断層岩のESR年代測定
－最新活動年代の検討と年間線量率決定のための工夫－

郷津 知太郎[1)]

要旨　断層岩のESR年代と年間線量率との相関を検討することで，断層活動によるESR信号のリセットが不完全な場合でも，最新活動時期が推定できる可能性を示した．そのためには一連の断層帯から複数試料の採集とそのESR年代を測定すること，活動時期と年間線量率がESR年代測定に適すること，各試料の年間線量率にある程度のばらつきを持つことが必要である．一方，年間線量率を計算するためのU，Thの迅速な定量については先行研究を例に取り，Ge半導体検出器ではなくICP質量分析法で測定することを推奨した．難溶性成分が含まれている試料でも前処理の酸溶解を工夫することで，ICP質量分析法によるU，Thの精度の良い定量は可能である．またICP質量分析法を用いることで，ESR年代測定に限らず，ルミネッセンス系の年代測定においても年間線量率のための分析時間を大幅に短縮することが可能である．

キーワード：ESR年代，断層岩，年間線量率，リセット，ICP質量分析法

1. はじめに

活断層の可能性がある断層について，その活動時期，特に最新活動時期を明らかにすることは，変動史の研究のみならず防災上も重要である．これまで断層活動時期を地球年代学的に明らかにする試みは様々な手法を用いて行われてきた（例えば，高橋，2006）．

蒜山地質年代学研究所（以下，当所とする）では主にK-Ar年代測定法とESR年代測定法を用いて断層活動時期の推定を行ってきた．このうちESR年代測定法は，測定の対象鉱物が地表付近に遍在する石英であること，数万年から数百万年の年代測定が可能であること，断層活動時の熱および応力によって信号がリセットすると考えられることから，断層活動時期を直接決定するための手法として期待され，多くの分析が行われてきた（例えば，幡谷ほか，1992；水垣，2008）．その結果，事例によっては一定の成果が得られているものの，いくつかの問題点も指摘されてきた（例えば，幡谷ほか，1992；福地，2003；水垣，2008）．特に，断層活動によるESR信号のリセットの要件はESR年代測定による断層活動年代の測定が必ずしも容易でないことを示唆している．例えば深度300～400m程度で変位速度を50cm/s～100cm/sと想定した場合，ESR信号が完全にリセットするのは断層面から2mm離れたところまでの領域であるとされている（福地，2003）．

本稿では，ESR信号のリセットが十分ではない断層

Engineering Geology of Japan, No. 3, 27-30（2013）

ESR dating of the fault rocks: an estimation of the time of the most recent fault activity and an attempt to determination of annual dose.

Chitaro Gouzu[1)]

gouzu@geohiruzen.co.jp
[1)] Hiruzen Institute for Geology and Chronology, Co., Ltd.,
2-5 Nakashima, Naka-ku, Okayama 703-8252, Japan

[1)] 株式会社蒜山地質年代学研究所
〒703-8252　岡山県岡山市中区中島2番地5

2013年7月30日受付，2013年9月2日受理．© 2013 Hiruzen Institute for Geology and Chronology. All rights reserved.

岩の ESR 年代測定において，その最新活動年代について検討可能な評価方法を紹介する．また，年間線量率を計算するためのウラン（U），トリウム（Th）を定量する際に ICP 質量分析法を用いる方法を紹介する．紹介する内容は他の研究者により既に論文として報告されたものであるが，分析時間が大幅に短縮できること，また一般的なゲルマニウム（Ge）検出器を用いた分析よりも微少量での分析が可能であることの周知を目的に紹介する．なお，カリウム（K）については原子吸光法で精度良く分析する事が可能であるため，ICP 質量分析で定量する必要はないと考えている（以下でも触れる様にキャリアガスの Ar が同重体として存在する場合があるため，ICP 質量分析による K の定量は必ずしも確度が良くない）．

2. ばらついた年代測定結果から推定される最新断層活動年代

断層ガウジから抽出した石英粒子の ESR 年代測定について，ESR 信号のリセットが不十分な場合でも最新活動時期の推定の可能性がある 1 つの例を紹介する．

2. 1. 断層ガウジの ESR 年代測定

試料はある一つの断層帯から採集した一連の断層ガウジが対象であった．一連とは主断層および派生した断層から年代測定用試料を採集することを指す．試料数は 10 試料以上であり，1 つの断層調査における ESR 年代測定としては比較的多いものであった．各試料から粒度を変えた 5 つのフラクションを用意し，各フラクションから石英を抽出したのち，各石英について E_1' 中心および Al 中心を用いて ESR 測定を実施した．また試料とした断層ガウジおよびそれに接した母岩をそれぞれ同程度含む試料を年間線量率測定用試料とし，年間線量率を求めて，ESR 年代の計算を行った．

ESR 年代測定の結果，E_1' 中心による年代には，より細粒の粒子がより若い年代を示す傾向がしばしば認められた（図 1）が，粒径が細粒になっても安定した ESR 年代を示さないことや，一つの試料中においていくつかのフラクションで一定の年代を示した場合でも，異なる試料間ではその一定の年代が異なる場合が認められた．Al 中心による年代は総被曝線量の見積りにばらつきが大きかったため，ここでは扱わない．以降の議論は E_1' 中心による年代のみに基づくものである．

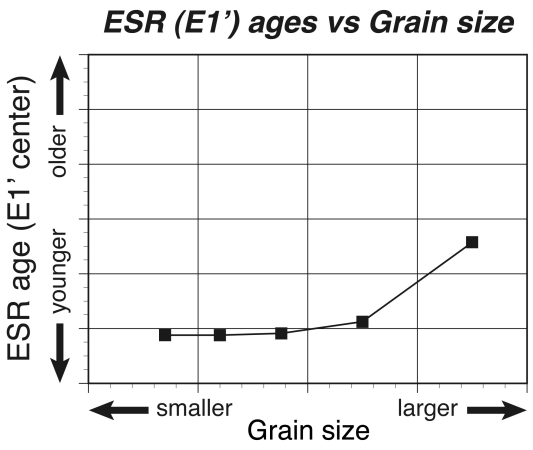

図 1　ESR 年代（E_1' 中心）と試料粒子（石英）の粒径との関係．縦軸に E_1' 中心を用いた ESR 年代，横軸に試料粒子（石英）の粒径をとり，具体的な ESR 年代値，粒径およびその誤差の表記は省略した．

2. 2. 年間線量率と ESR 年代との相関性

上記の測定は，信号強度の飽和曲線（または直線）が適切であれば，断層活動時の熱の影響を受けやすいと考えられる，より細粒の粒子がより若い年代を示し，粒径が変化しても一定の年代値を示した場合には，その一定の年代値は断層活動によりリセットされた年代の可能性があると判定できる（例えば，Lee and Schwarcz, 1994）との考えに基づいて実施した．しか

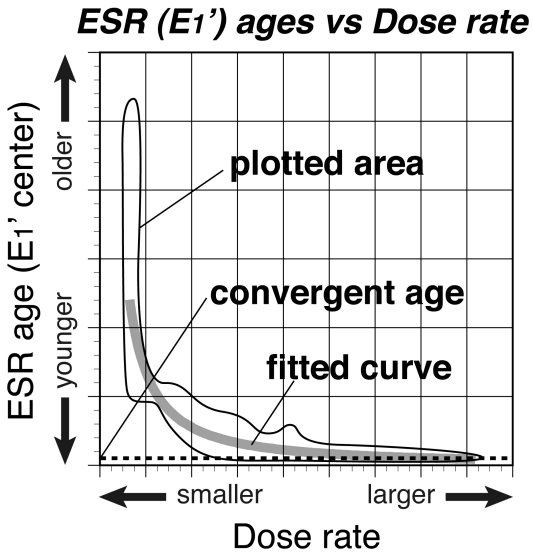

図 2　ESR 年代（E_1' 中心）と年間線量率（Dose rate）との関係．縦軸に E_1' 中心を用いた ESR 年代，横軸に年間線量率をとり，具体的な数値は省略した．一連の断層帯から採集した複数の試料（それぞれ 5 フラクションに分けられている）の全分析結果がプロットされた領域を「plotted area」として示した．併せて各プロットから得られた回帰曲線（fitted curve）および年間線量率の相対的に高い部分で収束した年代値（convergent age）を示した．

し測定結果は理想的な特徴を明瞭には示さず，全体としてややばらついた年代を示した．そこで全試料に共通する特徴の検討を行った．

その結果，横軸に年間線量率，縦軸にESR年代値をとり，一連の試料の測定値を全て（一連の断層帯に関する測定値について試料，粒径を問わず）プロットすることで，図2の様な傾向が認められた．すなわち年間線量率が低い試料は相対的に古い年代値を示し，かつその値がばらつき，年間線量率が高くなるにつれて一連の分析で得られた最も若い年代値に収束する傾向が認められた．年間線量率が低い試料において年代値が相対的に古く，かつばらつくことは，ESR信号のリセットが不十分であることを示唆している．また年間線量率が高くなるにつれて，一連の分析で最も若い年代値に収束することは，年間線量率が高くなるにつれて残存ESR信号の影響が小さくなり，年代値は最新活動時期を反映するようになると考えられる．以上は一連の断層帯から採集した試料であれば，試料間で異なる年代値が得られた場合でも，分析結果全体から1つの最新活動時期の推定が可能となることを示唆している．

ただし，この傾向を示すためには前提としてある程度の試料数の処理と，それらの試料間において年間線量率にばらつきがあることが必要である．本例の場合，試料間の年間線量率の最小値と最大値とで，その差はおよそ4～5倍程度の開きがあった．また年間線量率の値が求める年代値に対応している必要があることは通常のESR年代測定と同様である．すなわち試料が比較的新しいものであれば，年間線量率は相対的にある程度高い必要があり（逆も同様），かつ飽和曲線が飽和しない程度の年間線量率である必要がある．断層の最新活動時期，および年間線量率の値によっては，年間線量率とESR年代の相関性の検討は困難になる．

3. ICP質量分析法を用いたU，Thの定量

ESR年代測定や他のルミネッセンス系の年代測定において，年間線量率を決定するためのU，Thの分析はGe半導体検出器を用いて行われ，現在では最も主流の方法と言える．一方で，Ge半導体検出器を用いた岩石試料中のUやThの定量の際には1試料の分析に際し2週間～1ヶ月程度の期間を要し，その間は装置が当該試料の分析で占有されるため，大量の年代測定を行う際には時間的な制約になる．また通常30g程度を粉末化して用いている試料量も問題になることがある．代表的な年間線量率を得る意味では，ある程度の量の試料を粉末化，平均化し測定を行うことは必要であるが，試料が例えばボーリングコア試料や希少な試料である場合には，必ずしも十分な試料量が得られないことがある．

3. 1. ICP質量分析の特徴と前処理の問題

地球化学分野においては，全岩化学組成分析の際にICP質量分析法によるU，Th（および他の微量元素）の定量分析は広く行われている（例えば，平田ほか，2004）．従来の蛍光X線分析と比較して低濃度の元素の分析を精度良く，比較的短時間で分析が可能である．例えば試料溶液の作製も含めて分析そのものにかかる時間は1試料当たり1週間程度であり，しかも同時に複数試料の処理が可能である．試料量も乾燥重量で1g程度あれば再現性の確認のための複数回の分析にも対応が可能であり，残りの試料を別の分析等に転用することができる．ただし，一般的な酸溶解法（硝酸とフッ化水素酸を用いて試料を溶解する方法）では，耐酸性が高く，かつUやThなどを主に含有するジルコンなどを溶かしにくいため，これを多く含む試料の分析に一般的な酸溶解法を用いることは難しい（例えば，中野ほか，2012）．アルカリ溶融法は試料を完全に分解させることは容易であるが，ルツボを用いて試料を溶剤とともに高温に加熱してガラスビードを作製する必要があり，前処理過程が煩雑になる．当所では年間線量率のためにU，ThをICP質量分析法で定量する必要がある際には，一般的な酸溶解法を用いるが，標準試料の分析とともに，分解時間の異なる試料溶液を作製し，それらが一定の値を示すことを確認してから計算に用いる等の工夫をしている．

近年では前処理の手間を鑑み，レーザー溶出型ICP質量分析装置を用いて，蛍光X線分析用に作製した低希釈率のガラスビードの分析も行われている（例えば，中野ほか，2012）．この方法はガラスビードが存在することが前提であり，年間線量率の検討のみを目的としている場合には導入しにくい．住田ほか（2007）では年間線量率を測定することを目的に，圧縮ペレットを用いたレーザー溶出によるICP質量分析を行い，U，Thの定量が可能であることを示している．

3. 2. 酸溶解法の改善

レーザーを使用しないICP質量分析法による年間線量率の検討についても，酸溶解を工夫することがPreusser and Kasper（2001）およびBailey *et al.*（2003）で試みられている．

Preusser and Kasper（2001）の方法は試料の酸溶解において，硝酸とフッ化水素酸との混酸の代わりに

過塩素酸とフッ化水素酸の混酸を用いることが特徴である．試料としては様々な成因からなる堆積物（例えば風成，レス，砂丘，河成，土壌）や玄武岩などを測定している．ICP質量分析の結果とGe半導体検出器を用いた分析結果の比較がされており，U，Thについてはよく一致した結果が得られることが示されている．Kも同様に測定されているが，ICP質量分析ではGe半導体検出器の値と比べてしばしばやや高めの値が得られている．これは分析の際にキャリアガスとして用いられるArが同重体として検出されるためであると説明されている．

Bailey *et al.*（2003）の方法はフッ化水素酸および硝酸で試料を溶解させた後，硝酸アルミニウムの九水和物を用いることが特徴である．試料の溶解に有効な過塩素酸を使わない理由は，その爆発性および対応したドラフトが特殊であることを挙げている．硝酸アルミニウムを用いるのは，一般的に用いられるフッ化水素酸と硝酸による分解では難溶のフッ化物が生じ，測定値が小さく見積もられるという考えに基づくものである．試料溶液中にアルミニウムイオンが存在することで難溶性のフッ化物を溶かすことができ，測定値が理想的なものになるとされている．実際に，日本の地球化学的標準試料であるJB1（玄武岩）が測定されており，U，ThおよびKは推奨値と誤差の範囲で一致する結果が得られている．ただし，一般的な酸分解の問題が，上記の通りジルコンなどの難溶性の鉱物の存在であると考えた時に，これらの鉱物に硝酸アルミニウムが有効であるかは不明である．検証のために分析されている試料は玄武岩であり，ジルコンの含有量は少ないと考えられるため，花崗岩あるいは珪長質の片麻岩等を試料とした検証が必要であると思われる．

現時点ではPreusser and Kasper（2001）の方法を踏襲し，ICP質量分析を用いたU，Thの定量（および原子吸光法によるKの定量）を用いることで，精度の良い年間線量率の計算が可能になると考えられる．

4. おわりに

ESR年代測定は断層の最終活動年代を測定する手法として広く実施された後，近年では適用例が大きく減ってきた様である（例えば，水垣，2008）．しかし断層活動時の熱および応力によってリセットするという特徴から，直接的に活動時期を検討できる可能性があることには変わりはなく，引き続き研究が続けられることを期待したい．今回紹介したESR年代と年間線量率の相関性についても，追試の上，理論的な背景が整理されれば，測定の手間はかかるものの断層の最新活動時期に関する情報を得るための有力な手段となりうる．そこで求められる大量の試料を分析する際には本稿で紹介したICP質量分析法（および原子吸光法）による年間線量率の決定は測定の迅速化に大きく貢献するはずである．

謝辞

当所の八木公史博士および藤原誠氏には本稿を査読して頂きました．岡山理科大学の豊田新教授および当所の竹下浩征博士には本稿の改善に有益なご意見を頂きました．以上の方々に謝意を表します．

引用文献

Bailey, R. M., Stokes, S. and Bray, H. (2003) Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) for dose rate determination: some guidelines for sample preparation and analysis. *Ancient TL*, **21**, 11-15.

福地龍郎（2003）ESR法による断層活動年代測定－その原理と実践－．深田研ライブラリー No. 63，財団法人深田地質研究所，45p

幡谷竜太・伊藤久敏・田中和広・井上大榮（1992）断層採集活動年代の測定法とその適用性に関する文献調査，電力中央研究所・調査報告：U92010，財団法人電力中央研究所，48p

平田岳史・浅田陽一・Apinya Tunheng・大野剛・飯塚毅・早野由美子・谷水雅治・折橋裕二（2004）レーザーアブレーション－誘導結合プラズマ質量分析法による地球化学試料の微量元素分析．分析化学，**53**，491-501.

Lee, H. K. and Schwarcz, H. P. (1994) Criteria for complete zeroing of ESR signals during faulting of the San Gabriel fault zone, southern California. *Tectonophysics*, **235**, 317-337.

水垣桂子（2008）電子スピン共鳴法による熱・熱水の影響評価．地質調査研究報告，**59**，109-116.

中野伸彦・小山内康人・足立達朗・米村和紘・吉本紋・Nugroho SETIAWAN（2012）蛍光X線分析装置・レーザー溶出型誘導結合プラズマ質量分析計を用いた低希釈率ガラスビードの主成分・微量・希土類元素の迅速定量分析．比較社会文化，**18**，81-94.

Preusser, F. and Kasper, H. U. (2001) Comparison of dose rate determination using high-resolution gamma spectrometry and inductively coupled plasma - mass spectrometry. *Ancient TL*, **19**, 19-23.

住田亮輔・長谷部徳子・山本正儀・荒井章司（2007）湖沼堆積物のルミネッセンス年代測定；化学分析と年間線量評価．フィッション・トラック　ニュースレター，**20**，54-56.

高橋晋（2006）地下深部断層の活動性評価手法に関する検討．平成18年度東電設計株式会社技術報告会発表内容要旨，48-53.