

## 微粒子法における TL 強度の規格化は必要か?

平賀章三・吉田有香子\*

(奈良教育大学地学教室)

(平成10年4月17日受理)

### Normalization of TL Intensity in the Fine-Grain Technique

Shozo HIRAGA and Yukako YOSHIDA \*

(Department of Earth Sciences, Nara University of Education, Nara 630-8528, Japan)

(Received April 17, 1998)

#### Abstract

Normalization by mass was not appropriate for the fine-grains from a fracture zone of the Nojima Fault. The result suggests that the only TL from the upper part of the sample deposited onto disc was substantially measured, and that the TL from the lower part of the sample was not detected owing to self-absorption.

We conclude that normalization by mass is unnecessary in the fine-grain technique, where a common sample is less transparent than that for the quartz inclusion technique, except for a too small amount of samples. We consider that normalization by disc area is also unnecessary, for the coefficient of variation of disc area is small enough.

**Key Words:** fine-grain technique, normalization, self-absorption

**キーワード:** 微粒子法, 規格化, 自己吸収

#### はじめに

TL年代測定(Aitken, 1985; 市川・平賀, 1988)では、蓄積線量と年間線量の評価が必要である。蓄積線量の評価に用いる試料の粒径に基づいて、TL年代測定法は粗粒子法(Ichikawa, 1965, 1967; Fleming, 1970)と微粒子法(Zimmerman, 1971)に二分される。粒径が約100 $\mu\text{m}$ の試料を用いる前者の年間線量評価では、試料表面をエッチングするため、 $\alpha$ 線による寄与を考慮する必要はない。一方、粒径が約1~8 $\mu\text{m}$ の試料を用いる後者の年間線量評価では、 $\alpha$ 線による寄与を無視できない。このため適当な試料が得られるならば、粗粒子

法が一般に採用されてきた。しかし、対象によっては、粗粒子法を適用できず、微粒子法に頼らざるをえないものもある。たとえば、断層面というきわめて薄い領域から採取した試料を用いて、断層の活動年代を評価しようとする場合である。

蓄積線量の評価はTL強度の測定に基づいている。天然試料と既知線量を付加した試料の、TL強度を比較して蓄積線量は評価される。したがって、これらのTL強度は、たとえば単位質量あたりに、規格化されていなければならない。粗粒子法では、測定装置に組み込まれた分割器によって試料を等分し、これを保証するのが一般的である。しかし微粒子法では、ディスクへの試料沈着

\* 現在 奈良県生駒郡三郷町立三郷中学校  
Present: Sangou Junior High School

ムラの生じる可能性があり、TL強度の規格化は別途考慮しなければならない。それには、高感度天秤で秤量した試料質量で規格化する方法や、測定後に基準線量を照射し、再測定したTL強度で規格化する方法が考えられる。後者の場合には、線量を直接に評価できるが、これを容易に実行するためには、たとえばSr線源を内蔵した自動測定装置を必要とする。

微粒子法においてTL強度の試料質量による規格化を試みたところ、必ずしもその必要性を認めない、という結果を得たので報告する。

## 試料

### 試料採取地点と試料採取方法

試料は、平成7年兵庫県南部地震の際に出現した野島地表地震断層露頭から採取した。試料採取地点は、 $134^{\circ}56'39''$  E;  $34^{\circ}32'12''$  Nである。本断層の大部分は東側隆起の右横ずれ断層であり、横ずれ、縦ずれ、総変位量はそれぞれ最大で2.1, 1.4, 2.5 mである(林 他, 1995; 栗田 他, 1996)。しかし試料採取地点の変位量は、西側隆起、十数 cm と小さかった。履歴が異なり、したがってTL特性の異なる試料混在の危険性を避ける

ため、上下両盤が同岩質、花崗岩質岩石の地点を選んだからである。断層面の走向傾斜は  $N28^{\circ}E, 88^{\circ}W$  で、破碎帯の幅は1~1.5 cmであった。

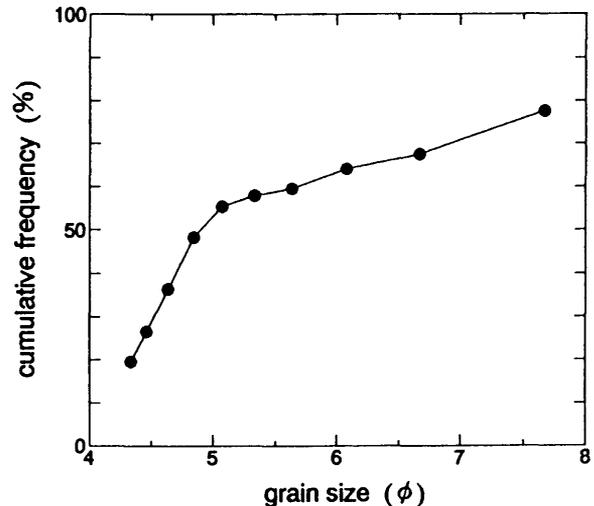


Fig. 1 Grain-size distribution of the fault gouge of the Nojima Fault. Only 20 per cent of the gouge is available for coarse-grain technique ( $\phi \leq 4.32$ ). For fine-grain technique ( $\phi \geq 6.64$ ) nearly 30 per cent is available.

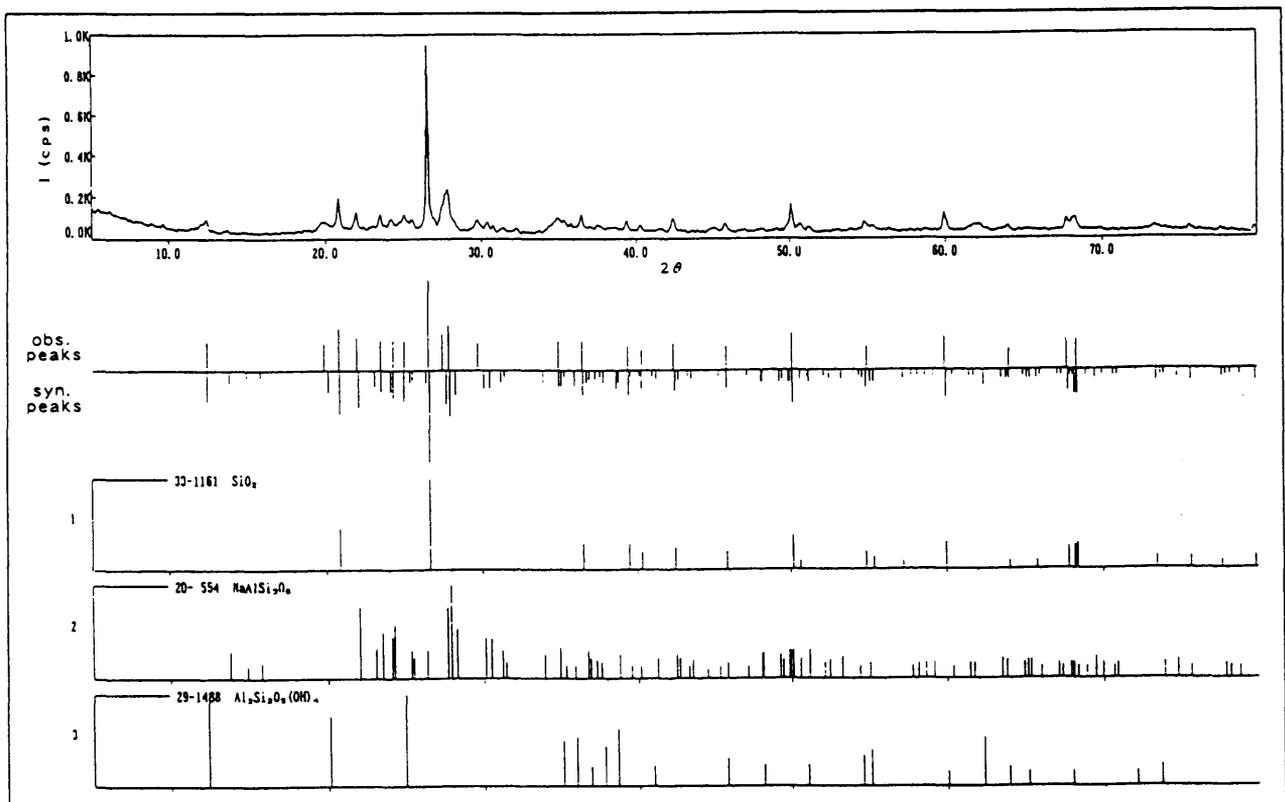


Fig. 2 X-ray powder diffraction pattern from the fine-grain sample [A] of the Nojima Fault. Quartz, albite and kaolinite are detected from the sample [A]. The mineral composition of the sample [B] is the same. The sample [A] is collected from a fault plane itself whose thickness is less than 1 mm, and the sample [B] is from the rest of the same fracture zone.

断面からと、同一破砕帯の面以外からも試料を採取するため、ブロックサンプリングを採用した。太陽光によるブリーチングの可能性を考慮して、約 30 cm の表土をはぎ取った後、縦×横×高さが約 30 × 40 × 30 cm のブロックを採取した。室内で赤色光 7 lx 以下のもと、サンプリング中の露光の影響を除くためブロック外側約 5 cm 部分を取り除いた後、試料を削ぎ分けた。

断面から採取したものを試料 [A]、同一破砕帯の面以外から採取したものを試料 [B] とする。採取幅は、試料 [A] で 1 mm 以下、試料 [B] で約 7 mm であった。なお、試料の採取および保存における一般的留意事項については、平賀 (1993) に基づいている。

#### 粒度組成と鉱物組成

Fig. 1 に試料の粒度組成を示す。試料量が限られていたため、試料 [A] と試料 [B] に分けて、破砕帯全体を一括した試料で分析している。分析には、自動粒度分布測定装置 CAPA-300 (堀場製作所 (株)) を用いた。図示した結果は、3 回の測定を平均したものである。

粗粒子法で用いられる粒径  $50 \mu\text{m}$  ( $\phi = 4.32$ ) 以上の試料は 20% に足らず、粒径  $10 \mu\text{m}$  ( $\phi = 6.64$ ) 以下の試料が 30% を超えている。試料の絶対量をも考慮して、微粒子法の適用は妥当であるとした。

調整済み試料の鉱物組成を明らかにするため、X 線回折分析をおこなった。Fig. 2 に試料 [A] の粉末回折パターンを示す。試料 [B] も同様であり、共に石英、アルバイト、カオリナイトを認めた。測定に使用した装置は、回転対陰極ディフラクトメータ SRA M 18 XHF (マックスサイエンス社) である。

## 測 定

#### 試料調整

試料調整は、基本的に Zimmerman (1971) の方法に基づいた。詳細を以下に記す。

- ① 過酸化水素水処理： 試料 1 g に対し 10 ml の割合で 15% の過酸化水素水を加える。その後、同濃度の過酸化水素水を初回の半分ずつ加え、発泡しなくなるまでこの処理を継続。蒸留水で 10 分間の超音波洗浄を 3 回繰り返し、40°C で乾燥。
- ② 粒径 1 ~ 8  $\mu\text{m}$  試料の収集： ① で得られた試料高さ 5 mm に対し 6 cm までアセトンを加え、10 分以上超音波洗浄器で試料を分散。2 分間静置し粒径 8  $\mu\text{m}$  以下の試料を含む懸濁液を回収。それを再び超音波洗浄器で 5 分間分散後、20 分間静置。上澄みを捨て沈殿物を回収。残存アセトンを 40°C で蒸発。
- ③ 塩酸処理： ② で得られた試料 1 g に対し 200 ml

の割合で 10% の塩酸を加え、超音波洗浄器で 60 分間分散。30 分間静置後、初回の半分量の同濃度の塩酸に交換。30 分後、変化なしを確認し処理を終了。10 分間の超音波洗浄を蒸留水で 3 回、メタノール変性アルコールとアセトンで各 1 回実施後、残存アセトンを 40°C で蒸発。

- ④ ディスクに試料を沈着： 試料が固着しやすいよう紙やすりをかけた  $5 \times 5 \times 0.5 \text{ mm}$  のアルミディスクを、底の平らな容器に敷き詰め、高さ 2.5 cm までアセトンを満たす。③ で得られた試料にアセトンを加え、超音波洗浄器で 10 分以上分散後、0.7 mg/ ディスクの試料量を目安に、懸濁液を均等に滴下。残存アセトンを 40°C で蒸発。

なお、以上の試料調整は赤色光 15 lx 以下でおこない、試料の洗浄・分散にはブラソニック卓上型超音波洗浄器 B 2200 J3 (ヤマト科学 (株)) を、乾燥・蒸発には送風定温乾燥器 DK-42 (ヤマト科学 (株)) を用いた。

#### TL 強度測定

既述のように、天然試料と既知線量を付加した試料の TL 強度を比較して、蓄積線量は評価される。照射直後試料の TL 発光曲線では、低温ピークが十分に減衰しておらず、天然試料のものと比較するには、アニーリング処理の必要がある。この条件を決定するため 50 Gy の線量を付加した試料と、天然試料の両者を用いて、TL 強度の規格化を検討した。

線量付加には、 $^{60}\text{Co}$  620 Ci 照射制御装置 (ヨシザワ LD (株)) を用い、線量率は 10.3 mGy/s であった。アニーリングは 100°C で 4 時間おこなった。

TL 強度の測定は、Harshaw TL 2000 A & TL 2080 を用いて、窒素雰囲気下でおこなった。プレヒート 100°C、昇温率 10°C/s で 465°C まで加熱し、TL 発光曲線を記録した。用いたフィルターは 350 ~ 570 nm の光を透過するものである。

試料質量による TL 強度規格化のための秤量には、長計量器 C<sub>3</sub>-200 MDM (長計量器製作所 (株)) を用いた。

## 結 果

TL 強度規格化の検討においては、蓄積線量評価の際には本質的な、トラップの安定性は問題とならない。したがって、プラトーテストはおこなわず、試料の TL 強度をピークの高さで読み取ることとした。

#### TL 強度の試料質量による規格化

Fig. 3 にディスク上の試料質量と TL 強度との関係を示す。試料 [A] と試料 [B] のそれぞれについて、天然試料と人工的に 50 Gy 付加した試料のものを示して

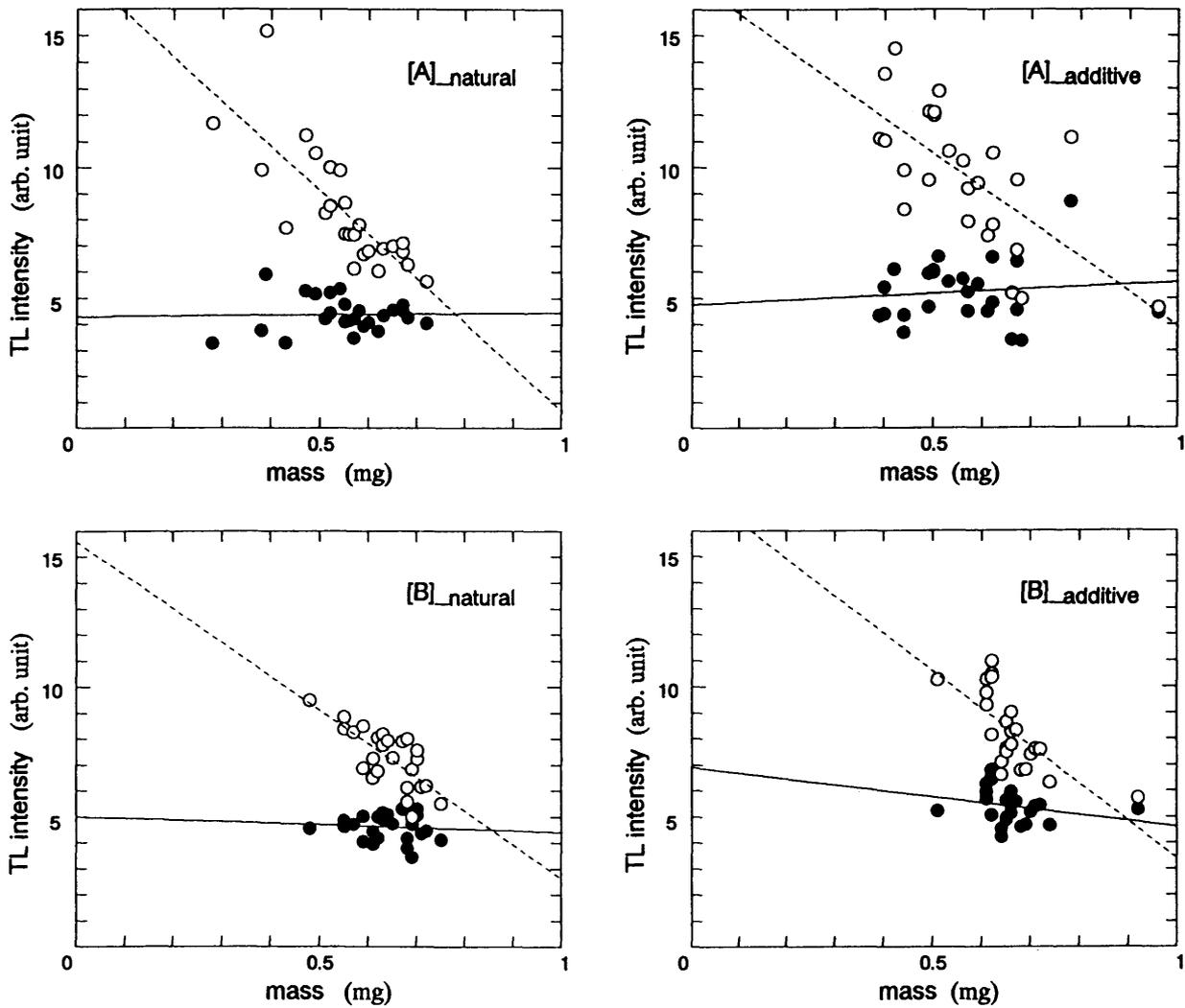


Fig. 3 TL intensity vs. mass of the fine-grain sample [A]\_natural, [A]\_additive, [B]\_natural and [B]\_additive of the Nojima Fault. The sample [A] is collected from a fault plane itself whose thickness is less than 1 mm, and the sample [B] is from the rest of the same fracture zone. The additive dose is 50 Gy. The symbols ● and ○ indicate the raw data and the normalized one by mass, respectively. Regression lines for the raw data or the normalized one are also shown by the solid or broken lines, respectively.

Table 1 Raw TL intensity and normalized one by mass for the fine-grains from a fracture zone of the Nojima Fault.

Sample	Raw TL intensity (arb. unit)	Normalized TL (arb. unit)	Mass (mg)
[A]_natural	$4.4 \pm 0.6$ (15)	$8.3 \pm 2.2$ (26)	$0.55 \pm 0.10$ (18)
[A]_additive	$5.2 \pm 1.2$ (22)	$9.7 \pm 2.6$ (26)	$0.56 \pm 0.13$ (23)
[B]_natural	$4.6 \pm 0.5$ (11)	$7.3 \pm 1.1$ (15)	$0.64 \pm 0.06$ (10)
[B]_additive	$5.4 \pm 0.7$ (12)	$8.3 \pm 1.4$ (17)	$0.66 \pm 0.07$ (11)

The sample [A] is collected from a fault plane itself whose thickness is less than 1 mm, and the sample [B] is from the rest of the same fracture zone. The additive dose is 50 Gy. All the values in parentheses are coefficients of variation.

いる。図中の●印は生の TL 強度で、○印は試料質量で規格化したものである。それぞれのデータを一次回帰して得た直線も、実線と破線で示してある。

各試料の規格化前後の TL 強度と試料質量の平均値、標準偏差を変動係数とともに、Table 1 に示す。

#### TL 強度のディスク表面積による規格化

Fig. 4 にディスク表面積と TL 強度との関係を示す。試料 [A] と試料 [B] のそれぞれについて、天然試料と人工的に 50 Gy 付加した試料のものを示している。図中の●印は生の TL 強度で、○印はディスク表面積で規格化したものである。それぞれのデータを一次回帰し

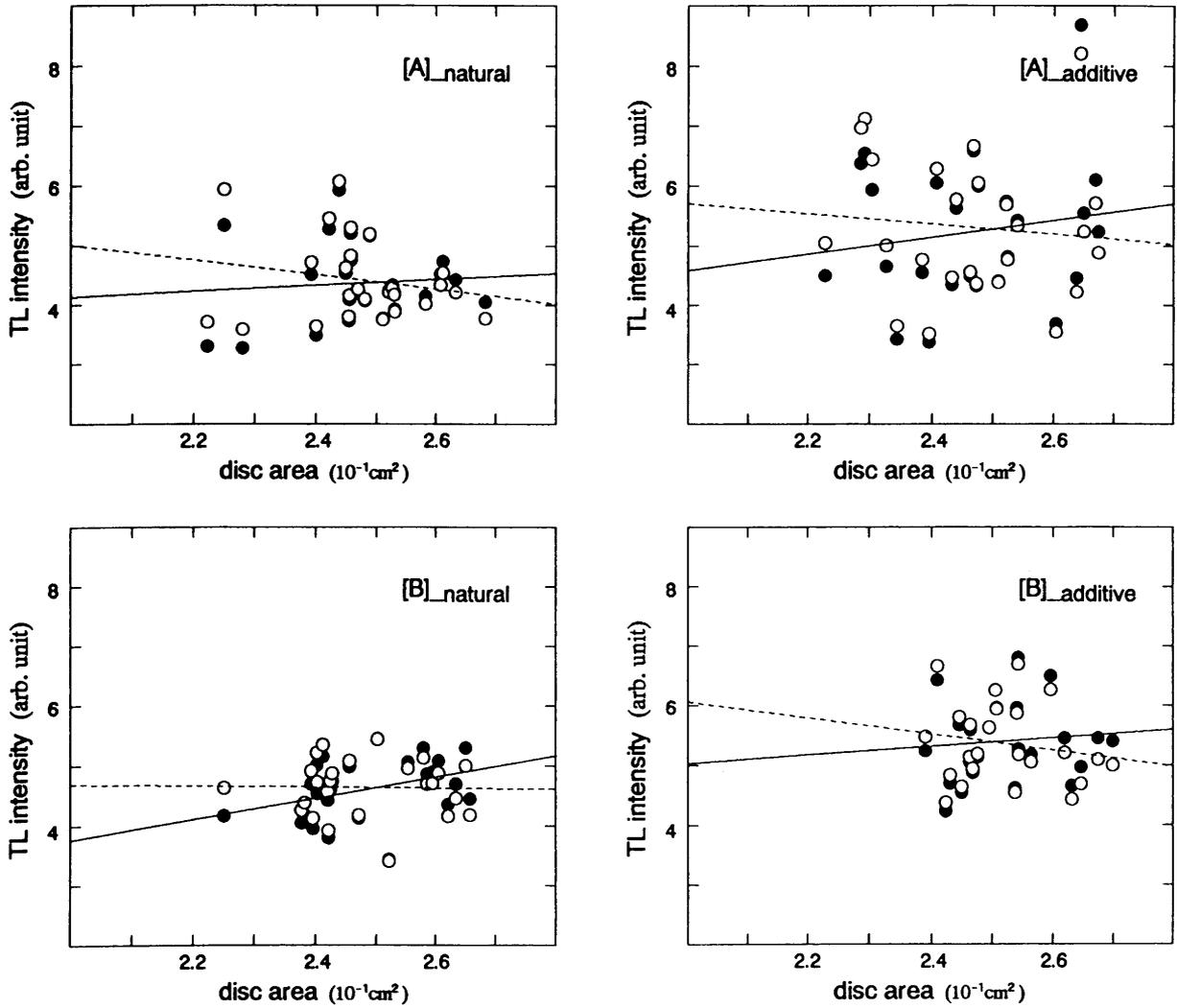


Fig. 4 TL intensity vs. disc area of the fine-grain sample [A]\_natural, [A]\_additive, [B]\_natural and [B]\_additive of the Nojima Fault. The sample [A] is collected from a fault plane itself whose thickness is less than 1 mm, and the sample [B] is from the rest of the same fracture zone. The additive dose is 50 Gy. The symbols ● and ○ indicate the raw data and the normalized one by disc area, respectively. Regression lines for the raw data or the normalized one are also shown by the solid or broken lines, respectively.

Table 2 Raw TL intensity and normalized one by disc area for the fine-grains from a fracture zone of the Nojima Fault.

Sample	Raw TL intensity (arb. unit)	Normalized TL (arb. unit)	Disc Area (10 <sup>-1</sup> cm <sup>2</sup> )
[A]_natural	4.4 ± 0.6 (15)	4.4 ± 0.7 (15)	2.47 ± 0.11 ( 4)
[A]_additive	5.2 ± 1.2 (22)	5.3 ± 1.2 (22)	2.47 ± 0.13 ( 5)
[B]_natural	4.6 ± 0.5 (11)	4.6 ± 0.5 (10)	2.49 ± 0.11 ( 4)
[B]_additive	5.4 ± 0.7 (12)	5.4 ± 0.7 (12)	2.52 ± 0.08 ( 3)

The sample [A] is collected from a fault plane itself whose thickness is less than 1 mm, and the sample [B] is from the rest of the same fracture zone. The additive dose is 50 Gy. All the values in parentheses are coefficients of variation.

て得た直線も、実線と破線で示してある。なおディスク表面積は、ディスクの質量とアルミの密度 2.69 g/cm<sup>3</sup> およびディスクの厚さ 0.5 mm から算出した。

各試料の規格化前後の TL 強度とディスク表面積の平均値、標準偏差を変動係数とともに、Table 2 に示す。

## 考 察

### TL 強度の試料質量による規格化は妥当か

同一試料で読み取られた TL 強度が意味を持つのは、そのバラツキが偶然誤差にのみ起因する場合である。微

粒子法の試料調整における、ディスクへの試料沈着ムラの可能性を考慮するならば、TL強度の試料質量による規格化は当然であろう。規格化後のTL強度はより一定値を示すと期待される。

しかしFig. 3に示したように、規格化前のデータが、4試料いずれも試料質量によらず、ほぼ一定値を示した。規格化すると、TL強度と試料質量の間には、むしろ顕著な負の相関が認められた。またTable 1に示したように、規格化前TL強度の変動係数が、試料質量のそれと同程度であるのに対し、規格化後は、いずれの試料においても、より大きな値となった。

Fig. 3とTable 1の結果を見る限り、今回の試料に対しては、TL強度の試料質量による規格化は妥当でない、と判断される。

ほぼ一定表面積のディスクを用いているので、試料質量の多いことは、試料が厚いことに対応する。ある厚さ以上では、TLの、試料による自己吸収効果が顕著となり、下部試料によるTLが有効に検出されなかったであろう。Fig. 3やTable 1の結果は、このように解釈できる。Fig. 2に示したように、試料にはアルバイトやカオリナイトが含まれており、粗粒子法で多用される石英のみの試料に比べれば、透明度が落ちている。この事実も、上記の解釈を支持するだろう。

#### TL強度のディスク表面積による規格化は必要か

TLの、試料による自己吸収効果が無視できず、実質的には上部試料によるTLのみが検出されていたとすると、ディスク表面積による規格化が必要かもしれない。

結果はFig. 4に示したとおりである。回帰直線の傾きの変化を見ると、規格化が有効だったとみなされるのは、試料[B]の天然試料のみであった。またTable 2に示したように、ディスク表面積の変動係数は、いずれの試料においても3~5%と小さく、TL強度のそれは、その数倍もあった。しかも規格化後の変動係数は、規格化前のそれと同程度であった。

TL強度のディスク表面積による規格化は、必要ないと判断される。ディスク表面積の変動係数が、試料質量のそれより数段小さいことも、この判断を支持するだろう。

#### 結 論

試料質量の変動係数がディスク表面積のそれより数段大きいことは、ディスクへの試料沈着ムラのあったこと

を、明らかに意味している。期待に反し試料質量による規格化は、TL強度のより大きなバラツキを生じた。規格化前のTL強度が試料質量と同程度のバラツキを示すものの、TL強度の試料質量に対する依存性は認められなかった。これは、試料による自己吸収のため、一定厚の上部試料のTLのみが、実質的に検出されていたことに因る、と考えられる。

微粒子法では、このような透明度の劣る試料の場合が一般的である。TLの、試料による自己吸収効果を逆用できるだけの試料量を沈着させれば、試料質量による規格化は不要と考えられる。また、変動係数から判断して、ディスク表面積による規格化も不要と考えられる。

#### 謝 辞

本研究の遂行にあたり、応用地質(株)の石澤一吉氏には、試料採取で便宜をはかっていただいた。奈良国立文化財研究所の肥塚隆保氏には、X線回折分析でお世話になった。奈良教育大学物理学教室の長友恒人博士には、有益な討論と文献のご教示をいただいた。同地学教室の森本晃君には、図版の作成でお世話になった。以上の方々に深謝の意を表します。

#### 文 献

- Aitken, M. J. (1985). Thermoluminescence dating. 359 p., Academic Press, London.
- 粟田泰夫・水野清秀・杉山雄一・井村隆介・下川浩一・奥村晃史・佃 栄吉・木村克己 (1996). 兵庫県南部地震に伴って淡路島北西岸に出現した地震断層. 地震 第2輯, 49, 113-124.
- Fleming, S. J. (1970). Thermoluminescent dating: refinement of the quartz inclusion method. *Archaeometry*, 12, 133-147.
- 平賀章三 (1993). 熱ルミネッセンス法. 「第四紀試料分析法1 試料調査法」所収. 60-62. 東京大学出版会.
- Ichikawa, Y. (1965). Dating of ancient ceramics by thermoluminescence. *Bulletin of the Institute for Chemical Research, Kyoto University*, 43, 1-6.
- \_\_\_\_\_ (1967). *Ibid.* II. *Ibid.*, 45, 63-68.
- 市川米太・平賀章三 (1988). 熱ルミネッセンス法. 地質学論集, 29, 73-82.
- 林 愛明・井宮 裕・宇田進一・飯沼 清・三沢隆治・吉田智治・楢松保貴・和田卓也・川合功一 (1995). 兵庫県南部地震により淡路島に生じた野島地震断層の調査. 地学雑誌, 104, 113-126.
- Zimmerman, D. W. (1971). Thermoluminescent dating using fine grains from pottery. *Archaeometry*, 13, 29-52.