

## LA-ICP-MS FT 年代測定：エッチングされた試料のレーザー溶融，その2 長谷部徳子\*・荒井章司\*\*・荒武康治\*\*・伊藤一充\*\*・伊藤健太郎\*\*

### LA-ICP-MS FT dating: Laser ablation characteristics of etched samples, part 2

Noriko Hasebe\*, Shoji Arai\*\*, Koji Aratake\*\*, Kazumi Ito\*\* and Kentaro Ito\*\*

\* 金沢大学自然計測応用研究センター，Institute of Nature and Environmental Technology, Kanazawa Univ.

\*\* 金沢大学理学部地球学教室，Dept. Earth Sciences, Kanazawa Univ.

#### 1. はじめに

フィッショントラック年代測定に，レーザー溶融による誘導結合プラズマ質量分析計（以下 LA-ICP-MS）を用いての  $U^{238}$  濃度測定を行う際，エッチングされた試料のレーザー溶融特性を知ることが重要である（Hasebe et al., 2004, 長谷部・荒井 2004）. 長谷部・荒井（2004）では，フィッショントラック（FT）年代測定標準試料であるデュランゴアパタイトを利用して，エッチングした試料としない試料のウラン濃度を比較した. 本報告では試料数を増やすとともに，比較実験として2種類の実験をデザインした. その結果を報告する. 分析は金沢大学の LA-ICP-MS 装置（エキシマレーザーを装備した Agilent 7500S）を用いて分析した. レーザー径は  $20\mu m$  とし，約  $10\mu m$  の深さを溶融することをめざした. 標準試料として NIST610，NIST612 を用いた. 内部標準同位体として  $Ca^{43}$  を利用した. またジルコンの FT 標準試料の分析結果についても報告する. ジルコンの分析には約  $8\mu m$  の深さを溶融し内部標準同

位体として  $Si^{29}$  を利用した.

#### 2. アパタイト実験その1

デュランゴアパタイトを含め巨晶を6種類用意した. これら試料のトラック密度は  $0.1$  から  $>30$  ( $10^6/cm^2$ ) にわたる. 樹脂に埋め込み，中央で二つに切り分ける. 切られた表面を二つとも研磨し，一方にだけエッチングを施し自発トラックを顕微鏡下で観察可能にした（図1）. 二つの表面は，理想的には一つの面の左右と考えられ，それぞれ対応する部分ではウラン濃度は均質と仮定して，ウラン濃度の分析を行う. 本実験では，エッチングした試料としない試料を連続して測定できるため，質量分析計の感度変動の影響を最小限にできるというメリットがある. しかし実際分析するポイントは，切断・研磨の影響でエッチングしたものとしていないもので，かけ離れている可能性を否定できない.

#### 3. アパタイト実験その2

実験その1と同様6試料用意し，まず研磨後にウラン濃度測定を行う. その後エッチングを施す. 次に既にウラン濃度を測定した2点の測定点の間を埋めるようにウラン濃度を測定する（図2）. この実験では，エッチングしない場合とする場合の測定を同一マウントで行うことができ，ウラン濃度が試料中で不均一な場合も，その効果を見積もることができるという利点がある. 一方，質量

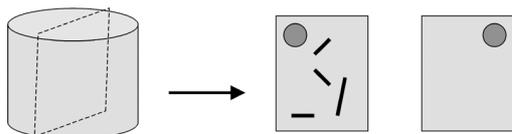


図1 実験1のデザイン. 試料は2分割し，一方だけエッチングを施す. 対応する点（図の丸の部分）を分析して比較する.

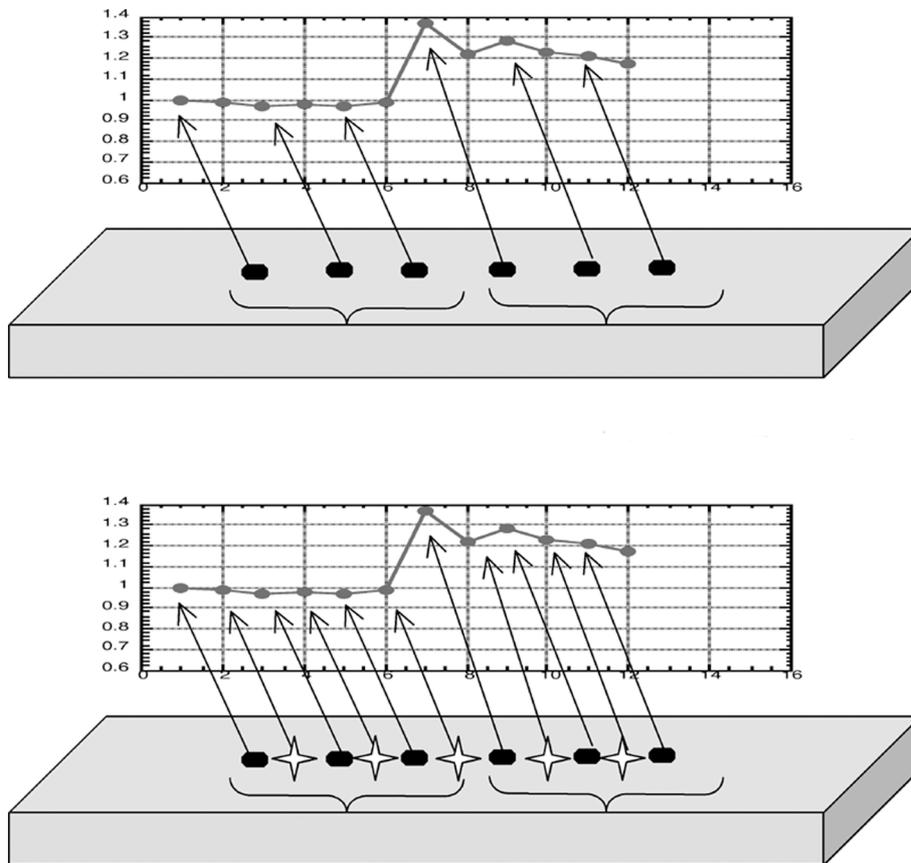


図2 実験2のデザイン. 図(A)のようにエッチングしていない状態で黒丸を測定した後, エッチングし, 図(B)の星マークの部位を測定する. 周囲の黒丸測定点の値から類推される星マークの部位のウラン濃度と, 実測のウラン濃度を比較する.

分析計の感度の変動の影響を受ける可能性がある. 今回の実験では, 標準ガラスの  $U^{238}/Ca^{43}$  比とウラン濃度の変動を用いてその影響を見たところ, 安定した結果が得られたためほとんど影響がないと考えていいと思われる.

## 結果

実験1において, エッチングしていない試料のウラン濃度を計算したところ, 用意した6試料のうち3試料が, 測定面内で不均質であった. 不均質でなかった3試料のウラン濃度結果を, エッチングした試料と比較したところ, 対応する測定点の結果が一致したものは1つだけであった. これは(1)エッチングの影響である可能性と(2)

ウラン濃度の不均一の影響である可能性がある. 実験2では, 実験1と同様エッチングしていない試料のウラン濃度が測定面内で不均一のもがあった. エッチングしたあとのウラン濃度は, エッチングしていない試料の結果から予想されるウラン濃度と一致していた. 従って, この実験デザインではウラン分布の不均一の影響を最小限に抑えることができ, なおかつエッチングの影響は無視できるという結果となった(図3).

## ジルコンを用いた実験

年代標準試料の Bulk Member Tuff と Fish Canyon Tuff のジルコンの年代決定を試みた. 両試料とも既知の年代とよく合う測定結果となり,

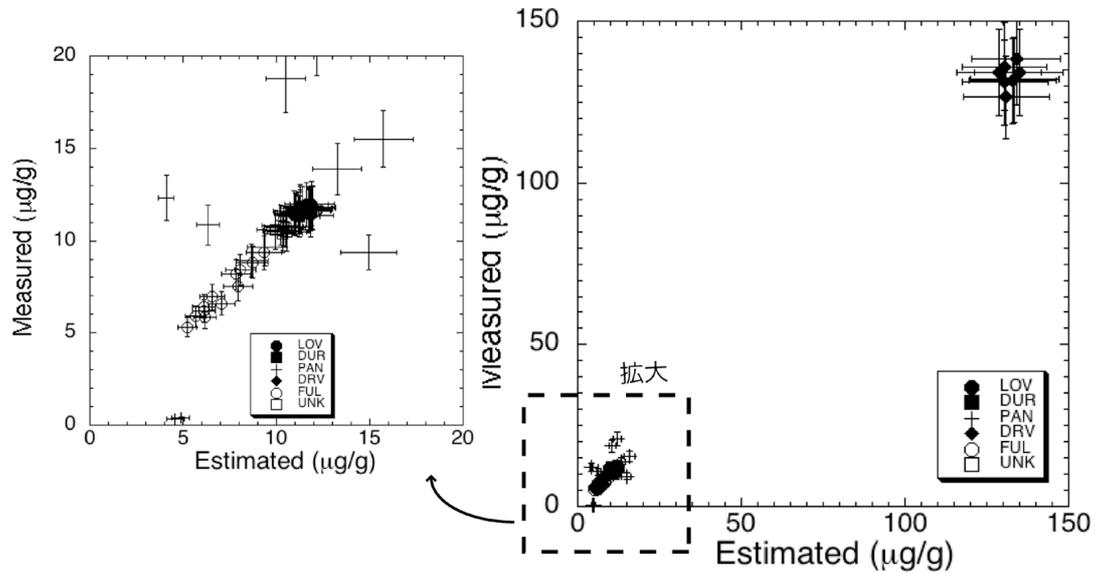


図3 実験デザイン2によるウラン濃度測定の結果。一試料をのぞいてよい対応を示す。対応が悪い試料はウラン濃度の不均一が著しく(0~20mg/g)見積もりがうまくいっていないと考えられる。

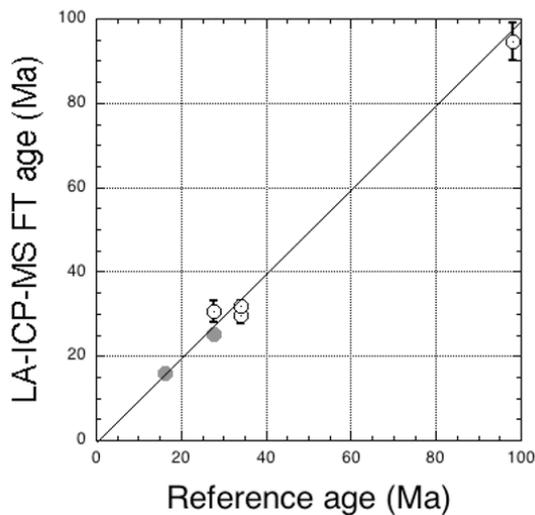


図4 年代標準試料の年代測定結果。白丸がアパタイト、黒丸がジルコン。誤差は1σ。

アパタイトの標準試料の年代値共々LA-ICP-MSを利用したFT年代測定にたいする信頼性を示した(図4)。

#### 謝辞

試料はロンドン大学 FT グループから提供していただいた。また分析には金沢大学石田義人氏にお世話になった。

#### 文献

Hasebe, N., Barbarand, J., Jarvis, K., Carte, A. and Hurford, A.J., 2004. Apatite fission-track chronometry using laser ablation ICP-MS. *Chem. Geol.*, 207, 135-145.

長谷部徳子・荒井章司, 2004, LA-ICP-MS FT 年代測定: エッチングされた試料のレーザー溶融について, フィッショントラックニュースレター, 18, 45-46

