

名古屋大学宇宙地球環境研究所 (ISEE) 年代測定研究部における、
電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) の現状と利用
**Status report on the electron probe microanalyzer at Division for Chronological Research,
Institute for Space-Earth Environmental Research (ISEE), Nagoya University**

加藤丈典^{1*}
Takenori Kato^{1*}

¹名古屋大学宇宙地球環境研究所
¹ISEE, Nagoya University, Chikusa, Nagoya 464-8601, Japan.

*Corresponding author. E-mail: kato@nendai.nagoya-u.ac.jp

Abstract

CHIME (chemical Th-U-total Pb isochron method) dating, quantitative electron probe microanalysis (EPMA) of ultra-trace elements and ultra-light elements are performed using two JCXA-733 (JEOL, Tokyo) at Division for Chronological Research, Institute for Space-Earth Environmental Research (ISEE), Nagoya University. The 733-LSS type specimen stage has been installed and both instruments supports large size specimen holders. Available analyzing crystals are: LDE1, LDE2, NSTE, TAP, PET, and LiF. The software for quantitative analysis supports Bence-Albee method, PAP and PROZA96 models.

Keywords: Electron Probe Microanalysis (EPMA), CHIME dating, X-ray spectrometry.

1. はじめに

名古屋大学宇宙地球環境研究所年代測定研究部では、2台の電子プローブマイクロアナライザー (EPMA)、蛍光X線分析装置 (XRF) およびX線回折装置 (XRD) を共同利用・共同研究の対象機器としている。

EPMAのうち1台は昭和57年に納入されたもので、もう1台は平成9年に約10年使用されていた中古物件を寄付して頂いたものである。いずれも5台の波長分散型分光器 (ローランド円の半径140 mm) を備えている。現在使用可能な分光結晶は、累積多層膜疑似結晶 ($2d = \text{約}10 \text{ nm}$ 及び $2d = \text{約}6 \text{ nm}$)、鉛ステアレート (Pb-STE) や、タリウム酸フタレート (TAP)、ペンタエリスリトール (PET) およびフッ化リチウム (LiF) である。標準物質さえ準備できれば、BからUまでの元素の測定が可能である。また、同時に最大5台の分光器でPETを用いることが可能で、効率的かつ高精度なCHIME年代測定 (Suzuki and Adachi, 1991a; Suzuki and Adachi, 1991b; Suzuki and Kato, 2008など) や極微量元素の定量分析 (Yuguchi et al., 2016; Yuguchi et al., 2020) を行っている。2台のうち1台はマイラー膜を用いるガスフロー型比例計数管を同時に2個使用することが可能であり、BからSiの元素を含む分析を効率的に行える。CHIME年代測定は、鉱物の種類や年代に依存するものの、最短17分で1点の測定が可能である。さらに特定の元素や測定目的に最適化した調整を行っており、CHIME年代測定やその他の極微量元素の高精度・高確度分析に応用している。分光器の最適化を行うことにより、新生代のCHIME年代測定 (Imayama and Suzuki, 2013; Maw Maw Win et al., 2016) や、花崗岩マグマの温度領域においてTi-in-zircon温度計 (Yuguchi et al., 2016) やTITANIQ温度計 (Yuguchi et al., 2020) が可能に

なっている。さらに、石英中のアルミニウムの定量分析や超軽元素の定量分析も実施している。

現有のEPMAは製造から35年以上経過し、メーカーの保守は終了している。そのため、故障対応はすべて自前で行っている。また、基本設計は1970年代のもので、制御用コンピューターにはLSI-11/23が用いられている。LSI-11/23の処理速度が今となっては遅いため、LSI-11/23はモーター駆動とX線計数値の取得など、基本的な動作のみに用い、定量分析や年代測定などのデータ処理は通常のパソコンで行うようになってきている。各種ユーザーインターフェイスが旧式であり操作に熟練を要するため、今となっては誰でも気軽に使える状態にはなっていない。必要性の高いものから改良し、共同研究者等が自分で操作できる部分を増やしていきたい。

2. 2021年度のEPMAの状況

EPMAのステージは、1台が733-LSSでもう一台が733-PSSであった。733-PSSの測定可能範囲は30 mm × 50 mmであり、岩石用薄片は1枚しか搭載することができない。そのため、複数試料の測定では頻繁に電子銃及び比例計数管のバイアスの停止を行わなければならなかった。また、試料交換のたびに真空度が低下する。そのため、試料を交換するたびに装置を安定させるための待ち時間が発生していた。一方、733-LSSでは最大で4枚の岩石用薄片を搭載可能であり、装置を安定させるための待ち時間を節約可能である。733-LSSは分析可能領域が80 mm × 80 mmと広いため、JCMS-733で用いられている高速駆動システムと同時に使用することが理想的である。しかし、必要な部品が揃っていないため、733-PSSと単純に置き換えるだけで使用できないか検討した。使われているモーターの仕様から、ステージの移動速度を高速化することを諦めれば733-PSSから733-LSSに置き換えることができると判断した。ステージの交換に伴い標準物質の装着方法が変更になるため、現在その対応を行っている。また、装着可能な標準物質の数が増えるため、標準物質を増やすことによりさまざまな分析を2台で同時に行ったり、異なる分析を同時に行ったりすることができるようになり、共同利用・共同研究の効率化が実現する。

そのほか、光学顕微鏡にCCDを取り付ける改造も行った。いずれのEPMAの光学顕微鏡もリレーレンズが4:3フォーマットの1/2"サイズであり、出力がTVフォーマットのCCDを用いている。今後のモニターの入手性を考え、NTSC信号をHDMI信号に変換するようにした。NTSC信号に対応していてもHDMI入力を備えたモニターであれば光学顕微鏡の像を表示することが可能であり、PC用のモニターを使用することができるようになった。

昨年度に引き続き、ORTEC検出系の電源部の不具合が発生した。しかし、原因の特定には至っていない。当初はプリアンプの不具合を疑ったが、単体でテストしても電源部に影響のある不具合は見つからなかった。考えられる原因の一つに、490JA AMP & SCAモジュールの電源に接続されているバイパス用のタンタルコンデンサーの故障があるため、ショートモードで故障した場合に電源部の焼損につながるものをMLCCに置き換える改造を行っている。改造のため装置が使用できなくなっているが、長時間測定における安全性確保のため優先的に作業を行っている。

今年度はさらに、分光器タンクからの真空漏れが発生した。この不具合の発生したのがステージを733-PSSから733-LSSに交換したタイミングであったため、当初はステージ系で真空漏れが発生していると思い込んで原因の特定に大幅な時間を必要とした。また、ステージでも電子光学系でもないことを確認してから分光器を1台ずつ取り外して検査する作業を行ったため、すべての不具合を修理するのに数か月の時間を要した。今後の分光器関連部品の入手性を考え、JXA-8600以降で用いられているXCE型分光器を装着する方法を検討している。なお、XCE型分光器には少なくとも2種類あることがあり、分光器タンクも2種類あることが判明している。大きな違いは他コネクタ形状と上限リミッターである。いずれのタイプにも対応できる手法を開発中である。

3. 2021年度の共同利用・共同研究

2020年度の一般共同研究として、

・ 鉱物中の微量含有成分の定量分析が導く石英の結晶化プロセスの解明を実施した。また、超軽元素の測定開発を引き続き行っている。

引用文献

- Imayama, T. and Suzuki, K. (2013) Carboniferous inherited grain and age zoning of monazite and xenotime from leucogranites in far-eastern Nepal: constraints from electron probe microanalysis. *American Mineralogists*, **98**, 1393 – 1406.
- Maw Maw Win, Enami, M. and Kato, T. (2016) Metamorphic conditions and CHIME monazite ages of Late Eocene to Late Oligocene high-temperature Mogok metamorphic rocks in central Myanmar. *Journal of Asian Earth Sciences*, **117**, 304 – 316.
- Suzuki, K. and Adachi, M. (1991a) Precambrian provenance and Silurian metamorphism of the Tsubonosawa pragneiss in the South Kitakami terrane, Northeast Japan, revealed by the Th-U-total Pb isochron ages of monazite, zircon and xenotime. *Geochemical Journal*, **25**, 357 – 376.
- Suzuki, K. and Adachi, M. (1991b) The chemical Th-U-total Pb isochron ages of zircon and monazite from the Gray Granite of the Hida terrane, Japan. *Journal of Earth and Planetary Sciences, Nagoya University*, **38**, 11 – 37.
- Suzuki, K. and Kato, T. (2008) CHIME dating of monazite, xenotime, zircon and polycrase: Protocol, pitfalls and chemical criterion of possibly discordant age data. *Gondwana Research*, **14**, 569 – 586.
- Yuguchi, T., Iwano, T., Kato, T., Sakata, S., Hattori, K., Hirata, T., Sueoka, S., Danhara, T., Ishibashi, M., Sasao, E. and Nishiyama, T. (2016) Zircon growth in a granitic pluton with specific mechanisms, crystallization temperatures and U-Pb ages. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences*, **111**, 9 – 34.
- Yuguchi, T., Ogita, Y., Kato, T., Yokota, R., Sasao, E. and Nishiyama T. (2020) Crystallization processes of quartz in a granitic magma: Cathodoluminescence zonation pattern controlled by temperature and titanium diffusivity. *Journal of Asian Earth Sciences*, **192**, 104289.