**中科院地化所 矿床地球化学国家重点实验室微区分析实验室分析方法简述**

**中文（重点描述）：**

1. **磁铁矿微区元素含量分析方法描述**

磁铁矿、铬铁矿微量元素含量在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为ESI的NWR 213 nm激光剥蚀系统，ICP-MS为Agilent 7700x电感耦合等离子质谱仪。激光剥蚀过程中采用氦气作载气，由一个T型接头将氦气和氩气混合后进入ICP-MS中。每个采集周期包括大约30s的空白信号和50s的样品信号。以USGS 参考玻璃(如GSE-1G，BCR-2G, BIR-1G 和BHVO-2G) 为校正标准，根据样品特性采用多外标-内标法或归一化法(Dare et al.，2012)对元素含量进行定量计算。这些USGS 玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/)。对分析数据的离线处理采用软件ICPMSDataCal (Liu et al.，2008a；Liu et al.，2010a)完成。

1. **碳酸盐和磷酸盐矿物微区元素含量分析方法描述**

方解石、白云石微量元素含量在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器，电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度密度4~5J/cm2，束斑32-44μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。每个采集周期包括大约20s的空白信号和50s的样品信号。每分析10-15次样品则分析NIST610两次和NIST612一次，（2 NIST SRM 610+ 1 NIST SRM 612 +10-15测试点+ 1 NIST SRM 612+2 NIST SRM 610）。NIST610进行灵敏偏移校正，以NIST612为外标+ Ca元素做内标对其他元素含量进行校正。分析碳酸盐矿物微量时，碳酸盐粉末压片MACS-3被用来监控数据质量，而进行磷酸盐矿物主微量元素分析时，磷灰石Dur以及NIST612(Qc)作为质量监控样。分析结果表明多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。校准物质和质控样中元素含量的推荐值据GeoReM数据库(http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/)。对分析数据的离线处理采用软件ICPMSDataCal (Liu et al.，2008a；Liu et al.，2010a)完成。

1. **硅酸盐微区元素含量分析方法描述**

硅酸盐矿物微量元素分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS 完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器，电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度4~5 J/cm2，束斑44μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。含量计算采用多外标、总量归一化法（Liu et al.，2008；刘勇胜等，2013）或多外标+Si做内标法对元素含量进行定量计算(不同矿物外标和内标选择略有不同，尽量选择与未知样品含量接近的外标参与校正)。外标通常为USGS玻璃（如NIST 610, NIST612, BCR-2G, BIR-1G 和BHVO-2G)。未参与校正的NIST612、BCR-2G、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。这些硅酸盐玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/)。分析结果表明多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量校正和计算采用软件ICPMSDataCal (Liu et al.，2008a；Liu et al.，2010a)完成。

1. **锆石U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

锆石微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器，电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度4~5 J/cm2，束斑32μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb 同位素定年中采用锆石标准91500 作外标进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次91500。对于与分析时间有关的U-Th-Pb 同位素比值漂移，利用91500 的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al., 2010a)。清湖锆石QH（159.5±0.2 Ma，李献华 等，2013）和Plesovice锆石（337.13 ± 0.37 Ma，Sláma et al.，2008）作为年龄质控样参与分析。锆石91500同时作为微量元素质控样。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。锆石微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但推荐使用Zr做归一化元素或内标，进行定量计算(Liu et al.，2010)。这些硅酸盐玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

1. **石英、萤石微量元素分析**

石英微量元素分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS 完成。激光剥蚀系统为美国Elemental Scientific公司生产的飞秒激光剥蚀系统（NWRfemto），电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为TV3双体积剥蚀池，具有较高冲洗效率。分析过程中，激光工作波长为257或206nm（以实际使用的为准），剥蚀参数频率一般为~5Hz，能量透过率40%-50%，束斑32~44μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。含量计算采用多外标、总量归一化法（Liu et al.，2008；刘勇胜等，2013）。外标推荐为NIST SRM612/610，每分析10-15次样品则分析外标两次（NIST SRM 612/610+ 10个未知样品+ NIST SRM 612/610）。石英标样QZ1或NIST612（QC）被用来监控数据质量。石英用Si、萤石用Ca做归一化元素或内标元素（具体以实际情况为准）。石英标样中具有相对均一的Ti（57±4 μg/g）、Al（154±15 μg/g）、Li（30±2 μg/g）、Fe（2.2±0.3 μg/g）、Mn（0.34±0.04 μg/g）、Ge（1.7±0.2 μg/g）和Ga（0.020±0.002 μg/g）等元素含量（Audétat et al., 2015）。硅酸盐玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。详细分析流程见蓝廷广等（2017）和Lan et al. (2018).

1. **单个包裹体微量元素含量分析**

单个流体包裹体主、微量元素的含量分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS 完成。

**①对萤石和石英中的单个流体包裹体：**激光剥蚀系统推荐为美国Elemental Scientific公司生产的飞秒激光剥蚀系统（NWRfemto）。样品仓为TV3双体积剥蚀池，具有较高冲洗效率。分析过程中，激光工作波长为257或206nm（以实际使用的为准），剥蚀参数频率一般为~5Hz，能量透过率40%-50%，束斑32~44μm。

**②其他矿物中的单个流体包裹体：**由于飞秒剥蚀坑较浅，激光剥蚀系统通常推荐为GeoLasPro193nm ArF准分子激光器。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。单个样品的信号采集包括大约20s的空白信号、50s包裹体取样时间、20s左右信号衰减至背景值的时间。分析过程中，激光工作参数一般为频率9~10Hz, 能量密度10-11J/cm2，束斑24-44μm（根据包裹体大小调整）。

上述两种激光器均可分别联机于美国安捷伦公司生产的电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）Agilent 7900。

激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。数据校正使用NIST SRM610做外标、氯化钠等效盐度（NaClequivalentwt.%）为内标（Heinrich et al., 2003）。氯化钠等效盐度通过单独的流体包裹体测温获得。每分析10个包裹体分析两次NIST SRM610（NIST SRM610+10 流体包裹体 + NIST SRM610）。对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量计算）采用软件SILLS（Guillong et al., 2008）完成。为了排除基质石英的影响，信号选择同时有Na、K或其他阳离子信号的区间。对于以氯化物为主的流体包裹体，推荐选择电价平衡（charge-balance）的方式来计算 （Allen et al., 2005）。使用含五种元素的人工合成流体包裹体来监控数据准确度，其所含元素理论值为Na=K=Ca=2.05 wt.%，Rb=300 ppm, Cs=200 ppm，准确度一般优于16%。

1. **硫化物微区元素含量分析方法描述**

硫化物微量元素分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS 完成。激光剥蚀系统为ASI公司RESOLution-LR-S155准分子激光器，电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7700x。激光剥蚀过程中氩气(900 ml/min)与氦气(350 ml/min)在剥蚀池内混合，最终与样品气溶胶共同进入ICP中。分析过程中，激光工作参数一般为频率5 Hz，能量2.5-3 J/cm2，束斑26 μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。每个采集周期包括大约30s的空白信号和60s的样品信号。含量计算采用多外标、总量归一化法（Liu et al.，2008；刘勇胜等，2013）。外标STDGL3、GSD-1G和天然纯的黄铁矿Py，硫化物国际标样MASS-1为质控样品以监控数据质量。其中，STDGL3用以校正亲硫和亲铜元素，GSD-1G用以校正亲石元素(Danyushevsky et al., 2011)。

**（8）碳酸盐矿物-白云石、方解石U-Pb定年方法描述**

分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-SF-ICP-MS 完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器，质谱采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。单个样品的信号采集包括大约20s的空白信号、30s取样时间、40s左右信号衰减至背景值的时间。分析过程中，激光工作参数一般为频率8~10Hz, 能量密度5-8J/cm2，束斑~90μm（根据U含量调整）。在测试之前用SRM612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。数据采用软件ICPMSDataCal完成样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Pb同位素比值计算 (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)。年龄采用两步法校正。首先，利用上述软件，使用NIST SRM614做外标校正所有样品的207Pb/206Pb比值和U-Pb元素含量，导出备用。其次，利用上述软件使用NIST614为标样进行初步的线性漂移校正，导出206Pb/238U比值备用。在excel中，汇合先导出的207Pb/206Pb比值和后导出的206Pb/238U比值（算倒数），使用碳酸盐矿物标样WC-1完成238U/206Pb比值的校正，具体过程参见相关文献（Roberts et al.，2017，Tang et al.，2020，2022）。实验室内部标样DC作为质控样参与分析，其长期LA-SF/Q-ICP-MS U-Pb年龄为~153 Ma（initial 207Pb/Pb206=~0.823）。分析结果表明年龄数据误差多<5%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）

**（9）黑、白钨矿U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

详见Tang et al. 2020, 2022。

分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS（高U矿物，定年微量同时测试）或LA-SF-ICP-MS（低U矿物）完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物（以锆石、独居石为代表），为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。单个样品的信号采集包括大约20s的空白信号、30s取样时间、40s左右信号衰减至背景值的时间。分析过程中，激光工作参数一般为频率5~6Hz, 能量密度3-5J/cm2，束斑~32μm（根据U含量调整）。在测试之前用SRM612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。数据采用软件ICPMSDataCal完成样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Pb同位素比值计算 (Liu et al.，2008a; Liu et al.，2010a)。

U-Pb同位素定年，主标样使用黑钨矿MTM（Tang et al.，2020）或YGX（Tang et al.，2022）。当黑钨矿YGX谐和度较好时，采用其为外标（主标样）进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2-3次主标样，对于与分析时间有关的U-Th-Pb 同位素比值漂移，利用主标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al., 2010a)。当其谐和度较差时，采用两阶段校正法，具体校正方法参见方解石U-PB描述部分或者Tang et al. 2020，2022。钨锰矿WT、黑钨矿NM或KA以及白钨矿WX27作为年龄质控样参与分析（具体以实际情况为准）。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。年龄数据误差一般优于3%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。黑钨矿、白钨矿微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但标样中通常保留NIST610和NIST612，黑钨矿可使用Fe、白钨矿使用Ca做归一化元素或内标，进行定量计算(Liu et al.，2010)，微量元素分析中，NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。硅酸盐玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（10）石榴石、符山石U-PB定年方法描述**

方法详见Tang et al.，2021和Chen et al.，2021。

分析在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-SF-ICP-MS 完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，并加入少量氮气提高灵敏度，三者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。单个样品的信号采集包括大约20s的空白信号、30s取样时间、40s左右信号衰减至背景值的时间。分析过程中，激光工作参数一般为频率5~6Hz, 能量密度3-5J/cm2，束斑~32μm（根据U含量调整）。在测试之前用SRM612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。数据采用软件ICPMSDataCal完成样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Pb同位素比值计算 (Liu et al.，2008a; Liu et al.，2010a)。

U-Pb 同位素定年中采用锆石91500、石榴石willsboro/PL57（1156.2 Ma，Li et al.，2022）、符山石Wuilui（Wei et al.，2021）等作为外标（主标样）进行同位素分馏校正（具体标样以实际分析的为准，可能会根据未知样品U含量进行调整），每分析~10个样品点，分析两次主标样。对于与分析时间有关的U-Th-Pb 同位素比值漂移，利用主标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al., 2010a)。石榴石QC04（~130 Ma，Deng et al，2017）和符山石Wuilui（~258 Ma，Wei et al.，2021）作为年龄质控样参与分析。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig，2003)完成。年龄数据误差一般优于2%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（11）独居石U-PB定年和微量元素测试方法描述**

独居石微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器，电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）为Agilent 7900。激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，两者在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度~4 J/cm2，束斑16-24μm。在测试之前用SRM610对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb同位素定年中采用独居石标准Trebilcock 117531（272Ma，Tomascak et al.，1996）或Bananeira（507.7 Ma，Gonçalves et al.，2016）作外标进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Th-Pb同位素比值漂移，利用117531或Bananeira的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al., 2010a)。独居石Coqueiro, Paraíso和Itambé（Gonçalves et al.，2016）作为年龄和微量元素质控样参与分析。样品的U-Pb年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但推荐使用Nd做归一化元素或内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010). 这些硅酸盐玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（12）磷钇矿和氟碳铈矿U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

磷钇矿微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS或LA-SF-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，低U矿物分析需要加入少量氮气提高灵敏度，两/三种气体在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度一般3-4 J/cm2，束斑16-44μm（实际情况视样品中U-Pb含量而定）。在测试之前用SRM610或612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb 同位素定年中采用磷钇矿标样XN01或XN-02（Vasconcelos et al.，2018）进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Th-Pb同位素比值漂移，利用标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al., 2010a)。磷钇矿XN-05或Zagi以及氟碳铈矿MNP和Zagi作为质控样参与分析。样品的U-Pb年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，可使用Y（磷钇矿）或Ce（氟碳铈矿）做内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010). 磷钇矿标样XN-01、XN-02（部分元素）、NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。这些硅酸盐 玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（13）锡石U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

锡石微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS或LA-SF-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U锡石，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U锡石（≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，低U矿物分析需要加入少量氮气提高灵敏度，两/三种气体在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度一般3-4 J/cm2，束斑32-44μm（实际情况视样品中U-Pb含量而定）。在测试之前用SRM610或612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb 同位素定年中采用锡石标样AY-4或者实验室内部标样FJS进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Th-Pb同位素比值漂移，利用标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al.，2010a)。未参与校正的AY-4或FJS以及锡石KA（Tang et al.，2020）作为质控样。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但标样一般保留NIST610和NIST612，推荐使用Sn做归一化元素或内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010)。NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。NIST和CGSG玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（14）金红石、锐钛矿U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS或LA-SF-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（通常≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，低U矿物分析需要加入少量氮气提高灵敏度，两/三种气体在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度一般3-4 J/cm2，束斑24-44μm（实际情况视样品中U-Pb含量而定）。在测试之前用SRM610或612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb 同位素定年中采用金红石标样RMJG（1750Ma，Zhang et al.，2019）或者锆石91500进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Th-Pb同位素比值漂移，利用标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al.，2010a)。金红石DH-R（~220Ma）作为质控样。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但标样一般保留NIST610和NIST612，可使用Ti做归一化元素或内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010)。NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。NIST或CGSG系列玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（15）榍石U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS或LA-SF-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（通常≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，低U矿物分析需要加入少量氮气提高灵敏度，两/三种气体在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度一般3-4 J/cm2，束斑24-44μm（实际情况视样品中U-Pb含量而定）。在测试之前用SRM610或612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb同位素定年中采用榍石标样OLT1（1014.8Ma，KENNEDY et al.，2010）或者BLR-1（1047.1Ma，ALEINIKOFF et al.，2007）进行同位素分馏校正，每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Pb同位素比值漂移，利用标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al.，2010a)。榍石QH（~160Ma）和产自科拉半岛榍石KL（~380Ma）作为质控样。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但标样一般保留NIST610和NIST612，可使用Ca做归一化元素或内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010)。NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。NIST或CGSG系列玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**（16）铌钽铁矿U-Pb定年和微量元素测试方法描述**

微量元素含量和U-Pb同位素定年在中国科学院地球化学研究所矿床地球化学国家重点实验室利用LA-ICP-MS或LA-SF-ICP-MS分析完成。激光剥蚀系统为GeoLasPro 193nm ArF 准分子激光器。**针对高U矿物，为了保持年龄和微量元素的内在联系，采用安捷伦公司生产的Agilent 7900电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）进行年龄和微量元素的同时测试；而对于低U矿物（通常≤10ppm），为了提高年龄的精准度，采用热电公司生产的element XR型高分辨磁质谱（ICP-MS）(Thermo Fisher Scientific, USA)对年龄进行单独分析。**激光剥蚀过程中采用氦气载气、氩气为补偿气，低U矿物分析需要加入少量氮气提高灵敏度，两/三种气体在进入ICP之前通过一个T型接头混合。样品仓为标配的剥蚀池，其中加入树脂制作的模具来获得一个较小体积的取样空间，以降低记忆效应，提高冲洗效率。分析过程中，激光工作参数一般为频率~5Hz，能量密度一般3-4 J/cm2，束斑24-44μm（实际情况视样品中U-Pb含量而定）。在测试之前用SRM610或612对ICP-MS性能进行优化，使仪器达到最佳的灵敏度和电离效率（U/Th≈1）、尽可能小的氧化物产率（ThO/Th<0.3%）和低的背景值。

对分析数据的离线处理（包括对样品和空白信号的选择、仪器灵敏度漂移校正、元素含量及U-Th-Pb同位素比值和年龄计算）采用软件ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a)完成。U-Pb同位素定年中采用内部标样Cotan139或806（~220 Ma）或DKLS（~240 Ma）进行同位素分馏校正（具体以实际情况为准），每分析~10个样品点，分析2次标样。对于与分析时间有关的U-Pb同位素比值漂移，利用标样的变化采用线性内插的方式进行了校正(Liu et al.，2010a)。未参与校正的Cotan139或806（~220 Ma，马占龙 等，2015）或DKLS（~240 Ma，凤永刚 等，2021）或A-1（198Ma，Che et al,，2015）作为质控样。样品的U-Pb 年龄谐和图绘制和年龄权重平均计算均采用Isoplot (Ludwig, 2003)完成。微量元素含量校正与上述硅酸盐矿物微量校正类似，但标样一般保留NIST610和NIST612，可使用Fe/Nb/Ta做归一化元素或内标(理论值或者电子探针实测值)，进行定量计算(Liu et al.，2010)。未参与校正的NIST612、CGSG-1和CGSG-2等其中的一种或两种可作为质量监控样。NIST或CGSG系列玻璃中元素含量的推荐值据GeoReM 数据库(<http://georem.mpch-mainz.gwdg.de/>)。分析结果表明年龄误差优于2%，多数元素的准确度优于10%（具体以每次质控样实测值和理论值百分误差为准）。

**In English:**

1. **Trace element analyses of magnetite by LA-ICP-MS**

Major and trace element analyses were conducted by LA-ICP-MS at the State Key Laboratory of Ore Deposit Geochemistry, Institute of Geochemistry Chinese Academy of Sciences. Laser sampling was performed using the NWR UP-213 Nd:YAG laser. An Agilent 7700x ICP-MS instrument was used to acquire ion-signal intensities. Helium was applied as a carrier gas which was mixed with Argon via a T-connector before entering the ICP-MS. Each analysis incorporated a background acquisition of approximately 30 s (gas blank) followed by 50 s of data acquisition from the sample. Element contents were calibrated against multiple-reference materials (GSE-1G, BCR-2G, BIR-1G and BHVO-2G) combined with internal standardization (Dare et al., 2012). The preferred values of element concentrations for the USGS reference glasses are from the GeoReM database (http://georem.mp ch-mainz.gwdg.de/). Off-line selection and integration of background and analyte signals, and time-drift correction and quantitative calibration were performed by ICPMSDataCal (Liu et al., 2008a; Liu et al., 2010a).

1. **Major and trace element analyses of fluid inclusion by LA-ICP-MS**

Individual fluid inclusion major and trace element analyses was conducted at the State Key Laboratory of Ore Deposit Geochemistry, Institute of Geochemistry Chinese Academy of Sciences (IGCAS) by using an Agilent 7900 ICP-MS equipped with a GeoLasPro 193 nm ArF excimer laser. The standard ablation cell was optimized with resin mold to get a small volume and to improve the washout efficiency. Laser repetition of 9~10 Hz and energy density of 10-11 J/cm2 were used during the analyses. Laser spot size changed from 24 to 44 μm based on the sizes of the fluid inclusions. Helium was used as the carrier gas with 3 ml/min N2 being added to increase the sensitivity. Argon was used as the makeup gas and mixed with the carrier gas via a T-connector before entering the ICP. NIST SRM610 was used as the external standard and the NaClequivalentwt.% concentrations obtained independently by microthermometry as the internal standard (Heinrich et al., 2003). NIST SRM610 was analyzed twice every 10 analyses. The data collected from the ICP-MS were processed by the SILLS software (Guillong et al., 2008). The charge-balance method was adopted to correct the modeled amounts of Na (from the NaCl eqv. wt%) for salinity contributions of other chloride salts (Allan et al., 2005). To ensure the fluid inclusion signals being processed without the interference from the host crystal, only spectra containing signals coincident with Na and other cations were selected. Synthetic ﬂuid inclusions containing ﬁve elements of Na, K, Ca, Rb and Cs (standard values are Na=K=Ca= 2.05 wt%, Rb=300 ppm, Cs= 200 ppm) were also analyzed to monitor the accuracy, which show the total uncertainties of less than 16%. The detailed analytical procedures are described in Lan et al. (2017, 2018).

**（3）Major and trace element analyses of Sulfide by LA-ICP-MS**

Major and trace element analyses were conducted by LA-ICP-MS at the State Key Laboratory of Ore Deposit Geochemistry, IGCAS. Laser sampling was performed using an ASI RESOLution-LR-S155 laser microprobe equipped with a Coherent Compex-Pro 193 nm ArF excimer laser. An Agilent 7700x ICP-MS instrument was used to acquire ion-signal intensities. Helium (350 ml/min) was applied as a carrier gas. The ablated aerosol was mixed with Ar (900 ml/min) as a transport gas, before exiting the cell. Each analysis incorporated a background acquisition of approximately 30 s (gas blank) followed by 60 s of data acquisition from the sample. Analysis were run with 26 μm pit size, 5 Hz pulse frequency and 3 J cm-2 fluence. While STDGL3 was used to determine concentrations of chalcophile and siderophile elements (Danyushevsky et al., 2011). The in-house standard pure pyrite Py was used for calibration the concentrations of S. The integrated count data to concentrations for lithophile elements were calibrated and converted by GSD-1G. Sulphide reference material MASS-1 was analyzed as unknown sample to check the analytical accuracy.

鉴于越来越多的期刊会进行查重，英文描述也包含在内，因此暂时不提供中文对应的英文描述，请各位结合我室发表的相关论文进行自我译写。