

6 ルミネッセンス法によるテフラの年代測定

長友恒人・森 丈幸

(奈良教育大学)

1 試料について

年代測定のために、遺跡およびその周辺から始良丹沢(AT)火山灰層、霧島イワオコシ(Kr-Iw)火山灰層、10b層、始良岩戸(A-Iw)包含層を採取した。このうち、ATと10b層は第5・6次調査第3地点南区Ⅱ区の西側セクションから採取した。表土から垂直にAT層直上(または10b層直上)までの土を取り除いた後に暗幕で遮光した状態で、層の表面を取り除いて採取した。Kr-Iwは遺跡内では層厚が数cmであり、A-Iw包含層は遺跡内で層として確認しにくい状態であったので、近隣の地点で採取した。Kr-Iwは遺跡南西の道路を挟んだ露頭の北西約20mの地点でブロック状の固まりを採取し、実験室に持ち帰った後に暗室で表面の露光した部分を除去してブロック内部のみを試料処理した。A-Iw包含層は同じ道路の遺跡に隣接する露頭で、遮光した状態で水平に掘り込んで採取した。

試料処理

(1) 水中にテフラ試料を入れ、鉍物以外の浮遊物(木根、草根、コミなど)を除去した後に攪拌して、沈殿物とその他に分けた(水簸)。沈殿物は粗粒子法による測定試料、その他は微粒子法による測定試料とした。

(2) 石英粗粒子法のための処理

・粒度分け：水中で30メッシュの標準ふるいで粒度分けを行い、30メッシュより粗い試料は廃棄し、30メッシュより細かい鉍物を50℃で数日間、乾燥させた。乾燥させた鉍物に粘土鉍物が多量に付着している場合は分散剤(3%ヘキサメタリン酸ナトリウム溶液)で約15時間処理をして、これを分離除去した。その後、乾式で60メッシュと200メッシュの標準ふるいを使用して粒度分けをした。ここで得られた鉍物の粒度は75~250 μm である。

・塩酸処理：主として炭酸塩鉍物を溶解除去する目的で、20%塩酸溶液で2時間処理をした。このとき、鉍物の状態(顕微鏡観察による)に応じて塩酸の濃度と処理時間を調整した。

・磁気分離：フランツ型磁気分離器で傾斜角度と磁場強度を変えて3回の分離を行うことにより、磁性鉍物を除去して非磁性鉍物(主として石英と長石)を得た。

・フッ酸処理：石英以外の非磁性鉍物を溶解除去するとともに、石英の表面層(約10 μm)をエッチングする目的で行った。通常は20%溶液で2時間の処理を行ったが、長石の含有量が多い場合や長石以外の非磁性鉍物が含まれている場合にはフッ酸の濃度と処理時間を調整した。

・以上の各処理段階で、偏光実体顕微鏡によって処理状況を確認し、純水による洗浄をくり返し行った。

(3) 微粒子法のための処理

A-Iw包含層は粗粒子法による測定に十分な量の石英が得られなかったので、微粒子法による測定を試みるために、水簸による沈殿物以外の鉱物を使用して、以下のような処理をした。

- ・鉱物粒子どうしが固着していたので、分散剤で処理をした。
- ・過酸化水素水処理：有機物を除去するために、10%過酸化水素水で18時間処理をした。
- ・塩酸処理：炭酸塩鉱物を溶解除去するために、20%塩酸溶液で1時間の超音波処理をした。
- ・アセトン中での沈降速度の違いを利用して粒度分けを行った。試験管のアセトン溶液中に鉱物試料をいれて攪拌し、沈降速度が2分より速い成分と20分より遅い成分を廃棄した。
- ・乾燥させた一定量の微粒鉱物試料を測定前にアセトン中で直径10mmのアルミ板に沈着させて乾燥させた。

2 測定

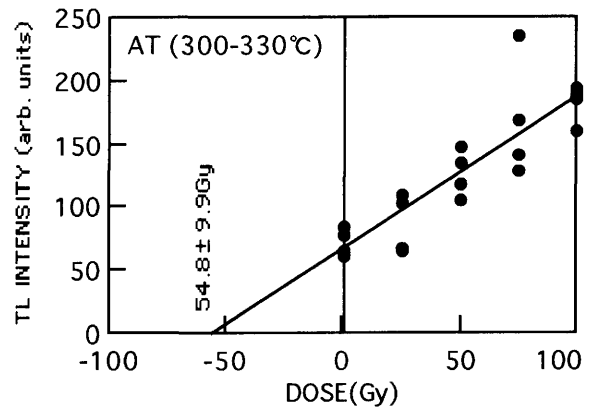
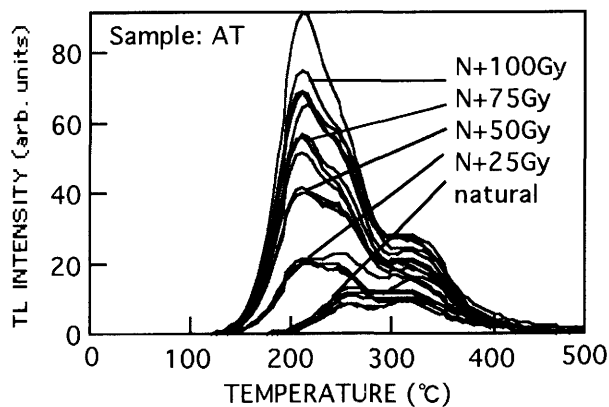
(1) 蓄積線量 (PD)

測定はすべて付加線量法で行った。熱ルミネッセンス (TL) と光ルミネッセンス (OSL) の線量依存性 (吸収した放射線量に対する発光強度の変化) はルミネッセンスの波長によって異なる。このことを考慮して、発光波長が異なるルミネッセンスを測定するために3種類の測定装置を使用した。使用した装置はDaybreak社の1150型とRIS ϕ 社のTL-DA-15型および報告者が独自に設計製作したNRL-99-OSTL型であり、TL測定時の検出波長はそれぞれ310~680nmと250~400nmおよび350~600nmである。NRL-99-OSTL型では赤外励起ルミネッセンス (IRSL) 測定も試みたが、その励起波長は890nm、検出波長は350~600nmである。

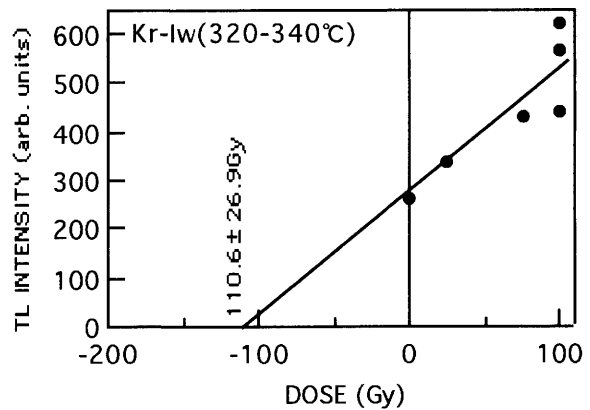
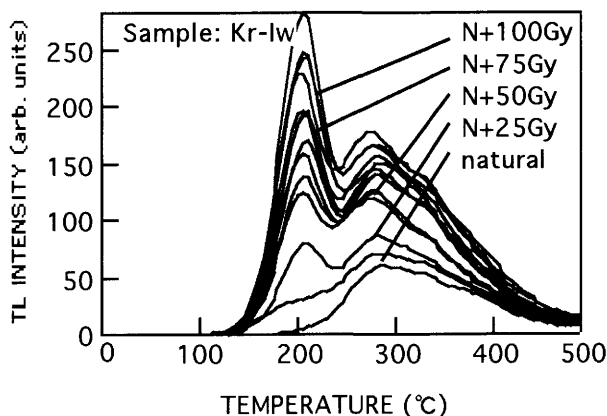
PDは火山噴火から測定時までには鉱物が吸収した線量である。これを評価するために、第192図、第193図に示した生長曲線のようにTL強度の放射線量依存性が直線的であると仮定して等価線量 (ED) を評価した。直線的な線量依存性を仮定するときには低線量領域における非直線性 (スプラリニアリティ) を補正するために人為的にタイムゼロイングした試料を測定することが必要である。今回は、電気炉で350℃、60または90分のアニールでタイムゼロイングして、スプラリニアリティ補正線量 (SPR) を評価した。

(2) 年間線量 (AD)

直接法と間接法を併用して年間線量を評価した。直接法の場合、 β 線量については、テフラ試料を75 μ m程度まで粉碎して直径50mm、高さ5mmのアルミリングに詰めて加圧成型し (プレス試料)、2枚のプレス試料の間に α 粒子を遮蔽するためのポリエチレンシートを介してTLD素子 (CaSO_4 ; Dy) 粉末を一層に広げ、厚さ150mmの鉛容器内に3週間保管して、プレス試料からの β 線を吸収させた。 γ



第192図 第6層(AT)のTLグローカーブ(ED)と生長曲線



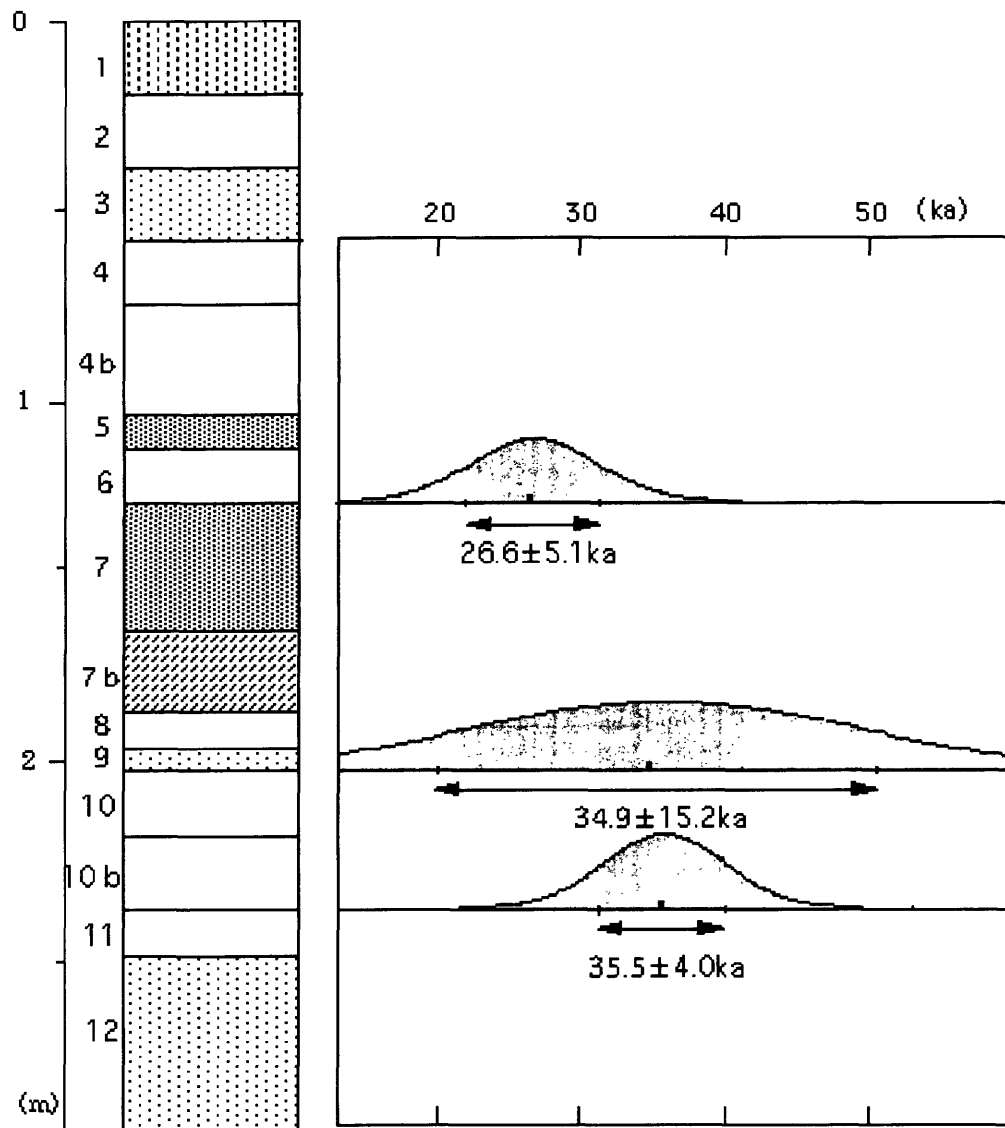
第193図 第9層(Kr-lw)のTLグローカーブ(ED)と生長曲線

線の年間線量は、TLDカプセル ($\text{CaSO}_4 ; \text{Tm}$) を α 線と β 線を遮蔽するために肉厚 1 mm、長さ 500 mm の銅パイプ内に封入して、試料を採取した地層に 88 日間埋め込んで γ 線と宇宙線を吸収させた。

直接法による年間線量評価とともに、間接法による評価のために、30 g のテフラ試料を無酸素銅と低バックグラウンド鉛で遮蔽した容器内に入れて、高純度ゲルマニウム検出器で 48 時間測定した γ 線スペクトルから U、Th および K の含有量を算定した。含有量の算定には旧地質調査所の岩石標準試料の測定値から作成した検量線を使用した。年間線量は Bell の式により、各元素の含有量から換算した。

3 結果と考察

前述のように、検出波長を変えて蓄積線量の測定を行ったが、グローカーブの強度と形状のばらつきが大きく、解析不能なデータが少なくなかった。その中から比較的良好なデータを解析して表のような年代値を得た。PD を評価するために ED と SPR の測定を行ったが、表に示した年代値の誤差は



第194図 遺跡土層層序とTL年代

EDとSPRの評価に用いたフィッティングの誤差と年間線量の誤差から誤差伝播の公式に従って計算された値である。Kr-Iwの年代値の誤差が大きいのはSPR測定結果の誤差が大きいためである。参考のために、第192図と第193図にATとKr-IwのグローグラフとED評価のための生長曲線を示した。第194図には、測定された年代が正規分布に従うと仮定して、年代値と標準誤差およびその確率分布を、層序とともに示した。年代値は68.3%の確率で誤差範囲に収まるが、31.7%の確率で確率分布曲線に従って標準誤差の範囲外まで分布する可能性があることを示している。

A-Iw包含層は粗粒子法の測定に適切な石英試料を得ることができなかった。この試料に関しては微粒子法のための試料処理を行って、TLとOSL測定を試みたが、結果的に年代値を決定することができなかった。なお、Kr-Iwについては他の遺跡における測定で、37ka（石英粗粒子法によるTL測定）と36ka（微粒子法によるTL測定）の年代を得ている。

測定結果に見られる誤差のうち、試料自体に起因する要因は地層が閉鎖系ではないことに求められる。特に地層が緻密でない場合、経年的に隣接する層の鉱物が侵入した可能性が考えられ、試料処理によって石英のみを測定試料として選択しても、TL強度がばらつき再現性が悪くなるであろう。今回の測定データにはそのような傾向が見られた。

第46表 測定結果

層位	ED (Gy)	Δ ED (Gy)	SPR (Gy)	Δ SPR (Gy)	PD (Gy)	Δ PD (Gy)	AD(β) (mGy/a)	Δ β (mGy/a)	AD(γ) (mGy/a)	Δ γ (mGy/a)	AD (mGy/a)	Δ AD (mGy/a)	年代 (千年)	Δ 年代 (千年)
6層(AT)	54.8	9.9	6.7	9.2	61.5	12.8	1.21	0.15	1.11	0.14	2.32	0.21	26.6	5.1
9層(Kr-Iw)	110.6	26.9	-24.4	25.6	86.2	37.1	1.30	0.10	1.17	0.10	2.47	0.14	34.9	15.2
10b層	82.5	5.6	6.16	1.67	88.7	5.9	1.24	0.20	1.26	0.12	2.50	0.23	35.5	4.0

ED：等価線量、SPR：スプラリニアリティ補正、PD：蓄積線量 (PD=ED+SPR)、AD(β)： β 線の年間線量、AD(γ)： γ 線+宇宙線の年間線量、AD：総年間線量 (AD=AD(β)+AD(γ))。 Δ はそれぞれの誤差を示す。