

## CHIME の現状と稼働状況 (2011年)

### Status report on the CHIME dating system at the Center for Chronological Research, Nagoya University in 2011

加藤丈典<sup>1\*</sup>・鈴木和博<sup>1</sup>

Takenori Kato<sup>1\*</sup> and Kazuhiro Suzuki<sup>1</sup>

<sup>1</sup>名古屋大学年代測定総合研究センター (Center for Chronological Research, Nagoya University)

\*Correspondence to: Takenori Kato; E-mail: kato@nendai.nagoya-u.ac.jp

#### Abstract

The CHIME dating and related electron probe microanalysis (EPMA) are performed using two electron microprobe equipment (JCXA-733, JEOL, Tokyo) at the Center for Chronological Research, Nagoya University. The one equips four wavelength dispersive spectrometers (WDS) and another does three WDSs. These electron microprobes are customized by the authors for specific analysis including the CHIME dating of young samples. The CHIME dating of Miocene monazite and xenotime has been performed in 2011. In addition, REE analysis of kimuraite, loddite and lanthanite aggregate has been performed using WDS customized to achieve 30% higher wavelength resolution than JEOL original configuration. High wavelength resolution WDS completely solves the X-ray interference problem in quantitative EPMA of L-REE.

*Keywords: CHIME dating; electron probe microanalysis; geochronology*

#### 1. はじめに

CHIME 年代測定 (Suzuki and Adachi, 1991a; Suzuki and Adachi, 1991b; Suzuki and Kato, 2008 等を参照) 及び関連する教育・研究を実施するため, 2 台の電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) が年代測定総合研究センターに設置されている。2 台の EPMA はいずれも日本電子株式会社製の JCXA-733 である。1 台は波長分散型分光器を 4 台備え, CHIME 年代測定専用に使っている。4 台すべての分光器に PET の 002 面の分光結晶を装備している。4 台の分光器は, メーカー標準ではなく, CHIME 年代測定用に調整している。そのため, 分光器ごとに測定可能範囲が限定されている。この装置では, モナズ石の CHIME 年代測定を特殊な条件でなければ 17 分で行うことができる。

もう 1 台は波長分散型分光器を 3 台備え, 汎用機として様々な元素分析や測定法開発に使っている。この装置でも, 2 つの PET を用いて CHIME 年代測定を行うことが可能であるが, モナズ石の分析でも約 45 分程度の時間が必要となる。また, この装置では超軽元素分析用の分光結晶 (LDE1 及び Pb-STE) と表面汚染軽減用の液体窒素トラップが装着されている。さらに, 改造して高波長分解能を実現した PET 及び LiF を使用することが可能である。これらは, メーカー標準よりもおよそ 30% 波長分解能が向上している (加藤・鈴木, 2009)。高波長分解能の PET は CHIME 年代測定における鉛の分析に最適化しており, LiF はランタニドの分析に最適化してある。

CHIME 年代測定の標準物質には少量の鉱物を用い, 核燃料物質は使用していない (加藤ほか, 2005; Cho et al., 2006)

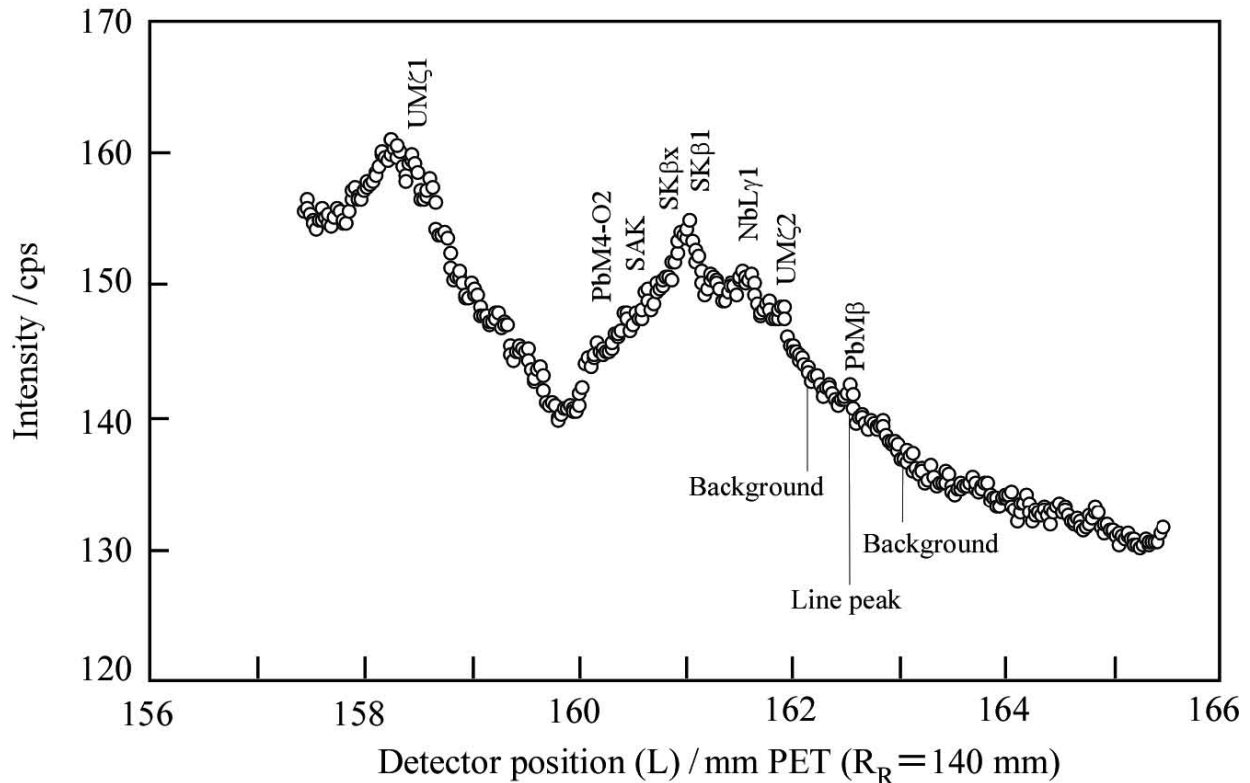


図1：ゼノタイムの엑クス線スペクトル。

## 2. 極限分析

CHIME 年代測定においては、約 20 Ma のモナズ石及びゼノタイムの測定に成功した。また、高空間分解能分光器を用いて木村石のイットリウム及びランタン、プラセオジウム及びネオジウムの測定も実施した。

### 2. 1. 約 20Ma の CHIME 年代測定

CHIME 年代測定では、EPMA を用いて鉱物中のウラン、トリウム及び鉛を測定している。測定鉱物の年代が若いと、ウラン及びトリウムの崩壊により生成する鉛の量が少なくなる。そのため、鉛の定量限界が CHIME 年代測定の定量限界の主要な要因となる。通常の CHIME 年代測定における分析条件では、PbO の定量限界は 100~150  $\mu\text{g/g}$  程度ある。しかし、約 20Ma の試料の年代測定を行うためにはそれよりも少量の PbO を実用上許容できる精度で測定しなければならない。図 1 は、約 20Ma のゼノタイムの엑クス線スペクトルである。この図からわかるように、Pb MB 線の強度が極めて小さく、P/B 比が極端に小さくなっている。このような場合、ピーク強度に加えてバックグラウンド強度の誤差も十分小さくしなければ真の特性엑クス線強度の誤差が小さくならない。そのため、ピークとバックグラウンドともに測定時間を通常よりも長くして精度を確保した。測定条件の詳細については別に報告する予定である。さらに、微量の鉛の定量分析では、鉛の誤差に干渉補正の誤差が大きく影響する。これは、鉛の特性엑クス線に対する妨害엑クス線の強度が相対的に通常よりも高くなるからである。したがって、干渉補正に用いる係数についても十分な精度で決定しておかなければならない。測定条件を十分検討したうえで若いモナズ石やゼノタイムの CHIME 年代測定を行ったところ、最適化した分析条件では、25  $\mu\text{g/g}$  程度の PbO を定量分析することが可能となった。

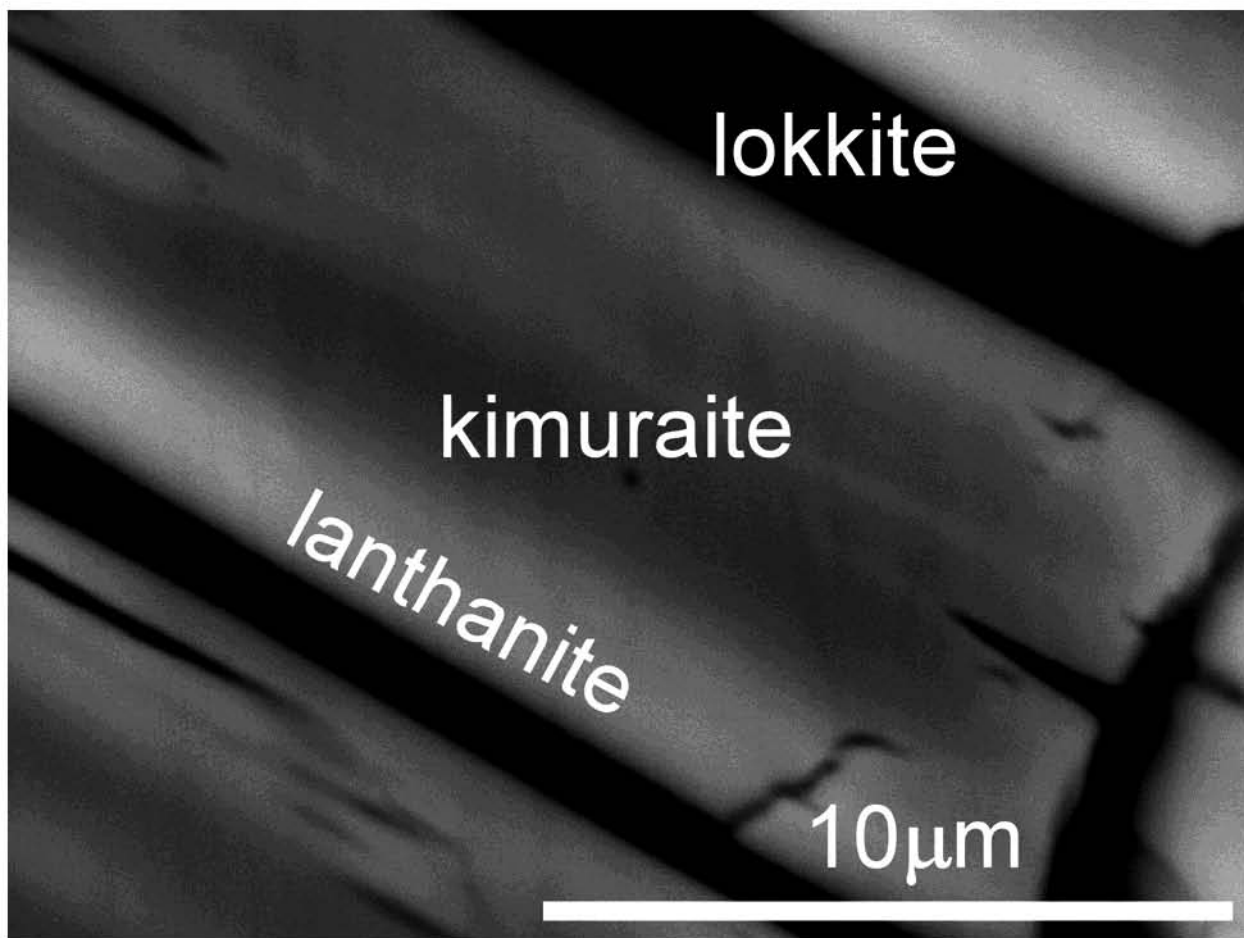


図 2 : 木村石の産状

## 2. 2. 木村石の希土類元素定量分析

木村石は  $\text{CaY}_2(\text{CO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  の組成を持つ鉱物で、Y を置換してランタニドを含むことがある。本年度は、木村石中の希土類元素の定量分析を実施した(Jiao et al. 投稿中)。測定した木村石の産状は図 2 の通りであり、ロッカイト [ $\text{CaY}_4(\text{CO}_3)_7 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ] 及びランタナイト [ $(\text{La}, \text{Nd})_2(\text{CO}_3)_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ] を伴って産出する。木村石は電子線照射による損傷が著しいため、すべてのランタニドの分析は行うことができなかった。ID-MS 及び ICP-MS によるバルク分析によりあらかじめ Ce がほとんど含まれていないことがわかっていたため、Ca, Y, La, Pr 及び Nd のみ分析した。補正計算では、Pr L $\beta$  線用に修正した Kato (2005) の  $\alpha$  ファクターを用いた。ランタニドの分析ではエックス線の干渉が大きな問題となるため、改造により高空間分解能化した分光器を用いて測定した。分析条件及び結果は別に報告する (Jiao et al. 投稿中)。

## 3. 装置の使用状況

2 台の JCXA-733 を用いて、上述の分析のほか通常の CHIME 年代測定を実施した。さらに、超軽元素の EPMA 定量分析など関連する測定及び開発を実施した。これらの中には学内外との共同研究が含まれている。今年度は上述の若い鉱物の CHIME 年代測定やサブミクロン CHIME 年代測定法の開発(渡邊・加藤, 2011; 渡邊・加藤, 2012) のようなエックス線計測時間を極めて長くしなければならぬ測定を実施しているため、使用時間に比べて測定数は例年よりも少なくなっている。

本年度は特に重大な故障はなかった。CHIME 年代測定専用機のロータリーポンプ (セパレート

型) のモーターが故障したため交換した。それ以外に行った保守作業は、定期的なクリーニングや部品交換のみである。

#### 4. 引用文献

- Cho D.L., Kato T. and Suzuki K. (2006) A working standard technique for determination of interference correction factors and preparation of standard materials for CHIME dating. *Journal of Korean Earth Science Society*, **27**, 521 – 527 (in Korean with English abstract)
- Jiao W., Kawabe I. and Kato T. (submitted). Reexamination of kimuraite: Finding of lanthanite precipitated in the cleavage of kimuraite.
- Kato T. (2005) New accurate Bence-Albee  $\alpha$ -factors for oxides and silicates calculated from the full-PAP procedure. *Geostandards and Geoanalytical Research*, **29**, 83 – 94.
- 加藤丈典・趙騰龍・鈴木和博 (2005) 「ワーキングスタンダード」を用いた, CHIME 年代測定用標準物質及び干渉補正係数の決定方法. *名古屋大学博物館報告*, **21**, 43 – 49.
- 加藤丈典・鈴木和博 (2009) CHIME の現状と稼働状況 (2008 年度). *名古屋大学加速器質量分析計業績報告書*, **XX**, 31 – 37.
- Suzuki K. and Adachi M. (1991a) Precambrian provenance and Silurian metamorphism of the Tsubonosawa paragneiss in the South Kitakami terrane, Northeast Japan, revealed by the chemical Th-U-total Pb isochron ages of monazite, zircon and xenotime. *Geochemical Journal*, **25**, 357 – 356.
- 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 pycrase: Protocol, pitfalls and chemical criterion of possibly discordant age data. *Gondwana Research*, **14**, 569 – 586.
- 渡邊正和・加藤丈典 (2011) サブミクロン CHIME 年代測定法の開発. *日本地質学会第 118 年学術大会・日本鉱物科学会 2011 年年会合同学術大会*, 2011 年 9 月, 茨城大学.
- 渡邊正和・加藤丈典 (2012) サブミクロン CHIME 年代測定法の開発. *第 24 回 (2011 年度) 名古屋大学年代測定総合研究センターシンポジウム*, 2012 年 1 月, 名古屋大学.