

表面電離型質量分析計, MAT262 による岩石・鉱物試料の Sr・Nd 同位体組成の測定

飯 泉 滋*

Sr and Nd isotopic analyses, using a thermal ionization mass spectrometer MAT262

Shigeru Iizumi*

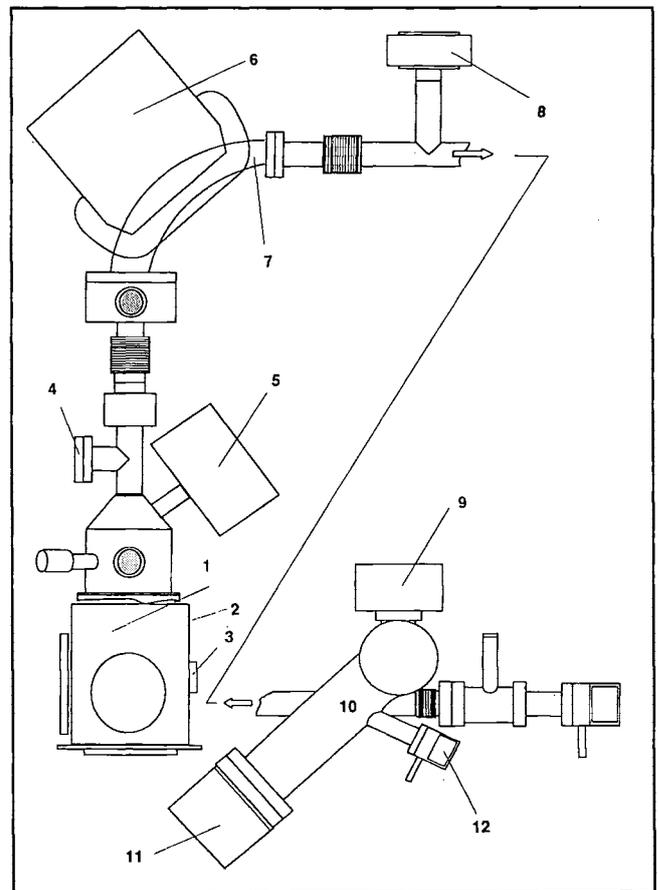
Abstract

Extraction methods of Rb, Sr, Sm and Nd from rocks and minerals are described. Sr isotope ratio of standard sample NBS987 was repeatedly measured for a long term, using a mass spectrometer MAT262 at the Department of Geoscience, Shimane University. The isotope ratio is in a restricted range from 0.710260 ± 0.000009 (2σ) to 0.710285 ± 0.000009 (2σ). Sr isotope ratio was measured for the same six samples at the Department of Geoscience, Shimane University and the Institute for Study of the Earth's Interior, Okayama University. Each sample gave quite similar isotope ratio.

1. はじめに

1994 年 3 月, 鳥根大学理学部地質学教室に表面電離型質量分析計 (フィニガンマツ社, MAT262) が設置された。表面電離型質量分析計は固体試料の多くの元素の同位体組成を精度良く測定でき, また同位体希釈法によって微量元素の定量分析も可能であることから, 地球科学, 宇宙科学, 年代学等の広い分野で利用されている。表面電離型質量分析計の設置に伴い, 利用頻度の高い Rb-Sr 法および Sm-Nd 法の確立を当面の目標にして, 実験室や機器類の整備を進め, 現在までに, 岩石・鉱物中の Rb・Sr・Sm・Nd の同位体希釈法による定量分析および Sr・Nd の同位体組成の分析が可能となった。これまで, Sr や Nd 同位体用の標準試料 (NBS987 や La Jolla 等) や地質調査所の標準試料についての測定 (Iizumi et al., 1994; 1995) を進めると同時に, 火成岩類についての測定も行い, データの一部はすでに報告している (飯泉, 1996; Rezanov et al., 1996 等)。

岩石・鉱物試料からの Rb・Sr・Sm・Nd の抽出や定量方法, また Sr・Nd の同位体組成の測定方法はすでに多くの研究室で確立され, それらに関する報告もなされている (例えば, 加々美ほか, 1982; Kagami et al., 1987 等)。本教室でも基本的には, 加々美ほか (1982) や Kagami et al. (1987) 等に従って, Sr や Nd の抽出を行っているので, 本稿ではその解説については概要にとどめ, 当教室に設置された MAT262 による Sr や Nd 同位体組成の精度や変動に中心をおいて報告する。



第 1 図 質量分析計 MAT262 の概略図。

- 1: イオン源, サンプルマガジン挿入部
- 2: ターボモレキュラーポンプ,
- 3: マガジンドライブ, 4: イオンポンプ
- 5: バルブ, 6: 電磁石, 7: 分析管,
- 8: イオンポンプ, 9: アンプ系
- 10: コレクター, 11: コレクター調整部,
- 12: SEM 系

* 鳥根大学総合理工学部地球資源環境学教室
Department of Geoscience, Shimane University

2. MAT262 の概要

MAT262 は分析系, 真空系, データシステム系等から成り立っている. 分析系はイオン源, 電磁石, イオンコレクターで構成される(第1図). 加速電圧は10KeVで, 加速されたイオンは中心軌道半径23cm(実効半径46cm), 磁場偏向角90°の磁場によって曲げられ, 質量ごとにそれぞれのイオンコレクターに収束される. サンプルマガジンには同時に13個のサンプルをセットすることができる. サンプルマガジンはコンピュータ制御による自動回転も可能である. 測定前にサンプルについての予備加熱を行うことも可能である. サンプルのイオン化はシングルあるいはトリプルフィラメントで行うことも可能であるが, 試料の量やSr・Nd含量に問題がない限り, 通常ダブルフィラメントでの測定を行っている. フィラメント電流は自動制御が可能である.

イオンコレクターは1個の固定ファラデーカップと4個の変可変ファラデーカップからなり, 5個のアイソトープの同時測定が可能である(最大8個のファラデーカップの装着が可能).

イオン源はターボモレキュラーポンプおよびロータリーポンプにより, 分析管は2台のイオンゲッターポンプによって高真空が維持される. 分析時において, イオン源は 10^{-7} ~ 10^{-8} Torr, 分析管は 10^{-8} ~ 10^{-9} Torrの真空が保たれる. イオン源と分析管の間には自動(および手動)で作動するバルブがあり, 異常事態発生時にはバルブが自動閉鎖され, 分析管の高真空は保たれる. イオン源にはクライオポンプが装着されており, 液体窒素を使用することによって予備加熱等によって発生するガスを吸着する.

データシステムはCOMPAQ DISKPRO 386/20eおよびHP-Think Jetプリンターからなり, これらによりMAT262の制御とデータの処理が行われる.

3. 試料の溶解と Rb・Sr・Sm・Nd の抽出

1) 薬品と容器

試料の分解や溶解に使用する薬品類は次のものを使用している. 水は水道水を蒸留・イオン交換し, 0.07-0.08 μ S/cm程度にしたものをMILLI-Q water systemを用いて0.06 μ S/cm以下にする. これを石英ガラス製蒸留装置で低温蒸留したものを使用している. 塩酸は市販の精密分析用のものを石英ガラス製蒸留装置で低温蒸留する. その他の薬品類はメルク社製の超高純度試薬を使用している.

試料の分解にはすべてテフロン製の容器を使用している. 使用後の容器は洗剤と水で充分洗浄し, 一昼夜洗剤

に浸した後, 70-80°Cに保った塩酸・硝酸・蒸留水につけ, それぞれ2時間以上保つ. この過程を繰り返した後, 70-80°Cに熱した最上質の水に数時間繰り返し浸し洗浄する.

2) 試料の溶解と Rb・Sr・Sm・Nd の抽出

試料の量はサンプルに含まれるSrやNdの含量によって異なる. SrおよびNdともに抽出が充分であれば, ごく少量のSrやNd量(数10ng)で測定は充分可能であるが, 通常の場合, 抽出時に失われる量も考慮して, 数 μ g程度のSrおよびNdが得られるよう試料を溶解する. 玄武岩一流紋岩組成の岩石では特殊な場合を除いて, 0.1g程度を7ml蓋付きテフロンビーカーにはかりとる. HF, HCl, HNO₃を加え数10時間放置する. 超音波槽にかけ, ホットプレート上で80°C程度で蒸発乾固する. 6N-HClを数ml加え, 超音波槽にかけ試料を再溶解する. 試料が完全に溶解していることを確認し, 再び蒸発乾固する. 難溶性の鉱物を含むサンプルはステンレス製容器付き特性テフロン容器にはかり取り, 密封してオープン中で200°C程度で数日保ち溶解する.

6N-HClに溶解し蒸発乾固させた試料に2mlの2.5N-HClを加え, 一昼夜常温で放置した後, 遠心分離する. 上澄みを第1カラムに吸着させる. 第1カラムは径1cm, 長さ15cmのパイレックス製で, 樹脂はBIO RAD社製AG50W-X8 H型200-400メッシュ10mlを用いている. さらに, 2.5N-HCl 2mlを数回流し十分に樹脂に吸着させる. 続いて2.5-NHClを適量流し, Rb・Srを, さらに6N-HClを流しRare Earth Elements(REE)を分離する. 第1図は2.5-NHClの量とRbおよびSrの滴下する位置関係を示したものである. このテストには, JG-1a, JB-1aのほか, Rb・Sr含量に大きな違いのある花崗岩から斑れい岩までの5個の岩石試料および薬品を使用した. 第2図には, RbについてはJG-1aと400ppmのRb試薬についての結果を, またSrについては, JB-1aおよび400ppmのSr試薬についての結果を示した. JB-1aやその他の岩石試料のRbが滴下する範囲はJG-1aあるいは薬品のRbが示す範囲内にある. Srについても同様である. Rb・Srをそれぞれ400ppm程度まで含む試料では2.5-NHClの量が17mlから37mlの20mlの間にほとんどが滴下し, Srはその直後から67mlの間に滴下する(第2図). 従って, 通常の岩石の場合, Rb(定量分析用)については20-30mlの間の10mlを, またSrは45-60mlの間の15mlを測定用に採取している. この方法に従って, これまでに数ppmから1,200ppmのRbおよび10ppmから2,500ppmのSrを含む岩石試料からのRbおよびSrの抽出を行ってきたが, Sr試料にRbが混入し, 測定に影響を及ぼした例は少ない. 但

第1表 NBS987 および La Jolla 標準試料についての Sr および Nd 同位体組成の測定結果. いずれも 10 個のフィラメントに試料を塗布し, それぞれの試料について 10 ブロック (測定数, 100) の測定を同一日に行った. $^{88}\text{Sr}(V_{\max})$ および $^{88}\text{Sr}(V_{\min})$ はそれぞれ, 測定時における ^{88}Sr の強度の最高時および最低時の電圧を示す. Nd についても同様である. Sr および Nd 同位体組成はそれぞれ, $^{88}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}=8.375209$, $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}=0.7219$ にノーマライズし, 誤差を 2σ で示した.

Location	Number of blocks	Intensity of $^{88}\text{Sr}(V_{\max})$	Intensity of $^{88}\text{Sr}(V_{\min})$	$(^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr})_N$	2σ
Loc.1	10	6.43	5.55	0.710287	0.000008
Loc.2	10	7.72	4.76	0.710274	0.000006
Loc.3	10	7.14	5.83	0.710273	0.000007
Loc.4	10	7.82	6.05	0.710276	0.000006
Loc.5	10	5.29	5.03	0.710263	0.000007
Loc.6	10	6.89	5.77	0.710287	0.000009
Loc.7	10	7.82	6.04	0.710282	0.000007
Loc.8	10	7.42	6.15	0.710269	0.000006
Loc.9	10	8.49	5.84	0.710261	0.000008
Loc.10	10	5.70	5.11	0.710274	0.000007
Mean	100			0.710270	0.000004

Location	Number of blocks	Intensity of $^{144}\text{Nd}(V_{\max})$	Intensity of $^{144}\text{Nd}(V_{\min})$	$(^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd})_N$	2σ
Loc.1	10	2.89	2.39	0.511843	0.000004
Loc.2	10	2.75	2.13	0.511843	0.000005
Loc.3	10	4.97	2.29	0.511847	0.000005
Loc.4	10	2.56	1.62	0.511844	0.000005
Loc.5	10	2.63	1.57	0.511846	0.000004
Loc.6	10	2.83	1.82	0.511849	0.000005
Loc.7	10	2.74	1.25	0.511847	0.000005
Loc.8	10	3.14	1.09	0.511849	0.000007
Loc.9	10	4.35	1.24	0.511836	0.000004
Loc.10	10	3.07	0.82	0.511843	0.000006
Mean	100			0.511845	0.000003

し, Rb が多く Sr が少ない岩石試料 (800ppm 以上の Rb, 20ppm 程度の Sr を含むアルカリ流紋岩類) では, Sr の Rb からの分離が充分でない場合があり, このような場合, 繰り返しカラムを通すことにしている.

Sr を抽出した後, カラムに 6N-HCl を流し, REE を抽出する. 最終的に 5ml ビーカーに移し蒸発乾固する. 同ビーカーに 2.5N-HCl 100ml を加え溶解し, 第2カラムに吸着させる. 第2カラムは径 1.5cm 長さ 10cm (脚部: 径 3mm, 長さ 5cm) のパイレックス製で, 樹脂は BIO RAD 社製 AG50W-X8,H 型, 200-400 メッシュを用いている. pH4.5 に調整した 0.2N-HIBA (Hydroxy Iso-Bytric Acid) を用いて Sm および Nd を抽出する. この際 HIBA の pH が Sm・Nd の分離に微妙に影響するので, 諸条件の変化に応じて pH を調整している. 抽出後, 蒸発乾固し測定用に保存する.

4. Sr および Nd 同位体組成の測定

1) フィラメントへの試料の塗布

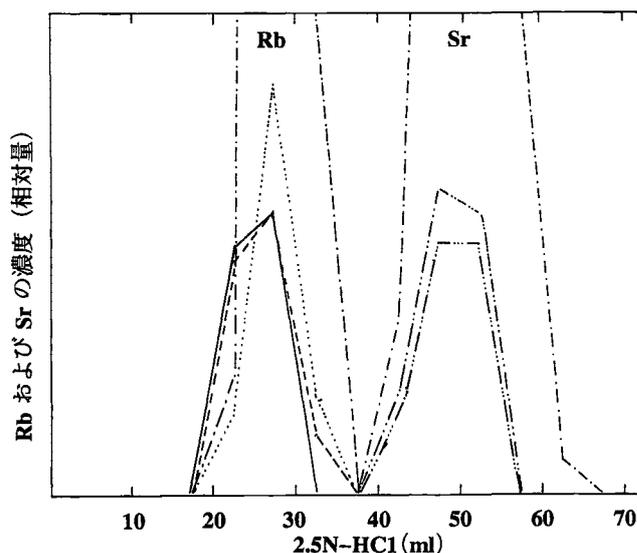
Sr および Nd 同位体組成は通常ダブルフィラメントによる測定を行っている. ionization フィラメントにはレニウム, evaporation フィラメントにはタンタルを用

いている. フィラメントはいずれも, フィラメント焼きだし装置 (同時に 30 個のフィラメントを装着可能) を用い, 20 分間 4A の電流を流して加熱し, 脱ガス化させたものを使用する. この条件で脱ガス化されたフィラメントからは, Rb・Sr・Sm・Nd はまったく検出されない. 5ml ビーカーに保存された Rb および Sr サンプルは, 約 10 μ l の 2.5N-HCl を加え溶解させる. これを 1 μ l ピペットを用いて数滴フィラメント (通常 1 μ g 以上の Sr あるいは Nd を含む) に塗布する. Sm および Nd 試料は約 10 μ l の 60% HNO₃ に溶解させ, 同様に数 μ l をフィラメントに塗布する. サンプル塗布時には, フィラメントに 0.8-1.3A 程度の電流を通し, 試料をフィラメント中央部で乾燥・固定する.

サンプルマガジンには 13 試料を装着でき, 高真空を破ることなく 13 個の測定が可能であるが, そのうち 1-2 のフィラメントには毎回標準試料 (Sr 同位体測定時には NBS987, Nd 同位体測定時には La Jolla) を塗布している.

2) Sr・Nd 同位体の測定

Sr や Nd 同位体測定は完全自動で行うことが可能であるが, 測定条件がサンプル毎に微妙に異なる事や測定効率等を考慮して通常は半自動で分析を行っている. イオン源の真空が 10⁻⁶mmHg 以上に達した時点でクライオポンプに液体窒素を注入する. これによって, 試料の予備加熱時等に測定サンプル以外から発生するイオンを



第2図 カラムへの 2.5N-HCl の量と Rb および Sr の滴下する位置との関係.

縦軸は Rb および Sr の相対濃度で, Rb および Sr の絶対濃度は異なる.

実線, 破線および点線は JG-1a の Rb の滴下する範囲を, 二点および三点鎖線は JB-1a の Sr が滴下する範囲を示す. 一点鎖線は Rb400ppm, Sr400ppm の薬品での Rb および Sr の滴下する範囲を示す.

吸着する。測定は分析管の真空が 10^{-8} mmHg, イオン源で 10^{-7} mmHg 以上の状態で開始する。Rb 同位体測定の際には inonization フィラメントの電流は 2A 以下, evaporation フィラメントの電流は 0.5A 以下で, Sr 同位体測定の場合はそれぞれ 2.5A-3.0A, 0.5-0.7A 程度で行っている。Sm や Nd 同位体測定の場合は ionization フィラメント 4A, evaporation フィラメント 0.5-1.2A 程度で行っている。レンズ系の調整後, Sr の測定の場合は ^{88}Sr が, また Nd の場合, ^{144}Nd が, 数ボルトの強度を保つようフィラメント電流を制御する。

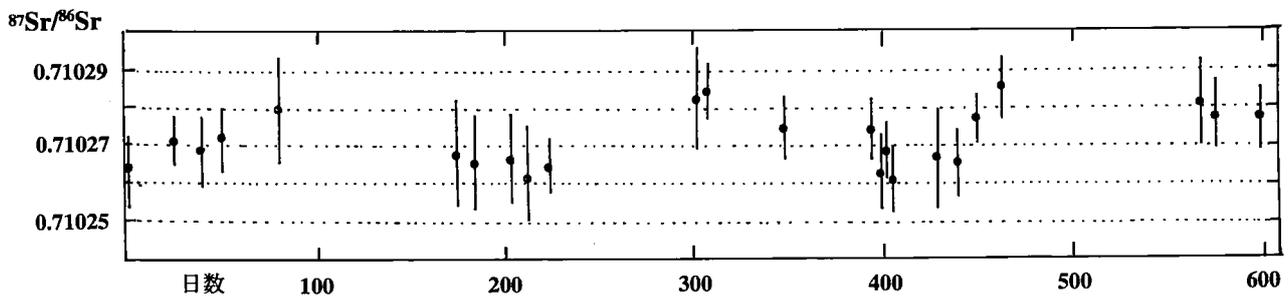
本装置では, 測定開始前に質量数に応じた各ピーク毎の最適の磁場がダイナミックキャリブレーションによって自動的に設定され, 測定はその設定に従って効率的に行われる。Sr および Nd 同位体測定の場合は 10 ブロッ

ク (1 ブロックは 10 回の測定データより構成) から 15 ブロックの測定を行っている。データは Sr の場合, $^{86}\text{Sr}/^{88}\text{Sr}=0.1194$ で, Nd の場合 $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}=0.7219$ でノーマライズされ, 統計処理される。データは同一マガジンで測定された標準試料の値と比較検討し, 必要があれば補正を行う。

Rb・Sr・Sm・Nd の定量分析の際はスパイク等による分析管の汚染を極力避けるため, 通常数ブロック程度の測定にとどめている。

3) Sr および Nd 同位体組成の変動

第 1 表に, Sr および Nd の標準試料 (NBS987 および La Jolla) をそれぞれ 10 個のフィラメントに塗布し測定した同位体組成を示した。Sr 同位体組成は ^{88}Sr の最大強度が 5V 以上, Nd 同位体組成は ^{144}Nd の最大強度が 2.5



第 3 図 Sr 同位体標準試料 NBS987 の 600 日間における同位体組成の変動。実線は 2σ を示す。詳細は本文参照。

第 2 表 第 1 表に示した NBS987 および La Jolla 標準試料についてのデータのうち, Location 1 で測定したデータについての各ブロック毎の Sr および Nd 同位体組成。S. D. は標準偏差, M は測定値, N は $^{88}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}=8.375209$, $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}=0.7219$ にノーマライズした値, N・S はそれぞれのブロックまでのデータをノーマライズし, 累計した値を示す。

Block No.	$(^{88}\text{Sr}/^{86}\text{Sr})_M$	S.D.	$(^{87}\text{Sr}/^{88}\text{Sr})_M$	S.D.	$(^{87}\text{Sr}/^{88}\text{Sr})_N$	S.D.	$(^{87}\text{Sr}/^{88}\text{Sr})_{N\cdot S}$	2σ
1	8.366768	0.000176	0.709906	0.000026	0.710266	0.000045	0.710266	0.000029
2	8.367233	0.000231	0.709952	0.000046	0.710287	0.000039	0.710276	0.000019
3	8.367523	0.000502	0.710264	0.000039	0.710272	0.000015	0.710272	0.000015
4	8.367611	0.000211	0.709933	0.000031	0.710258	0.000029	0.710269	0.000012
5	8.367545	0.000475	0.709965	0.000055	0.710291	0.000046	0.710273	0.000012
6	8.367656	0.000222	0.709924	0.000045	0.710243	0.000042	0.710268	0.000011
7	8.367793	0.000272	0.709951	0.000013	0.710263	0.000272	0.710267	0.000010
8	8.367815	0.000208	0.709932	0.000019	0.710253	0.000024	0.710266	0.000009
9	8.368146	0.000436	0.709976	0.000032	0.710277	0.000029	0.710267	0.000008
10	8.368334	0.000259	0.709977	0.000046	0.710270	0.000047	0.710267	0.000008

Block No.	$(^{148}\text{Nd}/^{144}\text{Nd})_M$	S.D.	$(^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd})_M$	S.D.	$(^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd})_N$	S.D.	$(^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd})_{N\cdot S}$	2σ
1	0.722303	0.000040	0.511689	0.000024	0.511830	0.000013	0.511830	0.000008
2	0.722551	0.000034	0.511606	0.000019	0.511842	0.000015	0.511836	0.000007
3	0.722810	0.000054	0.511529	0.000021	0.511854	0.000024	0.511842	0.000007
4	0.723033	0.000042	0.511421	0.000023	0.511826	0.000021	0.511838	0.000007
5	0.723272	0.000054	0.511358	0.000021	0.511848	0.000024	0.511840	0.000006
6	0.723496	0.000049	0.511291	0.000018	0.511853	0.000015	0.511842	0.000006
7	0.723676	0.000032	0.511214	0.000019	0.511845	0.000018	0.511842	0.000005
8	0.723847	0.000047	0.511149	0.000022	0.511840	0.000014	0.511842	0.000005
9	0.724003	0.000037	0.511090	0.000011	0.511846	0.000020	0.511843	0.000004
10	0.724153	0.000036	0.511044	0.000012	0.511847	0.000017	0.511843	0.000004

V以上の条件で測定を行った。NBS987について, $^{86}\text{Sr}/^{88}\text{Sr} = 0.1194$ でノーマライズした値は, $0.710261 \pm 0.000008 (2\sigma)$ から $0.710282 \pm 0.000007 (2\sigma)$ までの変動を示した。また La Jolla について, $^{146}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0.7219$ でノーマライズした値は, $0.511836 \pm 0.000004 (2\sigma)$ から $0.511849 \pm 0.000005 (2\sigma)$ の値を示した。これらのデータは試料への外部物質の混入やフィラメントからの汚染等は考えられないので, 測定上この程度の変動があることは考慮に入れる必要がある。NBS987 について 10 個のフィラメントに塗布し, 各試料に対し 10 ブロックの測定を行った。それらの平均 (100 ブロック) の値は, $0.710270 \pm 0.000004 (2\sigma)$ を示す。この値はすでに報告した 0.710275 ± 0.000007 の値 (Iizumi et al., 1994) と誤差の範囲内で一致している。この値は Kagami et al. (1982; 1989) の結果と比較するとやや高いが, Kurasawa (1984) の値とは類似している。一方, La Jolla の 100 ブロックの平均値は $0.511845 \pm 0.000003 (2\sigma)$ を示し, これも以前報告した値 (Iizumi et al., 1995) と一致している。

第 2 表には第 1 表に示した分析結果のうち, 1 個のフィラメント (Location 1) に塗布した標準試料の Sr および Nd 同位体組成の各ブロックごとの変動を示した。ブロック毎の変動は第 1 表に示した location 毎の変動より大きい, Sr および Nd とも最低 7 ないし 8 ブロックの測定で一定したデータに収束する事を示している。

第 3 図に 1994 年 10 月から 1996 年 6 月までの 600 日の間に測定した Sr 同位体標準 NBS987 の測定結果を示した。NBS987 はサンプルの Sr 同位体測定時に必ず測定されているので, より多くのデータが得られているが, ほぼ同時期に測定された類似した値は除いてプロットした。また, この間 Nd 同位体組成の測定や Rb・Sr・Sm・Nd の定量分析を行った期間があることや, 若干のトラブルのため使用を止めていた期間があること等から, 期間全体にわたる連続したデータは得られていないが, 同一質量分析計による長期間にわたる同位体組成の変動幅を知ることができる。この間の値は $0.710260 \pm 0.000009 (2\sigma) \sim 0.710285 \pm 0.000009 (2\sigma)$ である。NBS987 を 10 個のフィラメントに塗布して同一日に測定した場合, $0.710261 \pm 0.000008 (2\sigma) \sim 0.710282 \pm 0.000007 (2\sigma)$ の変動を示したが, 600 日間における変動幅はそれを若干上回るものの, ほとんど同程度の変動であることは注目に値する。

第 3 表には Sr 同位体組成を測定した同一試料について, 1 年後に再び Sr を抽出し, 測定した結果を比較して示した。このような測定は, 質量分析計等測定に直接拘わる問題に由来する変動ばかりでなく, 抽出に使用した薬品類や器具類等による影響をチェックする上で重要

第 3 表 1 年間の間隔を置いて測定された同一サンプルの Sr 同位体組成。

A: 1994 年 12 月測定, B: 1995 年 12 月測定

samples	A		B	
	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	2σ	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	2σ
NBS987	0.710267	0.000009	0.710272	0.000009
OHI-41	0.704758	0.000009	0.704756	0.000014
OHI-48	0.706481	0.000009	0.706496	0.000019
OHI-53	0.706194	0.000009	0.706162	0.000014
OHI-55	0.705926	0.000014	0.705903	0.000012
OHI-56	0.706516	0.000009	0.706527	0.000013

第 4 表 同一サンプルについて 2 つの研究機関で測定された Sr 同位体組成。

A: 鳥根大学総合理工学部地球資源環境学教室

(MAT262)

B: 岡山大学固体地球研究センター (MAT261)

samples	A		B	
	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	2σ	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	2σ
NBS987	0.710270	0.000014	0.710265	0.000013
	0.710272	0.000010	0.710259	0.000012
M-1	0.705458	0.000008	0.705453	0.000014
M-2	0.706784	0.000015	0.706795	0.000015
M-3	0.705128	0.000011	0.705131	0.000015
M-4	0.704883	0.000015	0.704887	0.000014
M-5	0.705139	0.000014	0.705139	0.000012
M-6	0.703517	0.000015	0.703519	0.000015

であり, ブランクテストと共に時宜を得て行う必要がある。測定した試料は玄武岩から流紋岩までの 5 試料でいづれも誤差内で一致している (第 3 表)。同時に測定した NBS987 の値も誤差範囲内で一致した値を示している。Sr 抽出の過程での薬品その他による影響はなかったものと判断される。

4) 他機関でのデータとの比較検討

同位体組成を他機関の質量分析計で測定されたデータと比較検討する場合, それぞれの元素についての標準試料についてのデータの測定が欠かせない。当教室においても, Sr については NBS987, Nd については La Jolla および JMC の測定を随時行っており, これらをもとに他機関でのデータとの比較検討を行っている。La Jolla と JMC とは数回の同時測定を繰り返し, 現在, La Jolla: 0.511848 の値を JMC: 0.511958 の値に対応させている。NBS987 および La Jolla 標準試料についてのデータはすでに報告した (Iizumi et al., 1994; 1995)。

Sr や Nd の抽出過程での影響を含めて, 同一試料についてのデータを比較検討するためには, 岩石・鉱物試料についてのデータが必要である。これまで, 地質調査所で作成された一部の標準試料の測定を行い, 他機関で測定されたデータ (Ando and Shibata, 1988; Kagami et al., 1989; 倉沢, 1984; Nohda and Wasserburg, 1981; Arakawa,

1992; Takahashi and Masuda, 1990 等) と比較検討を行った (Iizumi et al., 1994; 1995) が, 今回 6 個の同一試料について, 当教室および岡山大学固体地球研究センターで個別に Sr の抽出を行い, それぞれの質量分析計で Sr 同位体組成の測定を行った. 結果を同時に測定した NBS 987 のデータと共に第 4 表に示す. 岡山大学固体地球研究センターで使用した質量分析計はフィニガン社製 MAT261 である. 両機関で測定したデータは NBS987 のデータを含めて極めてよく一致している (第 4 表).

5. ま と め

- 1) 島根大学地球資源環境学科で行われている岩石・鉱物試料からの Rb・Sr・Sm・Nd の抽出方法およびフィニガン社製表面電離型質量分析計 MAT 262 による Sr および Nd 同位体組成の測定方法の概要を報告した. Sr および Nd 同位体組成は $1\mu\text{g}$ 以下の試料で精度の高いデータを得ることができる.
- 2) Sr および Nd 同位体組成は, ^{88}Sr あるいは ^{144}Nd の強度が数 V の安定した条件のもとで測定した場合, 通常 7 あるいは 8 ブロック (測定数: 70–80) の測定で精度の高いデータを得ることができる.
- 3) 600 日間における NBS987 の $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ 同位体組成は $0.710260\pm 0.000009(2\sigma)$ から $0.710285\pm 0.000009(2\sigma)$ の間の組成を示した. この変動は 10 個のフィラメントに塗布し, 同一日に測定した場合の変動幅 (各サンプルとも 10 ブロック測定), $0.710261\pm 0.000008(2\sigma)$ ~ $0.710282\pm 0.000007(2\sigma)$ とほとんど一致する. 従って Sr 同位体組成を比較検討する場合, この程度のデータの変動があることを念頭に置く必要がある.
- 4) 5 個の同一試料について, 1 年間の期間において Sr を抽出し, Sr 同位体組成の測定を行った. 標準試料 NBS987 を含めて一致した値を示した. この間, Sr の抽出過程・測定過程を含めて Sr 同位体組成に変化を及ぼすいかなる影響もなかったことを示している.
- 5) 当教室および岡山大学固体地球研究センターで, 同一サンプル 6 個について Sr の抽出および Sr 同位体組成の測定を行った. NBS987 のデータを含めてこれらのデータはすべて誤差の範囲内で一致した.

謝辞 当教室への質量分析計の設置に当たっては, 教室のスタッフの方々に大きなご援助およびご支援をいただいた. 本年 3 月末急逝された故大西郁夫教授には質量分析計設置の計画を進めていた当時, 教室主任として大変な尽力をいただいた. ここにあらためて感謝申し上げると共に, ご冥福をお祈りする次第である. 島根大学の沢田順弘教授には, 質量分析に関わる種々機器類購入・設

置に当たり, 大きなご支援をいただいた. 当教室で表面電離型質量分析計による Sr や Nd 同位体組成の測定方法を確立するにあたり, 岡山大学固体地球研究センターの加々美寛雄助教授には岩石試料からの各元素の抽出方法や同位体組成測定に関する多くの助言をいただいた. また, 赤坂千秋さんには, 水・薬品の蒸留や管理, 試料からの元素の抽出等多くの点でご援助をいただいた. 1993 年 8 月から 1995 年 7 月まで当教室に籍をおいた西オーストラリア地質調査所の Paul A. Morris 博士には一部の標準試料の測定を行っていただいたほか, 同一試料について, 本教室と岡山大学固体地球研究センター双方で Sr を抽出し, 同位体組成を測定していただいた. 日本振興株式会社の大谷聖子さん, 日本海技術コンサルタントの原 佳代さんには在学中同一試料についての複数回の Sr 同位体組成の測定を行っていただいた. 以上の方々に感謝申し上げる次第である. 本究を行うに当たって, 一部の費用に文部省科学研究費補助金を使用した.

文 献

- Ando, A. and Shibata, K., 1988, Isotopic data and rare gas compositions of GSJ rock reference samples, "igneous rock series", 1988. *Geochem. J.* 22, 149–156.
- Arakawa, Y., 1992, $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios of twelve GSJ rock reference samples and reproducibility of the data. *Geochemical J.*, 26, 105–109.
- Iizumi, S., Maehara, K., Morris, P. A. and Sawada, Y., 1994, Sr isotope data for GSJ reference samples. *Mem. Fac. Sci. Shimane Univ.*, 28, 83–86.
- Iizumi, S., Morris, P. A. and Sawada, Y., 1995, Nd isotope data for GSJ reference samples JB-1a, JB-3 and JG-1a and the La Jolla standard. *Mem. Fac. Sci. Shimane Univ.*, 29, 73–76.
- 飯泉滋・今岡照喜・加々美寛雄, 1996, 西南日本の白亜紀–古第三紀花崗岩類に伴われる塩基性岩類の Sr・Nd 同位体広域変化. 日本地質学会 103 年学術大会要旨.
- 加々美寛雄, 岡野 修, 須藤 宏, 本間弘次, 1982, MAT 260 による同位対比測定及び Rb・Sr 定量分析. 岡山大学温泉研究所報告, 52, 51–70.
- Kagami, H. Iwata, M., Sano, S. and Honma, H., 1987, Sr and Nd isotopic compositions and Rb, Sr, Sm and Nd concentrations of standard samples. *Technical Rept. ISEI, Ser. B, No.4.*
- Kagami, H., Yokose, H. and Honma, H., 1989, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ and $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios of GSJ rock reference samples; JB-1a, JA-1 and JG-1a. *Geochem. J.*, 23, 209–214.

- 倉沢 一, 1984, 富士・箱根・伊豆地域の火山岩類の Sr 同位体組成. 地調月報, 35, 637-659.
- Nohda, S. and Wasserburg, G. J., 1981, Nd and Sr isotopic study of volcanic rocks from Japan. Earth Planet. Sci. Lett., 52, 264-276.
- Rezanov, A. I., Shuto, K. and Iizumi, S., 1996, A Rb-Sr whole rock isochron age of the Gozu Granite, Niigata prefecture, central Japan. Jour. Geol. Soc. Japan, 104, 110-114.
- Takahashi, K. and Masuda, A., 1990, The new technique for the measurement of isotope abundance of ^{143}Nd without chemical removal of other rare earth elements. Mass spectroscopy, 38, 101-105.