Supplementary\_1, ESM\_1

Развернутое описание методик аналитических исследований

Изучение петрографических особенностей пород и определение состава минералов

проводилось методами

оптической микроскопии и на

сканирующем электронном

для энергодисперсионного

микроскопе

TESCAN

Vega II

LSH с приставкой

рентгеноспектрального

микроанализа

Inca

Energy-350

в

Центре

коллективного

пользования Карельского научного центра РАН, г. Петрозаводск (ЦКП КарНЦ РАН).

Анализ проводился в полированных шлифах, напыленных углеродом (толщина напыления 20 нм) при ускоряющем напряжении 20 кВ и постоянном токе электронного пучка 15 нА ± 0.05 нА. Рабочее расстояние – 15 мм, время накопления спектра – 70 с. При обработке спектров рентгеновского излучения проводилась оптимизация по спектрам простых соединений и стандартизация по набору эталонов породообразующих минералов. Ошибки измерений составили для концентраций свыше 10 мас.% – до 2 отн.%; 5–10 мас.% – до 5 отн.%; от 1 до 5 мас.% – до 10 отн.%.

Содержание петрогенных элементов определялось на рентгенофлюоресцентном спектрометре последовательного действия PW-2400 (Philips Analytical B.V.) в Институте геологии рудных месторождений, петрографии, минералогии и геохимии РАН, г. Москва (ИГЕМ РАН). Анализ проводился в стекловатых дисках, полученных при сплавлении 0.3 г порошка пробы с 3 г тетрабората лития. Потери при прокаливании определялись гравиметрическим методом. Точность анализа составляла 1–5 отн. % для элементов с концентрациями выше 0.5 мас.% и до 12 отн.% для элементов с концентрацией ниже 0.5 мас.%.

Концентрации редких и редкоземельных элементов определялись методом ICP-MS

на приборе Thermo Scientific XSeries 2 в ЦКП КарНЦ РАН по стандартной методике

(Светов и др., 2015). Разложение образцов проводилось путем кислотного растворения в

открытой

системе.

Правильность

анализа

контролировалась

путем

измерения

стандартных образцов BHVO-2 и СГД-2А.

Выделение циркона проводилось методами магнитной и плотностной сепарации в лаборатории анализа минерального вещества ИГЕМ РАН. Выделение бадделеита проводилось по водной методике (Söderlund, Johansson, 2002) в ИГЕМ РАН.

Изотопные Sm-Nd исследования выполнены в лаборатории изотопной геохимии и

геохронологии

ИГЕМ

РАН.

Химическая

подготовка

вещества

для масс-

спектрометрических измерений проведена по методике, описанной в (Ларионова и др.,

2007). Измерения изотопных отношений проводились на масс-спектрометре Sector 54 (Micromass, Англия) в мультиколлекторном динамическом режиме с использованием

трехленточного источника ионов (Thirlwall, 1991). Итоговая погрешность определения

143Nd/144Nd

не превышает ±0.0022% с учетом воспроизводимости результатов по

внутрилабораторному стандарту Nd-ИГЕМ 0.512400 ± 11 (2ед, N = 24), что соответствует

значению 0.511852 в стандарте изотопного состава неодима LaJolla. Погрешность определения 147Sm/144Nd оценивается в ± 0.3% (2ед) по результатам измерения стандарта BCR-1.

U-Pb изотопные исследования бадделеита проводились в лаборатории изотопной геологии Института геологии и геохронологии докембрия РАН, г. Санкт-Петербург (ИГГД РАН). Для геохронологических исследований были использованы наиболее прозрачные, однородные кристаллы бадделеита, подвергнутого многоступенчатому удалению поверхностных загрязнений в спирте, ацетоне, 1 M HNO3 и 1 М HCl. При этом после каждой ступени зерна промывались особо чистой водой. Химическое разложение бадделеита выполнялось по модифицированной методике Т.Е. Кроу (Krogh, 1973) в

тефлоновых капсулах, помещенных в резервуар для разложения системы Parr, при этом

202Pb-235U

трассер добавлялся непосредственно перед разложением. Изотопные анализы

выполнены на масс-спектрометре TRITON TI при помощи счетчика ионов. Точность

определения U/Pb отношений и содержаний U и Pb составила 0.5%. Холостое загрязнение не превышало 1–5 пг Pb и 1 пг U. Обработка экспериментальных данных проводилась при помощи программ «PbDAT» (Ludwig, 1991) и «ISOPLOT» (Ludwig, 2003). При расчете возрастов использованы общепринятые значения констант распада урана (Steiger, Jäger,

1977). Поправки на обычный свинец введены в соответствии с модельными величинами

(Stacey, Kramers, 1975). Все ошибки приведены на уровне 2σ.

In-situ U-Pb анализы выполнялись с использованием SIMS SHRIMP-II в Центре изотопных исследований Всероссийского геологического института, г. Санкт-Петербург (ЦИИ ВСЕГЕИ). Зерна циркона, выделенные из проб совместно с цирконовыми стандартами (Pb/U, Temora (Black et al., 2003) и концентрация U, 91500 (Wiedenbeck et al.,

1995)), были помещены в эпоксидную матрицу («шайбу», смола Buehler Epokwick®) и сошлифованы примерно до половины толщины (алмазный абразив 3 мкм). Затем «шайба»

отмывалась от загрязнений и цирконы фотографировались в проходящем и отраженном

свете,

а

также

(после

напыления

слоя

золота)

с

применением

BSE

и

катодолюминесцентного детекторов (СЭМ CamScan MX2500S, UK). Полученные

фотографии использовались для выбора аналитических точек и определения природы цирконов. Анализы проводились в одноколлекторном режиме сканирования по массам в соответствии со стандартным протоколом (Larionov et al., 2004). Размер аналитического

кратера составлял 25×20 мкм. Замеры ионных токов на девяти массах (196Zr2O к 254UO,

четыре масс-спектра на анализ) выполнялись на ВЭУ. Каждый четвертый анализ

выполнялся

на

Pb/U

стандарте

Temora.

Полученные первичные

результаты

обрабатывались с применением макросов Excel-2003 SQUID v2.50 (Ludwig, 2009) и

ISOPLOT/Ex 3.75 (Ludwig, 2012), нерадиогенный Pb скорректирован, используя

204Pb/206Pb

измеренное

и модельные значения (Stacey, Kramers, 1975), возрасты

рассчитаны с константами распада (Steiger, Jäger, 1977). Обсуждаемые в тексте датировки

приведены с погрешностью 2σ, результаты индивидуальных анализов в таблицах даны с погрешностью 1σ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

Ларионова Ю.О., Самсонов А.В., Шатагин К.Н. Источники архейских санукитоидов (высоко-Mg субщелочных гранитоидов) Карельского кратона: Sm-Nd и Rb-Sr изотопно-геохимические данные // Петрология. 2007. Т. 15. № 6. С. 571–593.

Светов С. А., Степанова А. В., Чаженгина С. Ю., Светова Е. Н., Рыбникова З. П., Михайлова А. И., Парамонов А. С., Утицына В. Л., Эхова М. В., Колодей В. С. Прецизионный (ICP-MS, LA-ICP-MS) анализ состава горных пород и минералов: методика и оценка точности результатов на примере раннедокембрийских мафитовых комплексов // Труды Карельского научного центра РАН. 2015. № 7. С.

173–192.

Black L.P., Kamo S.L., Allen C.M. et al. TEMORA 1: A new zircon standard for Phanerozoic U- Pb geochronology // Chem. Geol. 2003. V. 200. № 1–2. P. 155–170.

Krogh T.E. A low-contamination method for hydrothermal decomposition of zircon and extraction of U and Pb for isotopic age determinations // Geochim. Cosmochim. Acta. 1973. V. 87. P. 485–494.

Larionov A.N., Andreichev V.A., Gee D.G. The Vendian alkaline igneous suite of northern Timan: Ion microprobe U-Pb zircon ages of gabbros and syenite // Geol. Soc. London. Memoirs.

2004. V. 30. № 1. P. 69–74.

Ludwig K.R. PbDat for MS-DOS, version 1.21 // U.S. Geol. Survey Open-File Rept. 88-542. 1991.

35 p.

Ludwig

K.R. User's manual for IsoPlot 3.0 // A geochronological toolkit for Microsoft Excel.

2003. V. 71.

K.R. SQUID 2 Rev. 2.50 A User's Manual. Berkeley Geochronology Center Special

Publication. 2009. V. 5. 110 p.

K.R. User's Manual for ISOPLOT/Ex 3.75. A Geochronological Toolkit for Microsoft

Excel. Berkeley Geochronology Center Special Publication. 2012. № 5.

Ludwig

Ludwig

Söderlund U., Johansson L.A simple way to extract baddeleyite

Geosys. 2002. V. 3. № 2. P. 1–7.

(ZrO2) // Geochem. Geophys.

Stacey J.S., Kramers J.D. Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two-stage

model // Earth Planet. Sci. Lett. 1975. V. 26. № 2. P. 207–221.

Steiger R.H., Jäger E. Subcommission on geochronology: Convention on the use of decay constants in geo- and cosmochronology // Earth Planet. Sci. Lett. 1977. V. 36. № 3. P.

359–362.

Thirlwall M.F. Long-term reproducibility of multicollector Sr and Nd isotope ratio analysis // Chem. Geol. 1991. V. 94. № 2. P. 85–104.

Wiedenbeck M., Allé P., Corfu F. et al. Three Natural Zircon Standards for U‐Th‐Pb, Lu‐Hf, Trace

Element and REE Analyses // Geostand. Newsl. 1995. V. 19. № 1. P. 1–23.