

## 粉末圧縮ペレットを用いた放射性同位体濃度見積りのための新たな試み

伊藤一充\*・長谷部徳子\*\*・住田亮輔\*\*\*・荒井章司\*・  
山本政儀\*\*・柏谷健二\*\*・雁澤好博\*\*\*\*

### The new radioisotope measurement of pressed powder pellet; an attempt

Kazumi Ito\*, Noriko Hasebe\*\*, Ryosuke Sumita\*\*\*, Shoji Ara\*,  
Masayoshi Yamamoto\*\*, Kenji Kashiwaya\*\* and Yoshihiro Ganzawa\*\*\*\*

\*金沢大学自然科学研究科, Graduate School of Nature Science and Technology, Kanazawa Univ.

\*\*金沢大学環日本海域環境研究センター, Institute of Nature and Environmental Technology, Kanazawa Univ.

\*\*\*金沢大学理学部, Faculty of Science, Kanazawa Univ.

\*\*\*\*北海道教育大学函館分校, Hokkaido University of Education, Hakodate Campus

#### はじめに

放射性同位体は数多くの年代測定で用いられる。その中でも $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ 濃度は特によく利用されており、様々な方法で測定されている。粉末試料を扱う場合、 $\alpha$ スペクトロメトリーやICP-MSによる測定が行われることがあるが、多くの場合は化学処理を施された後に測定を行う。化学処理に時間を掛けずに $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ 濃度を測定する方法を構築することが、多くの年代を早く算出することに繋がる。近年、試料準備の簡便さなどからLA-ICP-MSで外部標準法を用いる研究が行われるようになってきた。先行研究 (Ito et al., in press) では、ロシア・バイカル湖の湖底堆積物を繋ぎとなる薬品を加えることなく圧縮してペレットを作り、外部標準SRM 610ガラス (NIST) を用いて濃度を算出した。しかし、Uは正確に測定できたが、Thは少なく見積もった。本研究では、先行研究で使ったSRM610ガラスの代わりに、より簡便で汎用性のある測定を目指し、粉末の岩石標準試料に何も加えることなく圧縮したもの (圧縮ペレット) を外部標準として用いて $^{238}\text{U}$ ,  $^{232}\text{Th}$ 濃度を求めた。

#### 試料調整

本研究で用いた7試料は、National Institute of Standard and Technology (NIST) が作製した標準ガラスSRM 610, SRM 612と産業技術総合研究所が作製した岩石標準試料JA-1, JA-2, JB-1, JB-2とバイカル湖湖底堆積物4A-18 (Ito et al., in press) である。標準ガラスの既報値と

してはPearce et al. (1997) を、岩石標準試料としてはMakishima and Nakamura (1997) を引用した。粉末試料は、乾燥させた後に軽く磨り潰しただけであるmethod 1と、強く磨り潰すことによって粒径を小さく均一に統一したmethod 2の二通りの方法で準備された。各方法によって準備された粉末試料の粒度分布を図1,2に示す。JA-1, JA-2, JB-1, JB-2, 4A-18はペレット状にするために300kNで1分間圧縮し、測定試料とした。これら7つを、時には外部標準として、時には未知試料として交互に測定した。

#### 結果・考察

$^{238}\text{U}$ の場合、外部標準試料としてガラス・圧縮ペレットのどちらを用いても、粉末試料の濃度は確度良く見積もられた (表1)。 $^{232}\text{Th}$ の場合、外部標準で圧縮ペレットを用いた場合は確度の良い測定ができたが、ガラスを用いた場合、粉末試料の濃度を少なく見積もった (表2)。このことから、 $^{238}\text{U}$ はガラスと圧縮ペレットの物性の違いに起因するmatrix effectが濃度に及ぼす影響が小さいが、 $^{232}\text{Th}$ は大きいと言える。また、粉末試料をメノウ乳鉢ですり潰すことなくそのまま圧縮して測定した場合は精度が悪かったが、すり潰した後に測定した場合、精度が改善された (表3, 4)。このことは、粒径が小さく ( $\sim 10\mu\text{m}$ )、且つ一様であることが、圧縮ペレットによる濃度の測定精度を向上させる要因になることを意味する。

### 今後の展望

もし、粉末試料の一つである堆積物へ適用する場合、外部標準としては岩石標準試料を用い、その際、堆積物も外部標準も強くすり潰した後に圧縮することが確度・精度も良い測定ができるようになると推測する。

### 参考文献

Ito K., Hasebe N., Sumita R., Arai S., Yamamoto M., Kashiwaya K. and Ganzawa Y., in press. LA-ICP-MS analysis of pressed powder pellets to luminescence geochronology. *Chemical Geology*.

Makishima A. and Nakamura E., 1997. Suppression of Matrix Effects in ICP-MS by high Power Operation of ICP: Application to Precise Determination of Rb, Sr, Y, Cs, Ba, REE, Pb, Th and U at ng g-1 Levels in Milligram Silicate Samples. *Geostandards Newsletter* 21, 307-319.

Pearce N. J. G., Perkins W. T., Westgate J. A., Gorton M. P., Jackson S. E., Neal C. R. and Chenery S. P., 1997. A Compilation of New and Published Major and Trace Element Data for NIST SRM 610 and NIST SRM 612 Glass Reference Materials. *Geostandards Newsletter* 21, 1, 115-144.

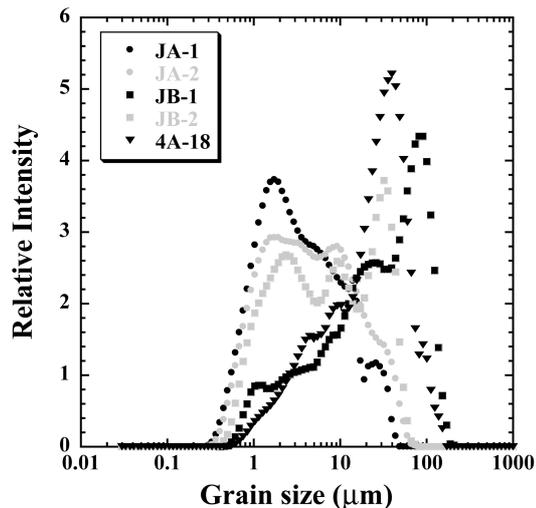


図1. method 1によって準備された粉末試料の粒度分布

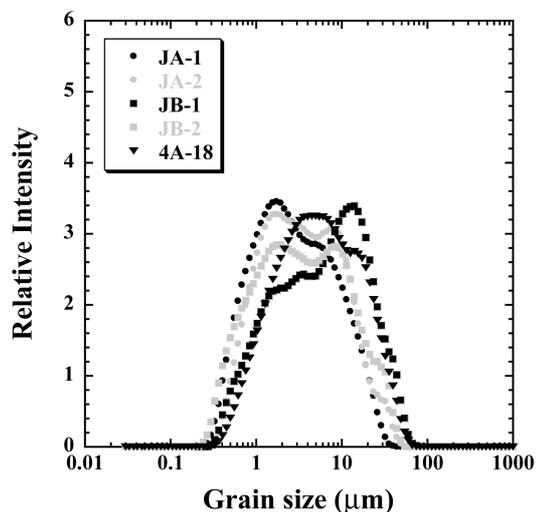


図2. method 2によって準備された粉末試料の粒度分布

表1. method 11による試料準備を経て測定したペレットの<sup>238</sup>U濃度.

		External standard						
		610	612	4A-18	JA-2	JB-1	JA-1	JB-2
Sample	4A-18	14.4 ± 3.8	13.1 ± 2.4	14.4	23.1 ± 7.4	17.1 ± 4.2	18.7 ± 8.0	16.1 ± 4.1
	JA-2	1.38 ± 0.26	1.43 ± 0.25	1.68 ± 0.44	2.50	1.85 ± 0.36	2.27 ± 0.50	1.85 ± 0.18
	JB-1	1.31 ± 0.04	1.36 ± 0.05	1.65 ± 0.49	2.47 ± 0.36	1.75	2.12 ± 0.13	1.82 ± 0.22
	JA-1	0.31 ± 0.14	0.32 ± 0.15	0.41 ± 0.17	0.47 ± 0.07	0.32 ± 0.02	0.39	0.39 ± 0.17
	JB-2	0.13 ± 0.02	0.14 ± 0.02	0.17 ± 0.04	0.22 ± 0.02	0.16 ± 0.2	0.19 ± 0.05	0.17

横軸は用いた外部標準、縦軸は測定したペレットを表す。枠の色の違いは既報値との差を示し、“誤差 ± 5%, 10%, 20%, 20%以上”の4段階が濃い紫色から白色で表わされている。なお、橙色は既報値を示す。

表2. method 11による試料準備を経て測定したペレットの<sup>232</sup>Th濃度

		External standard						
		610	612	4A-18	JA-2	JB-1	JA-1	JB-2
Sample	4A-18	11.8 ± 2.9	11.5 ± 2.4	16.4	18.5 ± 4.9	16.0 ± 3.5	16.9 ± 4.1	15.5 ± 4.7
	JA-2	3.00 ± 0.57	3.11 ± 0.53	5.18 ± 1.43	5.38	4.63 ± 0.88	5.13 ± 0.89	4.70 ± 0.22
	JB-1	6.24 ± 0.30	6.51 ± 0.30	11.6 ± 4.14	11.7 ± 1.67	9.66	10.7 ± 0.47	10.3 ± 1.49
	JA-1	0.54 ± 0.15	0.59 ± 0.18	0.99 ± 0.52	0.89 ± 0.10	0.73 ± 0.02	0.81	0.77 ± 0.23
	JB-2	0.20 ± 0.03	0.22 ± 0.04	0.35 ± 0.15	0.31 ± 0.03	0.25 ± 0.04	0.31 ± 0.07	0.28

表3. method 21による試料準備を経て測定したペレットの<sup>238</sup>U濃度

		External standard						
		610	612	4A-18	JA-2	JB-1	JA-1	JB-2
Samples	4A-18	13.1 ± 0.7	13.5 ± 0.6	14.4	18.3 ± 1.3	13.7 ± 1.9	13.5 ± 1.6	16.2 ± 3.6
	JA-2	1.80 ± 0.21	1.86 ± 0.22	1.98 ± 0.18	2.50	1.93 ± 0.40	1.90 ± 0.42	2.18 ± 0.46
	JB-1	1.67 ± 0.36	1.73 ± 0.38	1.85 ± 0.42	2.34 ± 0.67	1.75	1.80 ± 0.49	1.98 ± 0.48
	JA-1	0.37 ± 0.05	0.38 ± 0.05	0.41 ± 0.06	0.51 ± 0.11	0.40 ± 0.09	0.39	0.43 ± 0.08
	JB-2	0.15 ± 0.02	0.15 ± 0.02	0.16 ± 0.02	0.20 ± 0.04	0.16 ± 0.03	0.16 ± 0.03	0.17

表4. method 21による試料準備を経て測定したペレットの<sup>232</sup>Th濃度

		External standard						
		610	612	4A-18	JA-2	JB-1	JA-1	JB-2
Samples	4A-18	11.3 ± 0.5	11.3 ± 0.6	16.4	17.0 ± 0.6	13.6 ± 1.5	15.6 ± 1.2	14.7 ± 0.4
	JA-2	3.61 ± 0.31	3.60 ± 0.34	5.19 ± 0.27	5.38	4.39 ± 0.74	5.01 ± 0.62	4.67 ± 0.30
	JB-1	8.07 ± 1.26	8.07 ± 1.35	11.6 ± 2.0	12.1 ± 2.7	9.66	11.3 ± 2.1	10.5 ± 2.0
	JA-1	0.58 ± 0.04	0.57 ± 0.03	0.83 ± 0.08	0.85 ± 0.11	0.71 ± 0.10	0.81	0.75 ± 0.06
	JB-2	0.21 ± 0.01	0.21 ± 0.01	0.31 ± 0.01	0.31 ± 0.02	0.27 ± 0.04	0.31 ± 0.03	0.28