

短報

年代標準試料を用いたLA-ICP-MS ジルコンU-Pb年代測定

青木翔吾^{1*}・青木一勝²

Zircon U-Pb dating by LA-ICP-MS: Measurements of age standards

Shogo AOKI^{1*} and Kazumasa AOKI²

Abstract: Zircon U-Pb age data obtained by laser ablation inductively-coupled plasma mass spectrometry (LA-ICP-MS) analyses are useful when attempting to constrain the timing of formation of various rocks, because these closure temperature of U-Pb isotopic system is high (over 900 °C) and they are basically less affected by later alteration. To check accuracy and precision of LA-ICP-MS introduced in Okayama University of Science (OUS), we performed zircon U-Pb analysis on two age standards (Plešovice zircon and OD-3 zircon). As a result, the weighted mean ages obtained from Plešovice zircon and OD-3 zircons are ca. 337 Ma and 33 Ma, respectively, regardless of spot size. Those ages are in agreement with their reference values.

I. はじめに

地質・岩石年代学分野において、放射性同位体の特性を利用したジルコンのU-Pb年代測定は、閉鎖温度が900°C以上であること(Cherniak and Watson 2001)や、母岩が二次的変質を受けてもジルコン自体はその生成に関する初生情報を保持することなどから、マグマ起源ジルコンを含む火成岩だけでなく、変成岩や堆積岩など砕屑性ジルコンを含むさまざまな岩石試料で利用されている。代表的な分析装置としては、TIMS (Thermal Ionization Mass Spectrometry), SHRIMP (Sensitive High resolution Ion Microprobe), SIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry), LA-ICP-MS (Laser Ablation Inductively-Coupled Plasma Mass Spectrometry) が挙げられる。そのなかで、LA-ICP-MSは、固体試料表面の微小領域に直接レーザーを照射し、アブレーションした微粒子をICP-MSに送り、U-Pb同位体年代値を得るものであり、他の装置と比べ、迅速・簡便に分析を行えるという利点がある。そのため、多くの大学・研究機関に導入されている。岡山理科大学では、平成28年度から文部科学省による「私立大学研究ブランディング事業(恐竜研究の国際的な拠点形成ーモンゴル科学アカデミーとの協定に基づくブランディングー)」に採択され、その研究・教育の一環としてLA-ICP-MSを導入した。本稿では、岡山理科大学に導入されたLA-ICP-MSを利用したU-Pb年代分析の信頼性を確認するため、年代標準試料ジルコン2試料についての分析を行ったので、その分析結果について報告し、今後の

展望を述べる。

II. 年代標準試料と試料調整

年代標準試料には、年代の均質性が認められている(1)Plešovice zircon(337 Ma, Sláma et al. 2008), (2)OD-3 zircon(33 Ma, Iwano et al. 2013)を用いた。試料調整は、透明度の高い両面テープを張付けたスライドガラスを試料ごとに用意し、その上にそれぞれ数粒ずつ並べた。その後、試料の部分にアクリルもしくはウレタン性の円筒状樹脂型(内径12or 5 mm, 高さ1 cm以下)を置き、その中に一液性可視光硬化系樹脂を注ぎ、可視光照射器の中で一晚放置し固化させた。試料の面出しには、研磨紙#2000番を使用し、鏡面研磨には粒度3 μmおよび1 μmのアルミナペーストを用いた。

III. 装置構成と測定条件

岡山理科大学に導入されたLA-ICP-MSの装置構成は、四重極型IPC-MS(Thermo Scientific社製, ICAP-RQ)とArF Excimer Laser(波長193nm Teledyne Cetac Technologies社製, Analyte G2)である(Fig. 1)。それぞれの装置の基本構造や特徴については、製造会社の資料やホームページを参照されたい。また、U-Pb年代分析の原理やLA-ICP-MSの分析条件については、兼岡(1998), Hirata and Nesbitt(1995), 平田ほか(2011), およびSakata et al.(2017)などによって詳細が述べられているので参照されたい。なお、キャリアーガスについては、試料のアブレ

¹. 〒700-0005 岡山県岡山市北区理大町1-1 岡山理科大学生物地球学部生物地球学科 Faculty of Biosphere - Geosphere Science, Okayama University of Science, 1-1 Ridai-cho, Kita-ku, Okayama-shi, Okayama-ken 700-0005, Japan. *Corresponding author: E-mail: s-aoki@pub.ous.ac.jp

². 〒700-0005 岡山県岡山市北区理大町1-1 岡山理科大学理学部基礎理学科 Department of Applied Science, Okayama University of Science, 1-1 Ridai-cho, Kita-ku, Okayama-shi, Okayama-ken 700-0005, Japan.

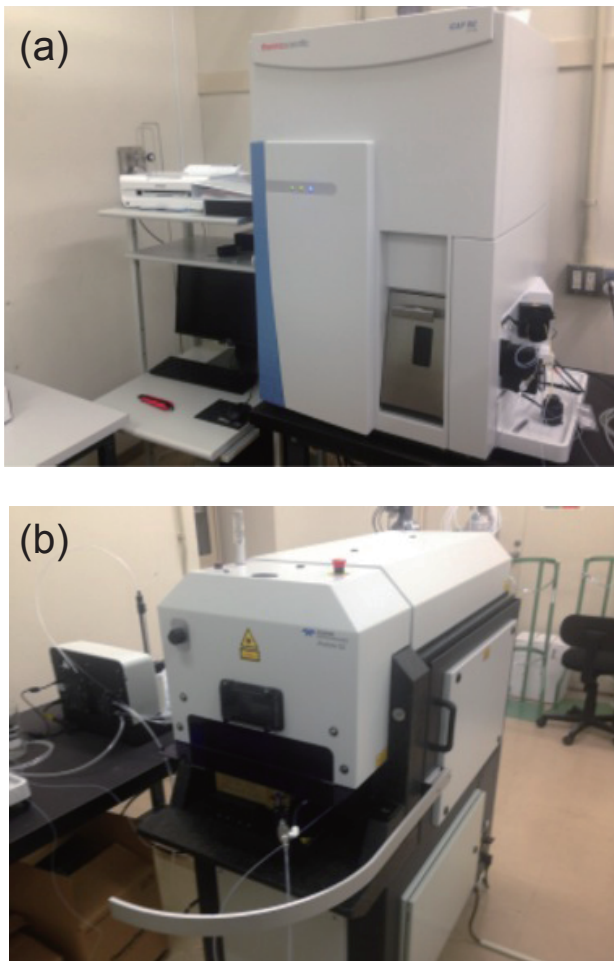


Fig. 1. (a) iCAP-RQ single-collector quadrupole ICP-MS (Thermo Fisher Scientific, Waltham, USA). (b) Analyte G2 ArF excimer laser ablation (LA) system equipped with HelEx 2 volume sample chamber (Teledyne Cetac Technologies, Omaha, USA).

ーションで発生した微粒子をICP-MSに効率よく運ぶため、本装置ではレーザー部のキャリアーガスであるHeガスをネブライザーでArガスと混合しICP-MSに注入している (Iizuka and Hirata 2004). また、微粒子を均一化してICP-MSに運ぶため、レーザー部とICP-MSをつなぐ輸送チューブにsmoothing装置としてmanifold型装置 (通称, “squid”) を導入している. 測定の際、分析試料表面の汚れを取り除くため、前もって分析点表面を分析スポット径よりも大きい径でone shotクリーニングを行った後、設定した元素 (^{202}Hg , ^{204}Pb , ^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb , ^{232}Th , ^{238}U) の測定を行った. その他、詳細な測定条件や測定元素については、Table 1 にまとめた.

IV. 測定手順

LA-ICP-MS U-Pb年代測定は、装置ごとの特性による元素分別効果のため、Pb/Pb比、Pb/U比やTh/U比が系統的に異なる値を示す. 本装置では、Pb/UおよびTh/U比の補正には91500 zircon (Wiedenbeck et al.

1995, 2004) を、Pb/Pb比の補正にはNIST612 (Jochum et al. 2005) を使用した (Table 1). $^{238}\text{U}/^{235}\text{U}$ 比には137.88 (Jaffey et al. 1971) を参照した. 測定手順は、まずNIST612を3回測定し、その後91500ジルコンを3回、最後に年代標準試料を15回測定し、これを1サイクルとして測定を行った. また、1点ごとの分析では、ブランク30秒間→レーザー照射30秒間→ブランク30秒間を1サイクルとして測定を行った. レーザースポット径については、15 μm と35 μm の2つの条件で行った. Plešovice zirconの場合、それぞれのスポット径で30点ずつ、OD-3 zirconの場合、それぞれの径で15点ずつ繰り返し測定を行った. カウンターのシグナルの例をFigure 2に示す. Figure 2のように、測定中全ての測定元素で安定したカウントが得られていることが確認された. 初期鉛については、 $^{204}\text{Hg}+^{204}\text{Pb}$ のカウントをモニターし、すべての分析においてバックグラウンド以下 (< 100cps) であることが確認された. そのため、個々のU-Pb年代値について初期鉛補正は行っていない. 年代の誤差については、年代標準試料の測定の前後に測定した91500ジルコンの同位体比測定値の平均と相対標準誤差から測定誤差を求め、年代標準試料の年代誤差 (2σ) を求めた.

V. 測定結果

測定結果をTable 2 からTable 5 に示す. 表に示した通り、すべての分析結果において1点ごとの ^{238}U - ^{206}Pb 年代値と ^{235}U - ^{207}Pb 年代値は、誤差の範囲で一致した. 本稿では ^{235}U - ^{207}Pb 年代に比べ、誤差が小さく同位体存在度の高い ^{238}U - ^{206}Pb の年代を測定データ値として採用した. 加重平均年代の計算にはIsoplot 4.15 (Ludwig 2003) を使用した.

15 μm と35 μm のスポット径で得られたPlešovice zirconの ^{238}U - ^{206}Pb 年代の加重平均値は、それぞれ 336.0 ± 2.5 Maと 337.5 ± 1.0 Maであった (Figs. 3 a and 3 b). また、15 μm と35 μm のスポット径で得られたOD-3 zirconの ^{238}U - ^{206}Pb 年代の加重平均値は、それぞれ 33.6 ± 0.2 Maと 33.6 ± 0.0 Maであった (Figs. 3 c and 3 d). これらの値は、それぞれの標準試料で推奨されている年代値 (Plešovice zircon: 337 Ma, OD-3: 33 Ma) と一致する. したがって、現状において、本学LA-ICP-MSを用いたジルコンのU-Pb分析システムは、古生代から古第三紀の年代を示すジルコンを対象に十分に信頼性の高い分析が行えるものと判断される.

VI. まとめと今後の課題

本研究で得られたPlešovice zirconとOD-3 zirconそれぞれの標準試料の年代値は、個々および加重平均の年代ともに誤差範囲で推奨されている年代値と一

Table 1. Summary of instrumental settings.

Laser ablation system	
Instrument	ArF Excimer Laser Analyte G2 (Teledyne Cetac Technologies, Omaha, USA)
Cell type	HelEx 2-volume sample chamber
Laser wave length	193 nm
Pulse duration	<5 ns
Fluence	1.8 J/cm ² for ablation of a 15- μ m-diameter laser, 2.0 J/cm ² for ablation of a 35- μ m-diameter laser
Repetition rate	4 Hz for ablation of a 15- μ m-diameter laser, 5 Hz for ablation of a 35- μ m-diameter laser
Laser diameter size	15 μ m, 35 μ m
Sampling mode	Single hole drilling
Pre-cleaning	1 shot with diameter size of 50 μ m
Carrier gas	He gas and Ar make-up gas combined outside ablation cell
He gas flow rate	
Flow rate into sample cell "MFC1"	0.5 l/min
Flow rate into the HelEx arm "MFC2"	0.3 l/min
Ar make-up gas flow rate	0.9-1.0 l/min
Laser warming-up (laser shooting with laser shutter closed) duration	30 s
Ablation duration	30 s
Signal smoothing device	manifold-type device "squid"
ICP Mass Spectrometer	
Instrument	iCAP-RQ (Thermo Fisher Scientific, USA)
RF power	1500-1550 W
Data reduction	Integration of total ion counts per single ablation. Signals obtained from first few seconds were not used for data reduction, and next signals obtained from 20 s were integrated for further calculations. Signal intensity of ²³⁵ U was not monitored and ²⁰⁷ Pb/ ²³⁵ U is calculated assuming ²³⁸ U/ ²³⁵ U = 137.88 (Jaffey et al., 1971).
Detection mode	Pulse counting mode by a secondary electron multiplier
Monitored mass peak	²⁰² Hg, ²⁰⁴ (Hg + Pb), ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁷ Pb, ²³² Th, ²³⁸ U
Integration time per mass peak	0.01 s for ²⁰² Hg and ²⁰⁴ (Hg + Pb), 0.5 s for ²⁰⁶ Pb and ²⁰⁷ Pb and 0.1 s for ²³² Th and ²³⁸ U
Data processing	
Background correction	Background counts were obtained for 15 s of laser warming-up time, and ablation signals were subtracted from the background counts
Calibration strategy	91500 zircon was used for correction of Pb/U and Th/U fractionation in all measurements. NIST SRM612 was used for correction of Pb/Pb fractionation. All correction factor for elemental and isotopic fractionation are determined by linear interpolation.
Normalization values	²⁰⁶ Pb/ ²³⁸ U = 0.17928, U concentration = 81.2 μ g/g, Th concentration = 28.6 μ g/g, Pb concentration = 14.8 μ g/g (91500, Wiedenbeck et al., 1995), ²⁰⁷ Pb/ ²⁰⁶ Pb = 0.90726, ²⁰⁴ Pb/ ²⁰⁶ Pb = 0.058499, and ²⁰⁴ Pb/ ²⁰⁷ Pb = 0.064479 for NIST SRM612 (Jochum et al., 2005).
Common-Pb correction	Not made
Uncertainties	Uncertainties for ages and isotope ratios were quoted at 2 SD absolute to which repeatability of each six analyses of 91500 and NIST SRM612 bracketing 15 analyses of unknown zircons were propagated.

致した。このことは、本学LA-ICP-MSのU-Pb分析システムに大きな問題はなく、古生代から古第三紀の年代を示すジルコンに対し十分に信頼性の高い分析が行えるものと結論づけられる。また、スポット径ごとの年代誤差を見ると、35 μ m径の誤差の方が15 μ m径のそれよりも小さい。これは、前者の方が後者に比べ、単位時間あたりのアブレーション量が多く、ICP-MSでの元素カウントの際に安定したシグナルを検出できることに起因する。したがって、ジルコンU-Pb年代を利用したより詳細な絶対年代の議論を行う場合は、可能な限り大きいスポット径で分析を行うことでより安定したシグナルを得ることが望ましい。

本論では、本学LA-ICP-MS U-Pb年代分析システムの古生代から古第三紀という地球史において比較的若い地質年代を示すジルコンへの適用について言及した。今後は、本システムを原生代や太古代とい

ったより古い年代を示すジルコンや、第四紀といった古第三紀よりも更に若い年代を示すジルコンに適用し、分析条件の設定・調整をすることで本システムがどの程度の地質時代まで、またどの程度の年代誤差まで分析が可能なのかを検証していく。

VII. 謝辞

本研究を遂行するにあたり、学習院大学坂田周平博士と東京大学平田岳史博士にはLA-ICP-MS分析の条件出しについて、多くの助言をいただいた。また、本研究で分析されたジルコン標準試料91500 zirconおよびPlešovice zirconは産業技術総合研究所昆慶明博士、OD-3 zirconは株式会社京都フィッシュントラック岩野英樹博士より提供していただいた。文部科学省私立大学研究ブランディング事業、およびJSPS科研費JP16K21531の助成を受けた。

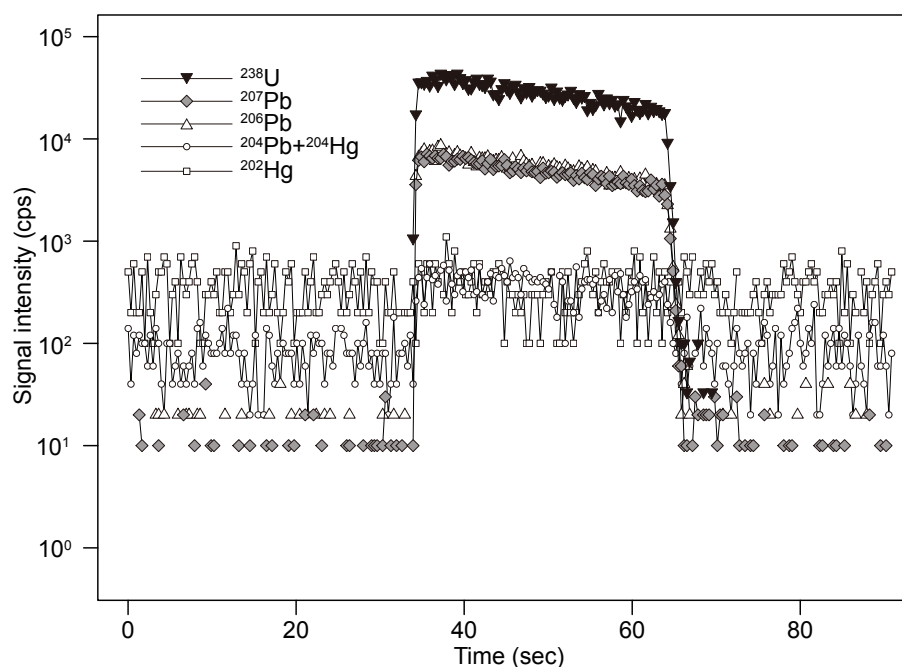


Fig. 2. Time profile of ^{202}Hg , $^{204}\text{Pb}+\text{Hg}$, ^{206}Pb , ^{207}Pb and ^{238}U for NIST612 using OUS LA-ICP-MS system.

Table 2. LA-ICP-MS isotopic analytical data for the Plešovice zircon (spot size is 15 μm).

Spot No.	Isotopic ratio				Age (Ma)			
	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ
PV15-1	0.3847	0.0221	0.05385	0.0025	330.5	16.2	338.1	15.6
PV15-2	0.3858	0.0221	0.05198	0.0025	331.3	16.2	326.7	15.1
PV15-3	0.3889	0.0221	0.05226	0.0025	333.6	16.1	328.4	15.1
PV15-4	0.3875	0.0220	0.05259	0.0025	332.5	16.1	330.4	15.2
PV15-5	0.4227	0.0242	0.05557	0.0026	358.0	17.3	348.7	16.1
PV15-6	0.3925	0.0225	0.05339	0.0025	336.2	16.4	335.3	15.5
PV15-7	0.3951	0.0227	0.05399	0.0026	338.1	16.5	339.0	15.6
PV15-8	0.3967	0.0226	0.05344	0.0025	339.3	16.4	335.6	15.5
PV15-9	0.3902	0.0223	0.05409	0.0026	334.5	16.3	339.6	15.7
PV15-10	0.3873	0.0222	0.05273	0.0025	332.4	16.2	331.3	15.3
PV15-11	0.3923	0.0224	0.0536	0.0025	336.1	16.4	336.6	15.5
PV15-12	0.3897	0.0222	0.05335	0.0025	334.2	16.2	335.1	15.5
PV15-13	0.4021	0.0230	0.05569	0.0026	343.2	16.6	349.3	16.1
PV15-14	0.4019	0.0229	0.05383	0.0025	343.0	16.6	338.0	15.6
PV15-15	0.3827	0.0219	0.05198	0.0025	329.0	16.0	326.7	15.1
PV15-16	0.3905	0.0197	0.05419	0.0022	334.8	14.4	340.2	13.3
PV15-17	0.3931	0.0198	0.05326	0.0021	336.6	14.4	334.5	13.1
PV15-18	0.3814	0.0192	0.05361	0.0022	328.1	14.1	336.7	13.2
PV15-19	0.3885	0.0195	0.05284	0.0021	333.3	14.3	331.9	13.0
PV15-20	0.4038	0.0203	0.05376	0.0022	344.4	14.7	337.6	13.2
PV15-21	0.3787	0.0191	0.05396	0.0022	326.1	14.1	338.8	13.3
PV15-22	0.3859	0.0194	0.05344	0.0021	331.4	14.2	335.6	13.1
PV15-23	0.4005	0.0201	0.05371	0.0022	342.0	14.6	337.3	13.2
PV15-24	0.3916	0.0197	0.05357	0.0022	335.6	14.4	336.4	13.2
PV15-25	0.3865	0.0194	0.05216	0.0021	331.8	14.2	327.8	12.8
PV15-26	0.3899	0.0196	0.05309	0.0021	334.3	14.3	333.5	13.1
PV15-27	0.4086	0.0205	0.05433	0.0022	347.9	14.8	341.1	13.4
PV15-28	0.3969	0.0201	0.05436	0.0022	339.4	14.6	341.2	13.4
PV15-29	0.4026	0.0202	0.05353	0.0022	343.5	14.6	336.1	13.2
PV15-30	0.4068	0.0204	0.05373	0.0022	346.6	14.8	337.4	13.2

Table 3. LA-ICP-MS isotopic analytical data for the Plešovice zircon (spot size is 35 μm).

Spot No.	Isotopic ratio				Age (Ma)			
	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ
PV35-1	0.4000	0.0056	0.0536	0.0004	341.6	4.1	336.8	2.4
PV35-2	0.4049	0.0065	0.0544	0.0006	345.2	4.7	341.4	3.6
PV35-3	0.3928	0.0059	0.0534	0.0005	336.4	4.3	335.1	3
PV35-4	0.3913	0.0065	0.0532	0.0006	335.3	4.7	334.1	3.6
PV35-5	0.3962	0.0066	0.0536	0.0006	338.9	4.8	336.4	3.6
PV35-6	0.4012	0.0061	0.0539	0.0005	342.5	4.4	338.4	3
PV35-7	0.401	0.0066	0.0542	0.0006	342.3	4.8	340.0	3.6
PV35-8	0.3978	0.0062	0.0538	0.0005	340.1	4.5	338.0	3
PV35-9	0.3962	0.0061	0.0537	0.0005	338.9	4.4	337.4	3
PV35-10	0.3977	0.0061	0.0536	0.0005	339.9	4.5	336.8	3
PV35-11	0.3932	0.0065	0.0533	0.0006	336.7	4.8	334.6	3.6
PV35-12	0.3980	0.0061	0.0536	0.0005	340.2	4.5	336.8	3
PV35-13	0.4025	0.0066	0.0539	0.0006	343.4	4.8	338.4	3.6
PV35-14	0.3977	0.0066	0.0535	0.0006	340.0	4.8	336.2	3.6
PV35-15	0.3852	0.0060	0.0533	0.0005	330.9	4.4	334.9	3
PV35-16	0.4143	0.0093	0.0554	0.0010	352.0	6.6	347.7	6.2
PV35-17	0.3947	0.0088	0.0529	0.0010	337.8	6.4	332.5	6
PV35-18	0.3955	0.0088	0.0537	0.0010	338.3	6.4	337.0	6
PV35-19	0.3955	0.0089	0.0538	0.0010	338.4	6.5	337.6	6.1
PV35-20	0.3950	0.0089	0.0534	0.0010	338.0	6.5	335.5	6
PV35-21	0.4076	0.0092	0.0548	0.0010	347.1	6.6	344.0	6.2
PV35-22	0.4042	0.0091	0.0547	0.0010	344.7	6.6	343.4	6.2
PV35-23	0.3949	0.0090	0.0536	0.0010	337.9	6.5	336.5	6
PV35-24	0.3943	0.0089	0.0537	0.0010	337.5	6.5	337.0	6.1
PV35-25	0.3940	0.0089	0.0534	0.0010	337.3	6.5	335.1	6
PV35-26	0.3960	0.0089	0.0539	0.0010	338.8	6.5	338.6	6.1
PV35-27	0.4011	0.0091	0.0544	0.0010	342.4	6.6	341.3	6.1
PV35-28	0.4046	0.0091	0.0545	0.0010	345.0	6.6	342.3	6.1
PV35-29	0.4030	0.0091	0.0546	0.0010	343.8	6.6	342.9	6.2
PV35-30	0.3990	0.0091	0.0543	0.0010	340.9	6.6	340.6	6.1

Table 4. LA-ICP-MS isotopic analytical data for the OD-3 zircon (spot size is 15 μm).

Spot No.	Isotopic ratio				Age (Ma)			
	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ
OD3-15-1	0.0328	0.0016	0.00524	0.0001	32.7	1.6	33.7	0.8
OD3-15-2	0.0334	0.0017	0.00521	0.0001	33.4	1.7	33.5	0.8
OD3-15-3	0.0331	0.0018	0.00529	0.0002	33.1	1.7	34.0	1.0
OD3-15-4	0.0338	0.0022	0.00526	0.0001	33.8	2.2	33.9	0.8
OD3-15-5	0.0326	0.0024	0.00521	0.0001	32.6	2.4	33.5	0.8
OD3-15-6	0.0340	0.0024	0.00529	0.0001	33.9	2.4	34.0	0.8
OD3-15-7	0.0330	0.0025	0.00526	0.0002	33.0	2.5	33.9	1.0
OD3-15-8	0.0388	0.0019	0.00515	0.0001	38.7	1.9	33.1	0.8
OD3-15-9	0.0468	0.0023	0.00525	0.0001	46.5	2.2	33.8	0.8
OD3-15-10	0.0456	0.0023	0.00512	0.0001	45.3	2.2	32.9	0.8
OD3-15-11	0.0343	0.0017	0.00533	0.0001	34.2	1.7	34.3	0.8
OD3-15-12	0.0336	0.0022	0.00521	0.0001	33.5	2.2	33.5	0.8
OD3-15-13	0.0325	0.0024	0.00518	0.0001	32.5	2.4	33.3	0.8
OD3-15-14	0.0322	0.0024	0.00512	0.0002	32.2	2.4	32.9	1.0
OD3-15-15	0.0336	0.0025	0.00522	0.0001	33.6	2.4	33.6	0.8

Table 5. LA-ICP-MS isotopic analytical data for the OD-3 zircon (spot size is 35 μm).

Spot No.	Isotopic ratio				Age (Ma)			
	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ	$^{207}\text{Pb}/^{235}\text{U}$	2σ	$^{206}\text{Pb}/^{238}\text{U}$	2σ
OD3-35-1	0.0334	0.0015	0.00521	0.0000	33.4	1.4	33.5	0.2
OD3-35-2	0.0322	0.0014	0.00523	0.0001	32.1	1.4	33.6	0.3
OD3-35-3	0.0335	0.0015	0.00521	0.0000	33.5	1.5	33.5	0.3
OD3-35-4	0.0336	0.0023	0.00522	0.0002	33.6	2.3	33.6	1.0
OD3-35-5	0.0329	0.0024	0.00523	0.0001	32.8	2.4	33.6	0.7
OD3-35-6	0.0328	0.0023	0.00521	0.0001	32.7	2.3	33.5	0.8
OD3-35-7	0.0337	0.0024	0.00523	0.0001	33.6	2.4	33.6	0.6
OD3-35-8	0.0329	0.0015	0.00526	0.0001	32.9	1.5	33.8	0.4
OD3-35-9	0.0339	0.0015	0.00528	0.0001	33.8	1.5	33.9	0.4
OD3-35-10	0.0329	0.0015	0.00526	0.0001	32.9	1.5	33.8	0.6
OD3-35-11	0.0337	0.0021	0.00524	0.0000	33.6	2.00	33.7	0.2
OD3-35-12	0.0328	0.0024	0.00524	0.0001	32.8	2.3	33.7	0.6
OD3-35-13	0.0336	0.0023	0.00523	0.0001	33.5	2.3	33.6	0.3
OD3-35-14	0.0328	0.0023	0.00523	0.0001	32.8	2.3	33.7	0.5
OD3-35-15	0.0327	0.0014	0.00522	0.0000	32.7	1.4	33.6	0.2

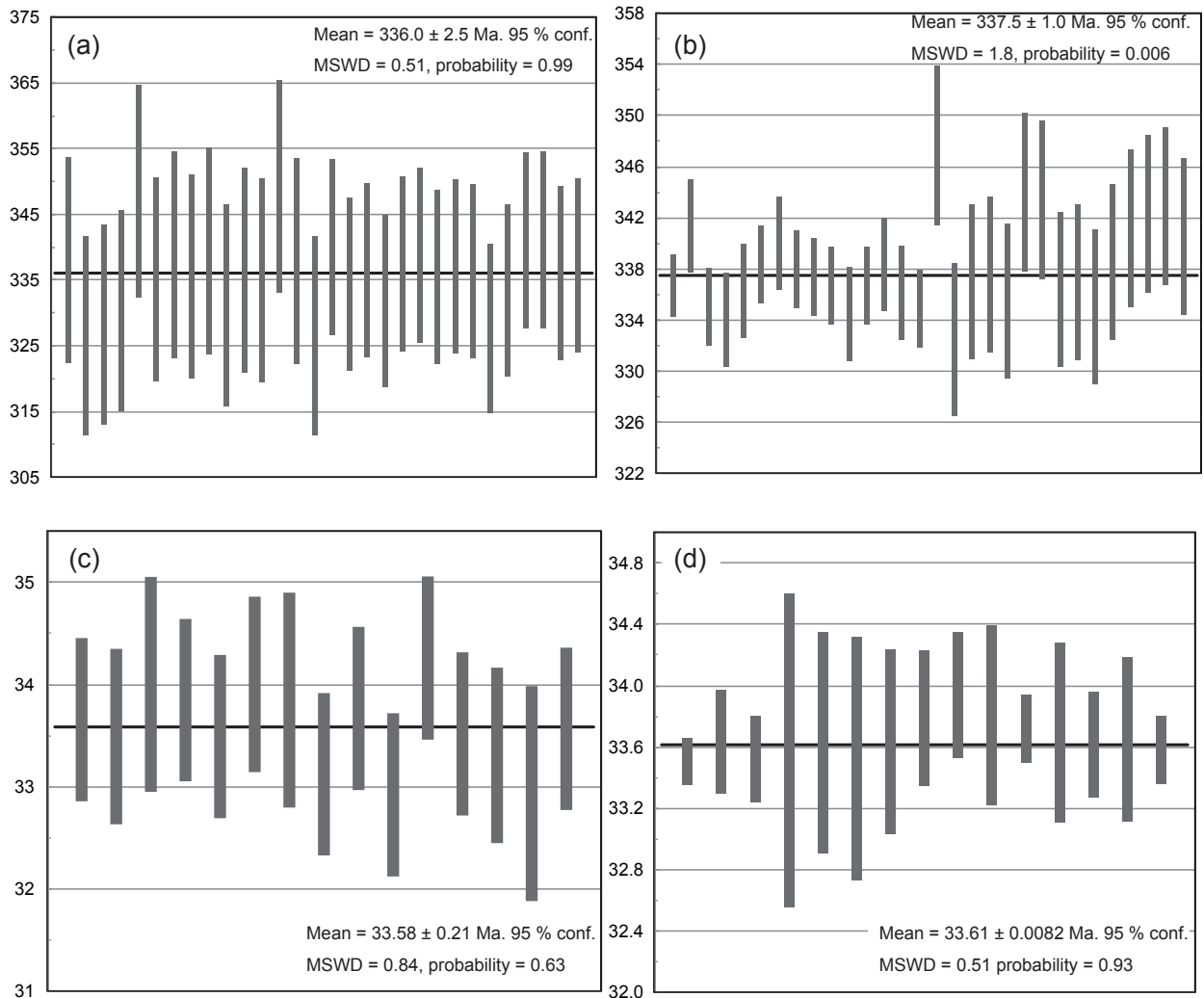


Fig. 3. Weighted mean U-Pb ages obtained from the Plešovice zircon at the laser spot size diameter of 15 μm (a) and of 35 μm (b). Weighted mean U-Pb ages obtained from the OD-3 zircon at the laser spot size diameter of 15 μm (c) and of 35 μm (d).

VIII. 引用文献

- Cherniak, D. J. and Watson E. B. (2001). Pb diffusion in zircon. *Chemical Geology* 172: 5-24.
- Hirata, T. and Nesbitt, R.W. (1995). U-Pb isotope geochronology of zircon: evaluation of the laser probe-inductively coupled plasma mass spectrometry technique. *Geochimica et Cosmochimica Acta* 59: 2491-2500.
- 平田岳史・横山隆臣・牧 賢志・岡林識起・鈴木敏弘・昆 慶明(2011). レーザーアブレーション-ICP質量分析法によるジルコン年代測定. *フィッション・トラック ニュースレター* 24: 79-86.
- Iizuka, T. and Hirata, T. (2004). Simultaneous determinations of U-Pb age and REE abundance for zircons using ArF excimer laser ablation-ICPMS. *Geochemical Journal* 38: 229-241.
- Iwano, H., Orihashi, Y., Hirata, T., Ogasawara, M., Danhara, T., Horie, K., Hasebe, N., Sueoka, S., Tamura, A., Hayasaka, Y., Katsube, A., Ito, H., Tani, K., Kimura, J., Chang, Q., Kouchi, Y., Haruta, Y. and Yamamoto K. (2013). An inter-laboratory evaluation of OD-3 zircon for use as a secondary U-Pb dating standard. *Island Arc* 22: 382-394.
- Jaffey, A.H., Flynn, K.F., Glendenin, L.E., Bentley, W.C. and Essling, A.M. (1971). Precision measurement of half-lives and specific activities of ^{235}U and ^{238}U . *Physical Review C* 4: 1889-1906.
- Jochum, K.P., Pfänder, J., Woodhead, J.D., Willbold, M., Stoll, B., Herwig, K., Amini, M., Abouchami, W., and Hofmann, A.W. (2005). MPI-DING glasses: New geological reference materials for in situ Pb isotope analysis. *Geochemistry Geophysics Geosystems* 6: 1525-2027.
- 兼岡一郎(1998). 年代測定概論. 315p. 東京大学出版会, 東京.
- Ludwig, K. (2003). User's manual for Isoplot 3.00. *Berkeley Geochron. Ctr. Spec. Pub.*, 4: 70pp.
- Sakata, S., Hirakawa, S., Iwano, H., Danhara, T., Guillong, M., Hirata, T. (2017). A new approach for constraining the magnitude of initial disequilibrium in Quaternary zircons by coupled uranium and thorium decay series dating. *Quaternary Geochronology* 38: 1-12.
- Sláma, J., Košler, J., Condon, D.J., Crowley, J.L., Gerdes, A., Hancharg, J.M., Horstwood, M.S.A., Morris, G.A., Nasdala, L., Norberg, N., Schaltegger, U., Schoene, B., Tubrett, M.N. and Whitehouse, M.J., (2008). Plešovice zircon – a new natural reference material for U-Pb and Hf isotopic microanalysis. *Chemical Geology* 249: 1-35.
- Wiedenbeck, M., Alle, P., Corfu, F., Griffin, W.L., Meier, M., Oberli, F., Von Quadt, A., Roddick, J.C. and Spiegel, W. (1995). Three natural zircon standards for U-Th-Pb, Lu-Hf, trace element and REE analyses. *Geostandards and Geoanalytical Research* 19: 1-23.
- Wiedenbeck, M., Hanchar, J.M., Peck, W.H., Sylvester, P., Valley, J., Whitehouse, M., Kronz, A., Morishita, Y., Nasdala, L., Fiebig, J., Franchi, I., Girard, J.-P., Greenwood, R.C., Hinron, R., Kita, N., Mason, P.R.D., Norman, M., Ogasawata, M., Piccoli, P.M., Rhede, D., Satoh, H., Schulz-Dobrick, B., Skår, Ø., Spicuzza, M.J., Terada, K., Tindle, A., Togashi, S., Vennemann, T., Xie, Q. and Zheng, Y.-F. (2004). Further characterisation of the 91500 zircon crystal. *Geostandards and Geoanalytical Research* 28: 9-39.

要旨

レーザー結合誘導プラズマ質量分析法を用いたジルコンU-Pb年代測定はジルコンを含むさまざまな岩石の形成年代制約のために使われる。本論では、岡山理科大学に導入されたLA-ICP-MSのU-Pb年代分析システムの分析精度・確度の確認のため、2つの年代標準試料(Plešovice zirconとOD-3 zircon)の測定を行った。その結果、本学LA-ICP-MS測定において分析スポット径の違いに関わらず、それぞれの推奨年代値と同じ年代値が得られることが確かめられた。

(2019年1月7日受理)