

# フィッシュトラック法におけるゼータ値の比較

岩野英樹・山下 透・檀原 徹 (京都フィッシュ・トラック)

## 1. はじめに

ゼータ法では地質学および年代学的に十分検討された共通の年代標準試料を各測定者が繰り返し測定を行うことにより、一ヶ所のシステム内での測定値の較正と、各システム間での較正值の比較を同一基準で行うことが可能になった。しかし、ゼータ法は測定者個人だけでなく測定手法、システム、原子炉までも特定するため、各手法、各原子炉毎にゼータ値を決める必要がある。我々は結晶内部面を用いた外部ディテクター法(ED1)、結晶外部面を用いた外部ディテクター法(ED2)とRe-etch法の3つの手法を並行し、武蔵工大原子炉と立教大原子炉を利用して年代測定を行ってきた。そこで、これまでに得られたゼータ値測定結果をもとに、手法・原子炉間におけるゼータ値の異同とその原因について述べ、ゼータ法の持つ問題点についてその存在を指摘し、議論する。

## 2. 試料および実験方法

年代標準試料はBuluk Member Tuff(BMT:16.2±0.2Ma)、Fish Canyon Tuff(FCT:27.8±0.8Ma)とTardree Rhyolite(TDR:58.7±1.1Ma)の3つのジルコンである。ジルコンのエッチングはKOH, NaOHの共融液(225℃)で、BMTは32~40時間、FCTは20~28時間、TDRは18~25時間行った。トラックのカウントはNikonのBIOPHOT(1000倍)で、測定者は檀原である。標準ガラスはNBS-SRM612を用いている。

## 3. 測定結果

ゼータ値の測定結果を図1、図2および表1に示す。

図1にはFCTを例に武蔵工業大学原子炉(MITR)を利用して得られたED2およびED1のゼータ値ヒストグラムを示す。同一条件でも測定値は測定誤差範囲内ではばらつきがあることがわかる。

表1にはこれまでに得られたゼータ値測定結果(1990年12月時点)をまとめたものを示す。これらの数字はゼータ値(平均値)と2σの誤差を示し、カッコの中は測定回数を示している。立教大学原子炉(SPUR)について測定実験は現在も進行中である。また、Re-etch法は自発トラック密度が比較的低いBMTだけに適用した。

図2は表1の結果を、横軸に試料の自発トラック密度をとって図示したものである。

#### 4. 考察

##### (1) ゼータ値に影響を与える要素

ゼータ値に影響を与えると思われる要素を以下に列挙した。

##### ① 原子炉にまつわる要素

・ 利用原子炉の熱化状態（カドミウム比）

##### ② 手法にまつわる要素（ED1, ED2, Re-etch, Population）

・ 鉱物とマイカ（外部ディテクター）とのトラック保持力（しきい値）の違い

・ 外部ディテクターの有無による geometry factor の違い

・ 試料におけるエッチング異方性の差（鉱物毎、 $\alpha$ -damage量）

##### ③ 試料にまつわる要素（各鉱物、各試料、各粒子）

・ U/Th比の変化

・ エッチング異方性の差

・ 累帯構造

・ エッチング効率の差

・ dislocation量の変化

・ 結晶外部面の外部効果

##### ④ システムにまつわる要素

・ 顕微鏡システム

・ エッチングシステム（酸 or アルカリ）

・ 測定者のトラック認定基準

##### ⑤ 年代標準試料にまつわる要素

・ reference ageの選択

##### (2) 外部面と内部面

今回3つの手法を用いているが、ジルコンの結晶外部面と内部研磨面という点で2つに大別できる。外部面は1) トラックのカウントが比較的容易、2) 外部効果の危険性ありという二面性を持ち、内部面は逆に1) 外部効果なし、2) 点状のトラックが多くなりカウントが比較的難という二面性をもつ。ただし、外部面の外部効果も深成岩を除けば多くの場合無視しうるといってよい。

今回の結果では、外部面を用いた外部ディテクター法(ED2)と内部面を用いた外部ディテクター法(ED1)のそれぞれのゼータ値には大きな差はない。が、傾向として $\xi_{ED1} < \xi_{ED2}$ となっている。内部面の場合、アンダーエッチングを避けるため過度のエッチングを与え、点状のトラックとディスロケーションの識別が難しくなる。内部面

の自発トラック密度にはディスロケーションがより多く寄与していると考えられる。

今回用いた3つの年代標準試料のうち2つ(BMT, TDR)の外部面には明らかに約 $5\mu\text{m}$ 以下の短いトラック(広い意味で外部効果)の存在が確認された。トラック長は水平距離とフォーカスの微動による深さ距離から簡易的に求めた。これらの短いトラックは結晶外部のウランからのFTなのか加熱による短縮したトラックあるいは消え残ったトラックなのか判断がつかない。しかし、BMT, TDRは外部面を用いる手法の年代標準試料としては適格性が劣っているといえる。この2試料については自発トラック長のチェックがなされておらず、今後U/Th比のチェックなどを含めた年代標準試料としての条件を満たしていく必要がある。今回のゼータ値は短いトラックの影響がない補正された値を示している。

### (3) 外部ディテクター法とRe-etch法

Re-etch法のゼータ値は外部ディテクター法のゼータ値と比較すると約10%小さくなっている。ゼータ値に影響を与える主要要素として、1)トラックのエッチング異方性(ジルコンとマイカのエッチング効率の差)、2)ジルコンとマイカのトラック保持力(しきい値)の違いがあげられる。これらの検証として、ジルコン上の誘発トラックの方向分布(異方性)のチェックや、ジルコンとマイカ上の誘発トラックを一本一本対応をさせたトラック検出効率の差のチェックが必要である。現在これらの点については実験中である。予備的な実験では、マイカ上にしか検出されないトラックを確認し、ジルコンとマイカのしきい値の違いによる検出効率の差があると考えている。これは、鉱物によってそのしきい値の違いからゼータ値も異なり得るということを示唆する。今後さらに研究を進めていきたい。

### (4) 武蔵工大炉と立教大炉

今回武蔵工大炉(MITR)と立教大炉(SPUR)で得られたゼータ値は誤差内でよく一致している。この結果、MITRとSPURは同型・同出力の原子炉であり、カドミウム比も大きく違わないことが予想される。

### (5) ワーキングスタンダード

ゼータ法の勧告で推奨されたジルコンの年代標準試料は、BMT, FCT, TDRの3つで、全て日本以外の試料である。我々はマイサンプルとしてFCTを十分量サンプリングし、ワーキングスタンダードとして毎回

同時照射しチェックをしている。しかし、BMT, TDRは入手できた量が限られていることから今後永続的にワーキングスタンダードとしては使えず、これまでの照射回数もFCTに比べて少ない。このように今回得られたゼータ値はFCTに重みのかかったゼータ値であり、今後もそうならざるを得ない。

ゼータ法は年代標準試料との相対測定であることから、システム較正を確立した（各自のゼータ値を決めた）後も、測定がコンスタントに行われているかワーキングスタンダードをルーチ的に用いてチェックする必要がある。我々はFCTや大阪層群のピンク火山灰（約1 Ma）をワーキングスタンダードとしているが、年代的により広くかつより細かくカバーできるようなワーキングスタンダードを早期に整備していくことが必要である。

#### (6) 若い試料への適用

3つの年代標準試料（ジルコン）のもつ自発トラック密度は外部面でおよそ $0.5 \sim 5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ の範囲にある（図2）。この範囲内では外部ディテクター法のゼータ値は一致しており、ED1, ED2ではそれぞれ1つのゼータ値で較正できる。しかし、外部面での自発トラック密度 $\rho_s$ が $5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ より小さい試料になると $\alpha$ -damageの蓄積が少なく、自発トラックのエッチングの異方性が顕著になる。この要素がゼータ値に最も影響を与え、ゼータ値を大きくする方に寄与すると考えられる。より若い試料あるいは $\rho_s < 5 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ の試料に対して果して同一のゼータ値を用いて較正できるのか、あるいはどの範囲までなら可能なのかは興味深い問題である。

また、若い試料の場合Re-etch法は有効な手法であるが、勧告に従った”2試料以上年代標準試料を用いてゼータ値を決める”という条件がクリアできず、現時点ではRe-etch法のゼータ値は決まらない。即ち厳密に言えば、Re-etch法によるFT年代測定が行えないということになる。これらのためにも、不足しているより若い年代標準試料を確立する必要がある。

以上、ゼータ値の手法・原子炉間の比較およびゼータ法にまつわる問題点を述べてきたが、これらの問題を一つ一つ解決し、FT法の発展に努力していきたい。

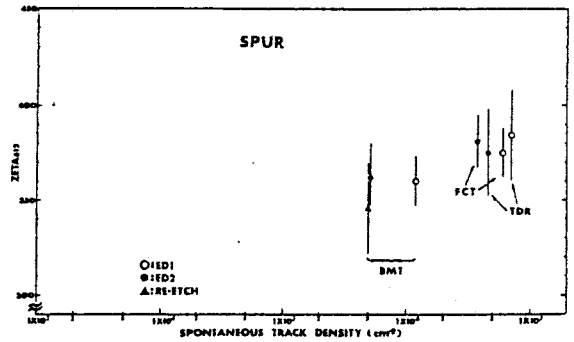
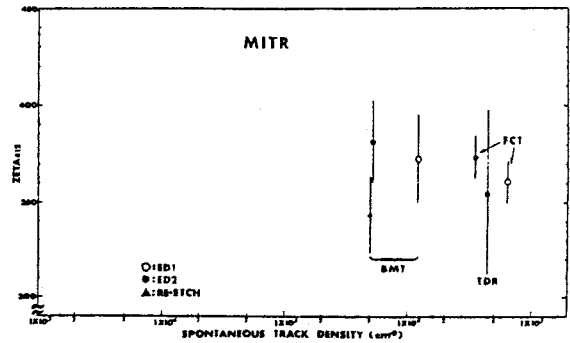
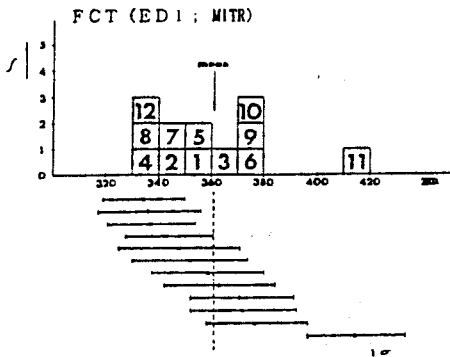
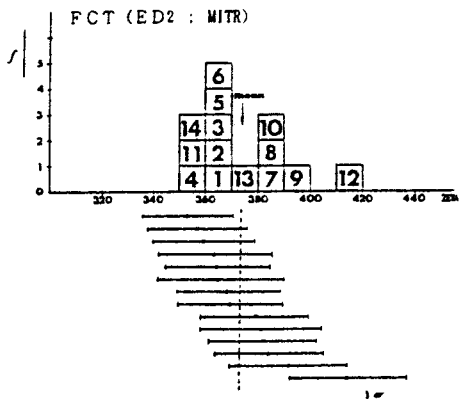


図1. Pish Canyon Tuff(PCT)の武蔵工大炉(MITR)を利用して得られたED2, ED1のゼータ値ヒストグラム。縦軸が頻度、横軸がゼータ値、四角の中の数字は測定順番を示す。1つのゼータ値分析にはジルコン粒子30粒測定した。ヒストグラムの下には各ゼータを1σの誤差をつけて示した。

図2. ゼータ値測定結果。縦軸はゼータ値、横軸は試料の自発トラック密度を示す。

Reactor	Sample Method	BMT	FCT	TDR	TOTAL
	MITR	ED 2	382 ± 21 (6)	374 ± 11 (14)	355 ± 43 (1)
ED 1		373 ± 23 (3)	361 ± 11 (12)	—	363 ± 10
Re-etch		344 ± 20 (6)	—	—	344 ± 20
SPUR	ED 2	362 ± 18 (7)	381 ± 14 (9)	375 ± 23 (4)	375 ± 10
	ED 1	360 ± 13 (7)	375 ± 13 (7)	384 ± 24 (3)	370 ± 9
	Re-etch	346 ± 24 (6)	—	—	346 ± 24

表1. ゼータ値測定結果(1990年12月時点)。ゼータ値(平均値)と2σの誤差、カッコの中は測定回数を示す。