

[2024202004]

## 第四紀堆積物の ESR 年代測定法の確立 (2) ESR Dating of Quaternary Sediments (2)

豊田新<sup>#A)</sup>, 小畑直也<sup>B)</sup>  
Shin Toyoda<sup>#A)</sup>, Naoya Obata<sup>B)</sup>

<sup>A)</sup> Institute of Paleontology and Geochronology, Okayama University of Science

<sup>B)</sup> Graduate School of Science, Okayama University of Science

### Abstract

ESR dating is based on the principle that the signal is erased by the events to be dated and the signal is accumulated with time as natural radiation creates the unpaired electrons. It was found in the present study the signal associated with Ti in quartz increases on heating. It means that the thermal activation process in the geological time scale just increases the signal. The characteristics of this increase was investigated in the present study and found that the effect can be corrected or be neglected when introducing preheating in the dating protocol.

**Keyword:** electron spin resonance dating, quartz, optical bleaching, thermal stability

### 1. はじめに

電子スピン共鳴 (ESR) 年代測定は、第四紀の試料に適用できる手法として期待されており、石英はこの年代測定に有用な鉱物であることが知られている。ESR は物質中の不対電子を検出する物理的な手法であり、自然放射線によって鉱物中に不対電子が生成し、年代と共に蓄積する性質を利用することで、年代測定を行うことができる。

鉱物中で不対電子は、格子欠陥や不純物に関連した安定な常磁性格子欠陥 (ESR 信号) を生成する。石英の場合、不純物として存在する Al に電気的なホールが捕らえられた Al 中心,  $[AlO_4]^0$ , Ti に電子がとらえられた Ti 中心,  $[TiO_4/M^+]^0$  (M=H, Li, Na) が年代測定に使用できる常磁性格子欠陥として知られている。以下では,  $[TiO_4/Li^+]^0$  を Ti-Li 中心,  $[TiO_4/H^+]^0$  を Ti-H 中心と呼ぶ。これらの ESR 信号は、自然の石英中で、自然放射線によって生成するが、熱活性化過程によって消滅し、もとの対電子の状態に戻る。環境の温度で、年代測定に用いる常磁性格子欠陥が安定に存在できる期間が求めることができる年代の上限となるため、ESR 信号の熱安定性を評価することは重要である。このために、実験室で加熱実験を行い、それぞれの加熱温度における熱安定性を評価し、熱活性化過程を仮定したアレニウスプロットを用いて、環境温度での熱安定性の評価が行われてきている。

このように、ESR 年代測定では、放射線によって常磁性格子欠陥が生成する一方で、加熱によってこれらの欠陥は消滅する、すなわち照射と加熱では逆の過程が起きると考えられてきた。しかし、今回、熱安定性を調べる実験の過程で、加熱によって増大する信号が見いだされた。この増大の起きる条件、また年代測定への影響について評価を行ったので報告する。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 試料

鹿児島市内で採取した始良岩戸テフラ (A-Iw)、及

び、オーストラリア、ブリスベン市内のブリスベン川から採取された現河床堆積物 (BRS) から抽出した石英を用いた。

#### 2.2 照射と加熱 (実験 1)

通常の ESR 年代測定では、natural の試料にガンマ線を照射して信号の増大を観測する (付加線量法)。テフラから抽出した石英試料 (A-Iw) について、400°C で 1 時間加熱したものと加熱しないものを準備した。これらに対して、量子科学技術研究開発機構高崎量子技術基盤研究所コバルト 60 ガンマ線照射施設にて 1100Gy までの範囲で 8 段階のガンマ線照射を行った。ESR 測定を行い、Al 中心と Ti-Li 中心の信号強度の増大を調べた。次に、これらの試料を 180, 240, 260, 300, 340°C で加熱し、加熱による信号の線量応答の変化を調べた。

#### 2.3 照射と加熱 (実験 2)

河川堆積物から抽出した石英試料 (BRS) に、ガンマ線を 1 及び 5 kGy 照射した。照射なしを含めて、これらの試料に、ハロゲンランプを使用した人工太陽照明灯 SOLAX-500W を用いた光照射を 800 時間行った。その後、100°C から 340°C の範囲で段階加熱を行い、ESR 信号を観測した。

#### 2.4 ESR 測定

ESR 測定は、岡山理科大学総合機器センターの ESR 測定装置 JES-PX2300 に、ESR 用温度可変装置 CT-470 を取り付けて 81K で行った。ESR 測定条件は、マイクロ波出力 5mW、磁場変調 100kHz、磁場変調幅 0.1 mT、磁場掃引幅 10mT、時定数 0.03s とした。信号強度によって信号の拡大率を調節し、信号の定量に適切な S/N が得られるよう、信号の加算回数を調節した。また、粉末試料を用いたが、信号の方向依存性が観測されたため、試料を空洞共振器中で回転させ、6 回の平均のピーク高さを信号強度とした。

