

ジルコン結晶中の U, Th 濃度の grain by grain 定量

- FT年代測定への EPMA 利用の試み -

檀原 徹¹⁾・鈴木和博²⁾・糟谷正雄¹⁾・岩野英樹¹⁾

1)京都フィッシュン・トラック、2)名古屋大学理学部

1. はじめに

これまで多くの FT 年代測定手法が開発されてきたが、特殊な中性子線源を用いた実験以外は、すべて原子炉における中性子照射を必要とする点で共通している。中性子照射は、観察される大部分の自発トラックの発生源となる ^{238}U 濃度の定量を目的としてなされる実験操作である。現在実用的な FT 法のすべてが原子炉照射を前提としており、その理由は $1 \sim 1000\text{ppm}$ オーダーの U 濃度の定量が、自発トラックを検出するのと同じ FT 法で粒子ごとに比較的簡易に行うことができる点にある。

しかし近年になり、FT 年代測定への原子炉利用に対し 2 つの問題が提起され始めた。1 つは測定精度向上に関する問題である。Cd 比の低い照射施設での熱外中性子に起因する ^{232}Th の誘導トラックの寄与の定量化や炉内の中性子スペクトル分布の安定性の研究が指向されている。相対的に Th/U 比の高いアパタイトのみならず他の鉱物でも、より高い精度の測定が要求されている。もう 1 つは安定的な原子炉利用に関する問題である。我国におけるあいつぐ実験用原子炉の故障は、中性子照射のための長期的安定利用の面から、FT 年代測定に対する大きな脅威といわざるえない。

今回の研究は、上述の 2 つの問題を解決することを目的とした 1 つの試みである。残念ながら実験の初期段階でジルコンのマウント材である PFA シートの電子線に対する強度不足という技術的トラブルに遭遇し、それ以上の成果を得ることはできなかったが、FT 年代測定への EPMA 利用の可能性について示したい。

2. EPMA 測定の実験

ウラン濃度の定量には一般に放射化分析が広く利用されているが、grain by grain での定量となると現状では FT 法が簡便性と精度で最も適した測定法といえる。では他にそれに代わる測定法はないであろうか。我々は SIMS, PIXE, ICP mass, α -track 法などを検討した結果、共著者鈴木により多くの測定例がある EPMA を用いてジルコン中の U、Th 濃度の定量を試みることにした。

3. 実験方法

既に FT 法で年代測定された試料マウントを用いることにより、FT 法による誘導トラック計測面域で EPMA 測定を行い、両データの比較をして EPMA による U 濃度の定量の有効性を検討し、合わせて Th 濃度の定量も試みた。試料は

馬場凝灰岩(糟谷, 1986)とBishop tuff(Izett & Naeser, 1976)からのジルコン結晶で、前者は外部面、後者は内部面を測定対象とした。FT法による測定はDanbara et al.(1991)で、EPM Aによる測定はSuzuki(1988), Suzuki & Yogo(1986)の方法で行った。ただし今回は実験直後からマウント材のPFAシートの電子線による損傷が生じたため、ビームのしぼりをゆるめ、表1に示す条件で測定を行った。

表1. 波長分散型EPM A測定条件

項目	条件
測定機器	J E O L、Type J C X A - 7 3 3
加速電圧	15 kV
ビーム電流値	0.015-0.08 mA
X線計測時間	200 sec
計測回数	1粒子あたり2回(一部1回)
ビーム径	20 μ m (通常2 μ m)
バックグラウンド補正	代表粒子でプロファイルを作成し、ピークの両側の2点測定で補正。Bishop Tuffのジルコンは両側2点の平均

4. 結果

測定結果はFig. 1, 2に示した。測定数が少なく予察的結果ではあるが、馬場凝灰岩のジルコン結晶外部面の測定結果(Fig. 1)からは、マイカ検出材の誘発トラック密度とEPM AによるU濃度の間に比例関係が認められる。このことはgrain by grainでのEPM A測定の有効性の可能性を示すものと判断される。あわせて測定されたTh濃度の測定結果(Fig. 2)も、誘発トラック密度とTh濃度の間に弱い比例関係が認められるようである。一方ジルコン結晶の内部面を対象にしたBishop tuff試料においては、馬場凝灰岩でのような誘発トラック密度とU、Th濃度の比例関係は認められなかった。

測定値以前の問題として、EPM Aでの計測作業を継続する上で重大な障害のあることがわかった。まず電子ビームを照射するとジルコン結晶が一瞬のうちに脱落(はね飛ばされる)する可能性があることである。脱落しない場合でも、PFAシートが発泡して徐々にジルコン結晶が帯電するため、1つの結晶で複数地点を分析することができなくなるケースも多い。発泡をおさえるためにビーム径を20 μ mにして電子線密度を下げるようにしたが、発泡をくい止めることはできなかった。PFAシートの発泡の原因はPFAシート自身にあるのか、ジルコンとシートの間に残る微量なエッチャントにあるのかは不明であるが、いずれにしてもEPM A分析には大きな障害となることに変わりはない。

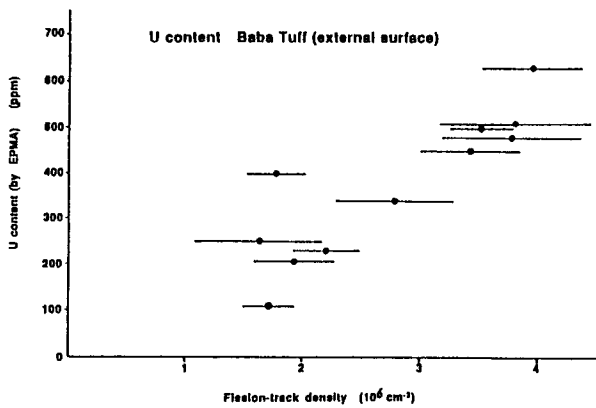


Fig.1 Comparison between the induced fission-track density and the uranium content determined by the EPMA for zircon grains from the Baba Tuff.

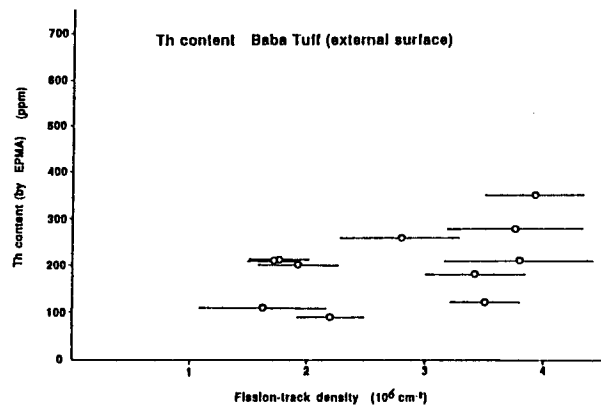


Fig.2 Comparison between the induced fission-track density and the thorium content determined by the EPMA for zircon grains from the Baba Tuff.

5. 今後の展望

EPMAを利用したジルコン結晶のU、Th濃度の定量実験を継続しその有効性を実証するためには、アルカリエッチングと電子ビームの両方に耐え得るマウント材料の開発が必要であるが、現時点ではそのような性能をもつ材料は見当たらない。次善の策として、エッチング後ペトロキシ153など電子ビームに耐えるマウント材に再び埋め込む方法があるが、具体的に実現するとなると技術的に目途は立っていない。しかしEPMAを用いたU、Th濃度の定量には可能性が残されており、今後さらに追求していきたい。

6. 文献

- T. Danhara, M. Kasuya, H. Iwano and T. Yamashita (1991) Fission-track age calibration using internal and external surfaces of zircon. Jour. Geol. Soc. Japan, 97, 977-985.
- G. A. Izett, C. W. Naeser (1976) Age of the Bishop Tuff of eastern California as determined by the fission-track method. Geology, 4, 587-590.
- 糟谷正雄 (1986) ジルコンの外部面を用いたフィッション・トラック年代の手法間比較 - 群馬県富岡地域中新統馬場凝灰岩の例 - . 地質学雑誌, 92, 489-496.
- K. Suzuki (1988) Heterogeneous distribution of Uranium within zircon grains: implications for fission-track dating. Jour. Geol. Soc. Japan, 91, 1-10.
- K. Suzuki and S. Yogo (1986) Microprobe analyses of zircons in some granitic rocks with special reference to the distribution of uranium. Bull. Nagoya Univ. Museum, No. 2, 27-53.