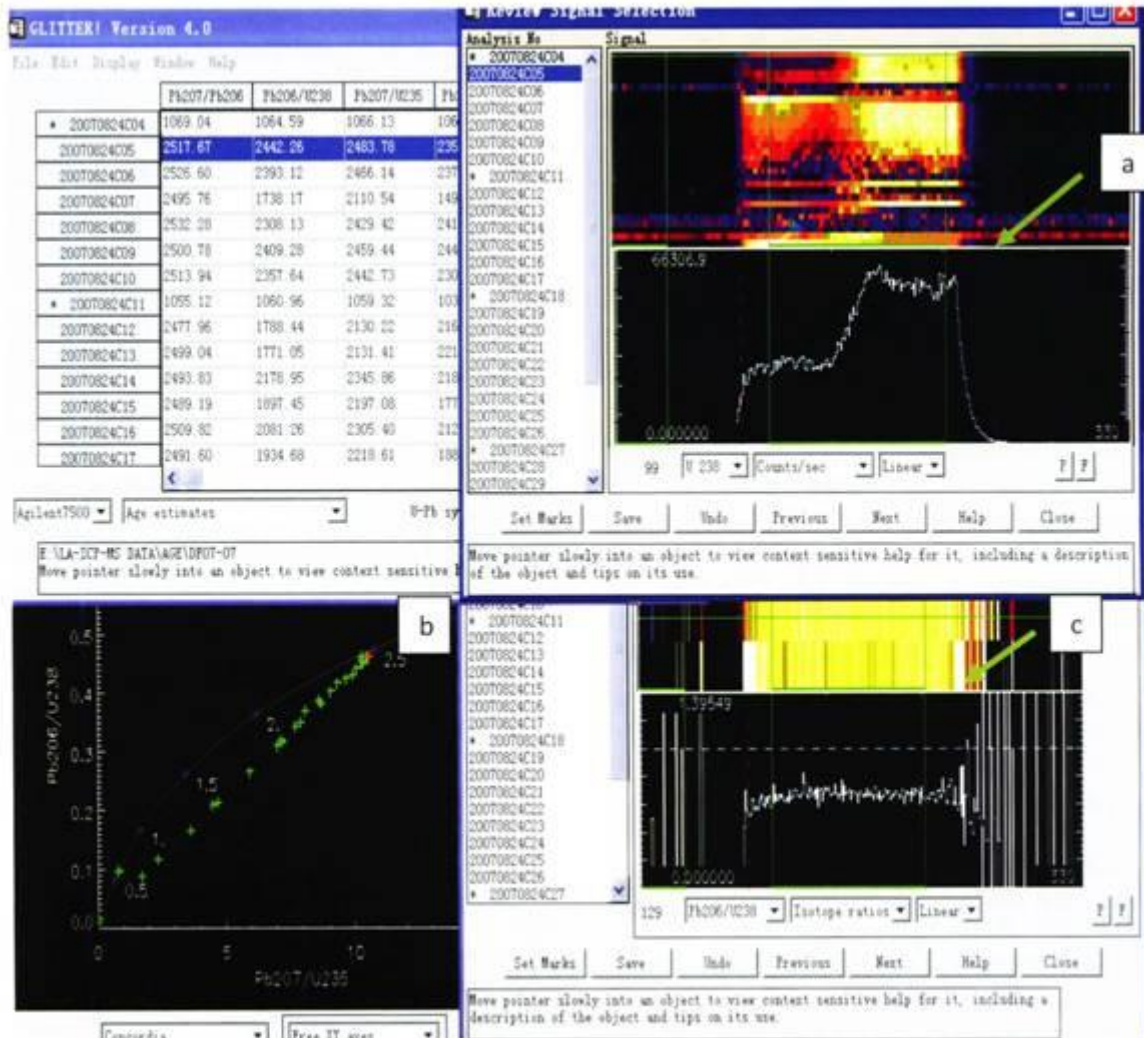
Hình 3. Biểu đồ thể hiện đường tín hiệu phân tích (a, c) và biểu đồ concordia đồng vị U-Pb zircon.

Đối với những mẫu có tuổi phân tích zircon < 1 Ga (tỷ năm), rất có thể hai tỷ số Pb^{206}/U^{238} và Pb^{207}/U^{235} có sự khác biệt, nhưng kết quả tuổi Pb^{206}/U^{238} về cơ bản đồng nhất (Hình 3b).

(5) Nếu tín hiệu U và tỷ số Pb^{206}/U^{238} ở các điểm phân tích dao động lớn (Hình 4a), hãy cố gắng chọn tín hiệu rộng nhất (Hình 4c).

(7) Đối với những đá magma, ngoài ghi nhớ tuổi hình thành ra, cần chú ý đến những zircon cổ hơn, đây là những thông tin quan trọng, dấu hiệu trực tiếp cho ta hiểu biết sự tiến hóa lục địa khu vực nghiên cứu, không nên tùy tiện xóa đi, cần đảm bảo tính trung thực của số liệu (Hình 3b, 4b).

Hover pointer slowly into an object to view context sensitive help for it, including a description of the object and tips on its use.



Hình 4. Biểu đồ đường tín hiệu phân tích: a) tín hiệu thực tế, c) tín hiệu chọn và biểu đồ concordia đồng vị U-Pb zircon (4b).

Đôi lúc các tín hiệu xuất hiện đỉnh nhọn, lúc đó sử dụng công cụ Review Signal Selection chọn Count/sec nhấp chuột vào góc dưới bên phải F, chú ý phương pháp này ít dùng, vì khi nhấn vào F sẽ giảm các kết quả phân tích tại một điểm phân tích. Sau khi xử lý số liệu xong, nếu như tất cả quy trình đều ổn cả, lúc đó có thể xuất file báo cáo.

File → **Export** → **ok** (tham số không cần sửa đổi) nhập tên file → **Save**.

V. NGHIÊN CỨU Ở VIỆT NAM ĐÃ SỬ DỤNG LA-ICP-MS PHÂN TÍCH ĐỒNG VỊ U- Pb ZIRCON

Khoảng 6-7 năm trở lại đây nhiều học giả của Việt Nam đã bắt đầu sử dụng LA- ICP-MS để xác định tuổi đồng vị U-Pb zircon, tuy nhiên việc áp dụng phương pháp này ở Việt Nam còn chậm hơn so với các nước trong khu vực. Hiện nay Khoa Địa chất, Trường Đại học Mỏ - Địa chất Hà Nội đã mua thiết bị này. Tuy nhiên để triển khai phân tích cho kết quả tốt có thể cần nhiều thời gian nữa. Về cơ bản khi áp dụng LA-ICP-MS phân tích tuổi U-Pb zircon đã thu được những thành công nhất định, các kết quả chủ yếu được phân tích từ Trung Quốc, Úc và Đài Loan [1, 3, 4, 6, 8-13, 15-19, 21-25], trong những nghiên cứu đó có nhiều nghiên cứu có giá trị đem lại hiểu biết hơn

về lịch sử tiến hóa địa chất Việt Nam, cụ thể về những kết quả nghiên cứu đó người đọc có thể tham khảo các công trình trên.

VI. KẾT LUẬN

Zircon là khoáng vật bền vững về mặt cơ học, có mặt trong hầu hết các loại đá và có chứa hàm lượng Urani cao, nhiệt độ đóng của zircon trên 900°C nên hệ đồng vị U-Pb được bảo toàn tốt, do vậy zircon được ứng dụng rộng rãi trong nghiên cứu cơ bản địa chất.

Zircon là khoáng vật phù hợp dùng để phân tích đồng vị U-Pb bằng LA-ICP-MS. Đây là phương pháp phân tích nhanh, chuẩn bị mẫu đơn giản không cần phòng hóa siêu sạch. Xử lý số liệu phân tích U-Pb zircon kết hợp với hình ảnh cấu trúc bên trong của chúng cho độ chính xác cao.

Lời cảm ơn: Chúng tôi xin cảm ơn TS. Yang Yueheng, phòng thí nghiệm LA-ICP-MS viện Hàn lâm khoa học Trung Quốc, đã giúp đỡ trong quá trình thực hiện thí nghiệm và những trao đổi quý báu trong thời gian tác giả Phạm Trung Hiếu làm việc tại phòng thí nghiệm.

Trong quá trình hoàn thiện bài báo cảm ơn góp ý quý báu của TS. Nguyễn Thành Vạn và TS. Mai Trọng Tú. Nghiên cứu này được tài trợ bởi đề tài độc lập số VAST.ĐLT.06/13-14.

VĂN LIỆU

1. **Đình Quang Sang, 2011.** Đặc điểm thạch học và tuổi đồng vị U-Pb zircon các thành tạo granitoid vùng Nam Bến Giằng, Quảng Nam. *TC Phát triển KH & Công nghệ, T4, 17-31.*

2. **Ewing R.c, Meldrum A., Wang L., Weber W.J., Corrales L.R., 2003.** Radiation effects in zircon. *In Zircon, ed. JM Hanchar, PWO Hoskin, pp. 387-425. Washington, DC: Mineral. Soc. Am.*

3. **Hà Thành Như, Phạm Trung Hiếu, 2014.** Tuổi U-Pb zircon và thành phần đồng vị Hf granitoid phức hệ Chiềng Khương. *TC Phát Triển Khoa học và Công Nghệ. T17(2), 67-81.*

4. **Hà Thành Như, Phạm Trung Hiếu, Lê Tiến Dũng, 2011.** Kết quả nghiên cứu mới về tuổi đồng vị U-Pb zircon trong granodiorit, phức hệ Chiềng Khương khu vực huyện Sông Mã. *TC Khoa học Kỹ thuật Mỏ - Địa chất, 35(7), 38-42.*

5. **Horn, Ingo, Roberta L., Rudnick, and William F., McDonough, 2000.** Precise elemental and isotope ratio determination by simultaneous solution nebulization and laser ablation-ICP-MS: application to U-Pb geochronology. *Chemical Geology 164 (3): 281-301.*

6. **Hoang Thi Hong Anh, Pham Trung Hieu, Vu Le Tu, La Mai Son, Sung Hi Choi, and Yongjae Yu, 2015.** Age and tectonic implications of Paleoproterozoic Deo Khe Granitoids within the Phan Si Pan Zone, Vietnam. *Journal of Asian Earth Sciences. Inpress.*

7. **Heaman L.M., Bowins R., and Crocket J., 1990.** The chemical composition of igneous zircon suites: implications for geochemical tracer studies. *Geochimica et Cosmochimica Acta, 54(6), 1597-1607.*

8. **La Mai Son, Lê Tiến Dũng, Phạm Trung Hiếu, 2014.** Các kết quả phân tích đồng vị U-Pb zircon từ gneis phức hệ Sin Quyền bằng phương pháp LA-ICP-MS chứng cứ về sự kiện biến chất, kiến tạo giai đoạn Paleoproterozoi khu vực Phan Si Pan. *TC Địa chất, A/346-348:15-25. Hà Nội.*

9. **Nguyễn Thị Dung, Phạm Trung Hiếu. Nguyễn Trung Minh, 2015.** Tuổi đồng vị U-Pb của zircon trong đá granitogneis phức hệ Đại Lộc và ý nghĩa đại chất của nó. *TC Các Khoa học về Trái đất. T37, 1, 28-35. Hà Nội.*

10. Nguyễn Quang Luật, Phạm Trung Hiếu, Nguyễn Tiến Thành, 2012. Tuổi U-Pb zircon và thành phần đồng vị Hf các thành tạo gabrodiorit khối A Pung khu vực Đak Rông - ALrới. *TC Địa chất*, A/329:19-29. Hà Nội.

11. Nguyen Thi Bich Thuy, Phạm Trung Hiếu, Tran Thanh Hai, Bui The Anh, Nguyen Thi Xuan, Dang My Cung, 2014. Petrogenesis and zircon U-Pb ages of the Thien Ke granitic pluton in the Tam Dao region: Implications for early Paleozoic tectonic evolution in NE Vietnam. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences* 109, 209-221.

12. Nguyễn Thị Xuân, Bùi Thế Anh, Phạm Trung Hiếu, Nguyễn Thị Bích Thủy, 2010. Kết quả nghiên cứu mới về tuổi đồng vị U-Pb trên zircon từ khối granitoid Chu Va, phức hệ Mường Hum. *TC Địa chất*, A/320: 42-48. Hà Nội.

13. Phạm Trung Hiếu, Yi-Zeng Yang, Do Quoc Binh, Thi Bich Thuy Nguyen, Le Tien Dung and Fukun Chen, 2015. Late Permian to Early Triassic crustal evolution of the Kontum massif, central Vietnam: zircon U-Pb ages and geochemical and Nd- Hf isotopic composition of the Hai Van granitoid complex. *International Geology Review*. In press.

14. Phạm Trung Hiếu, 2008. Đặc trưng hình thái đơn khoáng zircon bàn về việc lựa chọn nó trong đá gốc và ứng dụng khoa học địa chất trong nghiên cứu zircon để phân tích tuổi đồng vị hệ U-Pb. *TC Khoa học Kỹ thuật Mỏ - Địa chất* 24(10),27-34.

15. Phạm Trung Hiếu, La Mai Sơn, 2014a. Tuổi đồng vị U-Pb zircon và thành phần đồng vị Hf trong granit hai mica khối Sầm Sơn. *TC Địa chất*, A/346- 348:65-73. Hà Nội.

16. Phạm Trung Hiếu, La Mai Sơn, Lê Tiến Dũng, Ngô Xuân Thành, 2014b. 470 Triệu năm gabro-diabas vùng Núi Nưa đối cấu trúc Sông Mã và ý nghĩa kiến tạo. *TC Địa chất*, A/340:1-10. Hà Nội. Hà Nội.

17. Phạm Trung Hiếu, Fukun Chen, Nguyen Thi Bich Thuy, Nguyen Quoc Cuong, Shuangqing Li, 2013. Geochemistry and zircon U-Pb ages and Hf isotopic composition of Permian alkali granitoids of the Phan Si Pan in northwestern Vietnam. *Journal of Geodynamics*, 69: 106-121.

18. Phạm Trung Hiếu, Wang Tao, Tong Ying, 2012a. Zircon U-Pb geochronology, Hf isotope, geochemistry and petrogenesis of the Cenozoic adakitic intrusive rocks in the Phan Si Pan region, northwestern Vietnam. *Acta Petrologica Sinica*, 25(11): 3017-3028.

19. Phạm Trung Hiếu, Fukun Chen, Le Thanh Me, Nguyen Thi Bich Thuy, Wolfgang Siebel, Tingguang Lan, 2012b. Zircon U-Pb ages and Hf isotopic compositions from the Sin Quyen Formation: the Precambrian crustal evolution of NW Vietnam. *International Geology Review*, 54(13): 1548-1561.

20. Stacey, J.S., Kramer, J.D., 1975. Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two-stage model. *Earth and Planetary Science Letters* 26,207-221.

21. Tran My Dung, Liu Junlai, Nguyen Quang Luat ,Chen Yue, Ji Mo, Tang Yuan, 2010. Zircon U-Pb ages and Hf isotopic composition of the Pu Sam Cap high-potasic alkaline rocks in northwestern Vietnam and regional tectonic implication. *Acta Petrologica Sinica*, 26 (6), 1902-1914.

22. Trần Mỹ Dũng, Liu Junlai, Nguyễn Quang Luật, Đào Thái Bắc, 2010. Kết quả tuổi đồng vị U-Pb và Hf của zircon từ khối granit biotit bị biến dạng phân bố phía Đông đèo Ô Quý Hồ, Lào Cai và ý nghĩa địa chất. *TC Khoa học Kỹ thuật Mỏ - Địa chất*, 29(1), 15-21.

23. Tran, H. T., Zaw, K., Halpin, J. A., Manaka, T., Meffre, s., Lai, c. K., and Dinh, S., 2014. The Tam Ky - Phuoc Son shear zone in Central Vietnam: tectonic and metallogenic implications. *Gondwana Research*, 26(1), 144-164.

24. Trần Trọng Hòa, Phạm Thị Dung, Trần Tuấn Anh và nnk, 2012. Tài liệu mới về tuổi đồng vị U-Pb zircon trong granit phức hệ Yên Yên Sơn khối nâng Phan Si Pan và mối liên quan với đới trượt Sông Hồng. *TC Các Khoa học về Trái đất*, 34(4), 453-464.

25. Trần Văn Thành, Phạm Trung Hiếu, Đỗ Văn Nhuận, 2013. Kết quả nghiên cứu về tuổi đồng vị U-Pb zircon các thành tạo leucogranit khu vực Thác Bạc - Sa Pa - Lào Cai. *TC Khoa học Kỹ thuật Mỏ - Địa chất*, 43(7), 45-50.

26. Wiedenbeck M.A.P.C. et al., 1995. Three natural zircon standards for U-Th-Pb, Lu-Hf, trace element and REE analyses. *Geostandards newsletter* 19(1): 1-23.

27. Wu F.Y., Li X.H., Zheng Y.F., Gao S., 2007. Lu-Hf isotopic systematics and their applications in petrology. *Acta Petrologica Sinica*, 23(2): 185-220.

28. Xiu Q.Y., Yin Y.J, Li H.M., 2001. Sampling and mineral sorting for single zircon U-Pb dating. *Progress in Precambrian research*, Vol. 24 No. 6: 107-110 (in Chinese with English abstract).