

年代夏の学校における試料前処理に関するアンケートのまとめ

*長谷部徳子

1. はじめに

試料の前処理方法は、年代測定において重要な問題なのですが、それに関する情報や意見を交換する場は、あまり多くはありません。1997年8月に滋賀県今津町で開かれた第22回フィッション・トラック研究会は「年代夏の学校」と共催という形で行われました。常日頃、主にジルコンやアパタイトなどの分離を主に行っているフィッション・トラック研究会の会員としましては、いろいろな鉱物種についての前処理を行っている方たちとの間で、相互に情報を交換する絶好の機会です。

そこで、講演会の途中で参加者の皆さんに「年代測定に供する試料の前処理に関するアンケート」への回答をお願いいたしました。協力してくれた機関は以下のとおりで、回答者は15名でした。アンケートにおける質問の設定が充分練れておらず、どの程度の内容を記載するかについて各機関により、ばらつきがありました。以下のように取りまとめました。みなさまの実験上での参考やヒントになれば幸いです。

-アンケートに御回答いただいた機関-

山形大学・筑波大学・地質調査所・東京大学地震研究所・金沢大学・愛知教育大学・京都大学・(株)京都フィッション・トラック・岡山理科大学・広島大学・九州大学工学部

2. アンケート内容について

次ページのようなアンケートを配布しました。

3. アンケート回答：全岩試料の前処理について (全般)

アンケートには全岩試料の処理過程を3つ(洗浄・粉碎・篩掛け)あげてありましたが、ほとんどの機関では、それ以外に斑晶を取り除くための磁性分離を行っています。場合によっては斜長石斑晶を重液分離で取り除く実験室もありました。磁性分離はフランツタイプの磁性分離器を利用しているところがほとんどでした。今回のアンケートではどのような設定(縦傾斜/横傾斜角度・電流強度)で、それぞれ行っているかまでは設問されていませんでしたので、それらについては不明ですが、試料条件に合わせて設定条件を随時変更されているところが多いのだと思われます。

また、変質部分の除去のために10%HFで処理するとの回答もありました。

実際的には試料状態(新鮮か否か/斑晶の多少/予想年代の大小)によって臨機応変に対処されているところが多いのだと思われます。

(洗浄)

洗浄は粉碎のあとにのみ行っているところ、粉碎の前に行っているところと実験室により2通りありました。粉碎前の洗浄は水道水で超音波洗浄を行っているところが多く、脱イオン水やアセトンを用いているところもありました。その後の乾燥の際の温度は50度から70度程度とのことでした。粉碎前の洗浄を行わない実験室では粗割りの際の風化部分の除去を丹念に行う旨の但し書きがついている回答がありました。

粉碎後の洗浄はふるいがけの後に行う実験室がほとんどでした。その際は脱イオン水、蒸留水等による超音波洗浄を行うところがほとんどでしたが、アセトンを用いているという回答もありました。超音波洗浄は洗浄中に10回程度水を換えるところ、4~5回変えるところいろいろでした。洗浄にかかる時間についてはあまり記載がなく、ひとつの例は15分程度としてありました。その後の乾燥の際の温度は50度から110度までバラエティがありました。

特異な例として海底岩石試料の際、脱塩を行うとの回答があり、以下のような詳しい手順が紹介されていました。

- 1) ビーカーに脱イオン水と試料を入れる。
- 2) 水を換えながら数十分間、超音波洗浄する。
- 3) 水を換えた後、定温乾燥機に入れ約70度に保つ。
- 4) 毎日本水を換えながら硝酸銀溶液を用いて塩分の抜け具合を見る。
- 5) 5日程度たつと硝酸銀溶液を上澄み液に垂らしても白濁しなくなるのでこれで脱塩完了とする。
- 6) 再度超音波洗浄した後、乾燥させる。

(粉碎)

ほとんどの機関は乳鉢を用いて人力で行っているようです。乳鉢の素材はステンレスが多く、銅・タンガロン・軟鉄製のものを利用している機関もありました。またカリウムの定量を蛍光光度計を用いて測定する場合には、調整後に分取した試料を改めてメノウ乳鉢ですりつぶす機関も多いようです。粉碎に供する試料の大きさは1~2cm, 2~3cm, 程度という回答が一般的でした。乳鉢の洗浄は水道水、もしくは純水を用い、次にアルコールでよくふき取ることによる乾燥という手順で行うのが、一般的なようです。機関によっては岩石を潰すことによる共洗いを励行しているところもあります。乳鉢以外ではダブルローラークラッシャー(地調)、パルパライザー(回転粉碎機:岡山理大)の利用の報告がありました。

全岩試料の前処理について

(1) 全岩試料を用いた年代測定をする場合、一般に洗浄・粉碎・ふるいがけの3行程をおこないますが、それ以外に特におこなっていること(例:酸処理など)がありましたらお書き下さい。

(2) 洗浄はどのようにおこないますか?(例:2cm角に荒割りしたあと、特級アセトンで超音波洗浄し、50度のオーブンで半日乾燥。)

(3) 粉碎はどのようにおこないますか?(例:純水中で超音波洗浄した後水分をよくふき取ったためのう乳鉢で、人力で粉碎する。)

(4) ふるいがけはどのようにおこないますか?どのサイズを用いますか?(例1:枠とメッシュ部分の間に目張りを加えたステンレスふるいを用い、60#から80#を用いる。例2:コンタミを避けるため使い捨ての布製メッシュを用い、80#から100#を用いる。)

(5) 質問(1)で答えた手順について詳しい作業内容をご紹介下さい。

鉱物分離について

(1) 各鉱物毎に分離したあと、様々な処理をする場合についてお尋ねします。あなたが分離したことのある鉱物は何ですか?

以下の質問にはそれぞれターゲットとする鉱物がわかるように記載をお願いします。

鉱物分離は主として粉碎、篩掛け、重液分離、磁性分離、鉱物の形状を利用した分離(例:タッピング)、酸処理、手選からなると考えられます。

(2) これ以外にあなたがおこなう分離過程がありますか(例:洗浄)?

(3) この中で使わない分離過程がありますか?

(4) ターゲットとする鉱物毎にどの順番でおこなうか、順番に並べてお答え下さい。

(5) 粉碎はどのようにおこないますか?(例:純水中で超音波洗浄した後水分をよくふき取ったためのう乳鉢で、人力で粉碎する。)

(6) ふるいがけはどのようにおこないますか?どのサイズを用いますか?(例1:枠とメッシュ部分の間に目張りを加えたステンレスふるいを用い、60#から80#を用いる。例2:コンタミを避けるため使い捨ての布製メッシュを用い、80#から100#を用いる。)

(7) 重液は何をつかっていますか?また分離はどのようにおこないますか?(例:SPTを使い、分液漏斗を用いて分離する。)

(8) 磁性分離はどのようにおこないますか?(例:強磁石で磁鉄鉱などの強磁性鉱物を取り除き、フランツの磁性分離器を手前に〇度、左右に〇度傾けた状態で利用する。)

(9) 鉱物の形状を利用した分離はどのようにおこないますか(例:1500番の紙ヤスリに試料をばらまいた後、45度程度に傾ける。板状鉱物がヤスリ上に残される。)

(10) 酸処理はどのようにおこないますか(例:フッ酸を用い、石英・長石などをとかし、溶けにくい重鉱物を濃集する。この際ピーカーはプラスチック性のものを用い、フタをした上で約24時間、ドラフト内で常温で放置する。)

(11) 手選はどのようにおこないますか(例:ガラス板に試料をばらまき、30倍の実体鏡のもとで面相筆を使用しておこなう。面相筆はときどきアルコールで湿らせて用いる。)

(12) 質問(2)で答えた手順について詳しい方法を教えて下さい。

ご協力ありがとうございました。

(篩掛け)

篩は目張りしたステンレス製・真鍮製のものを使っている機関と使い捨ての篩を使っている機関がほぼ同じ割合でした。開口サイズによって併用している場合もあると思われれます。測定に使っているフラクションは25#~50#、30#~60#、60#~100#、といろいろでした。また試料状況によって、測定試料の粒度を変えている機関もありました。何故、そのサイズのフラクションを用いるかという理由については設問がありませんでしたが、各々理由があって、そのサイズを選ばれているはずで

4. アンケート回答: 鉱物分離について (全般)

アンケート全回答者の分離経験がある鉱物等は全部で16種類(石英、サニディン、斜長石、黒雲母、ホルンブレンド、斜方輝石、単斜輝石、ザクロ石、ジルコン、アバタイト、スフェーン、かんらん石、スピネル、堇青石、方解石、ガラス質石基)にのぼり、回答者の経験の幅広さを実感させられました。

当然ですが、分離手順はターゲットとする鉱物によっていろいろでした。中には全ての鉱物を手選のみで濃集

させるという方もおられました。可能ならば各鉱物毎の分離手順なども取りまとめたかったのですが、今回のアンケートでは、個別の事例についての詳細までをお答えいただくだけの紙面の余裕もありませんでした。以下は特筆に値すると私が（偏ったセンスの元にもかもしれません）判断した事項について回答をまとめたものです。

（分離過程全般について）

アンケートでは分離過程として「粉碎、篩掛け、重液分離、磁性分離、鉱物の形状を利用した分離、酸処理、手選」の7過程をあげていましたが、これ以外に主として重鉱物をターゲットとする際にパニングを用いている機関がありました。また黒雲母の分離の際は、超音波洗浄することにより、余分な付着物が剥がれて試料が純化されるとの指摘もありました。雲母類に代表される層状ケイ酸塩鉱物においては、超音波洗浄がどのような影響を及ぼし得るのか注意深く考察するとともに、できたら実験的な裏付けをした方がよいと感じました。

（粉碎・篩掛け）

粉碎は全岩試料におけるプロセスとほぼ同じですが、微量の鉱物を濃集させる場合、大量に岩石を粉碎する目的から、ジョークラッシャーやディスクミルを使う機関が多いようです。重鉱物を濃集するのが目的の場合、篩掛けを湿式で行っていると回答した機関も多かったです。また篩のサイズは、当然のことながら対象とする鉱物の大きさによって変えている機関がほとんどでした。

（重液分離）

試薬としてはSPT、プロモフォルム、テトラプロモエタン、ジヨードメタンの4つが利用されています。分離に利用する用具も機関によって異なり、分液漏斗、ピーカー、遠心分離器・遠沈管と3種類あった。薬品の残留を恐れて重液分離をしない機関もありました。

（磁性分離）

どの機関も、永久磁石で強磁性鉱物を取り除いた後、フランクタイプの磁性分離器を利用する点で共通していました。今回のアンケートではどのような設定（縦傾斜/横傾斜角度・電流強度）で、それぞれ行っているかまでは設問されていませんでしたので、それらについて詳しく回答された機関は多くありませんでしたが、試料条件に合わせて設定条件を随時変更されているところが多いのだと思われます。

ハンドマグネット形態のネオジウム磁石の便利さを強調した回答もありました。

（形状利用分離）

アンケート結果では唯一タッピングのみが回答されていました。タッピングに用いるものとしては上質コピー紙、ケント紙、アルミバットがあげられていました。またタッピングの際に試料をすべらせる角度は30度程度から60度程度までと、ばらつきがありました。タッピングはどこでも手作業でやっているようですが、筆者が訪ねたイタリアの機関では自動タッピング装置を利用してい

たところもありました（本号報告書参照）。

また、アンケート回答者自身の経験ではないものの、板状鉱物が比重如何にかかわらず水に浮きやすい性質を生かした、板状鉱物の乗った上層部の水だけを流して網で受け回収するフローティングシステムの紹介がありました。

（酸処理）

目的とする鉱物をどのような手法で分析するかによって以下の4例が報告されました。

*重鉱物中からジルコンだけを濃集する場合、フッ酸、硝酸、塩酸で処理をする（常温で丸一日程度放置）。

*サニディン・斜長石（他の鉱物も可能性はあるかもしれませんが）を濃集する際、付着した石基の除去の目的で10%HFで処理する（12分間、超音波洗浄）。

*方解石を除去するため酢酸で処理する。

*かんらん石・斜方輝石・単斜輝石・スピネルの場合、交代作用を消すため2規定の硝酸70℃で30分間処理する。

（手選：ハンドピック）

対象とする試料のサイズによっても手順や装置立ては異なるはずですが、多くの機関では双眼実体顕微鏡を使用しているようです。鏡下で試料はシャーレ、厚紙、ガラス板などの上に展開することが多いようです。ハンドピックするにはピンセット、細筆（面相筆）、割り箸の先にハリを固定したもの、先をとがらせた竹串などが利用されており、エタノールもしくは蒸留水で湿らせて使われることが多いようです。実体鏡下でなくトレース用ライトの上にトレーシングペーパーを敷き、その上に試料をばらまき手選していると回答した機関もありました。

5. おわりに

どの機関も比較的伝統的な手法での試料準備をしており、測定機器が日進月歩で進歩していくのに比べ印象的でした。「石を投げ込んだら数分後に対象鉱物だけが分離されて出てくる」という装置が発明されればいいのですが、そんな夢のような機械が我々の生存中に開発される見込みは、ほとんどありません。今後とも我々は、かなりの時間を鉱物分離などの作業に費やさなければなりません。

作業を効率よく、しかも安全に行うためには、さまざまなノウハウの蓄積が必要であることは我々誰もが痛感していることであり、そのようなノウハウを共有するための一助にと、本アンケートは企画されました。

今後ともフィッション・トラック研究会の場で、効率的な手順の提案や新たな試みについて常に情報交換していけたらと思います。