

ICP-MSによるZirconのウラン濃度の測定 —Grain by GrainでのFT法との比較—

吉岡 哲*・木村 純一**・大平 寛人**・岩野 英樹*・檀原 徹*

Grain-by-grain measurement and comparison of uranium content in zircon using ICP-MS and FT methods

Tetsu Yoshioka*, Jun-Ichi Kimura**, Hiroto Ohira**, Hideki Iwano*, Tohru Danhara*

はじめに

Fission-Track (FT)年代測定法は、ウラン(U)濃度を親核種、自発 FT を娘核種とする放射年代測定法である。その親核種となる U 濃度の測定は、測定面にディテクターを密着させて原子炉で熱中性子を照射し、ディテクター上の誘導 FT 密度を測定する方法がとられている。これは自発 FT と誘導 FT を同一基準で測定できるという優れた方法である。しかし FT 計数を顕微鏡下で人間が行うため、FT 年代値の精度を向上させるのは困難である。また原子炉照射を行うため、迅速な測定を求めることも不可能である。

この現状を打破するため、筆者らは次世代型 FT 年代測定の構想を提案した(檀原ほか, 2000)。その一環として今回、機器分析での U 濃度測定の実験を行った。U 濃度測定用の分析機器には、局所領域で感度の高い微量元素分析ができ、SIMS に比べてコスト的に有利な、エキシマレーザーアブレーション型 ICP-MS (ExLA-ICP MS) を選択した。

実験

実験には島根大学の ExLA-ICPMS (Kimura et al., 2000) を使用した。レーザー径は 30 μ m、周波数 2Hz に設定した。標準ガラス NIST SRM-612 をスタンダードとして Si, Zr, Hf, Th, U を測定した。ここでは U についてののみ検討する。

使用したジルコン結晶は、年代標準試料である Fish Canyon Tuff Zircon (FC3ZR) と、ピンク火山灰

から得られたジルコン(OGPK)である。FC3ZR は 80 粒子(30+50 粒子)、OGPK は 50 粒子測定に供した。

実験は以下の手順で行った。

- ① ジルコン結晶をテフロンシートに埋め込む。
- ② シートを研磨し、ジルコン内部面を露出させる。
- ③ マイカディテクターと共に原子炉で熱中性子照射し、1 粒子ごとに FT 法による U 濃度 (U_{FT}) を算出する。U 濃度の算出式は岩野ほか (2000) の式(15)を用いた。
- ④ FT 法で測定した同一結晶について、ExLA-ICPMS で U 濃度を測定する (U_{ICP})。FT 法での測定エリアにできる限り近い範囲(クレーター 1~3 個)を深さ約 6 μ m (FT 半長分)まで測定した。

結果・考察

実験によって得られた U_{ICP} を U_{FT} と比較して、図 1 にまとめた。この図から、 U_{FT} と U_{ICP} には高い相関性があることが認められる。

厳密に言えば、 U_{FT} は FT 年代が 0 の時点での U 濃度であり、 U_{ICP} は現時点での U 濃度であるが、U の減少は 30Ma でも 0.5%以内であるので無視できる。

粒子毎の傾向を見るため、 U_{ICP} と U_{FT} の差を U 濃度・測定面積で規格化して図 2 に示す。横軸は測定した順である。

* (株) 京都フィッション・トラック Kyoto Fission-Track Co., Ltd.

** 島根大学総合理工学部 Department of Geoscience, Shimane University

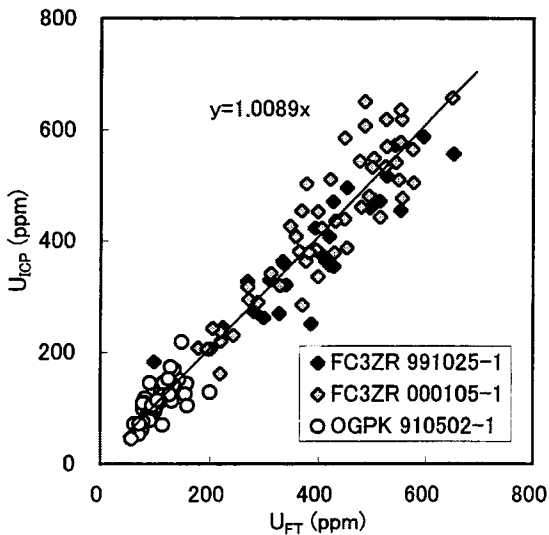


図1. FT法およびICPMSで算出したウラン濃度。横軸にFT法によるU濃度、縦軸にICPMSによるU濃度を表示している。近似線は原点を通る直線である。

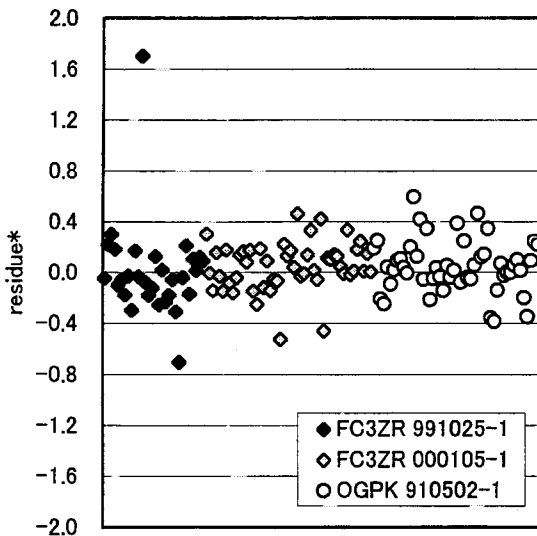


図2. 各粒子のFT法によるU濃度とICPMSによるU濃度の差を規格化したもの。

$$\text{residue}^* = (U_{\text{ICP}} - U_{\text{FT}}) \div U_{\text{FT}} \times (\text{クレーター数})$$

概ね U_{ICP} と U_{FT} はよくあっているように見えるが、極端に傾向から外れた1粒子が存在する。この粒子の結晶写真を図3に示す。写真を見てわかるように、結晶中央部に大きなインクルージョンの影が確認で

きる。またこの粒子は U_{FT} が約 100 ppm しかなく、他の FC3ZR 粒子に比べると異常な粒子である。このようなインクルージョンのある試料は U 濃度測定に使用するべきではない。

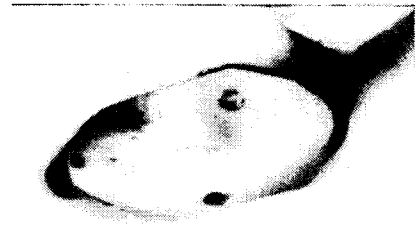


図3. 図2中で極端に差が大きな粒子の結晶写真。中央部にインクルージョンの影が見える。

ICPMSで測定されたU濃度を使ってFT年代値を計算することができ、その結果を表1に示す。ICPMSを使ったFT年代値はまだ誤差を付けることが出来ていないが、Zeta法で計算したFT年代値から 2σ 以内に収まる年代値が算出されている。このことから数十粒程度のFT年代値を算出するには、ICPMSは十分な性能を発揮していると言える。

表1. ICPMS, FT法で測定したU濃度でそれぞれ計算したFC3ZRのFT年代値。ICPMSで測定したU濃度からの年代値計算は岩野ほか(2000)の式(17)を用いた。

	ICPMS	FT (Zeta)	FT (絶対校正)
991025-1	28.0Ma	27.6Ma	27.2Ma
910502-1	28.3Ma	27.7Ma	27.3Ma

文献

- 檀原 徹・岩野 英樹・吉岡 哲・山下 透, 2000, FT ニュースレター, 13, 33-35.
 岩野 英樹・吉岡 哲・檀原 徹, 2000, FT ニュースレター, 13, 1-10.
 Kimura, J., Danhara, T. and Iwano, H., 2000, Fission Track News Letter, 13, 11-20.