

Appendix 1. Methods for zircon separation and U-Pb dating.

ジルコン分離およびU-Pb年代測定手法の説明.

採取した砂岩中からの碎屑性ジルコンの抽出は、東京大学大学院総合文化研究科の施設を利用し、粉碎・挽がけ・磁力選別・重液分離を行った。また、ジルコン内のオシラトリ累帯組織の有無確認のため、国立科学博物館の設備（日本電子製走査型電子顕微鏡JSM-6610およびサンヨー電子製CL検出器）でカソードルミネッセンス(CL)像および後方散乱電子(BE)像を観察した。抽出・分離した碎屑性ジルコン粒子の年代測定は、同館のAgilent Technology社製のAgilent 7700x型ICPMSおよびElectro Scientific Industries社製のNWR213型Laser Ablation Systemを用いたLA-ICPMSで行った。使用したレーザー径は25 μm に、強度7-8 J/cm²に調節し、キャリアガスとしてHeを用いた(Eggins et al., 1998)。キャリアガスとメークアップガス(Ar)の流量はそれぞれ520-550 ml/minおよび900 ml/minとした。また、より安定した²⁰⁶Pb-²³⁸U比とPb同位体比を得るため、試料室とArガス注入部の間にbaffled type スタビイザー(Tuheng and Hirata, 2004)を装着し、分析した。すべての測定は時間分析で行われ、U-Pb年代測定のため²⁹Si, ²⁰²Hg, ²⁰⁴Pb(²⁰⁴Hg), ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb, ²⁰⁸Pb, ²³²Th, ²³⁸Uの核種をカウントした。カウント時間は、²⁹Si, ²⁰²Hg, ²⁰⁴Pb(²⁰⁴Hg), ²⁰⁸Pb, ²³²Th, ²³⁸Uについては10 ms, ²⁰⁶Pbおよび²⁰⁷Pbについては、おのおの30 ms, 40 msとした。表面汚染の影響を除去するために、分析前に分析スポットへレーザーを数回照射し、クリーンな面を露出させた。1スポットの分析は55秒間行い、はじめの20秒間はレーザーを停止した状態でバックグラウンドを測定し、その後の35秒間にレーザー照射した。35秒間のデータのうち、安定した20秒間を測定データとして用いた。UおよびThの濃度はNIST SRM 610スタンダードガラスの²⁹Siを内標準として求めた。Pb同位体比はNIST SRM 610で補正し、²⁰⁶Pb-²³⁸U比はジルコン標準試料FC1 (1099.9 Ma; Paces and Miller, 1993)で補正した。また、二次標準試料としてOD-3 (32.853 Ma; Lukács et al., 2015)を未知試料とともに測定した。初期鉛補正は²⁰⁸Pb-²⁰⁶Pb比と²³²Th-²³⁸U比を用いて行い(²⁰⁸Pb補正; Williams, 1998), 初期鉛組成はStacey and Kramers (1975)をもとにした。ディスコード値の定義はSong et al. (1996)に従った。

文献

Eggins, S.M., Kinsley, L.P.J. and Shelley, J.M.G., 1998, Deposition and element fractionation processes of occurring during atmospheric pressure sampling for analysis by ICP-MS. *Appl. Surface Sci.*, **129**, 278-286.

Lukács, R., Harangi, S., Bachmann, O., Guillong, M., Danisík, M., Buret, Y., von Quadt, A., Dunkl, I., Fodor, L., Sliwinski, J., Soós, I. and Szepesi, J., 2015, Zircon geochronology and geochemistry to constrain the youngest eruption events and magma evolution of the Mid-Miocene ignimbrite flare-up in the Pannonian Basin, eastern central Europe. *Contrib. Mineral. Petrol.*, **170**, 52.

Paces, J.B. and Miller, J.D., 1993, Precise U-Pb ages of Duluth Complex and related mafic intrusions, northeastern Minnesota: Geochronological insights to physical, petrogenetic, paleomagnetic, and tectonomagmatic processes associated with the 1.1 Ga midcontinent rift system. *J. Geophys. Res.*, **98** (B8), 13997-14013.

Song, B., Nutman, A.P., Liu, D.Y. and Wu, J.S., 1996, 3800 to 2500 Ma crustal evolution in the Anshan area of Liaoning Province, northeastern China. *Precambrian Res.*, **78**, 79-94.

Stacey, J.S. and Kramers, J.D., 1975, Approximation of terrestrial lead isotope evolution by a two stage model. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **26**, 207-221.

Tunheng, A. and Hirata, T., 2004, Development of signal moothing device for precise elemental analysis using laser ablation-ICP-mass spectrometry. *J. Analyt. Atomic Spectrom.*, **19**, 932-934.

Williams, I.S., 1998, U-Th-Pb geochronology by ion microprobe. In McKibben, M. A., Shanks, W.C.P. and Ridley, W.I., eds., *Applications of Microanalytical Techniques to Understanding Mineralizing Processes*, Rev. Econ. Geol., **7**, 1-35.