

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 (2023年度)

Status report on the electron probe microanalyzer at Division for Chronological Research, Institute for Space-Earth Environmental Research (ISEE), Nagoya University in FY2023

加藤丈典^{1*}
Takenori Kato^{1*}

¹名古屋大学宇宙地球環境研究所

¹ ISEE, Nagoya University, Chikusa, Nagoya 464-8601, Japan.

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

Abstract

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. Both instruments equip LSS-type specimen stage and five spectrometers. Available analyzing crystals are: LDE1, LDE2, NSTE, TAP, PET and LiF. The software supports quantitative EPMA of B – U using Bence-Albee method, PAP and PROZA 96 models. Polycrystal sampling of Ti is also available.

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は昭和57年納入のものと平成9年に中古物件を寄付して頂いたものの2台が稼働しており、いずれも日本電子株式会社製JCXA-733である。どちらの装置も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 (ADSE) がある。1台は後期型のADSEを2台備えており、もう1台は初期型ADSEを1台備えている。また、予備としてTXE型分光器を保有している。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。標準物質さえ用意できれば、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、効率のかつ高精度な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; Yuguchi *et al.*, in press) を行っている。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; Yuguchi *et al.*, in press) 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はすでにメーカーのサポートが終了しているため、故障対応はすべて自前で行っている。また、制御用コンピューターはLSI-11/23でありすべての処理を行う能力が無い。そのため、モーター駆動やX線計数値の読み取りなど基本的な動作だけに用い、定量分析や年代測定などの計算は通常のパソコンで行うようになってきている。ボタン操作やダイヤル操作に熟練を要するため、誰もが気軽に使える装置ではないが、可能な限り共同研究者に操作してもらうようにしている。データ処理用のパソコンはネットワークに接続しているため、オンラインでデータの受け渡しは可能である。

2. 2023年度のEPMAの状況

薄片試料に加えて25.4 mmディスクの測定が増えてきている。従来は、薄片用の試料ホルダー (OMTHL) にアダプターを取り付けてディスク試料の測定を行っていた。この場合、既存の標準物質をすべて利用可能であるかわりに同時に一つの試料のみ装着可能である。ディスク試料の測定を効率的に行うため、標準物質を別途用意して、LSS用多用途ホルダ (733-LSSH) を用いることができるようにした。まだ使用可能な標準物質が限られているものの、同時に8個のディスク試料を装着可能になった。石英中のチタンの分析に必要な標準物質は保有しているため、分離した石英粒子の測定を効率よく行えるようになった。

メインの光学顕微鏡に加え、低倍光学顕微鏡 (733-OML2) にもCCDカメラを取り付けた。従来は接眼レンズにコンパクトデジタルカメラを取り付けていた。しかし、USBで充電しながら外部HDMI出力を使用することができず、常にバッテリーで駆動していた。そのため、連続稼働時間に制限があり、完全に放電すると使用できなくなった。また、顕微鏡のモニターとして用いるには操作性に問題があった。そこで、メインの光学顕微鏡同様にCCDカメラを用いることにした。まず、接眼レンズを取り外し、Cマント変換アダプターを取り付けた。接眼レンズは直径23.2 mmの規格であり、一般の光学顕微鏡用の変換アダプターを使用した。そして、TVフォーマットの1/2インチ型CCDカメラを取り付けた。縦横比を維持可能なNTSC-HDMI変換器を用い、HDMI出力を液晶モニターに接続した。これにより広視野での試料観察が容易になり、測定位置の入力効率が向上した。1/2インチ型TVフォーマットカメラはセンサーの製造中止などの理由で今後入手困難となるため、他のカメラへの置き換えを今後検討していく必要がある。

前年度より発生していた真空漏れの修理を行った。今年度夏に電磁弁が入手可能になったため、動作不良が生じていた電磁弁を交換した。また、保守性向上のため、2台のEPMAで同じ電磁弁を使用するように改造した。また、可能な限りフランジをNW25規格に置き換えた。さらに、空操真空バルブはすべて分解清掃およびOリングの交換を実施した。これらの作業により大幅に真空が改善されたものの、まだ真空漏れが疑われたため、分光器をとりはずしすべてのOリングを交換した。しかしここまで行っても1台は症状があまり改善しなかった。調査した結果ORTEC測定系のレセプタクルの樹脂が劣化して真空漏れが発生していることが判明した。そこでレセプタクルを交換したところ真空の問題は無くなった。

なお、ORTEC測定系のレセプタクルは現行のJEOL測定系のレセプタクルよりも高価であるとともに、今後入手可能かどうか不明なため、ORTEC測定系のプリアンプをJEOL測定系のレセプタクルに接続するためのアダプターを製作中である。

JCXA-733の分光器は製造年により複数のモデルが存在する。そのうち、初期型のADSEのゴニオメーター駆動部 (HMS-E) のギヤが破損し使用できなくなってしまう。初期型ADSEはギヤ比が異

なるなどゴニオメーター駆動部を含めて他の分光器と互換性が無く、また、同一分光器の予備も保有していないため置き換えによる修理ができなくなった。ギヤを作成することも考えたが、今後の保守性を考慮して、JXA-8600以降で採用されたXCE型分光器を取り付けることにした。

JCXA-733分光器とJXA-8600の分光器の違いは、コネクタと結晶交換部の回路構成である。なお、JCXA-733用の分光器は結晶交換時にL値を最大まで移動させる必要があるのに対し、XCE型は任意位置で交換可能な構造になっている。取り付け方法やゴニオメーター駆動部、使用できる分光結晶は共通である。

JCXA-733とJXA-8600のリミッターや結晶交換モーター駆動部を比較すると、使用されている部品の最大消費電力とサージ吸収回路が異なる程度であった。そこで、コネクタを交換して電気的な接続を行い、JCXA-733の結晶交換モーター駆動部の部品を最大消費電力の大きいものに取り換えた。ここで、使用されているトランジスターのパッケージは、JCXA-733がTO-92で、JXA-8600がTO-222であることが問題となった。JCXA-733ではTO-222を取り付けるスペースを確保できないため、相当品ではなく、TO-92で最大消費電力の十分大きいものを選定した。そして、サージ吸収回路をJXA-8600と同じになるようにした。この状態で試験を行ったところ、モーターの駆動時間が若干長すぎる状態であった。そこで、モーターの駆動時間も短くする改造を行った。その結果、JCXA-733でJXA-8600用のXCE型分光器が使えるようになった。ただし、制御回路の制約から、分光結晶の交換はL値を最大まで移動させて行う必要がある。なお、JXA-8800以降のXCE型分光器は上限リミッターの回路が異なるため、そのままJCXA-733に接続することができない。今後、上限リミッターの回路を変更してどの分光器も取り付け可能にすることで保守性を向上させる予定である。

3. 2023年度の共同利用・共同研究など

本年度は、一般共同研究として、

- 石英の三次元的な内部構造と微量含有元素が示す花崗岩質マグマの貫入・定置プロセス
- 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

を実施した。そのほか、名古屋大学理学部や大学院環境学研究科の教育にも用いた。

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.

Yuguchi, T., Kato, T., Ogita, Y., Watanabe, M., Yamazaki, H., Kato, A., Itoh, D., Yokoyama, T., Sakata, S. and Ohno, T. (in press) Crystallization process of quartz in a granitic magma: Implications for the magma chamber process of Okueyama granite, Kyushu, Japan. *Journal of Asian Earth Sciences*.