惑星探査におけるK-Ar年代のその場計測法の開発

○長勇一郎1,三浦弥生1,橘省吾1,杉田精司2

1: 東京大学 理学系研究科 地球惑星科学専攻, 2: 東京大学 新領域創成科学研究科 複雑理工学専攻

要旨

惑星探査において試料の絶対年代を計測することが可能となれば、惑星の進化を理解する上で極めて重要な情報となる。本研究ではレーザー誘起絶縁破壊発光分光法(LIBS)によるK定量 と四重極質量分析計(QMS)によるAr定量とを組み合わせて、**K-Ar年代測定を惑星探査のその場で実施する手法**を確立することを目指す。ここでは、基礎技術である(1)Kの定量(2)Arの 定量(3)年代測定装置の設計・製作の進捗状況について報告する。(1)Kについて、従来困難であった**高真空条件下での検量が可能**であることがことが示された。(2)Arについて, 合成試料 を用いたレーザー照射Ar放出実験の結果、10⁻¹² cc/g-sampleの³⁶Arを検出できることが本手法実現の鍵であることが明らかになった。(3)(2)の知見を基にして年代測定に特化したシ **ステムを設計・製作し稼働**させた。その結果、(2)のArを検出するために十分な**低ブランクの真空系が達成**された。

絶対年代のその場測定の重要性		先行研究
● 地質ユニットの絶対年代 は惑星全体の進化を知る上で	Doran et al. (2004)	●Beagle 2(ESA, 2003 軌道投入失敗)→XRF-Furnace-Sector MS方式[3]
不可欠であり、着陸機でのみ測定可能な観測量である。	Late Amazonian	●MSL(NASA, 2011)→LIBS-Furnace-QMS方式[4]
●火星表層の年代は月のクレーター年代学に基づく類推	Middle Amazonian	問題点1 : 従来方式ではAr抽出用高温炉への試料導入やカメラによる試料体積推定
[1]と火星隕石からの限られた情報しか出されておらず、	Early Amazonian	など、 システム構成と測定手順が複雑 であり、リソースへの負荷も大きい。
絶対年代には10~20億年にも上る不定性がある[2]。	H Hesperian	問題点2 : 一点のデータから年代を決定する「全岩モデル年代計測」方式であるた

●地質学的状況が明瞭な試料の年代値を求めることが出 来れば、火山活動の時期や規模の推定、クレーター年代 ついてはエラーバーに対応する不定性がある 学の絶対値較正などが可能となり、火星進化の描像に大きな制約を与え得る。 ●月面試料の年代がその場測定できれば、試料回収探査の効率と価値は飛躍的に 高まる。

◆K-Ar年代測定法

●⁴⁰Kが⁴⁰Arへ半減期12.5億年で放射壊変する ことを利用して年代を推定する手法。

$$t = \frac{1}{\lambda} \ln \left(1 + \frac{\lambda}{\lambda_e} \frac{^{40}\text{Ar}^*}{^{40}\text{K}} \right)$$

●岩石中のKの比較的豊富な存在度(0.1~5 wt%)、Arが希ガスであることなどにより、惑星探査 での技術的実現可能性が他の年代測定法と比較して高い。

手法

◆KおよびArの抽出と測定

●レーザーを共通照射源としてKとArを放 出・同時測定する新方式(右図)。 ●Kはレーザー誘起絶縁破壊発光分光法 (LIBS, 右下図)で、Arは四重極質量分析計 (QMS)を用いて定量する。Arは⁴⁰Arおよ び大気混入量(コンタミ)評価のための³⁶Ar の定量が鍵となる。



LIBSによる元素分析の概念図:レーザー照射→プラズマ発光→分光

による元素輝線の同定

本研究で提唱するLIBS-QMSシステムの概念図。

め、得られた年代値の信頼性を判断することが困難である[5]

本研究の目標

- ●レーザーによって放出される**少量のArを検出できる小型の真空ラインを設**計 し、LIBSとQMSの同時計測が可能な**K-Ar年代計測装置を組み上げ**、年代測定法 としての評価のための基礎実験を行う。 ●QMS(四重極質量分析器)での精密質量分析に十分な量のArをレーザーの照射に よって抽出し、感度よく検出することで、放射壊変で生ずる40Arを10%以内の精 度で定量する。 ●発光効率の低下が知られている高真空条件で**K発光輝線を測定**し濃度を相対精
- 度10%以内で検量する。玄武岩試料のレーザーによる蒸発量を測定し、多くの試 料の間で10%程度の再現性をもつような照射条件を見出す。両者を組み合わせる ことでKの絶対量を10~20%の精度で推定できる測定法を確立する。

新装置の設計と製作







◆本手法の強み

装置の小型化・単純化が可能で、 同一岩石の複数スポット分析から **アイソクロン年代**を求め、得られた年代値の 信頼性を評価可能。



▶<u>LIBSによるK定量</u>

- ・条件: Nd:YAGレーザー (80mJ, パルス幅5ns, スポット径700µm)
- ・試料:岩石粉末圧縮固結試料(K2O=0.001~5 wt%)
- ●従来測定が困難であった高真空下でのK輝線発光測定が、 高効率の集光光学系を組むことによって可能に。
- ●K濃度とK輝線の発光強度は良い相関があり、それによる 検量可能性が明らかになった。

●玄武岩的な試料(Basalt, Hawaiite)のレーザーによる蒸発 量は10%程度で一致するとの予備的結果

- →K濃度推定と併せることでK絶対量検量可能性を示唆。
- ▶QMSによるArの定量: 新装置設計への予備実験
- ・目的1: Ar放出量のレーザーパルス照射回数依存性を調査することで、岩石へ





●予備実験の結果を受け、年代計測に特化した基礎実験装置を設計・製作した。 ●QMSの感度向上, レーザーエネルギーの向上, 炭化水素ピークの低減を実現 ●統合されたシステムを用いて、年代計測性能の評価を行う(現在も継続中)。 ◆バックグラウンドマススペクトル



●ベーキング後の真空ラインのマススペクトルを取得し、Ar測定への妨害分子種の存在 **度を測定**することで、目標とする量のArが検出可能か評価した。

のレーザー照射に伴うAr放出の性質を確かめる。

- ・目的2: 検出限界とそれを律速する要因を明らかにし、必 要なレーザー照射回数を算出する。
- ・試料: 高濃度⁴⁰Arを封入した玄武岩ガラス試料10⁻¹ cm³/g(天然試料 ⁴⁰Ar=10⁻⁵ cm³/g-sampleの10000倍)
- ・実験条件: Nd:YAGレーザー16mJ, スポット径400µm

●Ar放出量は**パルス数と概ね線形**だが、照射回数が増えると 伸びはやや鈍る傾向。

●実際の火星試料での大気コンタミ³⁶Arの検出のために

は、Ar放出量と検出感度の向上を組み合わせて、**検出量を** 一桁上げる必要有り→新装置設計へフィードバック ●ブランクスペクトルの考察→³⁶Arのブランクを10-12 cm³台へ低下させる必要あり。

> レーザー照射回数とAr放出量との関係。 フィッティングの冪指数はおよそ0.8。



100

Pulse number

1000

●着目するAr同位体の質量数である36,40に妨害ピークは見られず、Ar測定に対しては充分 「きれい」な状態を達成できたことが分かった。 ●ノイズレベル(イオン電流値10⁻¹² A)は予備的な値として10⁻¹⁵ cm³ STP程度に相当すると考 えられ、Ar定量の目標値である10⁻¹² cm³の³⁶Arの検出が可能な公算が高い。

まとめ

●LIBS-QMS法によるK-Ar年代測定装置を設計し、稼働を開始した。 ●高真空条件下でK輝線の検出に成功し、K濃度の検量可能性を示した。 ●新システムにおけるQMSのブランクレベルは、基礎実験による目標値 (³⁶Ar=10⁻¹² cm³/g)を検出するのに十分低く、レーザーによって放出される少 量のArを定量できる目処が立った。 ●本手法を用いたK-Ar年代測定の実現のためには、K絶対量測定精度の評価と 検出限界の引き下げ、Ar絶対量の正確な較正が必要となる。

参考文献[1]Hartmann and Neukum 2001 [2] Doran et al. 2004 [3] Swindle et al. 2003 [4]Talboys et al. 2009 [5] Bogard 2008

