

CHIME の現状と利用 (2014年度)

Status report on the CHIME dating system at the Center for Chronological Research, Nagoya University in 2014

加藤丈典^{1*}・榎並正樹¹・佐藤桂¹
 Takenori Kato^{1*}, Maksai Enami¹, Kei Sato¹

¹名古屋大学年代測定総合研究センター

¹Center for Chronological Research, Nagoya University, Chikusa, Nagoya 464-8602, Japan.

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

Abstract

Electron probe microanalysis (EPMA), including the CHIME dating, is performed using two electron probe microanalyzer (JXA-733, JEOL, Tokyo), at the Center for Chronological Research, Nagoya University. The one equips four wavelength dispersive spectrometers (WDS) and optimized to the CHIME dating of rock-forming minerals. The other equips five WDSs with a variety of analyzing crystals, including customized crystals for many kind of analysis of ultra-light elements through heavy elements.

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

1. はじめに

名古屋大学年代測定総合研究センターには、CHIME 年代測定 (Suzuki & Adachi, 1991a; Suzuki & Adachi, 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。いずれも日本電子株式会社製 JXA-733 である。1台は4台の波長分散型分光器を備え、CHIME 年代測定に最適化されている。もう1台は、5台の波長分散型分光器を備え、CHIME 年代測定に加え、軽元素から重元素までのさまざまな分析を実施できるようにしている (表1及び表2)。後者は、大型試料に対応したステージが用いられており、最大で10 cm 角の試料の分析を行うことが可能である。

2014年度は、通常の CHIME 年代測定に加え、微量元素測定の高感度化及びエックス線干渉補正の問題の検討を実施した。

		Ch. 1	Ch. 2	Ch. 3	Ch. 4
駆動範囲	mm	60 – 260	60 – 250	60 – 250	60 – 250
	sin θ	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 – 250
	sin θ	0.21 – 0.93	0.21 – 0.89	0.21 – 0.89	0.21 – 0.93	0.21 – 0.89
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。

2. 微量元素分析の高感度化

CHIME 年代測定では、鉛の濃度が検出限界・定量限界を決めている。鉛はウラン・トリウムの放射壊変により時間とともに増加するので、一般に若い試料ほど鉛の測定が困難になる。EPMA の分光器は、一般的に感度が高いほど P/B 比が低くなる傾向がある。微量元素の検出限界は P/B 比が高いほど有利である。そこで、分光系を改造して P/B 比を高くしたものも使用している（表2において、「高波長分解能」となっている分光結晶）。これにより、新生代の年代を測定することが可能になっている（Imayama & Suzuki, 2013; 加藤ほか, 2013）。2014 年度は、さらに若い年代測定を可能にするため、エックス線検出系のノイズ逓減を行った。その結果、表3の例に示す分析値を得ることが可能になった。約 10% 程度の誤差であるが、これまでに実施したバーディガリアンの CHIME 年代測定と比べて大きな違いはない。したがって、十分な測定点数を分析すれば、地質学的な議論に用いることができる精度でトートニアン CHIME 年代測定が可能であることを示唆している。

CHIME 年代測定のほか、軽元素の高精度微量元素測定も実施した。チタンにおいては、約 10 $\mu\text{g/g}$ の濃度を相対誤差約 3% で測定することが可能になった。その際、「バックグラウンド・ホール」の問題（Donovan et al., 2012; Kato & Suzuki, 2014）を慎重に考慮した。

3. エックス線の干渉補正の検討

EPMA 定量分析では特性エックス線の強度を用いるが、目的とする元素特性エックス線と近い波長のエックス線が他の元素から発生している場合に見かけのエックス線強度が真の強度が異なるものとなる。したがって、真のエックス線強度を得るためには、測定された見かけの強度からエックス線の干渉による影響を差し引く必要がある（干渉補正）。干渉補正には、（1）ピークプロファイルを用いて波形分離を行う方法、（2）干渉により増加したエックス線強度を推定し、測定されたエックス線強度から差し引く方法、及び、（3）補正計算により化学組成を求めた後に干渉により過剰に見積もられた濃度を差し引く方法がある。（1）の方法は、微量元素の測定では強度が小さすぎ、十分な精度でピークプロファイルを得ることが現実的ではない。Åmli & Griffin (1975) の方法により（2）の補正を行う場合、干渉による増加するエックス線強度の物質依存性が問題となる。Donovan et al. (1993) の方法で（3）の補正を行うためには、化学組成が正確に測定されている標準物質が必要となる。これらの手法を比較・検討しつつ、どのような手法が CHIME 年代測定におい

ThO ₂ / %m/m	UO ₂ / %m/m	PbO / %m/m	Age / Ma
13.89 ± 0.07	1.018 ± 0.009	0.0054 ± 0.0006	7.6 ± 0.8

表3 若い年代を示す CHIME 年代測定の結果の例。

て最良であるか検討している。特に、ウランやトリウムは核燃料物質である。そのため、様々な規制の中で実現可能かつ高精度な干渉補正の手法を検討している。

4. 2014年度の使用例

2014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

- ・ジルコンの状態分析法の開発
- ・極微量チタンの高精度 EPMA 定量分析法の開発
- ・エックス線干渉補正法の検証・検討
- ・新生代の高精度 CHIME 年代測定法の開発
- ・超長期地質環境予測に向けた微小領域分析法の開発

応用研究

- ・西南日本内帯後期白亜紀花崗岩体内部のペグマタイの研究
- ・朝鮮半島南東部における火成活動に関する研究
- ・領家帯の構造発達史の解明
- ・ミャンマーにおける新生代の変成作用の解明

5. 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する。そのため、今後はメーカーに頼らずに保守を行っていく必要がある。使用されている部品の多くはすでに生産中止となっているため、(1) 流通在庫の確保、及び、(2) 再設計による現行部品での置換を実施している。電子回路については、部品を保有している場合は部品の交換で対応しているが、保有していない場合は回路を独自に設計して対応している。また、一般的な原状回復に加え、改良により安定性が向上したり、ノイズ低減による感度が向上したりする部分もあり、随時改良を加えている。

保守性向上のため、ディスクドライブの変更を計画している。現有装置には、8インチフロッピーディスクとリムーバブルディスク (RL02) が搭載されている。これらを最終的には SD カードなどの半導体メモリーに置き換える予定である。2014年度は、すでに不具合が発生し CHIME 年代測定に支障をきたしていた 8インチフロッピーディスクについて検討した。現有のインターフェイスについて調査したところ、半導体メモリーで安価に置き換え可能なものと不可能なものが存在することが判明した。現有の保守部品としての在庫は置き換え不可能なものが多いので、2014年度は半導体メモリーではなく 3.5インチフロッピーディスクに置き換えた。3.5インチフロッピーディスクはドライブとメディア共に流通在庫があるため、必要数を入手することが可能であった。これにより、フロッピーディスクの部分はしばらく保守可能な状態になった。あわせて、これまで 2台で約 110 W であったフロッピーディスクドライブの消費電力を約 11 W まで削減できた (いずれもピーク時の消費電力)。

引用文献

Åmli, R. and Griffine, W.L. (1975) Microprobe analysis of REE minerals using empirical correction factors. *American Mineralogist*, **60**, 599 – 606.

Donovan, J.J., Snyder, D.A. and Rivers, M.L. (1993) An improved interference correction for trace element

analysis. *Microbeam Analysis*, **2**, 23 – 28.

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.

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.

要旨

名古屋大学年代測定総合研究センターでは、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 年代測定や関連する分析についての教育・研究を実施している。2014 年度は、高感度微量元素測定と高精度エックス線干渉補正の検討を実施した。その結果、約 10 Ma 程度のモナザイトの CHIME 年代測定が可能であることが示された。

また、EPMA の保守体制を整備し、当面は現有装置を維持可能な状態にした。