

# 学校内で行える化石採集活動 —水酸化ナトリウム水溶液を用いた放散虫化石の分離法—

自然科学系教育サブプログラム (理科)

原田 龍世

【指導教員】 岡本 和明 大朝 由美子 松岡 圭祐

【キーワード】 地学教育 化石採集 放散虫 水酸化ナトリウム オートクレープ

## 1. はじめに

理科の地学分野では、地球を取り巻く様々な現象を取り扱う。高校地学の教科書は大きく、①固体地球 ②地球史 ③大気・海洋 ④宇宙 の4つの領域から構成されている。その中でも ②地球史 の領域では、「変動し続ける地球」に着目し、過去に形成された岩石や地層などに刻まれた記録を解読することで、地球や地球上に繁栄した生物の変遷の歴史を理解することが目標とされている。地球史の領域は、さらに「宇宙、太陽系と地球の誕生」、「古生物の変遷と地球環境」、「地球環境の科学」、「日本の自然環境」の4つに細分化できるが、本研究は「古生物の変遷と地球環境」に焦点を当てたものである。

高等学校学習指導要領解説(平成30年告示)解説 理科編 理数編<sup>1)</sup>には、第8節 地学基礎 において

### (ア)地球の変遷

#### ①古生物の変遷と地球環境

地層や化石に関する観察などを行い、地質時代が古生物の変遷に基づいて区分されることを理解するとともに、地球環境の変化に関する資料に基づいて、大気の変化と生命活動の相互の関わりを見いだして理解すること。

という記述があり、観察・実験を中心に据えた授業を通して、古生物の変遷と地球環境についての資質・能力の育成を図るという方針が示されている。

特に化石の観察については、教室内で標本のスケッチをするだけでなく、野外活動を実施することの重要性が指摘されている。科学の本質は観察による検証にあるため、化石の学習として最も望ましい方法は、生徒らを野外に連れ出して化石採集をすることである。しかし、化石採集を体験できるような場所が身近にある可能性は低く、仮にあったとしても大掛かりな移動が必要な場合は負担が大きいため、理科の授業に化石採集を導入することは難しいという現実がある。

以上のような実態を踏まえ本研究では、室内でも簡単かつ安全に化石採集を行える方法の確立を目指した。

## 2. 研究内容

### 2.1 微化石

化石の定義は「過去に存在した生物が残したもの」であ

り、広く知られているものとしてはアンモナイトや恐竜のような大型の化石が挙げられる。このような大型の化石以外にも、顕微鏡を使わないと観察できないような、大きさが数 $\mu\text{m}$ から数 $\text{mm}$ の微小な化石がある。これら微小な化石の総称を「微化石」と呼ぶ。微化石には様々な生物のグループが含まれており、示準化石や示相化石として、地質年代の推定や当時の環境推定に利用されている。本研究で扱う放散虫も微化石に該当する。

### 2.2 放散虫とチャート

放散虫とは、海を漂う動物性プランクトンの1種である。今から5億年ほど前のカンブリア紀に出現し、姿かたちを変えながら今日まで絶えることなく存在し続けている。個体数が非常に多い、珪質(ガラス質)の殻を持つため化石として残りやすい、といった特徴から化石として世界各地で豊富に産出され、地質年代の測定に用いられてきた。

放散虫化石は「チャート」と呼ばれる岩石中から多く産出される。チャートとは、珪質の殻を持つプランクトンの遺骸が堆積、固結してできた海洋性の堆積岩である。

日本列島は、海洋プレートの大陸縁への沈み込みで形成されており、海洋プレート上に深海底で堆積したチャートは、プレートの沈み込みに伴い大陸プレート側に付加する。付加された地層群は、付加体と呼ばれる。日本列島には付加体起源のチャートが広く分布しており、1980年代以降、日本中のチャートから放散虫化石を分離して過去のプレート運動の歴史が復元されてきた。つまり放散虫の分離・観察が学校で容易にできれば、過去のプレート運動や大陸成長に関する地域に根差した実験教育を、日本各地で実施できることになる。

### 2.3 放散虫化石の分離

放散虫化石を含むチャートは硬く緻密な岩石であり、化石の観察をするには、チャートから分離する必要がある。従来、放散虫化石の分離法としては、フッ化水素酸で岩石を腐食させることで化石を取り出すHF法が主流だった。しかし、フッ化水素酸は毒物及び劇物取締法において毒物と定められている薬物の一つであり、著しく高い反応性と毒性のために、取り扱いが難しい。

そこで、橋本ほか(2007)<sup>2)</sup>や尾上ほか(2024)<sup>3)</sup>は、フッ化水素酸よりも安全で、取り扱いが容易な水酸化ナトリウム水

表 1. 橋本ほか(2007)と尾上ほか(2024)の実験方法の比較

	NaOH 水溶液濃度 (mol/L)	チャート 試料の粒径(mm)	加熱温度(°C)	加熱時間	加熱方法
橋本ほか(2007)	6	1~2	95~100	2~3時間	ホットプレート
尾上ほか(2024)	1	4~8	100	3日間~	恒温器

溶液を用いた放散虫の分離方法を提案した。両者の実験手順の大筋は共通しているものの、各実験条件には違いが見られる。それらを表 1 に整理した。橋本ほか(2007)の方法は加熱時間が少なく済むものの、水酸化ナトリウム水溶液の濃度が質量パーセント濃度で5%を超えており、毒物及び劇物取締法において劇物に該当するため、水溶液の取り扱いが難しい。尾上ほか(2024)の方法では、低濃度の水酸化ナトリウム水溶液を使用しているため取り扱いは容易だが、3日以上という長い加熱時間を要する。どちらの方法も学校現場での実験授業には適していないため、学校内で安全かつ簡単に再現することを想定すると、使用する水酸化ナトリウム水溶液は低濃度で、加熱時間は長すぎない(教職員の在校時間内で終わる程度)というのが理想である。

そこで本研究では、これら2つの方法を参考にしつつ、  
・低濃度の水酸化ナトリウム水溶液  
・短時間の加熱  
という2つの条件を満たした放散虫化石の分離法を確立するべく実験を行った。

## 2. 4 オートクレーブを用いた加熱

チャートの主成分はシリカ(ケイ素)の酸化物( $\text{SiO}_2$ )である。岩石中のシリカの溶解度は、温度と圧力に対して正の依存性を持つため、温度と圧力を上昇させればチャートの溶解量も増加する。

尾上ほか(2024)は、試料を100°Cで加熱している。これは加熱に用いられているポリプロピレン容器内が概ね大気圧条件なので、水溶液の温度上限が約100°Cに制限されてしまうからである。本研究では、それ以上の温度・圧力で水溶液として加熱するためにオートクレーブを使用した。

オートクレーブとは、飽和蒸気によって内部を高温高压状態にすることが可能な耐圧性の容器のことである。圧力の上昇と共に水の沸点も上がるため、容器内の試料を100°C以上の高温高压下で溶解することができる。

## 3. 実験手順

### 3. 1 チャートの岩石薄片づくり

全てのチャートに放散虫化石が豊富に含まれているわけではなく、化石があまり産出されないものもあるので、闇雲に実験を行うのは効率が悪い。チャート内の放散虫化石の含有量を事前に確認してから実験を行うために、まずチャートの岩石薄片を作成し、偏光顕微鏡で観察した(図1)。

図1中の白い斑点のように見える部分が放散虫の痕跡であり、作成した岩石薄片中に白い斑点がたくさん見られたら放散虫化石を豊富に含むチャートだと判断できる。本研

究では、岩石薄片の観察で放散虫の痕跡が確認できたチャート試料のみを実験に使用した。

### 3. 2 チャート試料の粉碎・ふるいかけ

チャート試料のサイズが大きい場合は、ハンマーを使用してあらかじめ数cm大にしておき、その後ステンレス乳鉢でさらに砕く(図2左)。細かく砕いた試料を目開き2mm、1mmのふるいに通して、1~2mm大のチャート片を用意した(図2右)。チャート試料を1~2mm大まで細かくしたのは、水酸化ナトリウム水溶液に接する面積を十分に確保するためである。

### 3. 3 チャート片のクリーニング

作成した1~2mmのチャート片には、さらに細かい破片や泥の粒子などが付着している。それらは後に、顕微鏡下で試料を観察する際に邪魔になるので、超音波洗浄器(US-101, エスエヌディ製)を用いて取り除いた(図3)。ピーカー内の水が濁らなくなるまで繰り返し洗浄するとよい。

### 3. 4 オートクレーブ容器への封入

洗浄後の1~2mmのチャート片約1gを、容量25mLの高圧用反応分解容器(HU-25, 三愛科学製)に入れる。そこに1mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液9mLを加え、蓋をする。溶液を9mLとしたのは、容器の容量25mLに対して仕込み量を半分以下とすることで、過度な内圧上昇を防ぐためである。

### 3. 5 試料の加熱

試料が入ったオートクレーブ容器を定温乾燥機(AVO-200NB, アズワン製)内で加熱した。

加熱終了直後はオートクレーブ容器の内圧が高く、無理に開封すると高温の水酸化ナトリウム水溶液が容器の隙間から吹き出す可能性がある。軽い力で容器のネジが緩められるようになるまで、容器を冷ましてから蓋を開ける。

### 3. 6 放散虫化石の取り出し・観察

#### (1) 中和処理・超音波洗浄

加熱後の水酸化ナトリウム水溶液・チャート片の残留物はピーカーに回収し、塩酸で中和処理した。中和処理後の残留物は超音波洗浄(38kHz 1分程度)をした。超音波洗浄をすることでチャートの基質を形成する粘土鉱物や微晶質石英等が放散虫化石から剥がれ、後に綺麗な電子顕微鏡写真を得ることができる。

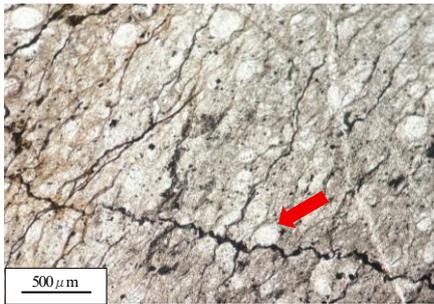


図1. 岩石薄片中に見られる放散虫化石(オープンニコル) 白い斑点(矢印)が放散虫。複数確認できる。

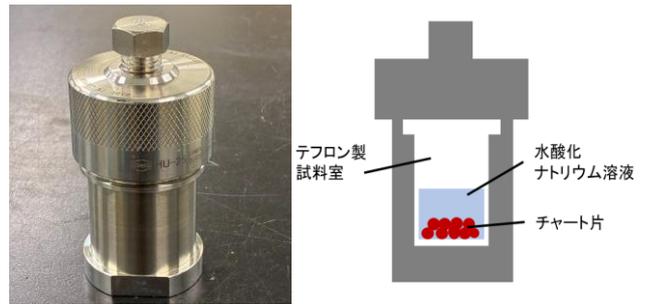


図4. 使用したオートクレーブ容器 (左)  
オートクレーブ容器内の様子 (右)



図2. ステンレス乳鉢でチャートを砕く様子 (左)  
砕いたチャート試料をふるいがけする様子 (右)



図5. 定温乾燥機内で容器を加熱する様子



図3. 試料を超音波洗浄する様子 (左)  
細かい粒子が付着している場合は水が濁る (右)

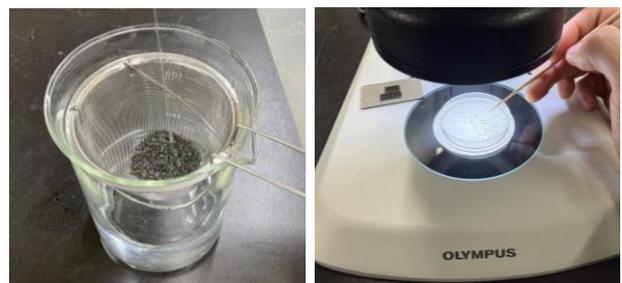


図6. 茶こしで試料をふるいがけする様子 (左)  
実体顕微鏡下で放散虫を拾い上げる様子 (右)

## (2) ふるいがけ

容器内の残留物を目開き 1mm のふるいにかかけ、ふるいを通った試料はビーカーに回収する(図6 左)。目開きが 1mm のふるいを使用するのは、放散虫の殻の大きさが数十  $\mu\text{m}$  ~ 数百  $\mu\text{m}$  だからである。市販の茶こしでも代用可能で、本実験では茶こしを使用した。ビーカーに落ちた試料はシャーレに回収し、乾燥させた。

## (3) 放散虫化石の選別・観察

乾燥させた試料を実体顕微鏡(SZ-61, オリンパス製)で観察しながら、針や竹串を用いて放散虫化石を拾い上げた(図6 右)。とがった先端部を放散虫化石に近づけると、静電気力により化石がくっつくため、残渣の中から化石のみを分離することができる。分離した放散虫化石はスライドガラス上に張り付けたカーボンテープに固定し、卓上走査電子顕微鏡(JCM-6000, JEOL 製)で詳細に観察した。

## 4. NaOH 溶液によるチャートの溶解条件の検証

### 4. 1 実験に使用した試料

実験で使用したチャート試料は、愛知県と岐阜県の県境である犬山-各務原地域に分布する、美濃帯の赤色チャート・白色チャート、そして埼玉県西部に分布する秩父帯の黒色チャートの 3 種類である。

### 4. 2 実験方法

まず、温度と時間に対するチャートの溶解量の変化を調べるために 120、150、180、210 $^{\circ}\text{C}$  の 4 通りの温度条件で、加熱時間を 1 ~ 6 時間の範囲で変化させながら実験を行った。温度と加熱時間以外の条件は変えておらず、実験手順は 3 章で記述したとおりである。

また、加熱前のサンプルの重量( $W_0$ )と加熱後の重量( $W_b$ )をそれぞれ電子天秤(AUX120, SHIMADZU 製)で測定し、サンプル重量( $W_b / W_0$ )を百分率で算出した。

表2. 各温度条件・加熱時間におけるサンプルの重量

時間(h)	サンプル重量(%)			
	120°C	150°C	180°C	210°C
1	99.13	99.18	98.27	97.54
2	99.35	93.70	87.29	77.10
3	98.79	86.81	72.95	65.18
4	98.36	82.55	65.56	59.04
5	98.63	70.44	64.21	50.46
6	98.03	68.10	58.79	49.11

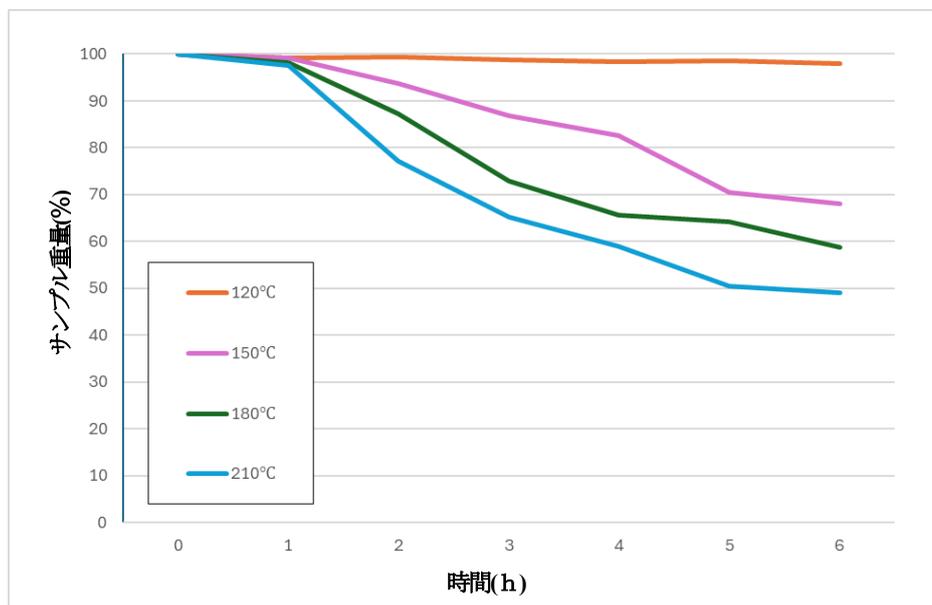


図7. 各温度条件・加熱時間におけるサンプルの重量

#### 4. 3 結果と考察

各温度条件・加熱時間におけるサンプル重量(%)は表2のようになり、縦軸をサンプル重量(%) 横軸を時間(h)としたグラフを作成した(図7)。実験に使用した3種類のチャートで、溶解の程度に差は生じなかった。

6時間加熱する過程で、120°Cではサンプル重量に大きな変化は見られなかったが、150°C以上の3つの条件では大幅な重量減少が観察された。重量減少度は加熱温度が高いほど大きく、210°Cでは5時間の時点でサンプル重量がほぼ半減した。また、各温度条件における重量減少の程度に注目すると、初めは減少率が高いのに対して、加熱時間が長くなるにつれて減少の幅が小さくなっていく様子が見受けられる。加熱時間の経過とともに重量減少が停滞したことの原因として、以下の2つのどちらか、あるいは両方が起きていた可能性が高いと考えた。

1つ目は、溶解反応が化学平衡に近づいたことである。水酸化ナトリウムによるチャートの溶解反応は次のように表

すことができる。



加熱開始からしばらくはこの反応が右側に偏っていたが、時間が経つにつれて化学平衡の状態に近づくことで、サンプルの重量減少度が下がっていったと考えられる。

2つ目はNaOH(アルカリ)の不足である。反応式(1)の通り、チャートを溶解する反応ではOH<sup>-</sup>(水酸化物イオン)が消費される。徐々に溶液中のNaOHの濃度が低下していくため、それに伴い反応速度が下がっていったと考えられる。

#### 4. 4 6時間以上の溶解実験

先の実験によって、オートクレーブによる高温高圧下では短時間でチャートが大幅に溶解することがわかったが、加熱時間が長くなるにつれてチャートの溶解量が低下してしまうこともわかった。

そこで、一度溶解実験に使用したサンプルについて、水酸

表3. 210°C, 1~10 時間で加熱後のサンプルの重量

時間(h)	サンプル重量(%)
7	26.90
8	19.66
9	17.10
10	10.53

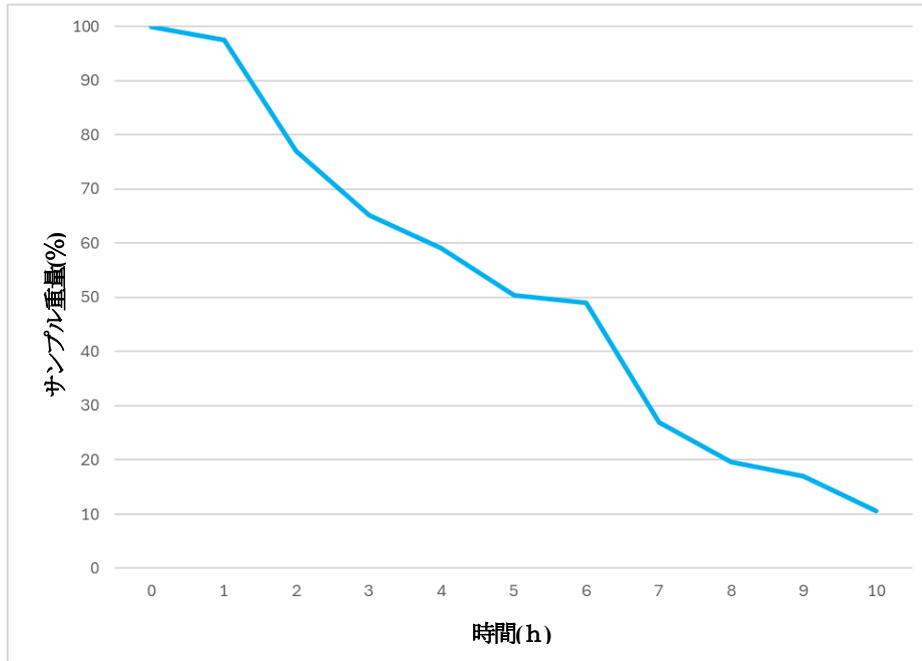


図8. 210°C, 1~10 時間で加熱後のサンプルの重量

化ナトリウム水溶液を全て捨てて新しい溶液と交換したうえで、さらに溶解実験を行った。使用したのは210°Cの温度条件で用いたサンプルで、合計の加熱時間が最大10時間となる範囲で実験を行い、サンプル重量を測定した。加熱温度は210°Cで、その他の実験条件は先の実験と同じである。

#### 4. 5 6時間以上の溶解実験の結果と考察

合計7~10時間の加熱をした後のサンプル重量は表3のようになった。また、210°C, 1~6時間の結果と、7~10時間の結果を合わせたグラフを作成した(図8)。

サンプルは7~10時間の間で継続的に減少し、10時間の加熱後にはサンプル重量が約9割減少した。また、6時間から7時間にかけての重量減少の割合が非常に大きい。これより、5~6時間にかけて溶解速度の制限要因となっていたのは水酸化ナトリウム水溶液であり、古い溶液を全て捨てて新しい溶液と交換することで、溶解速度の低下が解消されるということがわかった。

### 5. 分離した放散虫化石の観察

#### 5. 1 実体顕微鏡による観察

溶解後の試料をふるいがけし、ふるいを通り抜けた残渣

を実体顕微鏡で観察すると図9のように見える。写真からわかる通り、残渣の中には様々な鉱物が含まれているため、その中から放散虫化石を見分けて取り出す必要がある。放散虫の殻は珪質で透明なので、有色鉱物(赤色系:赤鉄鉱を微量に含む石英, 黒色系:黄鉄鉱を微量に含む石英や炭素化合物, 緑色系:緑泥石)との違いは容易に見分けることができる。しかし、チャートの成分の大半を構成する石英は放散虫の殻と化学組成が同じで、どちらも実体顕微鏡下においては透明~半透明に見えてガラス光沢を持つため、慣れるまでは両者の判別は難しい。実体顕微鏡下で放散虫の殻と石英を見分けるための要点を以下に3つ挙げる。

#### (1) 形状の違いで見分ける

一番のポイントは幾何学的な構造の有無である。

#### ○放散虫

- 表面にハチの巣状や規則正しく並んだ小さな孔がある
- 球形、円錐形、円盤形など左右相称もしくは放射相称の形をしている
- 殻の表面から棘状の突起が伸びていることがある

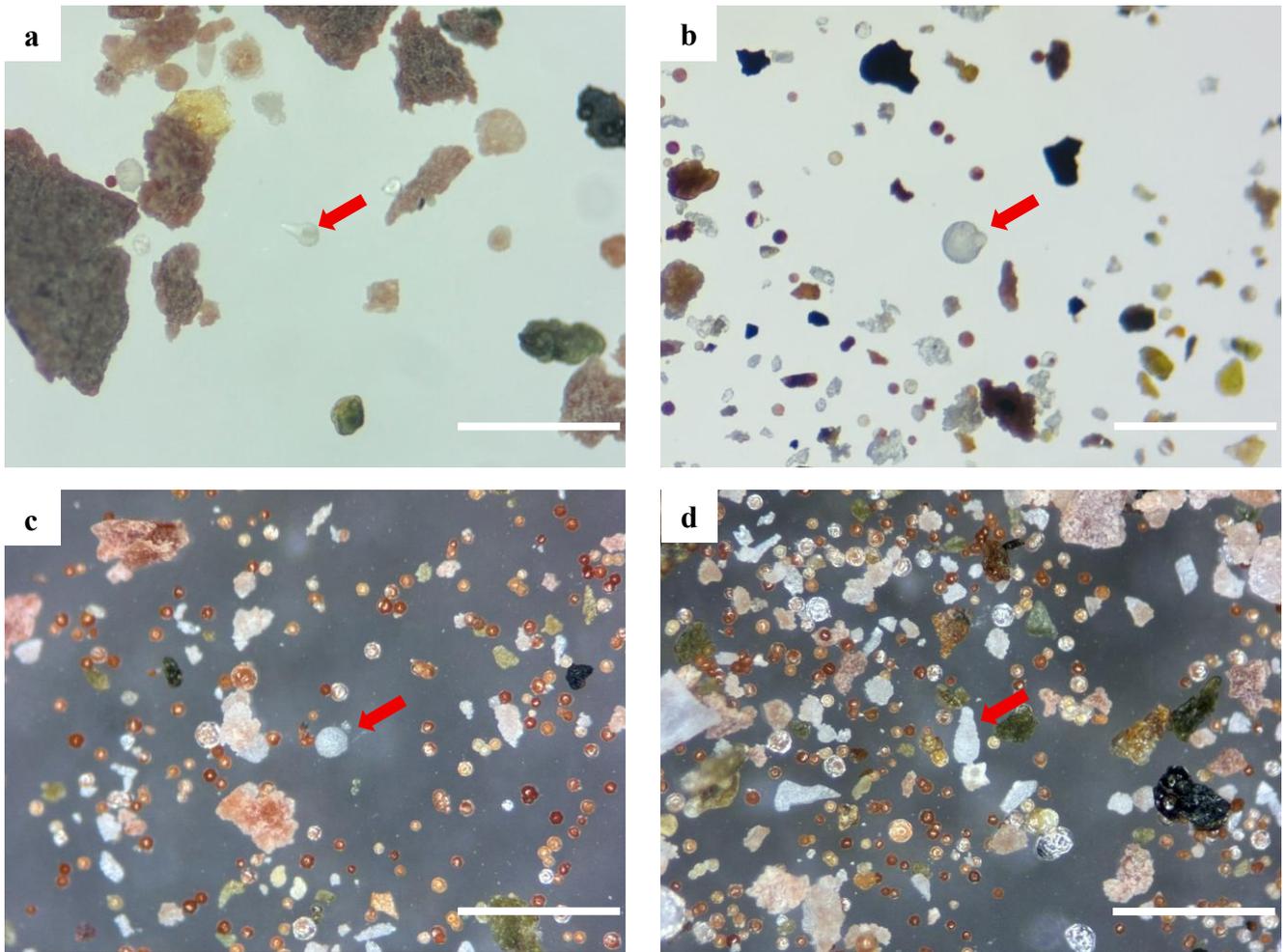


図9. 溶解実験後の残滓の実体顕微鏡写真

放散虫(矢印)は元の骨格を保っており、保存状態は良好である。c, dはシャーレの下に黒い紙を敷いて撮影した。

a, b, c, dは全て、愛知県犬山で採取した美濃帯の赤色チャート溶解後の残滓である。スケールバーは1mm。

### ○石英

- ・不規則で鋭い割れ方をするため、角張った形状をしていることが多い
- ・「貝殻状断口」といって、貝殻のような波打つ模様の破断面をもつ

地質年代によって産出する放散虫の殻の形状は大きく変化し、時代ごとに優占する形状が存在する。実験に使用するチャートを採取した地層の地質年代を特徴づける殻の形状を、事前に調べて確認しておけば、残滓の中でその形状に近いものを重点的にチェックすればよいので、少しばかり見つける難易度が下がる。

### (2) 光の反射で見分ける

石英片は塊なので光を等しく透過させるが、同じ化学組成でも放散虫の殻は内部が空洞だったり、複雑な構造になっていたりする。そのため、実体顕微鏡下では立体感があるように見えたり、輪郭がはっきりしたように見えたりする。また、観察する際に試料が入ったシャーレの下に黒い紙を

敷き、背景を黒くするといった工夫も効果的である。コントラストが上がるため、放散虫の輪郭がより浮き上がったように見える(図9-c, d)。

### (3) 大きさで見分ける

放散虫は0.1mm前後の大きさのものが多く、このサイズを大きく外れるものは放散虫である可能性が低いので、拾い上げる必要がない。たとえば図9のa~dの写真全てに、大きさが~20 $\mu$ mほどの球状の鉱物(透明なもの、赤鉄鉱を取り込んで赤色に見えるものなど)が多くみられる。これは微晶質石英である。放散虫の殻と化学組成が同じなので光学的性質が類似しており、球形の放散虫と誤認してもおかしくはない。しかし、放散虫の殻の平均的な大きさと比べて明らかに小さいため、詳細な構造まで観察できない実体顕微鏡下でも放散虫ではないという判断を下せる。

実験に使用した3種類のチャートのうち、赤色チャートからは多くの放散虫を分離することができたが、白色チャートと黒色チャートの溶解後の残滓からは、数個しか放散虫を見つかることができなかった。チャートが形成された

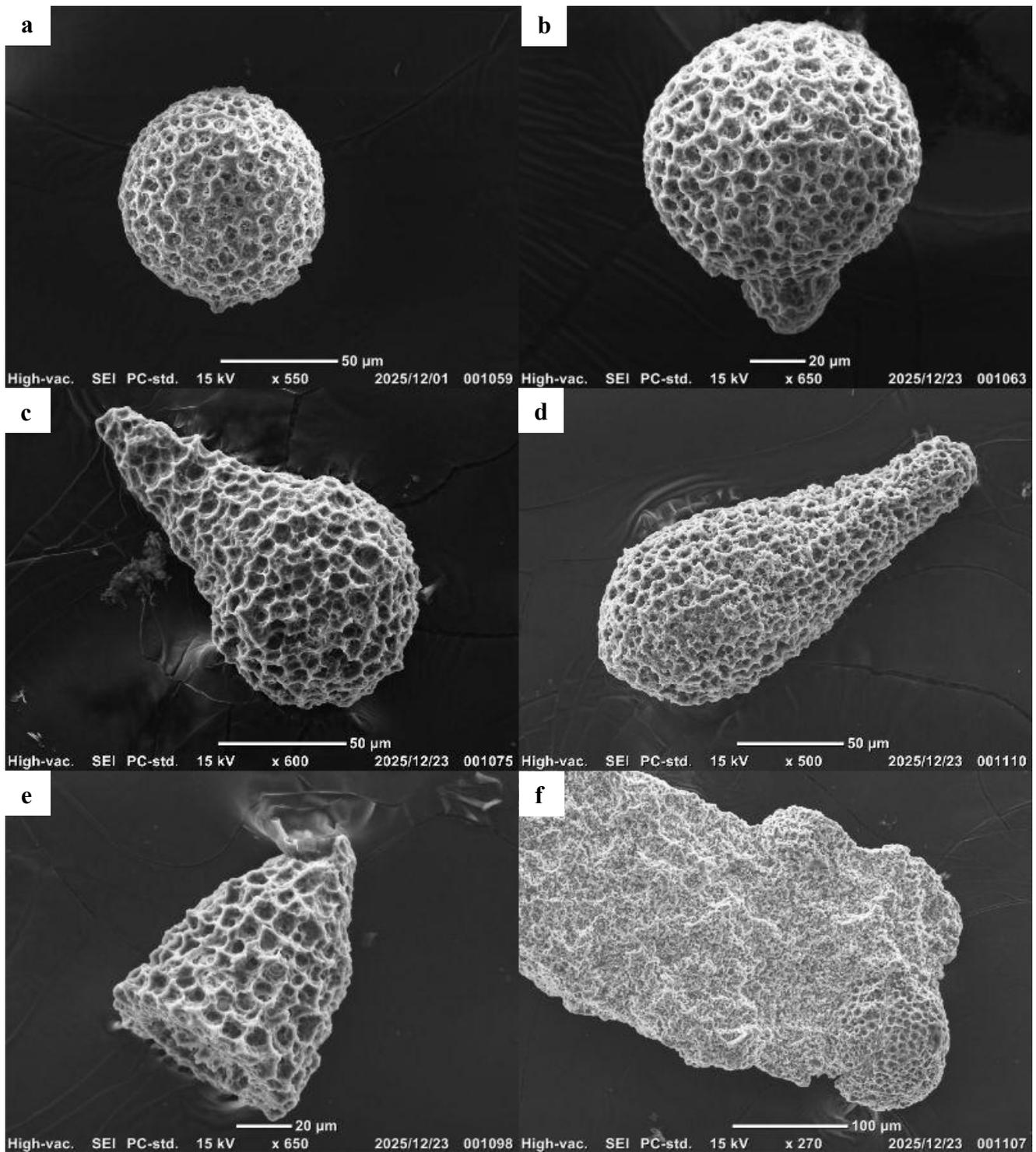


図10. 赤色チャートから分離した放散虫化石の走査電子顕微鏡写真

(a) *Archaeocenosphaera* sp. (b) *Tricolocapsa* sp. (c) *Sethocapsa* ? sp. (d) *Sethocapsa* sp. (e) *Parahsuum* sp.  
 (f) *Archaeocenosphaera* sp. だと思われる放散虫化石がチャート片から完全に脱落する前の様子

当時の海洋環境(特に酸素濃度に左右される)や、形成後の  
 変成作用の有無によって、分離できる放散虫化石の量が大き  
 く左右される。

## 5. 2 走査電子顕微鏡による観察

カーボンテープに固定した放散虫化石を卓上走査電子顕

微鏡で観察して得られた写真が図10である。図10は全て  
 210℃で加熱したサンプルから分離したものであり、加熱時  
 間はaが9時間、b,cが5時間、d,eが3時間である。図10-  
 fは、チャート片から脱落しきれていない状態の放散虫化石  
 を撮影したものである。

図10-a~eを見てわかる通り、得られた放散虫化石の殻

は高温短時間処理による損傷が認められず、細部まで良好に保存されていた。このことから、210°C・10時間以内という加熱条件が、放射虫化石の分離に有効だと判断できる。また、150°Cと180°Cで加熱したサンプルからも放射虫化石を分離したが、殻の保存状態は図10-a~eと大きな差がなく、どれも良好だった。しかし、加熱時間が短いと溶解が不十分なため、チャート基質が放射虫化石の表面・内部に残っていたり、図10-fのように放射虫化石がチャート片から脱落しきれなかったりすることが多い。綺麗な放射虫化石を分離するためにも、各温度条件において、チャートの重量が30%減少する程度の加熱時間を確保することが推奨される。

## 6. まとめ

低濃度の水酸化ナトリウム水溶液を用いて、短時間で放射虫化石を分離する手法について検討した。溶解度に正の温度・圧力依存性があるチャートを、高温高圧下で溶解させるために、オートクレーブ容器を使用した。以下に実験によって得られた知見を示す。

- 異なる温度(120、150、180、210°C)、異なる反応時間(1、2、3、4、5、6時間)で実験したところ、加熱温度が高いほどチャートの溶解率も上がり、より短い時間で放射虫を分離できることが確認された
- 210°C・5時間の加熱で、1~2mmのチャート片に対して約50%の溶解率が得られた
- 水酸化ナトリウム水溶液を入れ替えたうえで、210°Cの温度条件で加熱時間が計10時間となるまで再実験したところ、10時間でチャートの重量の約90%が溶解した
- 120、150、210°Cで加熱したサンプルの残滓から放射虫化石を分離したところ、どの温度条件でも殻の保存状態が良好で、走査電子顕微鏡による観察によって種の同定が可能だった

本研究では、HF法と比べて安全かつ保存状態が良好な化石を分離できるという、低濃度水酸化ナトリウム法の強みを残しつつ、実験時間を大幅に短縮した分離法の開発に成功した。安全かつ迅速な本手法は、安全性と利便性を両立する実用的な分離法であり、研究現場から学校教育まで様々な場面での活用が推奨される。

ただし、210°C以下におけるチャートの溶解度の温度依存性について限定して議論したため、温度上限を上げればさらなる時間短縮を実現できる可能性がある。さらに、1回の実験に使用するチャート片の重量と水酸化ナトリウム水溶液の使用量を、それぞれ約1g、9mLで固定しているため、この2つの条件についても議論の余地がある。

また、本手法で分離した放射虫化石の多くは微細な表面構造まで保存されていたが、薄い骨格をもつ放射虫化石の分離に対する有効性を検証する必要がある。

## 参考文献

- 1) 文部科学省 (2019) . 【理科編 理数編】高等学校学習指導要領 (平成30年度公示)解説
- 2) 橋本寿夫, 村田守, 西村宏, 藤岡達也 (2007) . 水酸化ナトリウムによる放射虫化石の個体分離法について. 地学教育, 第60巻第6号. 201-209
- 3) Onoue, T., Hori, S., Tomimatsu, Y., & Rigo, M. (2024). A dilute sodium hydroxide technique for radiolarian extraction from cherts. Scientific Reports, 14(1), 12831.