



磷钇矿 U-Pb 年龄激光原位 ICP-MS 测定

刘志超^{①②}, 吴福元^{①*}, 郭春丽^③, 赵子福^④, 杨进辉^①, 孙金凤^{①②}

① 中国科学院地质与地球物理研究所, 岩石圈演化国家重点实验室, 北京 100029;

② 中国科学院研究生院, 北京 100049;

③ 中国地质科学院矿床资源研究所, 北京 100037;

④ 中国科学技术大学地球和空间科学学院, 合肥 230026

* 联系人, E-mail: wufuyuan@mail.igcas.ac.cn

2011-05-05 收稿, 2011-07-01 接受

岩石圈演化国家重点实验室自主研究课题基金资助项目(专 0809)

摘要 磷钇矿富含 U 和 Th, 并具有较高的初始 Pb 含量, 是 U-Pb 和 Th-Pb 同位素定年的理想对象. 由于普遍存在于多种岩石中, 磷钇矿的 U-Th-Pb 定年具有广阔的应用前景. 但相对于较为成熟和应用广泛的离子探针(如 SHRIMP) U-Pb 定年方法而言, 磷钇矿激光 ICP-MS 定年开展得较少. 本文利用 193 nm ArF 准分子激光剥蚀系统和 Agilent 7500a 四极杆等离子质谱仪(Q-ICP-MS), 对磷钇矿标样 MG-1 和 BS-1 进行了 U-Pb 年龄测定. 在 16, 24 和 32 μm 不同束斑条件下, 以磷钇矿标样 MG-1 为外部标准校正另一个磷钇矿标样 BS-1, 获得的 U-Pb 年龄($^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄)分别为 $510.1 \pm 5.2 \text{ Ma}$ (2σ , $n = 21$), $509.8 \pm 4.3 \text{ Ma}$ (2σ , $n = 21$) 和 $510.0 \pm 4.6 \text{ Ma}$ (2σ , $n = 21$), 在误差范围内均与 TIMS 测试结果($^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 平均年龄为 $508.8 \pm 1.4 \text{ Ma}$) 一致, 表明所建立的磷钇矿 U-Pb 年龄激光原位 ICP-MS 测定方法是可靠的. 运用这一方法, 对藏南苦堆淡色花岗岩和华南西华山花岗岩中的磷钇矿进行了实验, 取得了满意的结果. 此外, 为检验基体效应对磷钇矿 U-Pb 激光 ICP-MS 测年结果的影响, 分别以独居石和锆石标样作为外部标准对磷钇矿标样 BS-1 进行了系列定年测试, 获得的结果通常偏离样品的真实年龄, 因此建议在磷钇矿激光剥蚀定年中采用与基体性质匹配的外部标样.

关键词

磷钇矿
激光 ICP-MS
U-Pb 测年

近 20 年来, 随着分析技术的迅猛发展, 副矿物原位微区测年方法已经广泛应用于同位素地质年代学中, 成为探讨地球演化历史和各类地质作用过程的重要技术手段. 与传统的微量或单颗粒矿物 TIMS 分析方法比较, 原位微区定年技术揭示了常规整体分析所掩盖的精细空间变化信息, 同时避免了冗长而繁琐的化学处理过程, 从而全面推动了地球科学的迅速发展. 目前, 同位素地质年代学中最常用的是锆石 U-Pb 定年方法. 但对于某些岩石而言, 锆石的缺乏严重阻碍了对其形成时代的约束, 迫切需要开发其他副矿物的 U-Pb 测年方法, 如近期广受重视的镁铁-超镁铁岩中的斜锆石和金伯利岩中的钙钛矿

U-Pb 定年技术等(如文献[1~4]). 碎屑沉积岩定年是当前同位素地质年代学工作的难点, 主要是由于缺乏合适的定年矿物. 但近年来, 以西澳大利亚大学 Fletcher 为首的研究团体开发了成岩矿物磷钇矿的 SHRIMP 定年方法, 很好地解决了碎屑沉积岩的沉积时代问题^[5~9]. 随着研究的不断深入, 磷钇矿原位微区定年方法受到了越来越多的关注和应用.

磷钇矿[YPO₄]是一种出现在多种类型岩石(如变泥质岩、过铝质花岗岩、碎屑沉积岩)中的富稀土副矿物, 它通常具有很高的 U 含量, 同时具有较低的初始 Pb 组成, 是 U-Pb 定年的优良对象. 现今的磷钇矿原位微区定年方法以离子探针(如 SHRIMP)为主^[15~20],

英文版见: Liu Z C, Wu F Y, Guo C L, et al. *In situ* U-Pb dating of xenotime by laser ablation (LA)-ICP-MS. *Chinese Sci Bull*, 2011, 56: 2948–2956, doi: 10.1007/s11434-011-4657-y

虽然该方法获得的年龄精度较高,但该类型仪器价格昂贵,全球数量有限,使得磷钇矿离子探针定年方法难以推广而受到限制.电子探针化学定年法(EPMA)也是磷钇矿原位微区测年的重要手段^[21~25],但该方法受电子探针检测极限制约,对低 U-Th 含量及年轻的磷钇矿样品难以获得理想的结果.近几年迅速发展起来的激光剥蚀等离子质谱(LA-ICP-MS)定年方法虽然已经成为锆石 U-Pb 定年分析中的重要工具,然而对磷钇矿的定年分析还鲜有报道^[26~28],特别是国内还没有该方面的研究.本研究尝试采用原位 LA-ICP-MS 方法对磷钇矿进行 U-Pb 定年,为我国在这方面的研究提供技术平台.

1 仪器简介

本工作在中国科学院地质与地球物理研究所多接收等离子质谱仪实验室(MC-ICP-MS)完成.采用的激光剥蚀系统为美国 Coherent 公司生产,由 193 nm ArF 准分子激光发生器与激光匀化光路系统组成,束斑大小为:5, 10, 16, 24, 32, 44, 60, 90, 120, 160 μm 可调;脉冲频率为 1~20 Hz 连续可调;最大输出能量密度可达 45 J/cm². ICP-MS 为美国 Agilent 公司生产的 Agilent 7500a,其基本情况已在相关文献中作过详细报道^[29].

2 实验方法

本文磷钇矿 U-Pb 定年方法与锆石的 LA-ICP-MS U-Pb 定年方法基本相同.在双目显微镜下挑选均一、透明的磷钇矿用双面胶粘于载玻片上,按上 PVC 环,将环氧树脂和固化剂混合均匀后注入 PVC 环,放入烘箱烘干,待树脂充分固化后剥离样品靶.将样品靶

抛光后进行反射光、透射光和背散射(BSE)显微照相,以查明样品表面的裂隙,内部包裹体以及是否存在成分环带.实际测试前需用酒精超声震荡清洗样品靶,以除去可能的污染.

实验前用调谐液对 ICP-MS 仪器参数进行调节,以获得较高的灵敏度和稳定性,并尽可能降低干扰物产率(质量数 220 计数 < 100 cps),随后对 ICP-MS 进行 P/A 校正.激光剥蚀采样条件下,采用高纯氦气作为剥蚀物质的载气,在剥蚀物质进入 ICP 炬管前输入高纯氩气以获得稳定和最佳的离子化效率.利用连续剥蚀的人工合成硅酸盐玻璃 NIST SRM 610 对两种气体的参数进行优化,以获得较高而且稳定的信号强度,并控制氧化物产率($\text{UO}^+/\text{U}^+ < 0.5\%$). ICP-MS 数据采集模式为一个质量峰采集一点的跳峰方式,单点停留时间分别为 0.015 s (²⁰⁴Pb, ²⁰⁶Pb 和 ²⁰⁸Pb), 0.030 s (²⁰⁷Pb)和 0.010 s (²³²Th 和 ²³⁸U).实验中激光的输出能量密度为 10 或 12 J/cm²,束斑和剥蚀频率根据不样品的大小及 U 和 Pb 含量而定.分析测试中 ICP-MS 和激光剥蚀系统的仪器参数列于表 1.

实验采用点剥蚀模式,每个分析点的气体背景采集时间约为 20 s,信号采集时间为 65 s.质量歧视和 U-Pb 元素分馏效应校正采用外部标准校正方法.每测定 8 个样品点分析两次外部年龄标样. U-Pb 分馏校正和结果计算采用 GLITTER 4.0 软件.样品校正后的同位素比值标准偏差计算中,除了考虑样品和外标同位素比值在测定过程中产生的标准偏差外,标准样品同位素比值的推荐值的标准偏差也考虑在内,其相对标准偏差设定为 2%.由于磷钇矿为低普通铅组成矿物,因此我们没有对数据结果进行任何普通铅校正.各样品的谐和年龄与加权平均年龄的

表 1 LA-ICP-MS 工作参数

ICP-MS 仪器工作参数				Laser 仪器工作参数	
物理量	数值	物理量	数值	物理量	数值
RF 功率	1260 W	Einzel 透镜 2	1 V	波长	193 nm
载气流速	1.23 L/min	Omega 偏压	-100 V	能量密度	10 或 12 J/cm ²
混和气流速	0.0 L/min	Omega 透镜(+)	0.2 V	束斑	磷钇矿和独居石采用 16, 24 和 32 μm , 锆石采用 44 μm
提取透镜 1	-189.1 V	Omega 透镜(-)	-1.3 V	频率	磷钇矿和独居石采用 3 Hz, 锆石和 NIST 采用 6 Hz
提取透镜 2	-62 V	QP 聚焦	2.6 V	载气(氦气)	0.55 L/min
Einzel 透镜 1,3	-130 V	Plate 偏压	-8.7 V	背景采集时间	20 s
积分时间	²⁰⁴ Pb, ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁸ Pb 为 0.015 s, ²⁰⁷ Pb 为 0.030 s, ²³² Th 和 ²³⁸ U 为 0.010 s			信号测量时间	65 s

计算和图的绘制采用 Isoplot (ver 3.23) 程序.

3 实验标定

3.1 磷钇矿标准测定

两个磷钇矿标样 MG-1 和 BS-1 均来自巴西 Minas Gerais 变质岩, 具体岩石成因类型不明. MG-1 磷钇矿以自形双晶产出, 大小约为 $2.2\text{ cm} \times 1.3\text{ cm} \times 1.3\text{ cm}$, 它具有较为谐和的 U-Pb 年龄, TIMS 方法获得的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ 和 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 年龄分别为 490.1 ± 1.1 , 490.4 ± 1.0 和 $491.7 \pm 2.0\text{ Ma}$ (2SD, $n = 6$)^[9]. BS-1 为大

小约 $1.7\text{ cm} \times 0.8\text{ cm} \times 0.8\text{ cm}$ 的自形晶, 同样具有较为谐和的 U-Pb 年龄, TIMS 方法给出的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ 和 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$ 年龄分别为 508.8 ± 1.4 , 508.2 ± 1.2 和 $505.2 \pm 2.4\text{ Ma}$ (2SD, $n = 5$)^[9]. 在 10 J/cm^2 能量密度、 3 Hz 剥蚀频率的条件下, 以磷钇矿 MG-1 为外部标准进行 U-Pb 分馏和质量歧视校正, 获得磷钇矿标样 BS-1 在 $16, 24$ 和 $32\text{ }\mu\text{m}$ 束斑下的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄分别为 510.1 ± 5.2 , 509.8 ± 4.3 和 $510.0 \pm 4.6\text{ Ma}$ (2σ , $n = 21$), 与 TIMS 方法报道的年龄结果在误差范围内完全一致, 且数据点均位于谐和线上(图 1(a)~(c)), 表明本文建立的实验方法是可行的(数据结果见表 S1).

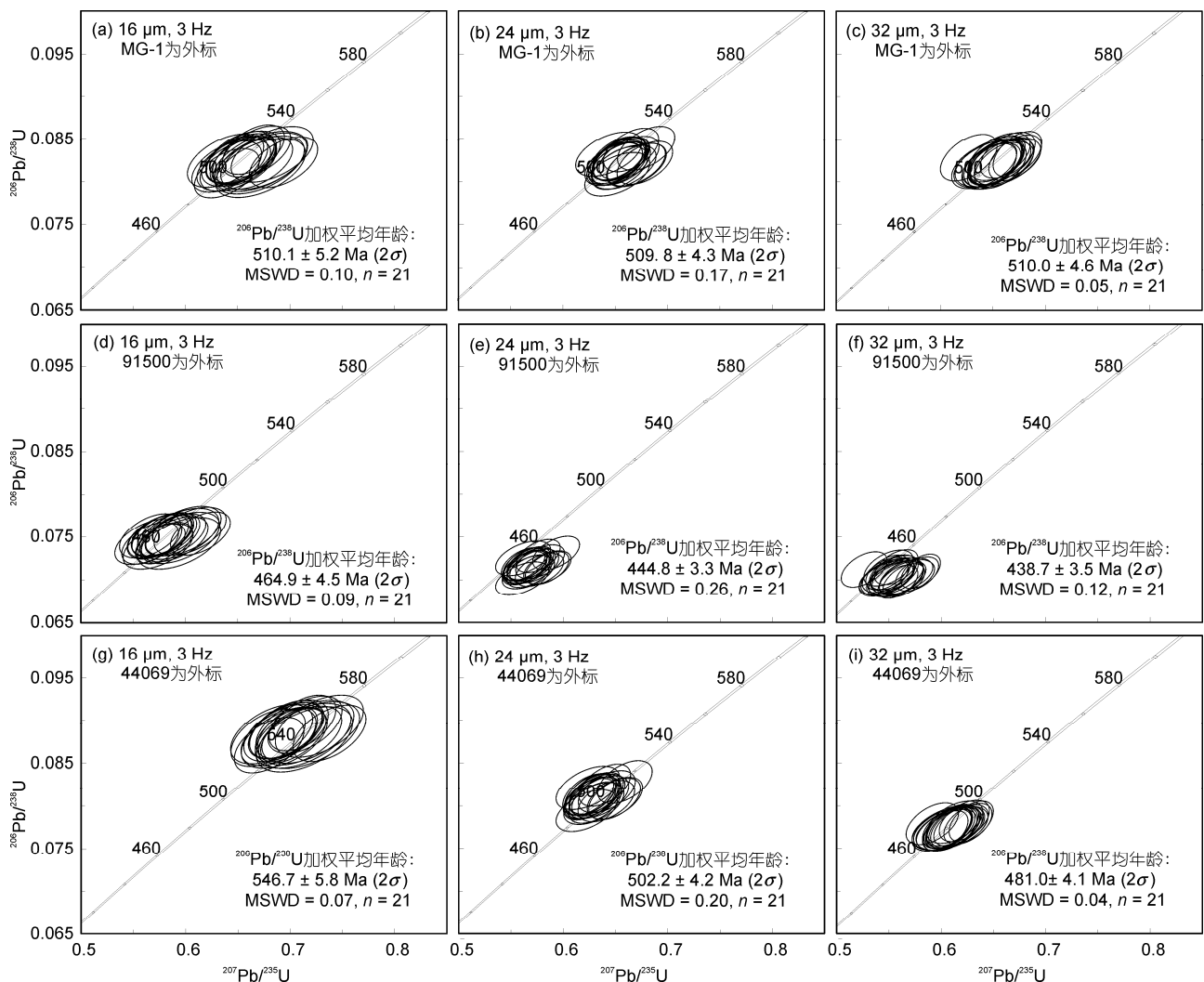


图 1 磷钇矿标样 BS-1 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

(a)~(c) 采用磷钇矿标样 MG-1 为外部标准, 在不同束斑条件下 BS-1 U-Pb 年龄结果; (d)~(f) 采用锆石标样 91500 为外标准, 在不同束斑条件下 BS-1 U-Pb 年龄结果; (g)~(i) 采用独居石标样 44069 为外标准, 在不同束斑条件下 BS-1 U-Pb 年龄结果

3.2 基体效应

为检验基体效应的影响,分别采用独居石和锆石标样作为外部标准,对BS-1进行U-Pb定年条件实验.外部标准独居石44069的测试条件与BS-1保持一致,而锆石标样91500由于U含量相对偏低而始终采用6 Hz, 44 μm 束斑的条件.

如图1(d)~(i)所示,以独居石和锆石作为外部标准进行校正获得的年龄结果不同程度地偏离BS-1的真实年龄,并可能在一定程度上不谐和(图1(e)和(f)).以锆石91500作为外标时得到的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄结果为 464.9 ± 4.5 , 444.8 ± 3.3 和 438.7 ± 3.5 Ma (2σ , $n = 21$),随着束斑增加,获得的年龄逐渐年轻.以独居石44069为外标时,16, 24和32 μm 束斑直径条件下获得的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄分别为 546.7 ± 5.8 , 502.2 ± 4.2 和 481.0 ± 4.1 Ma (2σ , $n = 21$).表现出与锆石为外部标准时相同的变化规律,即随着束斑的增加,获得的年龄逐渐年轻(数据结果见表S1).

从所获得的测定结果可以看出(表2),在进行磷钇矿U-Pb定年时,如果采用磷钇矿标样作为外部标准进行分馏校正,不同测试条件下获得的年龄结果均与真值吻合,但当采用基体性质不同的外部标准进行分馏校正时,却难以获得准确的年龄结果.因此,在本文的后续工作中采用磷钇矿MG-1或BS-1作为磷钇矿U-Pb定年的外部标准.

4 实际应用

4.1 藏南苦堆淡色花岗岩磷钇矿U-Pb定年

印度与欧亚板块碰撞后最具特色的岩浆活动是喜马拉雅淡色花岗岩,它在藏南呈两条近平行的东西向构造带分布,即北喜马拉雅穹隆带和高喜马拉雅淡色花岗岩带.这些淡色花岗岩是研究陆陆碰撞过程的最佳窗口.然而目前对喜马拉雅淡色花岗岩的研究程度还相对较低,特别是年代学资料十分有限.产生这一现象的主要原因是这些淡色花岗岩大多以继承锆石为主,或者在继承锆石周边新结晶增

生的锆石边极薄(通常 $<20 \mu\text{m}$).并且,淡色花岗岩浆结晶形成的锆石往往具有高的Th与U含量,在采用离子探针定年方法时容易产生高U效应而获得偏老的年龄结果^[30].上述两点严重制约了运用锆石U-Pb法来对这些岩石的形成时代进行约束,但幸运的是,这些淡色花岗岩往往富含岩浆结晶形成的磷钇矿和独居石,为确定淡色花岗岩的形成时代提供了机遇.

对来自北喜马拉雅穹隆带的苦堆淡色花岗岩样品(09FW126)进行了磷钇矿U-Pb定年.该岩体出露于萨迦穹隆东北部,侵位于早期片麻岩中.测年样品09FW126采自岩体中部,岩性为中细粒含石榴石二云母二长花岗岩.样品中磷钇矿无色至浅黄色,多生长于锆石周围,内部富含细小包裹体,背散射图像下不显示任何成分环带.23个磷钇矿颗粒的U-Pb年龄近于谐和(图2),给出的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄为 28.1 ± 0.2 Ma (2σ) (数据结果见表S2),与张宏飞等人^[31]报道的该岩体锆石、磷钇矿TIMS U-Pb定年结果(27.5 ± 0.5 Ma)在误差范围内一致,证明了本文磷钇矿U-Pb定年方法的可靠性.

4.2 西华山花岗岩磷钇矿U-Pb定年

西华山是我国第一个发现和最早开采的钨矿山,是典型的产于花岗岩内接触带的石英脉型钨矿床.前人研究工作认为西华山岩体是一个长期形成的复式侵入体^[32,33],可分为五期^[34],分别为第一期斑状中粒黑云母二长花岗岩、第二期中粒黑云母二长-碱长花岗岩、第三期斑状中细粒黑云母二长花岗岩、第四期斑状细粒二长花岗岩和第五期细晶岩.但到目前为止,对西华山花岗岩的成岩成矿时代还缺乏共

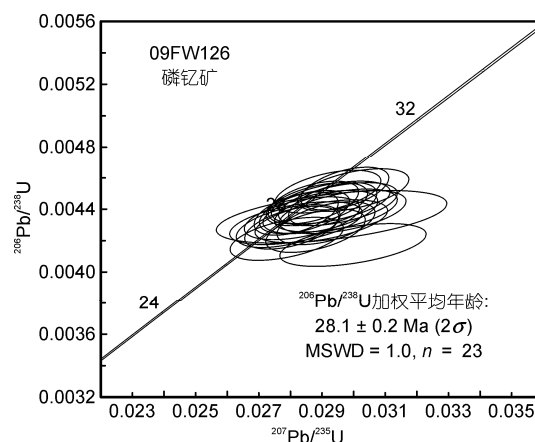


图2 苦堆淡色花岗岩磷钇矿LA-ICP-MS U-Pb定年结果

表2 磷钇矿标样BS-1 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 年龄结果

束斑(μm)	MG-1 磷钇矿标准(Ma)	91500 锆石标准(Ma)	44069 独居石标准(Ma)
16	510.1 ± 5.2	464.9 ± 4.5	546.7 ± 5.8
24	509.8 ± 4.3	444.8 ± 3.3	502.2 ± 4.2
32	510.0 ± 4.6	438.7 ± 3.5	481.0 ± 4.1

识. 已有的数据大多是利用全岩 Rb-Sr 法或云母 K-Ar 法获得, 误差大, 精度低, 数据质量难以确保. 报道的成岩年龄变化于 159~138 Ma (国家岩矿化石标准资源信息网, <http://www.nimrf.net.cn/>), 而成矿年龄为 139~137 Ma^[35], 与第三期花岗岩体形成时代一致, 比第一期花岗岩晚近 20 Ma. 杨兢红等人^[36]对上述第一期、第三期和第五期花岗岩开展锆石 LA-ICP-MS 测试所获得的 U-Pb 年龄分别为 158.7 ± 2.5 , $(155.0 \pm 2.0) \sim (156.5 \pm 2.1)$ 和 158.0 ± 1.9 Ma, 暗示各期次花岗岩的形成年龄在误差范围内一致. 汪方跃等人¹⁾利用与钨矿共生的辉钼矿获得的 Re-Os 等时线年龄为 $(155.6 \pm 1.4) \sim (160.7 \pm 4.0)$ Ma, 与通常所认为的西华山主体第一期花岗岩年龄在误差范围内一致.

磷钼矿出现于西华山各期次的花岗岩中, 经历了岩浆~热液的多阶段演化^[37]. 对西华山岩体第一、二、三和五期花岗岩样品进行了磷钼矿 U-Pb 测年(图 3). 各样品中磷钼矿自形程度好, 多为三角锥状, 粒度约 50~100 μm , 内部富含细小包裹体, BSE 图像下显示第二期(XHS-1)和第三期花岗岩(XHS-18)中的磷钼矿成分较为均一, 而第一期(XHS-3)和第五期(XHS-36)花岗岩中的磷钼矿常包含钼石等富钼矿物. 四期花岗岩样品中磷钼矿的 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄分别为 153.1 ± 1.1 Ma (2σ , $n = 22$), 153.2 ± 1.3 Ma (2σ , $n = 24$), 153.1 ± 1.2 Ma (2σ , $n = 24$) 和 152.9 ± 1.3 Ma (2σ , $n = 20$) (表 S3), 在误差范围内完全一致, 并接近汪方跃等人¹⁾报道的西华山成矿年龄, 暗示西华山岩体是在较短时间内完成了岩体侵位, 并且成矿

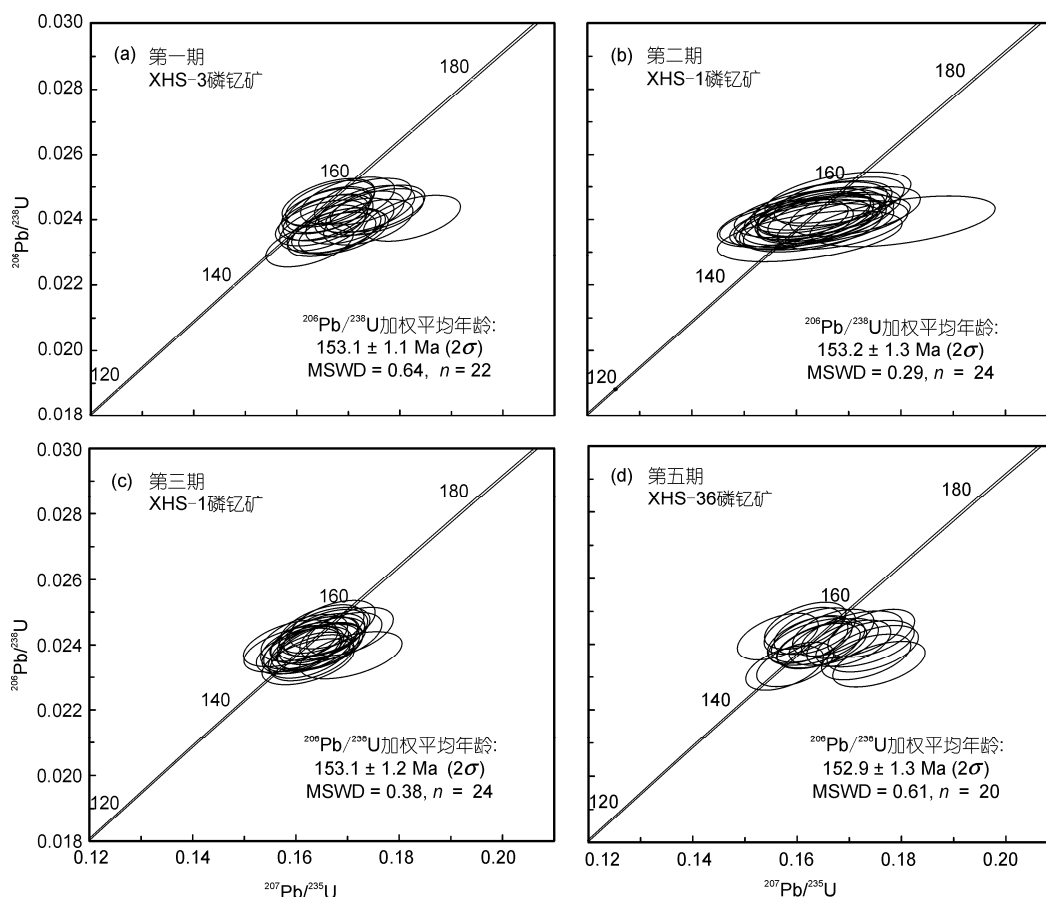


图 3 西华山四期花岗岩磷钼矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

(a) 第一期花岗岩中磷钼矿 U-Pb 年龄结果; (b) 第二期花岗岩中磷钼矿 U-Pb 年龄结果; (c) 第三期花岗岩中磷钼矿 U-Pb 年龄结果; (d) 第五期花岗岩中磷钼矿 U-Pb 年龄结果

1) 汪方跃, 凌明星, 刘玉龙, 等. 西华山钨矿成矿年代学研究——对华南中生代构造响应. 2009 年全国岩石学与地球动力学研讨会论文摘要, 2009. 364

作用与花岗岩侵位同时发生,而不是传统观点认为的长期岩浆演化和晚期成矿作用.至于磷钇矿比锆石年龄偏年轻的原因,还有待于今后进一步工作予以验证和解释.

5 讨论

5.1 磷钇矿 U-Pb 定年的优势及存在的问题

磷钇矿本身的特性决定了它是 U-Pb 定年的重要矿物,这主要表现在以下几个方面: (1) 磷钇矿通常具有较高的 U 含量(图 4(a)),同时具有较低的初始 Pb 组成(图 4(b)). 根据已积累资料,成岩作用磷钇矿 U 含量约 1000 $\mu\text{g/g}$,而伟晶岩中磷钇矿 U 含量可大于 10000 $\mu\text{g/g}$. 自然界中 U 含量较高的副矿物种类较多(如榍石、磷灰石、金红石、褐帘石等),但目前发现的低普通铅组成矿物只有锆石、斜锆石、钛锆钽矿(zirconolite)、钙锆钛矿(calzirtite)、独居石和磷钇矿 6 种矿物. 因此,磷钇矿是 U-Pb 定年的优势矿物. (2) 磷钇矿往往富 Th,通常可以较好地给出 U-Pb 和 Th-Pb 两个体系的年龄. 与同样适合 U-Th-Pb 定年的独居石相比,磷钇矿 Th/U 比却明显低于独居石,因此很少出现独居石 U-Pb 定年经常遇到的由 Th 引起的 ^{206}Pb 过剩现象,从而可以给出近于谐和的 U-Pb 年龄(如文献[43]). (3) 磷钇矿的 Pb 封闭温度较高,不易发生 Pb 丢失. 图 5 为模拟计算获得的磷钇矿封闭温度随晶体粒度和冷却速率的变化曲线^[44~46],可以

看出磷钇矿的 Pb 封闭温度接近甚至高于锆石的 Pb 封闭温度,并明显高于钙锆钛矿、榍石、磷灰石等其他常见的 U-Pb 定年副矿物. (4) 作为一种副矿物,磷钇矿广泛存在于岩浆、变质、沉积和热液作用中,因此磷钇矿 U-Pb 定年方法具有广泛的应用前景. 对于变质和热液蚀变岩石,磷钇矿可以提供准确的不同变质阶段或热液作用的时代. 而对于部分碎屑沉积岩,磷钇矿是唯一能够准确确定沉积作用时代的矿物. 同时,磷钇矿不仅是 U-Pb 定年的优良对象,还是 Sm/Nd, Lu/Hf 同位素体系定年方法的重要对象^[40,47]. 另外,磷钇矿往往与独居石共生,根据它们之间微量元素(如 Sm 和 Nd)的配分关系,可以获得岩石形成时的温度条件(如文献[48]). 因此,磷钇矿不仅可以约束岩石的形成时代,还可以提供丰富的岩石形成环境的地质信息.

但磷钇矿 U-Pb 定年也存在一些难题: (1) 在大多数情况下,磷钇矿晶体的粒度较小,不易分选,且经常富含微小包裹体,难以获得足够合适的颗粒进行传统的 TIMS 分析. (2) 沉积岩中自生磷钇矿常常生长在锆石周围形成次生加大边,不仅粒度小难分选,而且在分选矿物时经常遭到破坏,因此只能通过原位微区技术对其进行 U-Pb 定年,但它所要求的小束斑定年技术对原位微区方法提出了较高要求. (3) 寻找合适的磷钇矿标样一直是制约磷钇矿原位微区定年技术发展的最直接因素. 目前,国际上已开发出的比较优秀的磷钇矿标样除本文前面讨论的 MG-1 和

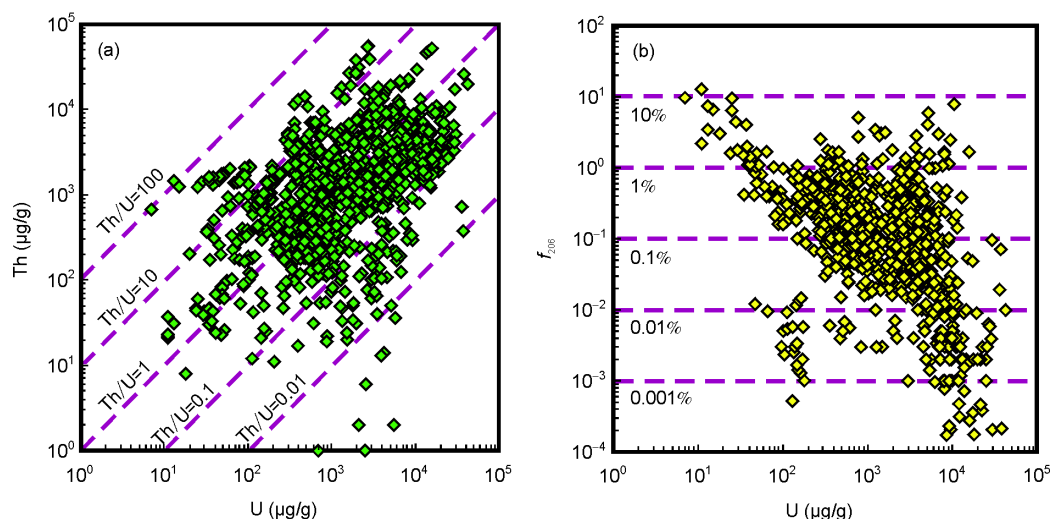
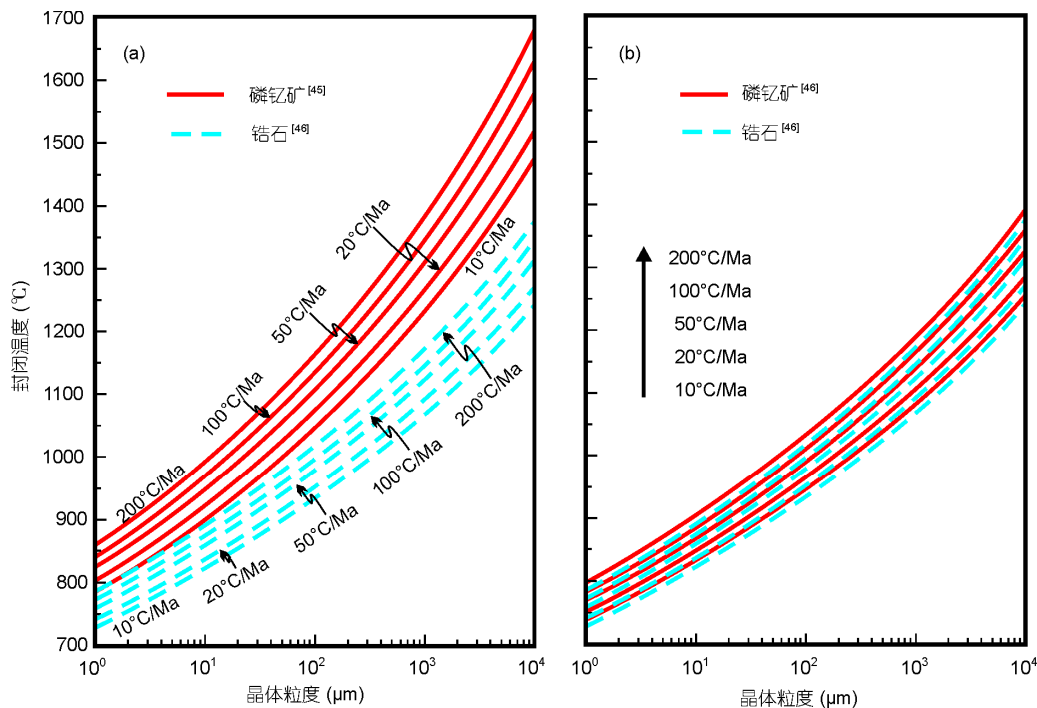


图 4 磷钇矿 U-Th 及普通铅含量^[5-20,23,31,38-43]

(a) 磷钇矿中 U-Th 含量统计结果; (b) 磷钇矿中 U 含量与普通铅组成统计结果

图 5 磷钇矿 Pb 封闭温度^[44-46]

Pb 封闭温度与晶体粒度和冷却速率呈函数相关关系^[44]. (a)中磷钇矿 Pb 扩散系数采用 Cherniak^[45]实验测定结果; (b)中磷钇矿 Pb 扩散系数采用 Zhao 和 Zheng^[46]经验估算值. (a)和(b)中锆石 Pb 扩散系数采用 Zhao 和 Zheng^[46]经验估算值

BS-1 外, 还有 z6413 和 xtc. z6413 采自加拿大安大略 Grenville 省 Mattawan Township 地区的伟晶岩, 为粒度 ~ 7 mm 的磷钇矿巨晶. Stern 和 Rayner^[49]对该样品的晶体碎片进行 TIMS 分析, 获得的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ 和 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权年龄分别为 996.7 ± 0.8 , 994.7 ± 0.6 和 993.8 ± 0.7 Ma (2σ , $n = 5$), 暗示 z6413 是一个较好的 Pb-Pb 和 U-Pb 定年标样. 然而, Schoene 等人^[50]再一次的 TIMS 分析却得到了相对偏老的年龄结果, 7 份晶体碎片给出的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ 和 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 加权平均年龄分别为 999.7 ± 0.3 , 998.5 ± 0.2 和 997.9 ± 0.2 Ma (2σ , $n = 7$). 不一致的 TIMS 年龄结果表明 z6413 可能在某种程度上不均一, 可能不适合作为高精度定年的外部标准. xtc 来自澳大利亚 Yilgarn 克拉通内的太古宙伟晶岩, 晶体粒度大多约 200 μm , 部分颗粒富含包裹体. 通过 TIMS 分析^[6]获得的 $^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$, $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 和 $^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$ 加权平均年龄分别为 2632.3 ± 1.9 , 2572 ± 33 和 2604 ± 13 Ma (2σ , $n = 4$), U-Pb 年龄具有 0~3% 的不谐和度, 限制了它在 U-Pb 定年中的应用, 而只能用作 Pb-Pb 标准. 本文应用的 MG-1 和 BS-1 标准具有一致且谐和的 U-Pb 年龄, 但是这两件样品的供应量有

限, 难以满足大量的测试需求. 因此, 开发令人满意的标样是未来磷钇矿 U-Pb 定年的重要任务.

5.2 基体效应对 U-Pb 分馏校正的影响

如前文所述, 合适的磷钇矿标样非常难得, 因此前人尝试在 LA-ICP-MS U-Pb 定年中采用其他矿物标样代替, 如 Beccalotto 等人^[26]以同为磷酸盐矿物的独居石作为外部标准, Wall 等人^[28]以锆石标样为外部标准, 并采用线扫描方式减小分馏进而抑制基体效应的影响. 某些学者认为元素的分馏主要与特定的仪器状态有关, 如 Horn 等人^[51]根据 U-Pb 分馏特征与剥蚀束斑大小的关系确定了 1 条相关曲线, 锆石、NIST 玻璃、独居石等不同性质的物质的分馏特征均符合该曲线, 因此认为在 LA-ICP-MS 定年中, 元素分馏特征几乎与测定物质的性质无关, 而与束斑大小密切相关. 但是我们的实验结果却表明基体效应对磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果有显著影响.

采用磷钇矿 MG-1 为外部标准对另一磷钇矿标样 BS-1 进行外部分馏及质量歧视校正时, 在不同大小的束斑条件下均获得了准确的年龄结果, 并且随

着束斑的增加,信号的增强,年龄的精度有所提高。但当以锆石或独居石标样作为外部标准时,所获得的年龄结果却偏离样品的真实年龄。例如,以独居石 44069 为外部标准校正磷钇矿 BS-1 时,虽然它们保持相同的测试条件,但是在 3 Hz 剥蚀频率,16 μm 束斑条件下,获得的年龄结果老于样品的真实年龄,在 24 和 32 μm 束斑条件下获得的年龄结果却比真实年龄年轻。即随着分析束斑的增大,从分馏校正不足转变为校正过度,暗示独居石与磷钇矿的元素分馏特征随着束斑大小的变化规律不一致。另外,基体效应可能会导致无法获得谐和的年龄结果。例如,以锆石 91500 为外部标准时,获得的年龄结果在一定程度上偏离谐和线。这些结果表明,在 LA-ICP-MS 定年中分馏特征不仅与束斑大小密切相关,与测定物质的性质也密切相关。

6 结论

(1) 磷钇矿 LA-ICP-MS 的较高精度准确定年。

在不同束斑条件下,对磷钇矿标样 BS-1 进行 U-Pb 年龄系列测定,获得的年龄与 TIMS 测试结果在误差范围内完全一致,表明我们建立的磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年方法是可靠的。对年龄只有 28 Ma 的磷钇矿样品 09FW126,采用 24 μm 束斑条件对其进行 U-Pb 定年,获得 $^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$ 单点年龄精度(1σ)为 2.0%~2.6%,该年龄结果与已报道的该岩体的 TIMS 年龄非常吻合,说明我们建立的 LA-ICP-MS U-Pb 定年方法可以在较小的激光束斑条件下,较高精度地获得年轻磷钇矿的年龄。

(2) 采用与基体匹配的外部标准。本文的系列实验表明,采用磷钇矿标样作为磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年的外部标准,在不同的测试条件下均可以获得准确的年龄,而采用独居石等其他矿物为外部标准时,获得的年龄常常偏离样品的真实年龄并可能在一定程度上不谐和,这表明在磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年中存在显著的基体效应,因此应该采用与基体匹配的外部标准。

致谢 美国地质调查局的 John Aleinikoff 博士提供 MG-1 和 BS-1 标准样品,中国科学院地质与地球物理研究所多接收等离子质谱仪实验室的杨岳衡工程师在实验过程中给予极大的帮助。

参考文献

- 1 Heaman L M, LeCheminant A N. Paragenesis and U-Pb systematics of baddeleyite (ZrO_2). *Chem Geol*, 1993, 110: 95–126
- 2 Chamberlain K R, Schmitt A K, Swapp S M, et al. *In situ* U-Pb SIMS (IN-SIMS) micro-baddeleyite dating of mafic rocks: Method with examples. *Precambrian Res*, 2010, 183: 379–387
- 3 Li Q L, Li X H, Liu Y, et al. Precise U-Pb and Th-Pb age determination of kimberlitic perovskites by secondary ion mass spectrometry. *Chem Geol*, 2010, 269: 396–405
- 4 Wu F Y, Yang Y H, Mitchell R H, et al. *In situ* U-Pb age determination and Nd isotopic analysis of perovskites from kimberlites in southern Africa and Somerset Island, Canada. *Lithos*, 2010, 115: 205–222
- 5 McNaughton N J, Rasmussen B, Fletcher I R. SHRIMP uranium-lead dating of diagenetic xenotime in siliciclastic sedimentary rocks. *Science*, 1999, 285: 78–80
- 6 Fletcher I R, Rasmussen B, McNaughton N J. SHRIMP U-Pb geochronology of authigenic xenotime and its potential for dating sedimentary basins. *Aust J Earth Sci*, 2000, 47: 845–859
- 7 England G L, Rasmussen B, McNaughton N J, et al. SHRIMP U-Pb ages of diagenetic and hydrothermal xenotime from the Archaean Witwatersrand Supergroup of South Africa. *Terra Nova*, 2001, 13: 360–367
- 8 Vallini D, Rasmussen B, Krapež B, et al. Obtaining diagenetic ages from metamorphosed sedimentary rocks: U-Pb dating of unusually coarse xenotime cement in phosphatic sandstone. *Geology*, 2002, 30: 1083–1086
- 9 Fletcher I R, McNaughton N J, Aleinikoff J, et al. Improved calibration procedures and new standards for U-Pb and Th-Pb dating of Phanerozoic xenotime by ion microprobe. *Chem Geol*, 2004, 209: 295–314
- 10 Kositsin N, McNaughton N J, Griffin B J, et al. Textural and geochemical discrimination between xenotime of different origin in the Archaean Witwatersrand Basin, South Africa. *Geochim Cosmochim Acta*, 2003, 67: 709–731
- 11 Rasmussen B, Fletcher I R, Bengtson S, et al. SHRIMP U-Pb dating of diagenetic xenotime in the Stirling Range Formation, Western Australia: 1.8 billion year minimum age for the Stirling biota. *Precambrian Res*, 2004, 133: 329–337

- 12 Tallarico F H B, McNaughton N J, Groves D I, et al. Geological and SHRIMP II U-Pb constraints on the age and origin of the Breves Cu-Au-(W-Bi-Sn) deposit, Carajis, Brazil. *Miner Deposit*, 2004, 39: 68–86
- 13 Rasmussen B, Fletcher I R, Sheppard S. Isotopic dating of the migration of a low-grade metamorphic front during orogenesis. *Geology*, 2005, 33: 773–776
- 14 Mello E F, Xavier R P, McNaughton N J, et al. Age constraints on felsic intrusions, metamorphism and gold mineralisation in the Palaeoproterozoic Rio Itapicuru greenstone belt, NE Bahia State, Brazil. *Miner Depos*, 2006, 40: 849–866
- 15 Rasmussen B, Fletcher I R, Muhling J R, et al. Prolonged history of episodic fluid flow in giant hematite ore bodies: Evidence from *in situ* U-Pb geochronology of hydrothermal xenotime. *Earth Planet Sci Lett*, 2007, 258: 249–259
- 16 Rasmussen B, Fletcher I R, Muhling J R. *In situ* U-Pb dating and element mapping of three generations of monazite: Unravelling cryptic tectonothermal events in low-grade terranes. *Geochim Cosmochim Acta*, 2007, 71: 670–690
- 17 Rasmussen B, Fletcher I R, Muhling J R, et al. Bushveld-aged fluid flow, peak metamorphism, and gold mobilization in the Witwatersrand basin, South Africa: Constraints from *in situ* SHRIMP U-Pb dating of monazite and xenotime. *Geology*, 2007, 35: 931–934
- 18 Sarma D S, McNaughton N J, Fletcher I R, et al. Timing of gold mineralization in the hutti gold deposit, Dharwar Craton, South India. *Econ Geol*, 2008, 103: 1715–1727
- 19 Rasmussen B, Mueller A G, Fletcher I R. Zirconolite and xenotime U-Pb age constraints on the emplacement of the Golden Mile Dolerite sill and gold mineralization at the Mt Charlotte mine, Eastern Goldfields Province, Yilgarn Craton, Western Australia. *Contrib Mineral Petrol*, 2009, 157: 559–572
- 20 Rasmussen B, Fletcher I R, Muhling J R, et al. *In situ* U-Th-Pb geochronology of monazite and xenotime from the Jack Hills belt: Implications for the age of deposition and metamorphism of Hadean zircons. *Precambrian Res*, 2010, 180: 26–46
- 21 Suzuki K, Adachi M. Precambrian provenance and Silurian metamorphism of the tsubonosawa paragneiss in the South Kitakami Terrane, Northeast Japan, revealed by the chemical Th-U-total Pb isochron ages of monazite, zircon and xenotime. *Geochim J*, 1991, 25: 357–376
- 22 Asami M, Suzuki K, Grew E S. Chemical Th-U-total Pb dating by electron microprobe analysis of monazite, xenotime and zircon from the Archean Napier Complex, East Antarctica: Evidence for ultra-high-temperature metamorphism at 2400 Ma. *Precambrian Res*, 2002, 114: 249–275
- 23 Cocherie A, Legendre O. Potential minerals for determining U-Th-Pb chemical age using electron microprobe. *Lithos*, 2007, 93: 288–309
- 24 Hetherington C J, Jercinovic M J, Williams M L, et al. Understanding geologic processes with xenotime: Composition, chronology, and a protocol for electron probe microanalysis. *Chem Geol*, 2008, 254: 133–147
- 25 Suzuki K, Kato T. CHIME dating of monazite, xenotime, zircon and polycrase: Protocol, pitfalls and chemical criterion of possibly discordant age data. *Gondwana Res*, 2008, 14: 569–586
- 26 Beccaletto L, Bonev N, Bosch D, et al. Record of a Palaeogene syn-collisional extension in the north Aegean region: evidence from the Kemer micaschists (NW Turkey). *Geol Mag*, 2007, 144: 393–400
- 27 Klötzli E, Klötzli U, Kosler J. A possible laser ablation xenotime U-Pb age standard: Reproducibility and accuracy. *Geochim Cosmochim Acta*, 2007, 71: 495
- 28 Wall F, Niku-Paavola V N, Storey C, et al. Xenotime-(Y) from carbonatite dykes at Lofdal, Namibia: Unusually low LREE: HREE ratio in carbonatite, and the first dating of xenotime overgrowths on zircon. *Can Mineral*, 2008, 46: 861–877
- 29 谢烈文, 张艳斌, 张辉煌, 等. 锆石/斜锆石 U-Pb 和 Lu-Hf 同位素以及微量元素成分的同时原位测定. *科学通报*, 2008, 53: 220–228
- 30 Williams I S, Hergt J M. U-Pb dating of Tasmanian dolerites: A cautionary tale of SHRIMP analysis of high-U zircon. In: Woodhead J D, Hergt J M, Noble W P, eds. *Beyond 2000: New frontiers in Isotope Geoscience. Abstracts and Proceedings*, Lorne, Australia. Melbourne: University of Melbourne, 2000. 185–188
- 31 张宏飞, Harris N, Parrish R, 等. 北喜马拉雅萨迦穹窿中苦堆和萨迦淡色花岗岩的 U-Pb 年龄及其地质意义. *科学通报*, 2004, 49: 2090–2094
- 32 李亿斗, 盛继福, Le B L, 等. 西华山花岗岩下陆壳起源的证据. *地质学报*, 1986, 60: 256–273
- 33 沈渭洲, 徐士进, 王银喜, 等. 西华山花岗岩 Nd-Sr 同位素研究. *科学通报*, 1994, 39: 154–156
- 34 McKee E H, Rytuba J J, Xu K Q. Geochronology of the Xihuashan composite granitic body and tungsten mineralization, Jiangxi Province, South China. *Econ Geol*, 1987, 82: 218–223
- 35 李华芹, 刘家齐, 魏林. 热液矿床流体包裹体年代学研究及其地质应用. 北京: 地质出版社, 1993. 956–962
- 36 杨婉红, 陈欣阳, 王旭东. 江西荡萍钨花岗岩年代学与成矿流体地球化学研究. *矿物学报*, 2009, 29(增刊): 339–340
- 37 Wang R C, Fontan F, Chen X M, et al. Accessory minerals in the Xihuashan Y-enriched granitic complex, southern China: A record of magmatic and hydrothermal stages of evolution. *Can Mineral*, 2003, 41: 727–748
- 38 Aleinikoff J N, Grauch R I. U-Pb geochronologic constraints on the origin of a unique monazite-xenotime gneiss, Hudson Highlands, New York. *Am J Sci*, 1990, 290: 522–546

- 39 Hawkins D P, Bowring S A. U-Pb systematics of monazite and xenotime: Case studies from the Paleoproterozoic of the Grand Canyon, Arizona. *Contrib Mineral Petrol*, 1997, 127: 87–103
- 40 Scherer E, Münker C, Mezger K. Calibration of the lutetium-hafnium clock. *Science*, 2001, 293: 683–687
- 41 Schaltegger U, Pettke T, Audétat A, et al. Magmatic-to-hydrothermal crystallization in the W-Sn mineralized Mole Granite (NSW, Australia): Part I: Crystallization of zircon and REE-phosphates over three million years—A geochemical and U-Pb geochronological study. *Chem Geol*, 2005, 220: 215–235
- 42 Salier B P, Grovest D I, McNaughton N J, et al. Geochronological and stable isotope evidence for widespread orogenic gold mineralization from a deep-seated fluid Source at ca 2.65 Ga in the Laverton Gold Province, Western Australia. *Econ Geol*, 2005, 100: 1363–1388
- 43 Crowley J L, Waters D J, Searle M P, et al. Pleistocene melting and rapid exhumation of the Nanga Parbat massif, Pakistan: Age and P-T conditions of accessory mineral growth in migmatite and leucogranite. *Earth Planet Sci Lett*, 2009, 288: 408–420
- 44 Dodson M H. Closure temperature in cooling geochronological and petrological systems. *Contrib Mineral Petrol*, 1973, 40: 259–274
- 45 Cherniak D J. Pb and rare earth element diffusion in xenotime. *Lithos*, 2006, 88: 1–14
- 46 Zhao Z F, Zheng Y F. Diffusion compensation for argon, hydrogen, lead, and strontium in minerals: Empirical relationships to crystal chemistry. *Am Mineral*, 2007, 92: 289–308
- 47 Thöni M, Miller Ch, Zanetti A, et al. Sm-Nd isotope systematics of high-REE accessory minerals and major phases: ID-TIMS, LA-ICP-S and EPMA data constrain multiple Permian–Triassic pegmatite emplacement in the Koralpe, Eastern Alps. *Chem Geol*, 2008, 254: 216–237
- 48 Andrehs G, Heinrich W. Experimental determination of REE distributions between monazite and xenotime: Potential for temperature-calibrated geochronology. *Chem Geol*, 1998, 149: 83–96
- 49 Stern R A, Rayner N. Ages of several xenotime megacrysts by ID-TIMS: Potential reference materials for ion microprobe U-Pb geochronology. *Radiogenic Age and Isotopic Studies: Report 16, Geological Survey of Canada, Current Research 2003-F1*, 2003. 1–7
- 50 Schoene B, Crowley J L, Condon D J, et al. Reassessing the uranium decay constants for geochronology using ID-TIMS U-Pb data. *Geochim Cosmochim Acta*, 2006, 70: 426–445
- 51 Horn I, Rudnick R L, McDonough W F. Precise elemental and isotope ratio determination by simultaneous solution nebulization and laser ablation-ICP-MS: Application to U-Pb geochronology. *Chem Geol*, 2000, 164: 281–301

补充材料

表 S1 磷钇矿标样 BS-1 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

表 S2 苦堆淡色花岗岩磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

表 S3 西华山四期花岗岩磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

本文以上补充材料见网络版 csb.scichina.com。补充材料为作者提供的原始数据，作者对其学术质量和内容负责。

表 S1 磷钇矿标样 BS-1 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

样品名称	束斑直径 (μm)	外部 标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
BS-1 1.01	16	MG-1	0.05944	0.00271	0.67106	0.02826	0.08187	0.00226	583.4	95.9	521.4	17.2	507.3	13.5
BS-1 1.02	16	MG-1	0.05680	0.00208	0.63963	0.02194	0.08167	0.00198	483.1	79.5	502.1	13.6	506.1	11.8
BS-1 1.03	16	MG-1	0.05947	0.00258	0.67511	0.02718	0.08234	0.00221	584.2	91.5	523.8	16.5	510.0	13.1
BS-1 1.04	16	MG-1	0.05979	0.00274	0.67186	0.02839	0.08150	0.00229	595.3	97.0	521.8	17.2	505.1	13.6
BS-1 1.05	16	MG-1	0.05739	0.00195	0.63996	0.02042	0.08087	0.00190	506.2	73.3	502.3	12.6	501.3	11.3
BS-1 1.06	16	MG-1	0.06124	0.00203	0.69384	0.02147	0.08217	0.00196	647.6	69.7	535.1	12.9	509.1	11.7
BS-1 1.07	16	MG-1	0.05747	0.00209	0.64810	0.02204	0.08179	0.00200	509.3	78.4	507.3	13.6	506.8	11.9
BS-1 1.08	16	MG-1	0.05735	0.00216	0.65115	0.02314	0.08234	0.00199	504.7	81.2	509.2	14.2	510.1	11.9
BS-1 1.09	16	MG-1	0.05738	0.00207	0.65355	0.02229	0.08261	0.00196	505.6	77.9	510.7	13.7	511.7	11.7
BS-1 1.10	16	MG-1	0.05963	0.00243	0.68319	0.02582	0.08310	0.00218	590.0	86.1	528.7	15.6	514.6	13.0
BS-1 1.11	16	MG-1	0.05890	0.00225	0.66664	0.02380	0.08209	0.00206	563.3	81.2	518.7	14.5	508.6	12.3
BS-1 1.12	16	MG-1	0.05755	0.00182	0.65574	0.01937	0.08264	0.00194	512.2	68.3	512.0	11.9	511.9	11.5
BS-1 1.13	16	MG-1	0.05744	0.00217	0.65555	0.02309	0.08277	0.00206	508.2	81.3	511.9	14.2	512.6	12.3
BS-1 1.14	16	MG-1	0.05718	0.00201	0.65277	0.02143	0.08280	0.00202	497.8	76.3	510.2	13.2	512.8	12.0
BS-1 1.15	16	MG-1	0.05624	0.00226	0.63870	0.02404	0.08238	0.00209	460.9	87.5	501.5	14.9	510.3	12.4
BS-1 1.16	16	MG-1	0.05779	0.00194	0.65544	0.02066	0.08227	0.00193	521.6	72.2	511.8	12.7	509.6	11.5
BS-1 1.17	16	MG-1	0.05923	0.00283	0.67195	0.02963	0.08228	0.00235	575.7	100.5	521.9	18.0	509.7	14.0
BS-1 1.18	16	MG-1	0.05807	0.00201	0.66810	0.02169	0.08345	0.00200	531.8	74.5	519.6	13.2	516.7	11.9
BS-1 1.19	16	MG-1	0.05745	0.00238	0.64939	0.02512	0.08199	0.00211	508.3	88.9	508.1	15.5	508.0	12.6
BS-1 1.20	16	MG-1	0.05741	0.00165	0.65217	0.01754	0.08239	0.00187	507.0	62.3	509.8	10.8	510.4	11.2
BS-1 1.21	16	MG-1	0.05768	0.00180	0.66535	0.01949	0.08367	0.00195	517.3	67.4	517.9	11.9	518.0	11.6
BS-1 2.01	16	91500	0.05733	0.00261	0.59465	0.02490	0.07522	0.00200	503.8	97.5	473.8	15.9	467.5	12.0
BS-1 2.02	16	91500	0.05481	0.00200	0.56677	0.01927	0.07499	0.00173	404.6	79.0	455.9	12.5	466.1	10.4
BS-1 2.03	16	91500	0.05742	0.00249	0.59817	0.02392	0.07555	0.00194	507.2	92.9	476.1	15.2	469.5	11.6
BS-1 2.04	16	91500	0.05776	0.00264	0.59527	0.02501	0.07474	0.00201	520.5	97.6	474.2	15.9	464.6	12.1
BS-1 2.05	16	91500	0.05548	0.00188	0.56697	0.01790	0.07411	0.00164	431.3	73.4	456.1	11.6	460.9	9.9
BS-1 2.06	16	91500	0.05923	0.00196	0.61468	0.01881	0.07526	0.00169	575.5	70.3	486.5	11.8	467.8	10.2
BS-1 2.07	16	91500	0.05562	0.00202	0.57412	0.01935	0.07486	0.00173	436.9	78.8	460.7	12.5	465.4	10.4
BS-1 2.08	16	91500	0.05579	0.00210	0.57655	0.02032	0.07494	0.00171	443.8	81.5	462.2	13.1	465.9	10.2
BS-1 2.09	16	91500	0.05585	0.00201	0.57864	0.01956	0.07514	0.00168	445.9	78.2	463.6	12.6	467.1	10.1
BS-1 2.10	16	91500	0.05807	0.00237	0.60485	0.02270	0.07554	0.00188	531.9	87.3	480.3	14.4	469.4	11.3
BS-1 2.11	16	91500	0.05739	0.00219	0.59017	0.02090	0.07458	0.00177	506.2	82.3	471.0	13.3	463.7	10.6
BS-1 2.12	16	91500	0.05611	0.00177	0.58049	0.01695	0.07503	0.00165	456.3	68.6	464.8	10.9	466.4	9.9
BS-1 2.13	16	91500	0.05604	0.00211	0.58029	0.02027	0.07509	0.00176	453.6	81.3	464.6	13.0	466.8	10.6
BS-1 2.14	16	91500	0.05581	0.00196	0.57780	0.01879	0.07508	0.00172	444.6	76.4	463.0	12.1	466.7	10.3
BS-1 2.15	16	91500	0.05517	0.00221	0.56508	0.02111	0.07428	0.00177	419.1	86.9	454.8	13.7	461.9	10.6
BS-1 2.16	16	91500	0.05673	0.00190	0.57986	0.01808	0.07413	0.00163	480.3	72.9	464.4	11.6	461.0	9.8
BS-1 2.17	16	91500	0.05818	0.00277	0.59444	0.02607	0.07410	0.00202	536.0	101.7	473.7	16.6	460.8	12.1
BS-1 2.18	16	91500	0.05707	0.00197	0.59100	0.01899	0.07511	0.00168	493.5	75.0	471.5	12.1	466.9	10.1
BS-1 2.19	16	91500	0.05649	0.00233	0.57442	0.02207	0.07375	0.00179	470.9	89.7	460.9	14.2	458.7	10.8
BS-1 2.20	16	91500	0.05649	0.00162	0.57684	0.01529	0.07406	0.00156	470.8	62.4	462.4	9.9	460.6	9.4
BS-1 2.21	16	91500	0.05678	0.00177	0.58847	0.01703	0.07516	0.00162	482.4	68.1	469.9	10.9	467.2	9.7
BS-1 3.01	16	44069	0.05856	0.00266	0.71233	0.03010	0.08821	0.00254	550.7	96.3	546.1	17.9	544.9	15.0
BS-1 3.02	16	44069	0.05597	0.00204	0.67912	0.02341	0.08798	0.00224	450.9	79.1	526.2	14.2	543.6	13.3
BS-1 3.03	16	44069	0.05862	0.00254	0.71694	0.02897	0.08868	0.00248	553.0	91.9	548.9	17.1	547.8	14.7
BS-1 3.04	16	44069	0.05896	0.00270	0.71364	0.03026	0.08777	0.00256	565.6	96.8	546.9	17.9	542.3	15.1
BS-1 3.05	16	44069	0.05662	0.00192	0.67991	0.02182	0.08708	0.00216	476.0	73.9	526.7	13.2	538.2	12.8
BS-1 3.06	16	44069	0.06043	0.00200	0.73731	0.02296	0.08848	0.00222	619.0	69.9	560.8	13.4	546.5	13.1

续表 S1

样品名称	束斑直径 (μm)	外部 标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
BS-1 3.07	16	44069	0.05674	0.00206	0.68885	0.02355	0.08805	0.00225	480.6	79.0	532.1	14.2	544.0	13.4
BS-1 3.08	16	44069	0.05680	0.00214	0.69342	0.02476	0.08854	0.00225	483.3	81.7	534.9	14.9	546.9	13.3
BS-1 3.09	16	44069	0.05685	0.00205	0.69612	0.02387	0.08882	0.00222	484.9	78.3	536.5	14.3	548.5	13.1
BS-1 3.10	16	44069	0.05910	0.00241	0.72784	0.02763	0.08933	0.00244	570.6	86.3	555.3	16.2	551.6	14.5
BS-1 3.11	16	44069	0.05839	0.00223	0.71037	0.02549	0.08824	0.00231	544.6	81.4	545.0	15.1	545.1	13.7
BS-1 3.12	16	44069	0.05708	0.00180	0.69890	0.02079	0.08882	0.00219	493.9	68.7	538.1	12.4	548.5	13.0
BS-1 3.13	16	44069	0.05699	0.00215	0.69884	0.02474	0.08894	0.00232	490.7	81.6	538.1	14.8	549.3	13.7
BS-1 3.14	16	44069	0.05675	0.00200	0.69603	0.02299	0.08896	0.00227	481.1	76.6	536.4	13.8	549.4	13.5
BS-1 3.15	16	44069	0.05599	0.00225	0.68232	0.02580	0.08840	0.00234	451.8	86.5	528.2	15.6	546.1	13.9
BS-1 3.16	16	44069	0.05756	0.00193	0.70036	0.02221	0.08827	0.00218	512.7	72.2	539.0	13.3	545.3	12.9
BS-1 3.17	16	44069	0.05902	0.00282	0.71815	0.03177	0.08828	0.00261	567.9	100.6	549.6	18.8	545.3	15.4
BS-1 3.18	16	44069	0.05788	0.00200	0.71418	0.02332	0.08952	0.00225	524.9	74.4	547.2	13.8	552.7	13.3
BS-1 3.19	16	44069	0.05728	0.00237	0.69432	0.02697	0.08794	0.00236	501.8	89.0	535.4	16.2	543.4	14.0
BS-1 3.20	16	44069	0.05727	0.00164	0.69744	0.01892	0.08836	0.00212	501.3	62.4	537.3	11.3	545.8	12.6
BS-1 3.21	16	44069	0.05755	0.00180	0.71169	0.02100	0.08972	0.00219	512.4	67.5	545.7	12.5	553.9	13.0
BS-1 4.01	24	MG-1	0.05858	0.00096	0.65208	0.02054	0.08074	0.00168	551.4	35.2	509.8	12.5	500.5	10.0
BS-1 4.02	24	MG-1	0.05753	0.00077	0.65542	0.01748	0.08263	0.00169	511.5	29.0	511.8	10.7	511.8	10.1
BS-1 4.03	24	MG-1	0.05854	0.00093	0.65856	0.02016	0.08159	0.00170	549.9	34.1	513.7	12.3	505.6	10.1
BS-1 4.04	24	MG-1	0.05727	0.00076	0.65261	0.01722	0.08265	0.00169	501.3	29.1	510.1	10.5	511.9	10.0
BS-1 4.05	24	MG-1	0.05939	0.00085	0.67030	0.01890	0.08185	0.00168	581.5	30.9	520.9	11.4	507.2	10.0
BS-1 4.06	24	MG-1	0.05992	0.00078	0.67840	0.01744	0.08211	0.00167	600.8	27.8	525.8	10.5	508.7	10.0
BS-1 4.07	24	MG-1	0.05741	0.00075	0.65410	0.01700	0.08264	0.00168	506.8	28.4	511.0	10.4	511.9	10.0
BS-1 4.08	24	MG-1	0.05770	0.00076	0.66530	0.01730	0.08363	0.00170	518.2	28.9	517.9	10.5	517.7	10.1
BS-1 4.09	24	MG-1	0.05759	0.00076	0.65511	0.01708	0.08251	0.00168	513.8	28.9	511.6	10.4	511.1	10.0
BS-1 4.10	24	MG-1	0.05758	0.00081	0.65145	0.01798	0.08206	0.00168	513.5	30.9	509.4	11.0	508.4	10.0
BS-1 4.11	24	MG-1	0.05750	0.00078	0.64960	0.01750	0.08194	0.00167	510.3	29.4	508.2	10.7	507.7	10.0
BS-1 4.12	24	MG-1	0.05757	0.00081	0.65570	0.01810	0.08261	0.00169	513.0	31.0	512.0	11.0	511.7	10.1
BS-1 4.13	24	MG-1	0.05823	0.00079	0.65432	0.01750	0.08150	0.00166	537.9	30.0	511.1	10.7	505.1	9.9
BS-1 4.14	24	MG-1	0.05783	0.00079	0.65423	0.01752	0.08205	0.00167	523.2	29.8	511.1	10.7	508.4	10.0
BS-1 4.15	24	MG-1	0.05818	0.00084	0.66325	0.01876	0.08268	0.00169	536.1	31.9	516.6	11.4	512.1	10.1
BS-1 4.16	24	MG-1	0.05740	0.00082	0.64877	0.01806	0.08199	0.00168	506.3	30.8	507.7	11.1	508.0	10.0
BS-1 4.17	24	MG-1	0.05619	0.00094	0.64395	0.02078	0.08312	0.00173	459.2	37.0	504.7	12.8	514.7	10.3
BS-1 4.18	24	MG-1	0.05937	0.00082	0.67025	0.01822	0.08189	0.00167	580.5	29.8	520.9	11.0	507.4	10.0
BS-1 4.19	24	MG-1	0.05882	0.00079	0.67961	0.01808	0.08381	0.00171	560.4	29.2	526.5	10.9	518.8	10.2
BS-1 4.20	24	MG-1	0.05795	0.00085	0.65532	0.01870	0.08203	0.00168	527.4	32.1	511.7	11.4	508.2	10.0
BS-1 4.21	24	MG-1	0.05752	0.00082	0.65192	0.01822	0.08221	0.00168	511.0	30.8	509.7	11.1	509.3	10.0
BS-1 5.01	24	91500	0.05818	0.00095	0.56107	0.01672	0.06991	0.00128	536.1	35.8	452.2	10.8	435.6	7.7
BS-1 5.02	24	91500	0.05716	0.00077	0.56420	0.01390	0.07156	0.00127	497.1	29.5	454.3	9.0	445.6	7.7
BS-1 5.03	24	91500	0.05818	0.00092	0.56716	0.01638	0.07067	0.00129	536.0	34.7	456.2	10.6	440.2	7.8
BS-1 5.04	24	91500	0.05693	0.00076	0.56228	0.01370	0.07160	0.00127	488.4	29.4	453.0	8.9	445.8	7.7
BS-1 5.05	24	91500	0.05907	0.00085	0.57778	0.01520	0.07092	0.00127	569.6	30.9	463.0	9.7	441.7	7.7
BS-1 5.06	24	91500	0.05961	0.00077	0.58504	0.01382	0.07115	0.00126	589.6	27.8	467.7	8.8	443.1	7.6
BS-1 5.07	24	91500	0.05713	0.00075	0.56433	0.01352	0.07162	0.00127	495.9	28.8	454.3	8.7	445.9	7.6
BS-1 5.08	24	91500	0.05758	0.00076	0.57632	0.01384	0.07256	0.00129	513.5	28.2	462.1	8.9	451.6	7.8
BS-1 5.09	24	91500	0.05748	0.00075	0.56774	0.01368	0.07161	0.00127	509.7	28.4	456.6	8.8	445.8	7.6
BS-1 5.10	24	91500	0.05749	0.00081	0.56482	0.01454	0.07122	0.00127	510.1	30.3	454.7	9.4	443.5	7.7
BS-1 5.11	24	91500	0.05743	0.00078	0.56347	0.01412	0.07113	0.00127	507.7	29.5	453.8	9.1	443.0	7.6

续表 S1

样品名称	束斑直径 (μm)	外部 标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
BS-1 5.12	24	91500	0.05752	0.00081	0.56901	0.01468	0.07172	0.00128	511.1	30.3	457.4	9.5	446.5	7.7
BS-1 5.13	24	91500	0.05820	0.00079	0.56807	0.01414	0.07077	0.00126	536.6	30.0	456.8	9.1	440.8	7.6
BS-1 5.14	24	91500	0.05782	0.00079	0.56825	0.01416	0.07126	0.00127	522.6	29.8	456.9	9.1	443.7	7.7
BS-1 5.15	24	91500	0.05833	0.00084	0.57840	0.01538	0.07189	0.00129	541.4	32.0	463.4	9.8	447.5	7.8
BS-1 5.16	24	91500	0.05756	0.00082	0.56602	0.01478	0.07130	0.00128	512.5	31.3	455.4	9.5	444.0	7.7
BS-1 5.17	24	91500	0.05637	0.00095	0.56206	0.01732	0.07229	0.00133	466.0	37.0	452.9	11.2	450.0	8.0
BS-1 5.18	24	91500	0.05957	0.00083	0.58528	0.01488	0.07123	0.00127	587.9	29.8	467.9	9.5	443.6	7.7
BS-1 5.19	24	91500	0.05904	0.00080	0.59371	0.01474	0.07291	0.00130	568.5	29.2	473.2	9.3	453.7	7.8
BS-1 5.20	24	91500	0.05818	0.00085	0.57275	0.01540	0.07137	0.00129	536.0	32.4	459.8	9.9	444.4	7.7
BS-1 5.21	24	91500	0.05777	0.00083	0.57003	0.01498	0.07154	0.00129	520.7	31.4	458.0	9.6	445.4	7.7
BS-1 6.01	24	44069	0.05703	0.00092	0.62283	0.01928	0.07930	0.00163	492.1	35.5	491.6	12.0	491.9	9.7
BS-1 6.02	24	44069	0.05603	0.00074	0.62630	0.01628	0.08117	0.00163	453.0	28.9	493.8	10.1	503.1	9.7
BS-1 6.03	24	44069	0.05703	0.00089	0.62959	0.01892	0.08016	0.00164	492.0	34.5	495.8	11.7	497.1	9.8
BS-1 6.04	24	44069	0.05581	0.00073	0.62418	0.01606	0.08121	0.00163	444.3	28.5	492.5	10.0	503.4	9.7
BS-1 6.05	24	44069	0.05790	0.00082	0.64139	0.01770	0.08044	0.00162	525.6	31.1	503.2	10.9	498.7	9.7
BS-1 6.06	24	44069	0.05843	0.00075	0.64943	0.01628	0.08070	0.00162	546.0	27.7	508.1	10.0	500.3	9.6
BS-1 6.07	24	44069	0.05599	0.00072	0.62645	0.01588	0.08123	0.00163	451.8	28.1	493.9	9.9	503.5	9.7
BS-1 6.08	24	44069	0.05644	0.00073	0.63976	0.01626	0.08231	0.00165	468.9	28.7	502.2	10.0	509.9	9.8
BS-1 6.09	24	44069	0.05634	0.00073	0.63024	0.01608	0.08122	0.00163	465.2	28.7	496.2	10.0	503.4	9.7
BS-1 6.10	24	44069	0.05635	0.00078	0.62699	0.01696	0.08079	0.00163	465.6	30.7	494.2	10.5	500.8	9.7
BS-1 6.11	24	44069	0.05629	0.00076	0.62550	0.01650	0.08068	0.00162	463.1	29.8	493.3	10.3	500.2	9.7
BS-1 6.12	24	44069	0.05638	0.00079	0.63165	0.01710	0.08135	0.00164	466.5	30.8	497.1	10.6	504.2	9.8
BS-1 6.13	24	44069	0.05704	0.00077	0.63060	0.01654	0.08027	0.00161	492.6	29.7	496.5	10.2	497.7	9.6
BS-1 6.14	24	44069	0.05667	0.00076	0.63080	0.01658	0.08082	0.00163	478.0	29.8	496.6	10.3	501.0	9.7
BS-1 6.15	24	44069	0.05717	0.00082	0.64207	0.01788	0.08154	0.00165	497.6	31.5	503.6	11.0	505.3	9.8
BS-1 6.16	24	44069	0.05641	0.00080	0.62832	0.01722	0.08087	0.00163	468.0	31.2	495.1	10.7	501.3	9.7
BS-1 6.17	24	44069	0.05525	0.00092	0.62393	0.01990	0.08200	0.00169	422.1	36.6	492.3	12.4	508.1	10.1
BS-1 6.18	24	44069	0.05839	0.00080	0.64971	0.01738	0.08080	0.00163	544.3	29.8	508.3	10.6	500.9	9.7
BS-1 6.19	24	44069	0.05787	0.00078	0.65907	0.01724	0.08270	0.00166	524.5	29.4	514.0	10.5	512.2	9.9
BS-1 6.20	24	44069	0.05703	0.00083	0.63580	0.01788	0.08095	0.00164	492.0	32.1	499.7	11.0	501.8	9.8
BS-1 6.21	24	44069	0.05662	0.00081	0.63278	0.01744	0.08115	0.00164	476.1	31.4	497.8	10.8	503.0	9.8
BS-1 7.01	32	MG-1	0.05740	0.00119	0.65589	0.01943	0.08289	0.00182	506.6	45.5	512.1	11.8	513.3	10.8
BS-1 7.02	32	MG-1	0.05761	0.00105	0.65372	0.01712	0.08231	0.00177	514.6	39.8	510.8	10.5	509.9	10.5
BS-1 7.03	32	MG-1	0.05795	0.00106	0.66358	0.01749	0.08307	0.00179	527.4	40.0	516.8	10.6	514.4	10.6
BS-1 7.04	32	MG-1	0.05486	0.00110	0.62607	0.01800	0.08278	0.00180	406.4	44.0	493.6	11.2	512.7	10.7
BS-1 7.05	32	MG-1	0.05819	0.00117	0.66020	0.01901	0.08230	0.00180	536.4	44.1	514.7	11.6	509.8	10.7
BS-1 7.06	32	MG-1	0.05745	0.00117	0.65014	0.01886	0.08209	0.00179	508.5	44.5	508.6	11.5	508.6	10.7
BS-1 7.07	32	MG-1	0.05745	0.00117	0.64792	0.01875	0.08180	0.00179	508.6	44.4	507.2	11.5	506.9	10.7
BS-1 7.08	32	MG-1	0.05728	0.00111	0.65278	0.01824	0.08266	0.00179	501.9	42.8	510.2	11.1	512.0	10.7
BS-1 7.09	32	MG-1	0.05746	0.00105	0.65150	0.01712	0.08225	0.00177	508.6	40.0	509.4	10.5	509.5	10.5
BS-1 7.10	32	MG-1	0.05756	0.00102	0.65207	0.01667	0.08217	0.00176	512.8	38.7	509.8	10.2	509.0	10.5
BS-1 7.11	32	MG-1	0.05731	0.00153	0.64894	0.02457	0.08213	0.00189	503.1	58.4	507.8	15.0	508.8	11.3
BS-1 7.12	32	MG-1	0.05792	0.00143	0.65403	0.02279	0.08190	0.00186	526.4	53.4	511.0	13.9	507.5	11.1
BS-1 7.13	32	MG-1	0.05805	0.00155	0.65783	0.02484	0.08220	0.00190	531.1	58.0	513.3	15.1	509.2	11.3
BS-1 7.14	32	MG-1	0.05675	0.00128	0.64099	0.02067	0.08192	0.00182	481.1	49.5	502.9	12.7	507.6	10.8
BS-1 7.15	32	MG-1	0.05817	0.00100	0.65665	0.01629	0.08187	0.00175	535.7	37.6	512.6	9.9	507.3	10.4
BS-1 7.16	32	MG-1	0.05879	0.00101	0.67082	0.01676	0.08276	0.00177	559.2	37.2	521.2	10.1	512.6	10.5
BS-1 7.17	32	MG-1	0.05754	0.00104	0.65277	0.01697	0.08228	0.00177	511.8	39.5	510.2	10.4	509.7	10.6

续表 S1

样品名称	束斑直径 (μm)	外部 标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
BS-1 7.18	32	MG-1	0.05751	0.00095	0.64828	0.01562	0.08176	0.00174	510.6	36.4	507.4	9.6	506.6	10.4
BS-1 7.19	32	MG-1	0.05867	0.00093	0.67310	0.01551	0.08321	0.00176	554.8	34.1	522.6	9.4	515.2	10.5
BS-1 7.20	32	MG-1	0.05742	0.00104	0.65107	0.01706	0.08224	0.00177	507.1	39.9	509.1	10.4	509.5	10.6
BS-1 7.21	32	MG-1	0.05732	0.00156	0.65045	0.02481	0.08231	0.00193	503.2	59.3	508.8	15.1	509.9	11.5
BS-1 8.01	32	91500	0.05584	0.00115	0.54864	0.01562	0.07126	0.00138	445.5	45.0	444.1	10.2	443.7	8.3
BS-1 8.02	32	91500	0.05611	0.00101	0.54735	0.01361	0.07074	0.00133	456.4	39.4	443.3	8.9	440.6	8.0
BS-1 8.03	32	91500	0.05651	0.00103	0.55615	0.01394	0.07137	0.00134	471.7	40.2	449.0	9.1	444.4	8.1
BS-1 8.04	32	91500	0.05357	0.00107	0.52521	0.01449	0.07110	0.00136	352.8	44.6	428.6	9.6	442.8	8.2
BS-1 8.05	32	91500	0.05689	0.00114	0.55437	0.01530	0.07066	0.00136	486.8	44.0	447.9	9.9	440.1	8.2
BS-1 8.06	32	91500	0.05624	0.00114	0.54645	0.01521	0.07046	0.00135	461.2	44.6	442.7	9.9	438.9	8.2
BS-1 8.07	32	91500	0.05632	0.00114	0.54512	0.01515	0.07019	0.00135	464.2	44.5	441.8	9.9	437.3	8.1
BS-1 8.08	32	91500	0.05666	0.00110	0.55296	0.01481	0.07077	0.00134	477.6	42.8	446.9	9.6	440.8	8.1
BS-1 8.09	32	91500	0.05691	0.00104	0.55241	0.01383	0.07040	0.00132	487.3	40.0	446.6	9.0	438.6	8.0
BS-1 8.10	32	91500	0.05709	0.00101	0.55344	0.01344	0.07031	0.00131	494.3	38.5	447.2	8.7	438.0	7.9
BS-1 8.11	32	91500	0.05691	0.00152	0.55131	0.02042	0.07025	0.00144	487.5	58.6	445.9	13.3	437.7	8.7
BS-1 8.12	32	91500	0.05759	0.00142	0.55618	0.01887	0.07004	0.00141	513.9	53.5	449.0	12.2	436.4	8.5
BS-1 8.13	32	91500	0.05779	0.00155	0.55997	0.02067	0.07027	0.00144	521.7	57.8	451.5	13.4	437.8	8.7
BS-1 8.14	32	91500	0.05658	0.00128	0.54617	0.01709	0.07001	0.00137	474.3	49.7	442.5	11.2	436.2	8.2
BS-1 8.15	32	91500	0.05853	0.00100	0.56339	0.01329	0.06982	0.00129	549.6	37.0	453.7	8.6	435.1	7.8
BS-1 8.16	32	91500	0.05923	0.00102	0.57611	0.01370	0.07056	0.00131	575.4	37.1	462.0	8.8	439.5	7.9
BS-1 8.17	32	91500	0.05804	0.00105	0.56117	0.01394	0.07013	0.00131	531.0	39.5	452.3	9.0	436.9	7.9
BS-1 8.18	32	91500	0.05809	0.00097	0.55787	0.01275	0.06966	0.00128	532.7	36.5	450.1	8.3	434.1	7.7
BS-1 8.19	32	91500	0.05934	0.00094	0.57981	0.01260	0.07087	0.00130	579.7	34.1	464.3	8.1	441.4	7.8
BS-1 8.20	32	91500	0.05815	0.00106	0.56139	0.01409	0.07002	0.00131	535.0	40.0	452.4	9.1	436.3	7.9
BS-1 8.21	32	91500	0.05813	0.00158	0.56141	0.02099	0.07006	0.00146	534.1	59.4	452.4	13.6	436.5	8.8
BS-1 9.01	32	44069	0.05694	0.00118	0.61212	0.01787	0.07798	0.00162	488.7	45.3	484.9	11.2	484.0	9.7
BS-1 9.02	32	44069	0.05739	0.00104	0.61224	0.01566	0.07738	0.00157	506.3	39.9	485.0	9.8	480.5	9.4
BS-1 9.03	32	44069	0.05766	0.00106	0.62127	0.01605	0.07816	0.00159	516.5	40.0	490.6	10.0	485.1	9.5
BS-1 9.04	32	44069	0.05502	0.00110	0.59025	0.01661	0.07782	0.00160	412.9	43.7	471.0	10.5	483.1	9.6
BS-1 9.05	32	44069	0.05779	0.00116	0.61805	0.01746	0.07758	0.00161	521.6	43.8	488.6	10.9	481.7	9.6
BS-1 9.06	32	44069	0.05716	0.00116	0.60726	0.01733	0.07706	0.00160	497.3	44.0	481.8	10.9	478.6	9.6
BS-1 9.07	32	44069	0.05724	0.00116	0.61072	0.01731	0.07740	0.00161	500.1	44.4	484.0	10.9	480.6	9.6
BS-1 9.08	32	44069	0.05696	0.00111	0.60976	0.01671	0.07766	0.00160	489.3	42.5	483.4	10.5	482.1	9.6
BS-1 9.09	32	44069	0.05727	0.00104	0.61050	0.01563	0.07732	0.00158	501.6	39.3	483.9	9.8	480.1	9.4
BS-1 9.10	32	44069	0.05703	0.00101	0.60828	0.01529	0.07737	0.00157	492.1	38.8	482.5	9.6	480.4	9.4
BS-1 9.11	32	44069	0.05690	0.00151	0.60652	0.02261	0.07732	0.00170	487.2	58.3	481.4	14.2	480.1	10.2
BS-1 9.12	32	44069	0.05701	0.00140	0.60663	0.02091	0.07719	0.00167	491.4	54.0	481.4	13.1	479.3	10.0
BS-1 9.13	32	44069	0.05717	0.00153	0.60921	0.02285	0.07730	0.00170	497.7	58.5	483.1	14.3	480.0	10.2
BS-1 9.14	32	44069	0.05639	0.00127	0.59938	0.01896	0.07711	0.00163	466.8	49.5	476.8	12.0	478.9	9.7
BS-1 9.15	32	44069	0.05691	0.00098	0.60615	0.01479	0.07726	0.00156	487.5	37.9	481.1	9.3	479.8	9.3
BS-1 9.16	32	44069	0.05824	0.00100	0.62468	0.01523	0.07781	0.00157	538.2	37.8	492.8	9.5	483.0	9.4
BS-1 9.17	32	44069	0.05684	0.00102	0.60586	0.01541	0.07733	0.00158	484.5	39.7	480.9	9.7	480.2	9.4
BS-1 9.18	32	44069	0.05685	0.00094	0.60314	0.01415	0.07697	0.00155	485.0	36.5	479.2	8.9	478.0	9.3
BS-1 9.19	32	44069	0.05833	0.00092	0.62779	0.01404	0.07808	0.00156	541.5	34.7	494.7	8.7	484.6	9.4
BS-1 9.20	32	44069	0.05671	0.00103	0.60452	0.01547	0.07733	0.00158	479.7	40.0	480.1	9.7	480.2	9.4
BS-1 9.21	32	44069	0.05677	0.00154	0.60533	0.02283	0.07736	0.00173	481.8	58.9	480.6	14.3	480.3	10.4

表 S2 苦堆淡色花岗岩磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

样品名称	束斑直径 (μm)	外部标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
09FW126 02	24	MG-1	0.04893	0.00094	0.02877	0.00104	0.00426	0.00009	144.5	44.6	28.8	1.0	27.4	0.6
09FW126 03	24	MG-1	0.05204	0.00142	0.02995	0.00152	0.00417	0.00009	287.2	61.3	30.0	1.5	26.8	0.6
09FW126 04	24	MG-1	0.04794	0.00108	0.02786	0.00118	0.00421	0.00009	95.0	53.4	27.9	1.2	27.1	0.6
09FW126 05	24	MG-1	0.04722	0.00097	0.02791	0.00108	0.00429	0.00009	59.9	48.6	28.0	1.1	27.6	0.6
09FW126 06	24	MG-1	0.04877	0.00216	0.02928	0.00240	0.00435	0.00011	136.9	100.9	29.3	2.4	28.0	0.7
09FW126 07	24	MG-1	0.04858	0.00113	0.02941	0.00128	0.00439	0.00009	127.5	53.8	29.4	1.3	28.2	0.6
09FW126 08	24	MG-1	0.04857	0.00124	0.02895	0.00138	0.00432	0.00009	127.3	59.0	29.0	1.4	27.8	0.6
09FW126 09	24	MG-1	0.04821	0.00107	0.02947	0.00124	0.00443	0.00009	109.4	51.6	29.5	1.2	28.5	0.6
09FW126 10	24	MG-1	0.04686	0.00094	0.02916	0.00110	0.00451	0.00009	41.7	46.6	29.2	1.1	29.0	0.6
09FW126 11	24	MG-1	0.04678	0.00076	0.02816	0.00088	0.00437	0.00009	37.6	37.7	28.2	0.9	28.1	0.6
09FW126 12	24	MG-1	0.04741	0.00124	0.02815	0.00138	0.00431	0.00009	69.2	61.5	28.2	1.4	27.7	0.6
09FW126 13	24	MG-1	0.04732	0.00107	0.02834	0.00120	0.00434	0.00009	65.0	53.7	28.4	1.2	27.9	0.6
09FW126 14	24	MG-1	0.04692	0.00081	0.02870	0.00094	0.00444	0.00009	44.7	40.1	28.7	0.9	28.5	0.6
09FW126 15	24	MG-1	0.04714	0.00092	0.02881	0.00106	0.00443	0.00009	56.0	46.5	28.8	1.0	28.5	0.6
09FW126 16	24	MG-1	0.04903	0.00090	0.02910	0.00102	0.00431	0.00009	149.5	42.6	29.1	1.0	27.7	0.6
09FW126 17	24	MG-1	0.04788	0.00105	0.02892	0.00120	0.00438	0.00009	92.3	52.1	29.0	1.2	28.2	0.6
09FW126 18	24	MG-1	0.04779	0.00107	0.02925	0.00124	0.00444	0.00009	88.0	53.3	29.3	1.2	28.6	0.6
09FW126 19	24	MG-1	0.04908	0.00117	0.02962	0.00132	0.00438	0.00009	151.9	54.8	29.6	1.3	28.2	0.6
09FW126 20	24	MG-1	0.04807	0.00098	0.02995	0.00116	0.00452	0.00009	102.8	47.4	30.0	1.1	29.1	0.6
09FW126 21	24	MG-1	0.04797	0.00079	0.02931	0.00092	0.00443	0.00009	96.7	39.7	29.3	0.9	28.5	0.6
09FW126 22	24	MG-1	0.04708	0.00081	0.02842	0.00094	0.00438	0.00009	52.8	39.8	28.5	0.9	28.2	0.6
09FW126 23	24	MG-1	0.04746	0.00086	0.02802	0.00098	0.00428	0.00009	71.6	43.4	28.1	1.0	27.6	0.6
09FW126 24	24	MG-1	0.04756	0.00077	0.02969	0.00092	0.00453	0.00009	76.5	38.9	29.7	0.9	29.1	0.6

表 S3 西华山四期花岗岩磷钇矿 LA-ICP-MS U-Pb 定年结果

样品名称	束斑直径 (μm)	外部标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb/ ²³⁸ U	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb	1σ	²⁰⁷ Pb/ ²³⁵ U	1σ	²⁰⁶ Pb/ ²³⁸ U	1σ
XHS-3 01	16	MG-1	0.05080	0.00056	0.16253	0.00440	0.02321	0.00045	231.8	25.1	152.9	3.8	147.9	2.8
XHS-3 03	16	MG-1	0.05009	0.00055	0.16607	0.00450	0.02405	0.00047	199.0	25.3	156.0	3.9	153.2	2.9
XHS-3 04	16	MG-1	0.05043	0.00052	0.16498	0.00428	0.02373	0.00046	214.7	23.9	155.1	3.7	151.2	2.9
XHS-3 05	16	MG-1	0.05180	0.00058	0.17359	0.00480	0.02431	0.00047	276.6	25.6	162.5	4.1	154.8	3.0
XHS-3 06	16	MG-1	0.05158	0.00054	0.17030	0.00440	0.02395	0.00046	266.6	23.7	159.7	3.8	152.6	2.9
XHS-3 07	16	MG-1	0.05505	0.00059	0.18238	0.00483	0.02403	0.00046	414.3	23.6	170.1	4.1	153.1	2.9
XHS-3 08	16	MG-1	0.05013	0.00057	0.16983	0.00470	0.02457	0.00048	201.2	26.0	159.3	4.1	156.5	3.0
XHS-3 09	16	MG-1	0.05168	0.00054	0.17218	0.00445	0.02416	0.00046	271.4	23.7	161.3	3.8	153.9	2.9
XHS-3 10	16	MG-1	0.04982	0.00055	0.16522	0.00450	0.02405	0.00046	186.7	25.6	155.3	3.9	153.2	2.9
XHS-3 11	16	MG-1	0.05193	0.00056	0.16905	0.00448	0.02361	0.00045	282.5	24.4	158.6	3.9	150.4	2.9
XHS-3 12	16	MG-1	0.05276	0.00055	0.17391	0.00445	0.02391	0.00046	318.7	23.4	162.8	3.8	152.3	2.9
XHS-3 13	16	MG-1	0.05142	0.00062	0.16769	0.00493	0.02365	0.00046	259.7	27.5	157.4	4.3	150.7	2.9
XHS-3 14	16	MG-1	0.04913	0.00056	0.16617	0.00463	0.02453	0.00047	154.0	26.4	156.1	4.0	156.2	3.0
XHS-3 15	16	MG-1	0.05238	0.00058	0.17569	0.00475	0.02433	0.00047	301.9	24.9	164.3	4.1	155.0	2.9
XHS-3 16	16	MG-1	0.05244	0.00060	0.17513	0.00490	0.02422	0.00047	304.7	26.0	163.9	4.2	154.3	2.9
XHS-3 17	16	MG-1	0.05142	0.00055	0.16680	0.00440	0.02353	0.00045	259.6	24.6	156.6	3.8	149.9	2.8
XHS-3 19	16	MG-1	0.04937	0.00054	0.16654	0.00445	0.02447	0.00047	165.3	25.3	156.4	3.9	155.8	2.9
XHS-3 20	16	MG-1	0.05141	0.00056	0.16770	0.00448	0.02366	0.00045	259.1	24.9	157.4	3.9	150.7	2.9
XHS-3 21	16	MG-1	0.04963	0.00052	0.16631	0.00430	0.02430	0.00046	177.7	24.3	156.2	3.7	154.8	2.9
XHS-3 22	16	MG-1	0.05002	0.00057	0.16480	0.00460	0.02389	0.00046	195.9	26.4	154.9	4.0	152.2	2.9
XHS-3 23	16	MG-1	0.05110	0.00059	0.17290	0.00485	0.02454	0.00047	245.4	26.4	161.9	4.2	156.3	3.0
XHS-3 24	16	MG-1	0.04957	0.00055	0.16575	0.00448	0.02425	0.00046	174.7	25.6	155.7	3.9	154.5	2.9
XHS-1 01	16	MG-1	0.04916	0.00112	0.16406	0.00700	0.02421	0.00051	155.3	52.4	154.3	6.1	154.2	3.2
XHS-1 02	16	MG-1	0.04894	0.00075	0.16341	0.00480	0.02421	0.00049	145.0	35.5	153.7	4.2	154.2	3.1
XHS-1 03	16	MG-1	0.04962	0.00082	0.16421	0.00516	0.02400	0.00049	177.4	37.9	154.4	4.5	152.9	3.1
XHS-1 04	16	MG-1	0.05464	0.00127	0.18032	0.00778	0.02393	0.00051	397.7	50.8	168.3	6.7	152.5	3.2
XHS-1 05	16	MG-1	0.04950	0.00088	0.16543	0.00558	0.02423	0.00050	171.8	40.9	155.4	4.8	154.4	3.1
XHS-1 06	16	MG-1	0.04904	0.00091	0.16511	0.00580	0.02442	0.00050	149.6	42.9	155.2	5.0	155.5	3.2
XHS-1 07	16	MG-1	0.04972	0.00085	0.16826	0.00548	0.02454	0.00050	182.1	39.4	157.9	4.8	156.3	3.2
XHS-1 08	16	MG-1	0.04878	0.00076	0.16001	0.00480	0.02379	0.00048	137.4	36.3	150.7	4.2	151.5	3.0
XHS-1 09	16	MG-1	0.04894	0.00097	0.16098	0.00606	0.02385	0.00050	145.0	45.9	151.6	5.3	152.0	3.1
XHS-1 10	16	MG-1	0.05020	0.00084	0.16663	0.00530	0.02407	0.00049	204.0	38.2	156.5	4.6	153.4	3.1
XHS-1 11	16	MG-1	0.04937	0.00076	0.16372	0.00486	0.02405	0.00049	165.4	35.7	154.0	4.2	153.2	3.1
XHS-1 12	16	MG-1	0.04981	0.00108	0.16355	0.00666	0.02381	0.00050	186.1	49.7	153.8	5.8	151.7	3.2
XHS-1 13	16	MG-1	0.04780	0.00088	0.15744	0.00552	0.02389	0.00049	88.2	44.1	148.5	4.8	152.2	3.1
XHS-1 14	16	MG-1	0.04935	0.00104	0.16269	0.00642	0.02391	0.00051	164.5	48.3	153.1	5.6	152.3	3.2
XHS-1 15	16	MG-1	0.05141	0.00088	0.16885	0.00550	0.02382	0.00049	259.4	38.9	158.4	4.8	151.7	3.1
XHS-1 16	16	MG-1	0.04984	0.00094	0.16317	0.00584	0.02374	0.00049	187.6	43.5	153.5	5.1	151.3	3.1
XHS-1 17	16	MG-1	0.04953	0.00130	0.16359	0.00802	0.02395	0.00053	172.8	60.3	153.8	7.0	152.6	3.4
XHS-1 18	16	MG-1	0.04893	0.00090	0.16434	0.00574	0.02436	0.00051	144.5	42.6	154.5	5.0	155.1	3.2
XHS-1 19	16	MG-1	0.05024	0.00130	0.16261	0.00780	0.02347	0.00052	206.1	58.7	153.0	6.8	149.6	3.3
XHS-1 20	16	MG-1	0.04932	0.00093	0.16292	0.00586	0.02396	0.00050	163.0	43.6	153.3	5.1	152.6	3.2
XHS-1 21	16	MG-1	0.04910	0.00075	0.16313	0.00484	0.02410	0.00049	152.6	35.6	153.4	4.2	153.5	3.1
XHS-1 22	16	MG-1	0.05125	0.00086	0.17126	0.00550	0.02423	0.00050	252.1	38.3	160.5	4.8	154.4	3.2
XHS-1 23	16	MG-1	0.04909	0.00093	0.16346	0.00590	0.02415	0.00051	152.1	44.0	153.7	5.1	153.8	3.2
XHS-1 24	16	MG-1	0.04938	0.00095	0.16798	0.00614	0.02467	0.00052	166.1	44.6	157.7	5.3	157.1	3.3

续表 S2

样品名称	束斑直径 (μm)	外部标准	同位素比值						年龄 (Ma)					
			$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{206}\text{Pb}$	1σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	1σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	1σ
XHS-18 01	16	MG-1	0.04896	0.00055	0.16062	0.00362	0.02379	0.00047	146.0	26.2	151.2	3.2	151.6	3.0
XHS-18 02	16	MG-1	0.04800	0.00062	0.15902	0.00402	0.02403	0.00048	98.0	31.4	149.8	3.5	153.1	3.0
XHS-18 03	16	MG-1	0.04845	0.00055	0.16167	0.00368	0.02420	0.00048	121.2	26.6	152.2	3.2	154.2	3.0
XHS-18 04	16	MG-1	0.04852	0.00066	0.15961	0.00426	0.02386	0.00048	124.6	31.9	150.4	3.7	152.0	3.0
XHS-18 05	16	MG-1	0.04895	0.00057	0.16172	0.00376	0.02396	0.00048	145.5	27.2	152.2	3.3	152.6	3.0
XHS-18 06	16	MG-1	0.04938	0.00053	0.16580	0.00356	0.02435	0.00048	165.9	24.7	155.8	3.1	155.1	3.0
XHS-18 07	16	MG-1	0.04938	0.00055	0.16495	0.00370	0.02423	0.00048	165.9	26.0	155.0	3.2	154.3	3.0
XHS-18 08	16	MG-1	0.05045	0.00051	0.16869	0.00350	0.02425	0.00048	215.9	23.4	158.3	3.0	154.5	3.0
XHS-18 09	16	MG-1	0.04998	0.00054	0.16478	0.00362	0.02392	0.00048	193.9	25.1	154.9	3.2	152.4	3.0
XHS-18 10	16	MG-1	0.05018	0.00061	0.16236	0.00392	0.02347	0.00047	203.5	28.1	152.8	3.4	149.5	3.0
XHS-18 11	16	MG-1	0.04923	0.00058	0.16553	0.00390	0.02439	0.00049	158.9	27.5	155.5	3.4	155.3	3.1
XHS-18 12	16	MG-1	0.04983	0.00053	0.16260	0.00350	0.02367	0.00047	187.1	24.5	153.0	3.1	150.8	3.0
XHS-18 13	16	MG-1	0.04900	0.00048	0.16118	0.00326	0.02386	0.00047	147.8	22.9	151.7	2.8	152.0	3.0
XHS-18 14	16	MG-1	0.05015	0.00054	0.16311	0.00356	0.02359	0.00047	202.2	24.8	153.4	3.1	150.3	3.0
XHS-18 15	16	MG-1	0.04987	0.00055	0.16465	0.00368	0.02395	0.00048	188.9	25.6	154.8	3.2	152.6	3.0
XHS-18 16	16	MG-1	0.04925	0.00053	0.16704	0.00366	0.02461	0.00049	159.7	25.1	156.8	3.2	156.7	3.1
XHS-18 17	16	MG-1	0.04972	0.00055	0.16517	0.00370	0.02410	0.00048	182.1	25.6	155.2	3.2	153.5	3.0
XHS-18 18	16	MG-1	0.05231	0.00068	0.17062	0.00436	0.02366	0.00048	299.1	29.3	160.0	3.8	150.8	3.0
XHS-18 19	16	MG-1	0.04891	0.00053	0.16502	0.00360	0.02448	0.00049	143.7	25.0	155.1	3.1	155.9	3.1
XHS-18 20	16	MG-1	0.04972	0.00056	0.16382	0.00376	0.02390	0.00048	181.8	26.3	154.0	3.3	152.3	3.0
XHS-18 21	16	MG-1	0.04916	0.00057	0.16361	0.00380	0.02414	0.00048	155.6	26.8	153.9	3.3	153.8	3.1
XHS-18 22	16	MG-1	0.04917	0.00055	0.16359	0.00370	0.02414	0.00048	155.8	25.9	153.8	3.2	153.8	3.1
XHS-18 23	16	MG-1	0.05069	0.00054	0.17047	0.00368	0.02440	0.00049	226.7	24.2	159.8	3.2	155.4	3.1
XHS-18 24	16	MG-1	0.04939	0.00058	0.16218	0.00382	0.02382	0.00048	166.3	27.1	152.6	3.3	151.8	3.0
XHS-36 02	16	MG-1	0.04777	0.00049	0.16120	0.00413	0.02440	0.00047	87.0	25.3	151.8	3.6	155.4	3.0
XHS-36 03	16	MG-1	0.04669	0.00052	0.15635	0.00428	0.02422	0.00047	33.0	26.2	147.5	3.7	154.3	2.9
XHS-36 04	16	MG-1	0.04760	0.00052	0.16163	0.00430	0.02456	0.00047	78.6	26.3	152.1	3.8	156.4	3.0
XHS-36 05	16	MG-1	0.04970	0.00059	0.16470	0.00475	0.02397	0.00047	181.2	27.4	154.8	4.1	152.7	2.9
XHS-36 06	16	MG-1	0.04962	0.00051	0.16692	0.00428	0.02434	0.00047	177.1	23.9	156.7	3.7	155.0	3.0
XHS-36 07	16	MG-1	0.04965	0.00054	0.16414	0.00438	0.02393	0.00046	178.6	25.1	154.3	3.8	152.4	2.9
XHS-36 08	16	MG-1	0.04943	0.00051	0.15967	0.00408	0.02338	0.00045	168.4	23.8	150.4	3.6	149.0	2.8
XHS-36 09	16	MG-1	0.04855	0.00051	0.16343	0.00428	0.02439	0.00047	125.9	24.7	153.7	3.7	155.3	3.0
XHS-36 10	16	MG-1	0.05222	0.00064	0.17307	0.00518	0.02401	0.00047	295.2	27.7	162.1	4.5	153.0	3.0
XHS-36 11	16	MG-1	0.04869	0.00051	0.16206	0.00425	0.02412	0.00047	132.8	24.6	152.5	3.7	153.6	3.0
XHS-36 13	16	MG-1	0.04887	0.00052	0.16284	0.00428	0.02415	0.00047	141.6	24.6	153.2	3.7	153.9	3.0
XHS-36 14	16	MG-1	0.04936	0.00063	0.16377	0.00508	0.02406	0.00047	164.8	29.5	154.0	4.4	153.2	3.0
XHS-36 15	16	MG-1	0.05306	0.00059	0.17456	0.00480	0.02385	0.00047	331.3	25.0	163.4	4.1	152.0	2.9
XHS-36 16	16	MG-1	0.04915	0.00051	0.15767	0.00408	0.02327	0.00045	154.8	24.0	148.7	3.6	148.3	2.9
XHS-36 17	16	MG-1	0.05039	0.00057	0.16702	0.00470	0.02406	0.00047	213.0	26.1	156.8	4.1	153.2	3.0
XHS-36 18	16	MG-1	0.05453	0.00061	0.17569	0.00488	0.02338	0.00046	393.1	24.9	164.3	4.2	149.0	2.9
XHS-36 19	16	MG-1	0.05135	0.00053	0.16994	0.00443	0.02402	0.00047	256.7	23.7	159.4	3.8	153.0	3.0
XHS-36 20	16	MG-1	0.05201	0.00054	0.17425	0.00458	0.02433	0.00048	285.8	23.7	163.1	3.9	154.9	3.0
XHS-36 22	16	MG-1	0.05331	0.00058	0.17328	0.00470	0.02360	0.00046	342.1	24.3	162.3	4.1	150.4	2.9
XHS-36 24	16	MG-1	0.05102	0.00065	0.17052	0.00533	0.02428	0.00048	241.8	29.2	159.9	4.6	154.6	3.0