

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 (2022年度)

Status report on the electron probe microanalyzer at Division for Chronological Research, Institute for Space–Earth Environmental Research (ISEE), Nagoya University in FY2022

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 support large size specimens (up to 100 mm x 100 mm). 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において、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。試料と分光結晶の距離 (L 値) が最大250 mmのものと260 mmのものがある。現在使用可能な分光結晶は、2種類の累積多層膜疑似結晶 ($2d =$ 約10 nm及び $2d =$ 約6 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。比例計数管や分光結晶を分析目的に応じて交換するとともに、分光器を特定の元素に特化して調整することで様々な分析で最高のパフォーマンスを発揮できるようにしている。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。また、データの受け渡しの効率化も今後検討する。

2. 2022年度のEPMAの状況

昨年度中に作業が完了しなかったORTEC検出系の電源部の修理・改造を行った。これにより、交換部品も含めてバイパス用のタンタルコンデンサーをMLCCで置き換えた。また、光学顕微鏡の清掃を行った。光学顕微鏡にはミラーやレンズが複数用いられているが、ゴミが付着すると観察に支障が生じる。1 mm以下のゴミでも拡大されてしまうため、クリーンボックス内で完全にゴミを除去した。また、制御に用いているLSI-11/23の故障が発生した。電源を投入してもコンソールに何も出力されずOctal Debugging Toolも使用できなかった。モジュールをテストしたところ、CPUモジュールのKDF11が動作していなかった。予備のモジュールに交換しテストツールで異常がないことを確認してEPMAに接続した。

今年度はさらに、試料交換室のエアロックで不具合が発生した。エアロックは2個の電磁弁でコントロールされているが、少なくともリーク用の電磁弁が完全に閉じなくなり、常に大気がリークしている状態になった。そのためエアロック室の排気が不十分な状態で試料交換を行わざるをえなくなった。装置内部の圧力が上がるため排気に時間がかかるようになった。

真空ポンプ側にも同一の電磁弁が使われているため、2個同時に交換することにした。今後の保守性を考えて電磁弁を容易に交換できるよう配管も含めて修理する予定であるが、本稿執筆時点で電磁弁が入手できていないため、設計のみで修理工事は未実施である。

また、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。モーターの駆動電流が変更になっていると考えられるため、JCXA-733のプリント基板で使用可能な半導体等を選定した。なお、XCE型分光器にはJXA-8600シリーズで用いられていたものとJXA-8800シリーズ以降で用いられているものの2種類あることがあり、また分光器タンクも2種類ある。いずれのタイプにも対応できる手法を開発中である。

3. 2022年度の共同利用・共同研究

2022年度の一般共同研究として、

- ・石英チタン地質温度計のヒマラヤ高温変成岩類への適用
- ・石英の三次元的な内部構造の解析と微量含有元素の定量分析

を実施した。また、超軽元素や薄膜試料の測定法開発を引き続き行っている。

共同利用・共同研究では報告書提出義務が生じるが、守秘義務等の事由で共同利用・共同研究の制度を用いることのできない研究でEPMA、XRFあるいはXRDを使用する場合は個別に対応している。

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.