

文化財の自然科学的分析に関する基礎研究

メタデータ	言語: jpn 出版者: 明治大学人文科学研究所 公開日: 2013-05-22 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 杉原, 重夫, 小林, 三郎 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10291/14500

文化財の自然科学的分析に関する基礎研究

杉原 重夫 小林 三郎

Basic researches on scientific analysis for
cultural properties

Shigeo SUGIHARA, Saburo KOBAYASHI

本研究は、1995年度の私立学校設備整備補助金(研究装置)により文学部で購入を決定した「文化財の自然科学的分析システム」を使用して基礎的な実験・分析を行うために計画された研究である。

研究組織としては、考古学専攻の小林三郎が本学の考古学博物館に保管されている石器・土器・青銅器・鉄器などの考古学的遺物について、産出地や考古年代についての情報を提供し、地理学専攻の杉原重夫が分析作業を担当する。また、遺物の原材料の産出地の現地調査および文化財の自然科学的分析に

関する国内・海外の文献収集と他の研究機関との情報交換は、杉原・小林が共同して行う。

具体的には「文化財の自然科学的分析システム」のうち、①全自動蛍光X線分析装置、②新型自動X線回析装置（結晶分析）では元素分析による石器原料（非破壊・通常試料）の産地・製作技術の解明、土器（非破壊・通常試料）胎土分析による産地同定と流通機構の解明、鉄器・青銅器（非破壊・通常試料）の元素分析による産地・制作技術の解明を行う。③低真空走査顕微鏡（X線分析装置付き）では微小試料（無機物のほか遺跡から出土する花粉・珪藻などの化石試料の形状観察と元素分析を主として行う。また、遺跡・遺物の層位年代を明らかにするための示標テフラ（火山噴出物）の同定・対比を目的とした分析に、①②③の装置を活用する。

1996年度については、以下の装置を使用して定性・定量分析を行うためのマニュアル作成を行った。

1. 大型蛍光X線分析装置 (SYSTEM 3511)

1. 起動方法

① 空冷装置 →電源 ON にする。

注意!!RIX1000と SYSTEM3511を同時に使用することはできません。

② PR ガス →50ml/min. に調節。(普段は 6 ml/min. に下げてある)

③ 電源 ON →上部パネルの POWER ON

→続いて、引き扉内の POWER ON (正常であれば READY のランプがつく)

cf. CW のアラームについて

本体電源を入れずに X線発生装置 (引き扉内の POWER) を ON にすると、冷却水の CW のブザーが鳴ってしまうので注意。

また、空冷装置のフィルターが汚れていると送水圧力が下がって CW のブザーが鳴ることがあります。この場合は装置を一旦立ち下げて、しばらく冷却してみして下さい。それでもだめなら空冷装置後ろにある圧力計を確認し、異常があれば側板を開けてフィルターを洗浄して下さい。

④ パソコン ON →電源を入れる。

→MS-DOS を起動する。

→A : > (Aプロンプト) がで

たら、JOB と入力してリターンキーを押す (自動的にイニシャライズ セットアップが始まる →バキュームの開始、終了するまで約15分。 →正常であればイニシャライズ セットアップ後、VAC は

点灯したまま)

※長期間使用していなかった場合、イニシャライズ セットアップ中にバキュームを引けません。その場合にはセットアップ終了後、上部パネルの VAC ボタンを押して手動でバキュームを引いて下さい。

※バキュームは13pa 以下で可動。

⑤ X線 ON (イニシャライジングの間に X線 を ON にする)

→スイッチは本体引き扉内にあります。

⑥ ページング (電圧・電流を50KV-20mA まで徐々に上げる。) →引き扉内の電圧・電流スイッチを手動で操作する。最初は20KV-2 mA で10分待つ。その後電圧を30秒毎に 5 KV まで上げる。

→次に電流を30秒毎に 5 mA ずつ20mA まで上げる。

⑦ P. H. A. 調整 →イニシャライズ セットアップ終了後、標準試料 (緑色) を下に向けて直接、試料台に置く (イニシャライズ セットアップ後は扉の閉鎖で自動的に試料室内が AIR ↔ VAC になる)

※ SYSTEM3511でもターレットは使用できるが、ほとんど使用しない。もし、使用する場合には、PHA 調整からターレットを使用する (PHA 調整の時点でターレットを使用した場合には、途中からターレット無しで分析する事はできません)。

→ジョブ画面に戻り (f・1 キー), 4 : PHA 調整を選択する。

→試料位置 1 を入力 (但し、ターレットを使用する場合には標準試料を置いたテーブルの No. を入力する)。

→検出器に“1”と入力すると調整開始 (約 4 分)。

※ 1 : SC が終了したら、続いて 2 : PC を行う。結果として p 0 の値が 200 ± 10 ($=0.200 \pm 10$) であれば正常。

⑧ 再ページング (電流を50mA まで徐々に上げる)。

→引き扉内の電流スイッチを手動で操作し、電流を30秒毎に50mA まで上げる。

<準備完了>

2. 定性分析の手順

a) 分析パラメーターの設定。

① job-5 : 分析パラメーターを選ぶ。

② mode-L : グループ条件で測定する試料に合った分析条件を設定。

- *グループ名 : 半角4文字。
- *ノート : グループ条件のメモ書き(なくても良い)。

*フルスケール: 自動を選択。

*スペクトル : 0を入力。

*オーダー分析: Yを選択。

・モデル———分析値を1. 元素, 2. 酸化物のどちらで表示するか?

・バランス成分—粉体試料中に添加物を入れた場合, その物質の化学式を入力(但しその化学式はあらかじめ登録されている必要がある)。

・Flux成分———ガラスビードの場合, Fluxの化学式を入力(但しその化学式はあらかじめ登録されている必要がある)。

・希釈率———Flux (g) ÷ 試料 (g) の値

*ダイヤフラム: 30mmと入力。

*成分: 測定する元素で全体が100%になるように元素条件を入力。

*Ti~Uまでは*Hv 0 0という元素条件を用いる。

*Ca~Fまでは原子番号の逆順にそれぞれの元素条件名を入力。(例) Ca 0 0

③ 入力し終わったら, リターンキーを押して2行目に移ると自動的に登録される。

元素条件まで入力し終わったら登録 (f・6キー) を押してOKならばyを入力。

④ f・1キーでJob画面に戻る。

◎ 新規に定性分析のグループ条件を指定した場合は, 設定内容を別紙に記入しておいて下さい。

b) 分析の実行

① 分析テーブルへの登録

job-1. 分析を選択→1. 元素サイクルを選択。
→続いて表中の項目を入力する。

*ジョブ: 8. STPを選択。

*コード: 使用するグループ条件名を入力(半角で入力する)。

*サンプル名: サンプル名を入力(なくても良い)

*R/B: 定性分析の場合は, バッファ(ハードディスク内のデータの記録場所)を入力。(1~48, 上書き可能)

*CMD: プリンター出力の種類を選択

② 入力し終わったら, リターンキーを押して2行目に移ると自動的に登録される。

③ 分析を開始する。(f・10キー)

*分析を途中で中止して, 設定値を変えるにはf・9キーを押す。

c) 分析値の補正。

定性分析終了後, 測定値の補正が必要な場合(例: 元素%を酸化物%にしたいときや分析値を再計算をさせたいときなど)に行う。

① job-6: 対話スペクトル処理を選択→バッファのNo.を入力→基準バッファでは何も入力せず, リターンキーを押す→3. オーダー分析を選択。

② -1: Flux, バランス成分などを変えた場合→項目選択 (f・5キー) でAを入力

-2: 元素成分を変えた場合→項目選択 (f・5キー) でCを入力。

3. 終了方法

① ページングを行う。

→スイッチは本体引き扉内にある。20秒毎に電流を2 mAまで下げ, その後電圧は20KVまで下げる)

② X線OFF→スイッチは本体引き扉内にあります。

→X線OFF後, 5分以上放置して引き扉内のPOWERをOFFにする。

③ 雰囲気の設定→上部パネルのSECUREボタンを押す。ランプが点滅状態になり, 点灯状態になるまで待つ。

④ メニューのクローズ→Job画面に戻り, Eと入力する (A: >が表示される)。

→キーボード左上のstopキーを押す(^cが表示される)。

⑤ パソコンOFF→電源を切る。

⑥ 本体OFF→電源を切る。

⑦ PRガス調節→6 ml/min. に下げる。

⑧ 空冷装置OFF→電源を切る。

<終了>