

CHIME の現状と利用 (2015年度)

Status report on the CHIME dating system at the Center for Chronological Research and the
Division for Chronological Research, Institute for Space-Earth Environmental Research,
Nagoya University in 2015

加藤丈典^{1*}・榎並正樹¹・奈良郁子¹Takenori Kato^{1*}, Masaki Enami¹ and Fumiko Watanabe Nara¹¹名古屋大学宇宙地球環境研究所¹Institute for Space-Earth Environmental Research, Nagoya University, Chikusa, Nagoya 464-8601, Japan.

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

Abstract

Electron probe microanalysis (EPMA) is performed using two electron micro probes (JCXA-733, JEOL, Tokyo) CHIME dating, quantitative EPMA of ultra-trace element and other applications at the Division for Chronological Research, Institute for Space-Earth Environmental Research, Nagoya University. The one is mainly used for CHIME dating of rock-forming minerals. The other is used for a variety of applications, such as quantitative EPMA of ultra-trace elements and CHIME dating.

Keywords: CHIME dating; electron probe microanalysis (EPMA); geochronology

1. はじめに

名古屋大学宇宙地球環境研究所基盤研究部門年代測定研究部(2015年9月30日までは年代測定総合研究センター)には、CHIME年代測定(Suzuki & Adachi, 1991a & 1991b; Suzuki & Kato, 2008)や関連する測定、教育及び研究を行うため2台の電子プローブマイクロアナライザー(EPMA)が設置されている。2台とも日本電子株式会社製JCXA-733である。1台は4台の波長分散型分光器(WDS)を備え、CHIME年代測定用に最適化した調整を行っている(分光器の構成は表1の通り)。もう1台は、5台のWDSを備え、軽元素から重元素まで幅広い範囲の元素の定量分析が可能になっている(分光器の構成は表2の通り)。この装置でも、分光結晶を適切に選択することによりCHIME年代測定を実施することが可能になっている。また、大型試料ステージを備えているため、最大80mm×80mmの範囲を分析可能である(試料の最大サイズは10cm角)。いずれの装置も製造から30年以上経過しているため、保守が年々困難になってい

| | | Ch. 1 | Ch. 2 | Ch. 3 | Ch. 4 |
|-------|------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 駆動範囲 | mm | 60 - 260 | 60 - 250 | 60 - 250 | 60 - 250 |
| | sinθ | 0.21 - 0.93 | 0.21 - 0.89 | 0.21 - 0.89 | 0.21 - 0.89 |
| 分光結晶 | 1 | PET | PET | LiF | LiF |
| | 2 | TAP | LiF | PET | PET |
| 比例計数管 | | XPC/GFPC | XPC | XPC | XPC |

表1 CHIME年代測定用EPMAの分光器の構成。GFPC及びXPCはそれぞれガス流入型比例計数管及びキセノン封入型比例計数管である。

| | | Ch. 1 | Ch. 2 | Ch. 3 | Ch. 4 | Ch. 5 |
|-------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| 駆動範囲 | mm | 60 – 260 | 60 – 250 | 60 – 250 | 60 – 260 | 60 – 260 |
| | sin θ | 0.21 – 0.93 | 0.21 – 0.89 | 0.21 – 0.89 | 0.21 – 0.93 | 0.21 – 0.93 |
| 分光結晶 | 1 | TAP | PET | LiF | LiF | TAP |
| | 2 | STE/LDE1 | LiF* | PET* | PET* | PET |
| 比例計数管 | | GFPC | XPC | XPC | XPC | GFPC/XPC |

表 2 汎用 EPMA の分光器の構成。GFPC 及び XPC はそれぞれガス流入型比例計数管及びキセノン封入型比例計数管である。*は改造により高波長分解能となっているものである。Ch. 5 は 2015 年度に駆動範囲が 250mm のものを 260mm のものに交換した。

る。

近年、新生代の試料の CHIME 年代測定やジルコン中のチタンのような極微量元素の定量分析など、容易ではない分析の割合が増えている。このような分析では、測定内容に合わせた分光系の調整、慎重な分析条件の検討及び長時間測定が必要になる。特に、特定の測定に分光系の調整を最適化している場合、他の分析を途中で行うことが困難である。そのため、一つの研究課題で装置を半年以上占有する場合がある。今後、EPMA の追加など、効率化を検討していく必要がある。

2. 微量元素分析の高精度化のための高計数率エックス線測定の高精度化

ウラン・トリウム放射壊変により生成される鉛の量は、年代が古い試料ほど多くなるため、一般には若い試料ほどより微量の鉛の定量分析を行う必要がある。そのため、CHIME 年代測定では、鉛の濃度の検出限界・定量限界が年代測定の測定限界に大きく影響する。CHIME 年代測定により、より若い試料を測定可能にするため、装置の調整・改造や測定条件の検討を行ってきた。その結果、試料によっては新生代の年代測定を十分な精度で行うことが可能になっている (Imayama & Suzuki, 2013; 加藤ほか 2014; 加藤ほか 2015)。さらに、一つの鉱物粒子から 48.6 ± 2.4 Ma、 37.1 ± 0.8 Ma 及び 27.6 ± 0.6 Ma (誤差は 2σ レベル) の 3 つの年代を分離することに成功している (Maw Maw Win et al., 2016)。また、CHIME 年代測定以外の他の元素の EPMA 定量分析にも微量元素測定技術を応用し、 $10 \mu\text{g/g}$ のチタンを相対誤差 3% で測定可能になっている (Yuguchi et al., in press)。

極微量元素の高精度定量分析では、エックス線の総カウント数を多くするため大電流・長時間測定が必要になる。エックス線強度は照射電流に比例するため、大電流測定では計数率の高いエックス線を正確に測定しなければならない。特に、標準物質の測定では濃度の高い物質を用いるため、未知試料に比べて計数率の高いエックス線を測定することになる。エックス線の計数率が高くなると、不感時間などさまざまな問題が生じる (例えば Suzuki & Kato, 2008)。不感時間補正により数え落としの影響を見積もっているが、この補正による不確かさを小さくするためには不感時間を正確に知る必要がある。不感時間は、比例計数管や電子回路の特性に依存するため、分光器ごとに異なるとともに、経年変化が生じる。したがって、分光器ごとに定期的な測定を行わなければならない。しかし、経年変化の傾向を正確に予測することは不可能であることと、EPMA の微小電流計の直線性の制限などから、常に正確な不感時間を用いて補正することは容易ではない。見かけ上不感時間が一定と見なすことが可能になれば、常に正確な不感時間補正可能になり、高計数率のエックス線を正確に測定することができるようになる。そこで、2015 年度は、不感時間補正の正確さ向上を目的とし、エックス線計数回路の設計を行った。

3. 新たな標準物質のインストール

2015年度に新たに定量分析用の標準物質をインストールし、バナジウム、タンタルの測定が可能になった。また、ルビジウムの標準物質についても評価している。

4. WDS の駆動範囲の拡大

微細なスペクトル形状を用いた状態分析では、分光器の波長分解能が高い必要がある。複数の分光結晶で測定可能なエックス線は、高角度で測定するほうが低角度で測定する場合よりも波長分解能が高くなる。JCXA-733用の分光器には、電子線照射位置から分光結晶までの距離が最大250mmのもの、と260mmのものがある。高角度側の測定をおこないやすくするため、分光器の一つを最大250mmのものから260mmのものに交換した。

5. 電源部の故障と省電力化に向けた検討

老朽化により、電源の故障が2ヶ所発生した。一つは分光器のモーター駆動用の電源で24V22Aのリニア電源である。もう一つは、シーケンサー用の24V8Aのリニア電源である。前者は電源ユニットを予備のものに交換して対応し、後者は故障した半導体を交換して対応した。

2015年度に故障したこれらの電源であるが、常時通電されているリニア電源で効率が低く、消費電力が大きく発熱も大きい。使用している回路はいずれも低ノイズ・低リプルである必要性は低い。また、故障した電源のほか、5V1Aのリニア電源が多数使われている。これらを高効率のスイッチング電源に置き換えることによって性能を維持したまま省電力化、低発熱化が図れる可能性がある。今後、電源の見直しをすすめる予定である。

6. EPMAの保守

現有のJCXA-733は、2015年3月31日でメーカーのサポートが終了している。今後メーカーに頼らず保守を行い続けることができるようにしていかなければならない。電子部品を中心に、使用されている部品の多くは製造中止となっていたり、現行品は表面実装のみでリード部品が供給されていなかったりする。電子部品については可能な限り流通在庫を確保するとともに、回路の再設計により現行部品で置換するようにしている。

また、消耗品の一部は現行モデルと互換性がなく今後入手できなくなる可能性があるため、消耗品の確保とともに、現行の部品をしようできるように改造している。

7. 2015年度の使用例

2015年度におけるEPMAの主な使用例は以下の通りである。

開発研究

- ・ジルコン・モナズ石の状態分析法の開発
- ・骨の状態分析法の開発
- ・エックス線干渉補正の開発
- ・高計数率エックス線の高確度測定のための開発

応用研究

- ・領家帯変成岩類のCHIME年代測定
- ・ミャンマーの変成岩のCHIME年代測定
- ・南部北上帯火成岩及び堆積岩のCHIME年代測定
- ・韓国京畿帯のCHIME年代測定

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 Mineralogist*, **98**, 1393 – 1406.
- 加藤丈典・榎並正樹・佐藤桂 (2014) CHIME の現状と利用 (2013 年度) 名古屋大学加速器質量分析計業績報告書, **XXV**, 40 – 43.
- 加藤丈典・榎並正樹・佐藤桂 (2015) CHIME の現状と利用 (2014 年度) 名古屋大学加速器質量分析計業績報告書, **XXVI**, 23 – 26.
- 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 paragneiss in the South Kitakami terrance, 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, H., Kato, T., Sakata, S., Hattori, K., Hirata, T., Sueoka, S., Danhara, T., Ishibashi, M., Sasao, E. and Nishiyama, T. (in press) Zircon growth in a granitic pluton with specific mechanisms, crystallization temperatures and U-Pb ages. *Journal of Mineralogical and Petrological Sciences*.

要旨

名古屋大学宇宙地球環境研究所年代測定研究部には、2 台の電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) を用いて、CHIME 年代測定及びさまざまな分析を実施し、教育・研究を行っている。2015 年度は、極微量元素の定量分析の確度向上のため、高計数率エックス線の高確度測定法の開発やさまざまな地質帯の CHIME 年代測定などを行った。また、EPMA の保守性維持や省電力化に向けた試みを行っている。