JAEA-Testing 2018-001 DOI:10.11484/jaea-testing-2018-001



# 東濃地科学センターにおける 電子プローブマイクロアナライザを用いた化学組成分析に基づき 重鉱物組成を迅速に推定するための試料処理及び分析手順

Quick Examination of Heavy Mineral Composition Based on Chemical Analysis using Electron Probe Microanalyzer in the Tono Geoscience Center

> 代永 佑輔 清水 麻由子 佐野 直美 植木 忠正 吉川 清盛 丹羽 正和

Yusuke YONAGA, Mayuko SHIMIZU, Naomi SANO, Tadamasa UEKI Kiyotaka YOSHIKAWA and Masakazu NIWA

> 核燃料・バックエンド研究開発部門 東濃地科学センター 地層科学研究部

Geoscientific Research Department Tono Geoscience Center Sector of Nuclear Fuel, Decommissioning and Waste Management Technology Development

July 2018

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

本レポートは国立研究開発法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。 本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。 なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ(<u>http://www.jaea.go.jp</u>) より発信されています。

国立研究開発法人日本原子力研究開発機構 研究連携成果展開部 研究成果管理課 〒319-1195 茨城県那珂郡東海村大字白方 2 番地4 電話 029-282-6387, Fax 029-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency. Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to Institutional Repository Section,

Intellectual Resources Management and R&D Collaboration Department, Japan Atomic Energy Agency.

2-4 Shirakata, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

© Japan Atomic Energy Agency, 2018

JAEA - Testing 2018-001

# 東濃地科学センターにおける電子プローブマイクロアナライザを用いた化学組成分析に基づき 重鉱物組成を迅速に推定するための試料処理及び分析手順

#### 日本原子力研究開発機構

核燃料・バックエンド研究開発部門 東濃地科学センター 地層科学研究部

代永 佑輔\*1、清水 麻由子、佐野 直美\*2、植木 忠正\*2、吉川 清盛\*、丹羽 正和

## (2018年5月1日受理)

高レベル放射性廃棄物などの地層処分における地質環境の長期変動に係る評価のうち、地形や 地質構造の変化の評価に関しては、隆起速度と侵食量分布を把握することが不可欠である。その ための有効な手法の一つとして、後背地解析技術がある。東濃地科学センターでは後背地解析に 係る個別要素技術開発として、電子プローブマイクロアナライザ(EPMA;日本電子株式会社製 JXA-8530F)による化学組成分析に基づき砕屑物や基盤岩中に存在する重鉱物組成を迅速かつ効 率よく推定するための「重鉱物スクリーニング」を実施している。本稿では、重鉱物スクリーニ ングにおける試料の前処理及び EPMA 分析の手順を報告する。

東濃地科学センター:〒509-5102 岐阜県土岐市泉町定林寺 959-31

本報告は経済産業省資源エネルギー庁委託事業「高レベル放射性廃棄物等の地層処分に関する 技術開発事業(地質環境長期安定性評価確証技術開発)」の一環で実施したものである。

※1 特定課題推進員

※2 技術開発協力員

\* 株式会社ペスコ

JAEA - Testing 2018-001

## Quick Examination of Heavy Mineral Composition Based on Chemical Analysis using Electron Probe Microanalyzer in the Tono Geoscience Center

Yusuke YONAGA<sup>\*\*1</sup>, Mayuko SHIMIZU, Naomi SANO<sup>\*\*2</sup>, Tadamasa UEKI<sup>\*\*2</sup>, Kiyotaka YOSHIKAWA<sup>\*</sup> and Masakazu NIWA

Geoscientific Research Department, Tono Geoscience Center Sector of Nuclear Fuel, Decommissioning and Waste Management Technology Development Japan Atomic Energy Agency Izumi-cho, Toki-shi, Gifu-ken

(Received May 1, 2018)

Uplift and erosion are important factors to evaluate the long-term changes of geological environment for geological disposal. Provenance analysis of detrital sediments is often be effective to estimate uplift and erosion. In the Tono Geoscience Center, quick and efficient examination of heavy mineral compositions in basement rocks and sediments have been developed using the electron probe microanalyzer (JEOL JXA-8530F EPMA), as one of the promising tool for provenance analysis. To contribute evaluation of the examinations, sample preparation and EPMA analyses of heavy minerals were shown in this paper.

Keywords: Heavy Mineral, Heavy Liquid, Electron Probe Microanalyzer, Provenance Analysis

This work was entrusted from Ministry of Economy, Trade and Industry of Japan.

X1 Special Topic Engineer

<sup>2</sup> Collaborating Engineer

<sup>\*</sup> Pesco Co., Ltd.

目	次
	~ ~ ~

1. は	じめに	<u>-</u>	.1
2. 試	料の前	前処理	.3
2.1.	概要	푸	.3
2.2.	試料	斗採取	.3
2.3.	ふる	るい分け・洗浄	.4
3. 重	液分离	隹	.6
3.1.	概要	要	.6
3.2.	準備	<u>#</u>	.7
3.2	2.1.	使用器具	.7
3.2	2.2.	重液調整	.8
3.3.	重涌	友分離	.9
3.4.	試料	斗洗浄	11
4. マ	ウント	× 1	12
4.1.	概要	要	12
4.2.	準備	莆1	12
4.2	2.1.	使用器具1	12
4.2	2.2.	樹脂準備1	13
4.3.	重銀	広物拾い出し1	13
4.4.	樹肌	指固定1	6
5. 研	磨		<b>17</b>
5.1.	概要	要	<b>17</b>
5.2.	手順	頁1	<b>17</b>
5.3.	研磨	善了程基準1	19
6. EI	PMA 🤇	分析	21
6.1.	概要	要	21
6.2.	炭素	秦蒸着5	21
6.3.	測定	Ē2	22
6.4.	鉱物	物同定及び重鉱物組成・化学組成の比較5	24
7. お	わりに		27
謝辞			27
参考文	献		28
付録	マウン	、ト用下敷きフォーマット (CD)	
	ピッキ	ーングシートフォーマット (CD)	
	重鉱物	n判定シート(CD)	

# Contents

1. Intr	roduction	1
2. San	nple preparation	3
2.1.	Overview	3
2.2.	Sampling	3
2.3.	Sieving • Washing	4
3. Hea	avy liquid separation	6
3.1.	Overview	6
3.2.	Preparation	7
3.2.	1. Instruments	7
3.2.2	2. Heavy liquid preparation	8
3.3.	Heavy liquid separation	9
3.4.	Washing	11
4. Mov	unt	12
4.1.	Overview	12
4.2.	Preparation	12
4.2.1	1. Instruments	12
4.2.2	2. Resin preparation	13
4.3.	Picking	13
4.4.	Resin coating	16
5. Poli	sh	17
5.1.	Overview	17
5.2.	Procedure	17
5.3.	Polish criterion	19
6. EPI	MA analysis	21
6.1.	Overview	21
6.2.	Carbon deposition	21
6.3.	Analysis	22
6.4.	Mineral identification and comparison	24
7. Clos	sing	27
Acknow	ledgments	27
Reference	ces	28
Appendi	ix Format of the sheet for mounting (CD)	
	Format of the sheet for picking (CD)	
	Sheet of heavy mineral identification (CD)	

## 1. はじめに

高レベル放射性廃棄物などの地層処分に関わる地質環境の長期変動の評価のうち、地形や地質 構造の変化の評価おいては、隆起速度と侵食量分布を把握することが不可欠であると考えられる。 隆起速度や侵食量分布を明らかするための手法としては、複数の放射年代測定法から復元された 過去の熱イベントの時期や温度などを用いて山地の削剥史を推定する熱年代学的手法<sup>1033</sup>や、起 伏などの地形的形状を解析することにより山地の発達段階を評価する方法<sup>40</sup>の他、山地の下流域 に分布する砕屑物の供給源とその変化を堆積学的・岩石学的に推定する手法(以下、「後背地解析」 という。)が有効であると考えられる。

従来の後背地解析では、露頭観察によって礫種組成や堆積構造を記載し、砕屑物の種類や古流 向を明らかにすることにより、後背地の推定が行われてきた。しかし、露頭の分布に制約がある 場合などは、これらの従来の手法のみで後背地を推定することがしばしば困難となる。限られた 露頭やボーリングコアなどの試料から細粒の砕屑物を大量に分析することができれば、後背地解 析を適用する上で地域的な制約を低減することが可能である。また、砕屑物は風化の影響を受け ていることがあるが、ジルコンなど一部の重鉱物や石英は風化に強く、かつ比較的広く存在する ため、これらの鉱物に着目した分析による後背地解析技術の整備が望まれる。以上の背景に基づ き、東濃地科学センターでは、重鉱物の主成分及び微量元素の化学組成を用いた地球化学的手法 及び石英の電子スピン共鳴信号を用いた物理化学的手法について、後背地解析への有効性を検討 してきた5607890。

地球化学的手法を用いた後背地解析においては、電子プローブマイクロアナライザ(Electron Probe Microanalyzer:以下、「EPMA」という。)によって重鉱物の粒子ごとの定量分析を連続的かつ迅速に行い、砕屑物や基盤岩中に存在する重鉱物の構成比や特定の重鉱物(ジルコンなど)の化学組成を比較することで後背地の推定を行う手法を開発してきた<sup>10)</sup>(以下、「重鉱物スクリーニング」という。)。

重鉱物スクリーニングでは、重液分離などにより試料中の重鉱物を濃集させ、ランダムに多量 の重鉱物を拾い出して粒子ごとに EPMA 分析を行った上で、その化学組成に基づき重鉱物の種 類を同定する。その後、各重鉱物の割合(以下、「重鉱物組成」という。)を求め、基盤岩と砕屑 物とで比較を行うことにより後背地を検討する。また、特定の重鉱物に着目した時に、元素濃度 の違いによって鉱物の給源岩石が識別できる場合もある。そのような後背地の推定において有効 となり得る化学的特徴に関する基礎的な情報を得る上でも重鉱物スクリーニングは有効である。

特定の重鉱物に着目して化学組成の比較を行う場合は、統計的な検討に資するため、別途対象 とする重鉱物のみを拾い出し、比較に使用する粒子数を確保する。その後、EPMA 分析を行い、 拾い出した鉱物が対象の鉱物であることを確認した上で、化学組成の比較を行う。

本報告書は、後背地解析のための分析作業及び分析結果の評価を目的として、東濃地科学セン ターでの重鉱物スクリーニングにおける試料の前処理及び分析の手順や注意点を詳細にまとめた ものである。重鉱物スクリーニング手順の概要を図 1-1 に示す。



## 2. 試料の前処理

## 2.1. 概要

重鉱物スクリーニングを行う場合は、まず対象となる砕屑物試料及び後背地に分布する岩石の 候補となる基盤岩試料から重鉱物を分離する必要がある。重鉱物はその他の鉱物に比べ比重が大 きいため、比重による分離が有効である。岩石試料の場合、単一粒子ごとに比重による分離を行 うため、あらかじめ粉砕する必要がある。脆い砕屑物試料の場合も、試料中の重鉱物には、シル トや粘土などの細粒分が付着したりして粒子同士が結合している状態にあることが多い。比重に よる分離を行うためには、粒子同士の結合を外し、粒子一つ一つに分離する必要がある。本項で は、基盤岩及び砕屑物の試料において、試料採取から試料を粒子ごとに分離するまでの前処理に ついて述べる。

## 2.2. 試料採取

後背地に分布すると予想される基盤岩及び後背地を検討する地域の砕屑物が露出する露頭(またはボーリングコア)において試料採取を行う。分析時に試料を見分けやすくするためにあらかじめサンプル番号のつけ方を決めておく。重鉱物スクリーニングでは鉱物組成や化学組成を統計的に検討するため、1 試料につき数百粒子以上分析することが望ましい。

●基盤岩・固結した砕屑物

(1) ハンマーやタガネを使用して拳大くらいの大きさの試料を採取する。

※基盤岩の岩相(構成鉱物、粒度、岩石組織、均質性、風化・変質の程度)や地質構造などにより、採取する試料数や1試料あたりの試料量は大きく変わりうるので、事前に研究対象地域の地形・地質を十分に検討しておく必要がある。

## ●脆い砕屑物

- (1) 露頭表面をねじり鎌などで削り落とす。
- (2) スコップなどで堆積層を掘り込み、気密性の高い試料袋へ入れて保管する。

※試料の混染を防ぐために1回の試料採取ごとに器具を洗浄し、器具に付着した堆積物を完全に 取り除いてから採取する。採取試料の量については、対象とする堆積物の粒度・実施する分析項 目の数などにより適宜決定する。目安として、細粒砂層で重鉱物スクリーニングを行う際は、100 g 程度の量があれば十分である。細粒粒子の割合が多いシルト層・粘土層の試料の際は、試料を 処理した後、必要量が確保できないこともあるので、少し多めに(300 g 程度)採取する。砂礫 層の場合は、礫種構成との対比を行うため、礫部分・基質部分ともに採取し、重鉱物スクリーニ ングには基質部分を使用する。

- 2.3. ふるい分け・洗浄
- ●基盤岩・固結した砕屑物
  - (1) 採取した試料は、ステンレス乳鉢で1 cm 角くらいになるまで粗粉砕を行う。鉄乳鉢は 錆びやすく試料中に錆が混入する恐れがあるため、通常はステンレス乳鉢を使用している。 あらかじめ試料を5 cm 角程度の大きさまでハンマーで砕いたり、ダイヤモンドカッター で切断したりしておくと粗粉砕しやすい。なお、ステンレス乳鉢はクロムやニッケルの混 染の恐れがあるため<sup>11)</sup>、これらの元素を指標とした検討を行う場合や、全岩化学組成を厳 密に検討する場合はハンマーのみで粗粉砕するなど注意が必要である。
  - (2) スタンプミル(図 2.3-1)で微粉砕し、250 µm のメッシュクロースを用いてふるい分け(図 2.3-2)を行う。使用する試料は250 µm 以下の粒子で、ふるいに残った試料は再度スタンプミルで粉砕を行う。スタンプミルを長時間使用する際は必要以上に細かく砕けてしまうことがあるので、5分毎にスタンプミルを止め、試料の様子を見たり、ふるい分けをしたりしながら粉砕を行う。また、メッシュクロースを使用する時は、ふるいに合わせた大きさに切り、たるみがなく強く張った状態でふるいにセットし、ふるい分けを行う。メッシュクロースをふるいにセットする前に養生テープでふるいに固定するとセットしやすい。
  - (3) 粉砕後、試料をビーカーに入れ、水道水で洗浄を行う。この時、水に浮く鉱物及び懸濁 液は捨てて沈殿した鉱物を使用する。
  - (4) 試料を乾燥器に入れ、110 ℃で2時間乾燥させる。

●脆い砕屑物

(1) 試料を乾燥機で乾燥(通常は110 ℃で2時間)させた後、250µmのメッシュクロース を用いてふるい分け(図 2.3-2)を行い、250µm以下の残渣を使用する。

粘土やシルトなどの細粒分が多い場合は、水道水で洗浄しながらふるい分けを行う。この時、水に浮く鉱物及び懸濁液は捨てて、沈殿物を使用する。試料が固まっている場合は、 水に浸して試料を解してから洗浄する。

堆積物の粒度が粗く、必要な量(250µm以下の粒子30g程度)が確保できない場合は、 礫以外の砂分(粒径2mm以下)をスタンプミルで粉砕する。スタンプミルで長時間粉砕 すると必要以上に細かく砕けてしまうことがあるので、様子を見ながら粉砕を行う。

- (2) 250 µm 以上の残渣のうち、粒径 2 mm を超える礫は礫種構成の観察などに使用するので、別途保管する。
- (3) 試料を乾燥器に入れ、110 ℃で2時間乾燥させる。

以上の作業において、使用する器具は作業ごとに洗浄、もしくはメッシュクロースを交換して 試料の混染がないように十分留意して行う。



図 2.3-1 試料の粉砕に使用する スタンプミル



図 2.3-2 ふるい分け作業に使用する メッシュクロース

## 3. 重液分離

3.1. 概要

試料を重鉱物とそれ以外の鉱物に分離するため、ポリタングステン酸ナトリウム(以下、「SPT」 という。)溶液による重液分離を行う。SPT は水に可溶の無機化合物で無毒・無臭・不燃のため、 ほかの重液と比較して安全に使用することができる。また、蒸留水の希釈や蒸発で比重を1.00~ 3.10 g/cm<sup>3</sup>の間で自由に調整ができ、回収率も高く、非常に扱いやすいのも特徴である<sup>12)</sup>。SPT 溶液は pH 2~14 の溶媒中で安定であるが、蒸留水に溶かした溶液は中性を示す。

懸濁した微粒子の沈降時間t(分)はストークスの法則1314)15)により、次式のように規定される。

$$t = \frac{0.3\eta h}{g(\sigma - \rho)D^2}$$

ηは粘性率 (g/cm・s)、h は沈降距離 (cm)、g は重力加速度 (980 cm/s<sup>2</sup>)、σ は粒子の密度 (g/cm<sup>3</sup>)、 ρ は重液の密度 (g/cm<sup>3</sup>)、D は粒子の直径 (cm) である。

上記の式より、重液と鉱物の比重差が小さい場合は、静置する時間を長くする必要がある。また、SPT 溶液は高比重になるほど黄色味を帯び、粘性が高くなる<sup>12)</sup>ため、高比重で分離を行う際も静置する時間を長くする必要がある。

本項では、SPT 溶液を用いた重液分離の手順について述べる。

3.2. 準備

3.2.1. 使用器具

重液分離に使用する器具と試薬などを表 3.2-1 に示す。使用する器具は試料の混染がないよう に事前に洗浄されたものを使用する。また、重液の比重が変わらないよう十分に乾燥させた器具 のみ使用する。

表 3.2-1 重液分離で使用する試薬及び器具類 品名 用 途 数量 ガラスビーカー (100 ml) 2個 重液回収·試料洗浄 (1 試料あたり) 器具洗浄 ガラスビーカー (500 ml) 1個 ガラスビーカー (1000 ml) 重液回収 1個 薬さじ 試料の投入 1個 ガラス棒 1個 重液及び試料の撹拌、試料 の洗浄 メスシリンダー (50 ml) 重液調整 1個 比重計 1個 重液調整 SPT 粉末 必要量 重液調整 SPT 溶液 (2.68 g/cm<sup>3</sup>) 80ml 重鉱物の分離 (1 試料あたり) 分液ロート(100 ml) 1個 重鉱物の分離 (1 試料あたり) ろ紙 (5B・110 mm) 重鉱物の回収 2枚 (1 試料あたり) ろ紙 (5C・110 mm) 1枚 重液回収 (1 試料あたり) ロート 3個 重液回収 (1 試料あたり) ロート台 必要数 重液回収 アスピレーター 1台 重液回収 スターラー 1台 重液の撹拌 超音波洗浄器 1台 気泡の除去、試料の洗浄 洗瓶(超純水入り) 1本 ろ紙・試料の洗浄

- 3.2.2. 重液調整
  - (1) 重液は、超純水に必要な量の SPT を少量ずつ撹拌しながら溶かして作製する。SPT の 量は比重と濃度のグラフ(MEASURE WORKS, 201816))から濃度を読み取って計算す る。例えば、比重 2.68 g/cm<sup>3</sup>の SPT 溶液を約 500 ml 作製する場合は、濃度は約 79%で あるから超純水 300 ml に SPT を 1063 g 溶かすとできる。この場合、SPT をすべて溶か すのに 3 時間程度必要である。スターラー(図 3.2-1)で溶かすと効率的であるが、気泡 が発生し比重が変化してしまうため、比重の確認を行うときは超音波洗浄器で気泡を除い てから行う。
  - (2) 比重の確認は 50 ml メスシリンダーに重液を入れ、比重計(図 3.2-2;割れ易いので注意して取り扱う)で比重を測る。比重計は 500 ml ビーカーなどに超純水を入れ、比重を計測するたびに洗浄する。計測する際は比重計に付着した水分を完全にふき取ったうえで計測する。

目的の比重より重い場合は、洗瓶で微量の超純水を加え、ガラス棒で十分に撹拌したのちに、 再度比重を測り、目的の比重になるまで調整する。調整する重液は必要な分(分液ロート1つあ たり80mlが適量)ごとに行うと容易に調整できる。また、重い比重から、超純水を加えて比重 を軽くする方が、短時間かつ容易に調整できる。重液で机を汚さないよう、下にラッピングフィ ルムや紙ワイパーを敷いて作業を行う。



図 3.2-1 SPT 溶液の調製



図 3.2-2 比重計 (特殊重液用比重計、比重 2.600~2.800 横田計器製作所製)

- 3.3. 重液分離
  - (1) ロート台に 100 ml 分液ロートをのせて、その下に 100 ml ガラスビーカーを置く。分 液ロートのコックが閉まっていることを確認し、2.68 g/cm<sup>3</sup>に調整した重液約 80 ml を加 える。分液ロートのコックには使用前にシリコングリースを少量塗布しておき、動きやす くしておく。
  - (2) 分液ロートの口にロートを差し込み、ロートを使って試料を入れる(図 3.3-1)。ロートが重液に触れてしまうと、先端で試料が詰まってしまうので注意する。分液ロート1つあたりの試料の量は、薬さじで2杯分程度が適量である。
  - (3) 試料が分液ロートの内壁に付着しないように注意しながら、ガラス棒で撹拌する。重鉱 物が石英や長石などに付着して沈殿しないことがあるので、最低2回は撹拌することが望 ましい。撹拌後は少なくとも4時間以上は放置する。
  - (4) ロート台にロート及びろ紙(5B・110 mm)をセットし、ロートの下に試料名及び鉱物
     名(重鉱物)を記入した 100 ml ビーカーを置く(図 3.3・2)。
  - (5) 沈殿した試料を再浮遊させないように分液ロートを手でしっかり押さえてコックを開き、沈殿した試料(重鉱物)のみをろ過する。ろ液は再利用するため、2.68 g/cm<sup>3</sup> 重液の入った容器へ戻す。
  - (6) ろ紙上に回収した試料を超純水の入った洗瓶を用いて洗い流すようにして、100 ml ビ ーカーに移す。
  - (7) 分液ロートに残った重液(上澄み:石英・長石などの軽鉱物が含まれる。)をろ過する ため、ロート台に新しいロート及びろ紙(5B・110 mm)をセットし、ロートの下に試料 名及び鉱物名(石英・長石など)を記入した100 ml ビーカーを置いておく。分液ロート に残った重液をろ過する。ろ液は再利用するため、2.68 g/cm<sup>3</sup> 重液の入った容器へ戻す。
  - (8) ろ紙上に回収した試料を超純水の入った洗瓶を用いて洗い流すようにして、100 ml ビ ーカーに移す。
  - (9) 回収した試料を洗瓶で1回すすぐ。すすいだ水は重液回収用ビーカー(1000 ml ガラス ビーカー)へ入れる。重液回収用ビーカーは容量が1000 ml に達したら、ろ紙(5C・110 mm)とアスピレーターを用いてろ過(図 3.3・3)し、乾燥(70 ℃で1週間程度)させて 粉状にし、再利用する。



図 3.3-1 重液分離

図 3.3-2 重液ろ過



図 3.3-3 アスピレーター

- 3.4. 試料洗浄
  - (1) 重液分離した試料は、流し台で水道水を流しながら、ガラス棒を用いて洗浄する。ガラ ス棒で試料を攪拌し、新しい水道水に入れ替える作業を10回程度繰り返す。乾燥後に固 結するのを避けるため十分に洗浄する。また、途中で超音波洗浄器を用いて試料を分散さ せる。脆い鉱物の粉砕を避けるため、超音波洗浄器にかける時間は、37 kHz の装置の場 合、5 分程度を限度とする。
  - (2) 試料を超純水の入った洗瓶で1回洗浄した後、乾燥機中で乾燥させる(110 ℃、2 時間)。
  - (3) 乾燥させた試料はそれぞれ薬包紙に包んでからチャック付きポリ袋に入れ、試料名及び 鉱物名を記入し、保管する。

4. マウント

4.1. 概要

重液分離によって分離した重鉱物は、EPMA分析を行うために薄片(スライドガラスに鉱物を 固定して研磨した試料)を作成する必要がある。EPMA分析では電子線を粒子ごとに照射して測 定するため、鉱物が重なっていないことが望ましい。そのため、実体顕微鏡下でスライドガラス に重鉱物を1粒ずつ均等に並べて樹脂で固定(マウント)する。

マウントにおいて、重鉱物組成を求める場合は、ランダムに重鉱物を拾い出し、スライドガラ スに並べていく。特定の重鉱物の化学組成を検討する場合は、実体顕微鏡観察により試料中から 特定の鉱物と推定されるものを拾い出し、スライドガラスに並べる。拾い出す際は、いずれの場 合でも一度シャーレに均等に試料を撒くと拾い出しやすい。

4.2. 準備

4.2.1. 使用器具

マウントに使用する器具などの一覧を表 4.2-1 に示す。使用する器具は試料の混染を防ぐため、 十分に洗浄して付着している鉱物や埃が除去されたものを使用する。

品名	用途
エポキシ樹脂	試料固定
ホットプレート	樹脂硬化
爪楊枝	樹脂塗布
スライドガラス	マウント
ダイヤモンドペン	試料名記入
ブロワー	鉱物や埃の除去
竹串	
(長さ 16 cm。先端をとがらせる	鉱物の拾い出し、マウント
と使いやすい。)	
実体顕微鏡	鉱物の拾い出し、マウント
シャーレ	鉱物の拾い出し
マウント用下敷き(白・黒)	マウント
ピッキングシート (白・黒)	鉱物の拾い出し
メンディングテープ	スライドガラスと下敷きの貼り
	付け

表 4.2-1 マウントに使用する樹脂及び器具類

4.2.2. 樹脂準備

東濃地科学センターでは試料固定のためのエポキシ樹脂として新ペトロポキシ 154(米国パー ルスペトロ・プロダクツ社製)を採用している。新ペトロポキシ 154 は、主剤と硬化剤を 10:1 の割合で混合して使用する。主剤と硬化剤の比重はともに 1.2 g/cm<sup>3</sup> なので、電子天秤を用いて 質量割合で管理するとやりやすい。混合する際は強く混ぜると気泡が入ってしまうので、注意が 必要である。また、硬化剤が固着している場合は、ホットプレートで 40 ℃で加温してから使用 する。

4.3. 重鉱物拾い出し

スライドガラスに重液分離で分離した重鉱物を並べる。並べる鉱物の数はスライドガラス1枚 あたり450粒子程度である。鉱物組成比を計算する場合は、1試料あたり2枚以上の薄片を作製 する。手順は以下のとおりである。

- (1) ダイヤモンドペンで試料名をスライドガラスに記載する。記載後はガラスの粉が出るの でブロワーを用いて取り除く。ダイヤモンドペンは垂直に立てて操作すると書きやすい。 特定の鉱物の化学組成比を計算する目的でマウントする場合は、対象の鉱物名についても 分かるように記載する。
- (2) マウント用の下敷き(図 4.3-1)の中央のスライドガラスの図にスライドガラスを重ね 合わせ、ダイヤモンドペンで試料名を記載した部分をスライドガラスごとメンディングテ ープで貼り合わせる。



図 4.3-1 マウント用下敷き 左:白色鉱物用 右:透明または有色鉱物用

(3) 樹脂をスライドガラス上のメンディングテープが貼っていない箇所に爪楊枝で薄く均 ーに塗布する。厚すぎると鉱物が浮いて移動してしまい、薄すぎると樹脂を硬化させても 鉱物が固定されないので、適当な厚さを塗布する(図 4.3-2)。実体顕微鏡下で樹脂の量 を確認すると確実である(図 4.3-3、図 4.3-4)。適当な厚さは図 4.3-2のように鉱物の周 辺が樹脂でぼやけて見えるくらいの量である。



図 4.3-2 スライドガラス上に適量の樹脂が 塗布されている写真



図 4.3-3 樹脂塗布量が多すぎる場合



図 4.3-4 樹脂塗布量が少なすぎる場合

- (4) 重鉱物組成を計算する場合は、実体顕微鏡下でマウント用の下敷きに沿ってランダムに 拾い出した鉱物を並べる。ただし、明らかに岩片からなるものや変質の著しいもの、非晶 質のものはマウントしない。ランダムに拾い出す際は、試料をシャーレに均等に撒き、竹 串の先端をとがらせたものを使用してシャーレから万遍なく拾い出す。拾い出した後の残 った試料は、薬包紙に包んで保管する。
- (5) 特定の重鉱物の化学組成に着目した検討を行う場合は、シャーレの裏に両面テープでピッキングシート(図 4.3-5)を貼り、均等に試料を撒いた後、シートのマス目に沿って順番に実体顕微鏡下で観察して対象とする鉱物を漏れなく拾い出す。シャーレに撒く試料の量が多すぎると鉱物が重なって観察が困難となる。また、対象とする鉱物が透明もしくは白色鉱物か有色鉱物かで使用するマウント用の下敷き・ピッキングシートの色を変えると鉱物を認識しやすくなる(図 4.3-1、図 4.3-5)。白色鉱物の場合は黒地のシートを、透明または有色鉱物の場合は白地のシートを用いる。
- (6) 鉱物を並べた後、設定温度 140 ℃のホットプレートで樹脂が硬化するまで加温し、鉱物を固定する。樹脂は約 10 分加温することで硬化するが、爪楊枝で触ってみて樹脂が硬化していることを確認する。



図 4.3-5 ピッキングシート 1マスは3mm 四方である。 左:白色鉱物用 右:透明または有色鉱物用

- 4.4. 樹脂固定
  - (1) 鉱物が埋まるくらいの量の樹脂を爪楊枝で均一に塗布する。樹脂の塗布量は、スライド ガラスを含めて厚さ 1.8~1.9 mm 程度になるようにするのが最適である。均一でないと 鏡面研磨しにくくなる。また、塗布する樹脂が厚すぎると薄片が割れるので注意が必要で ある。
  - (2) 設定温度 140 ℃のホットプレートで樹脂が硬化するまで加温する。硬化した時の目安 は樹脂が黄色く着色した時である(図 4.4-1)。爪楊枝で触ってみて粘性がなくなってい ることを確認する。硬化し、冷ました後は鏡面研磨を行う。急冷によって薄片が割れてし まうのを防ぐため、ホットプレートの設定温度を徐々に下げることによりゆっくり冷やす。 常温に戻すまでの時間の目安は 15 分程度である。



図 4.4-1 樹脂固定後のスライドガラス

## 5. 研磨

### 5.1. 概要

スライドガラスに固定した鉱物を樹脂から露出させるために研磨を行う。その際、EPMA 分析時に電子線を当てる面が平滑である必要もあるため、極力均等な厚さになるように研磨しなければならない。

研磨はダイヤモンドパット(#600、#1500)を用いた卓上回転盤による研磨で鉱物を露出させた後、ガラス板上での#600、#1000、#2000の炭化ケイ素研磨剤による研磨で厚さを微調整し、最終的には6µm、3µm、1µm、0.25µmのダイヤモンドペーストで表面を滑らかにする琢磨を行う。粗い研磨剤で多く研磨すると鉱物を早く露出させることはできるが、鉱物を擦り飛ばしたり、片減りしたりする恐れがあるので、注意が必要である。そのため、偏光顕微鏡などで薄片に固定された鉱物の状態をこまめに確認しながら行うと良い。研磨剤の混染を防ぐため、パットやガラス板を変えるたびに薄片を洗浄する必要がある。

5.2. 手順

- (1) 卓上回転盤にダイヤモンドパットを取り付ける。
- (2) 薄片及びダイヤモンドパットを水で濡らし、ダイヤモンドパットを卓上回転盤で回転させて研磨する。研磨を行っていくとパットが乾いてくるので、適宜霧吹きで水分を追加する。使用するパットは#600、#1500の順に使用する。削り粉(樹脂分)が研磨の妨げになるので、適宜薄片を洗浄して削り粉を洗い流す。

研磨する時、薄片を強く押し付けると薄片や試料の鉱物が割れてしまう恐れがあるので、 強く押しつけないように注意する。また、パットの片減りを防ぐため、パット全体で研磨 する。回転盤による研磨では、ガラスの側面で指を切る恐れがある。そのため、例えば、 吸盤をスライドガラスの裏に貼り付け、吸盤を持ちながら研磨を行うなどの工夫が考えら れる(図 5.2-1)。



図 5.2-1 ダイヤモンドパットを 用いた研磨

(3) ガラス板に研磨剤を乗せ、薄片と研磨剤を油(JXTG エネルギー株式会社製メタルワークS)で濡らして研磨する。研磨を続けているとガラス板が乾いてくるので、スポイトで油分を追加する。使用する研磨剤は#600、#1000、#2000の順に使用する。ガラス板の片減りを防ぐため、ガラス板全体で研磨する。

#2000 の研磨が終了した後は、メノウ板を用いて#4000 の研磨剤で研磨を行う(図 5.2-2)。なお、水でなく油を用いるのは、薄片がガラス板やメノウ板に張り付きにくく、 研磨がしやすいためである。



図 5.2-2 メノウ板を用いた研磨

(4) ダイヤモンドペーストに潤滑剤(エタノール+エチレングリコール)を添加し、薄片表面が鏡面になるまで琢磨する。使用するダイヤモンドペーストは6µm、3µm、1µm、0.25µmの順に使用する。琢磨は卓上回転盤を用いる。琢磨時の注意点はダイヤモンドパットでの研磨と同様である。

### 5.3. 研磨工程基準

各研磨の工程を終了する薄片の厚さの基準を表 5.3-1 に示す。薄片の厚さを計測する際は、マ イクロメーターを使用して薄片の両端・中央の最低5か所(図 5.3-1)計測し、片減りしていな いかも合わせて確認する。基準はスライドガラスの厚さが 1.27~1.28 mm の時の薄片の厚さと しているが、各工程で偏光顕微鏡を用いて鉱物の様子を確認しながら適宜判断するのが望ましい。 ダイヤモンドパットを用いた研磨では、比較的片減りが起きやすいので特に注意が必要である。

粒子径が大きい場合 標準 (200 µm 以上) #600 (ダイヤモンドパット) 1.36 mm1.40 mm#1500 (ダイヤモンドパット) 1.35 mm1.39 mm#600 (ガラス板) 1.34 mm1.37 mm#1000 (ガラス板) 1.33 mm 1.35 mm #2000 (ガラス板) 1.32 mm1.34 mm#4000 (メノウ板) 1.31 mm1.33 mm

表 5.3-1 各研磨工程を終了する際の基準となる薄片の厚さ



図 5.3-1 薄片の厚さの計測位置

最終的に鉱物が露出して平滑になっているかどうかは、落射の偏光顕微鏡下で観察して確認す る。仕上げのダイヤモンドペーストでの琢磨を行う前に、研磨剤による樹脂上の傷を見て判断す ると分かりやすい。研磨剤による樹脂上の傷が鉱物の上を通過している場合は、鉱物が樹脂から 露出していない状態である(図 5.3・2)。また、深く大きな傷が多く残存し、それらが鉱物を横切 っている場合は、細粒の研磨剤による研磨が不十分であり、ガラス板・メノウ板での研磨をより 丁寧に行う。傷の数が少なくなり、かつそれらが鉱物によって切られている場合は、鉱物が樹脂 から露出して平滑に磨かれている状態(図 5.3・3)であり、仕上げのダイヤモンドペーストの琢 磨に移る。

なお、マウントした際に鉱物の大きさが均一でない時は、比較的大きい鉱物は露出して、小さ い鉱物は露出していない場合がある。この時、小さい鉱物を露出させてようとして研磨を続ける と大きい鉱物が擦り飛ばされる恐れがある。そのため、一度大きい鉱物を対象に EPMA 分析し た後、改めて研磨し、小さい鉱物を分析することで漏れなく分析することが可能である。



図 5.3-2 薄片の落射での偏光顕微鏡写真 (鉱物が樹脂から露出していない状態)



図 5.3-3 薄片の落射での偏光顕微鏡写真 (鉱物が樹脂から露出し、平滑に研磨されている状態)

## 6. EPMA 分析

6.1. 概要

鏡面研磨した薄片を炭素蒸着した後、EPMA でマウントした重鉱物の定量分析を実施する。 EPMA は非常に細く収束された電子線を試料の表面に照射し、その部分から発生する特性 X 線の波長や強度を利用して元素の同定や含有量を調べる装置である<sup>10017018</sup>。本報告書では、東濃 地科学センターに設置されている日本電子株式会社製のフィールドミッション電子プローブマイ クロアナライザ (JXA-8530F FE-EPMA)を用いて分析する場合の手順を記載する。東濃地科学 センターの FE-EPMA には、波長分散型分光器(WDS)が5台装着されており(分光結晶は、 CH1: TAPH・LDE2H、CH2: TAP・LDE1、CH3: LIF・PETJ、CH4: LIFH・PETH、CH5: LIFH・ PETH)、波長分散型の分光器のうち3台はローランド円半径(R<sub>R</sub>)=100 mm のH型、残り2 台は R<sub>R</sub>=140 mm の XCE 型である。

本報告書に記載する測定条件などは、あくまで東濃地科学センターのJXA-8530F FE-EPMA を使用した場合の内容である。重鉱物スクリーニングを実施する上では、フィールドエミッショ ンタイプの EPMA であることや上述の分光器構成であることは必須ではない。本報告書に基づ き重鉱物スクリーニングを実施する際には、使用する EPMA に合わせて適宜測定条件を変更す る必要がある。

6.2. 炭素蒸着

鏡面研磨した薄片に導電性を確保するため、蒸着装置を用いて炭素蒸着を行う。炭素蒸着は指標(図 6.2-1)を参考として、15~20 nmの厚さになるまで行う。東濃地科学センターに設置されている蒸着装置(サンユー電子株式会社製 SC-701CT)を用いた場合は通常、1 回あたり 0.3 秒、アーク放電、蒸着の回数5回を目安としているが、指標よりも色が薄い場合は蒸着回数を増やすなど適宜回数を調整する。

また、蒸着装置に試料をセットする際には、ブロワーなどで薄片についた埃などの不純物を取 り除いてからセットする。清浄な表面でない場合、炭素蒸着状態にばらつきが生じ、蒸着装置本 体内部も汚染される可能性があるためである。



図 6.2-1 炭素蒸着の厚さの指標

6.3. 測定

蒸着後の薄片を分析装置にセットし、分析を行う。

EPMA の加速電圧、プローブ電流及びプローブ径はそれぞれ、15.0 kV、約 50 nA、3 µm とし ている。分析は通常、28 元素(F、Na、Mg、Al、Si、P、S、K、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、 Y、Zr、Nb、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Dy、Ho、Er、Yb、Hf、Ta、Th)に対して行ってお り、各元素のピーク位置でX線始度を10秒積算し、バックグラウンドはピークの両側を各5秒あるいは片 側を5秒積算している。重鉱物スクリーニングにおいては測定精度よりもデータ数を優先するため、X線強 度及びバックグラウンドの積算時間を短く設定してある。その結果、測定時間は1粒子につき1スポット で約3分30秒となる。薄片1枚につき約450粒子について分析を行う。各元素における詳細な 測定条件の例を表 6.3-1に示す。

なお、分光器を駆動するワイヤーなどの早期劣化を抑えるため、何試料か分析して後背地推定 の指標となる鉱物種や元素の見通しが立ってからは、分析元素数を絞り込んで分析することが望 ましい。また、特定の重鉱物の化学組成を検討する場合は、まずは通常の重鉱物スクリーニングと 同様の条件で分析を行って着目する鉱物及び指標とする元素を絞り込み、続いて、着目した鉱物のみ を選定し、それらに対して指標とした元素の測定をピークの積算時間を長くして行い、分析精度 を上げるということが考えられる。

定量分析を行う際の注意点として、まず電子線の照射位置は二次電子像で鉱物の表面状態を観察しながら設定する。電子線を照射する箇所は、なるべく平滑な部分を選定する。表面が凸凹している箇所を測定すると正確な結果が得られないことが多い。

スライドガラスに並べられている鉱物を原則測定するが、マウント時に並びから外れて固定さ れた鉱物も測定できる状態や大きさであれば適宜分析を行う。

また、対象とする鉱物が小さい場合、樹脂から露出していないことがある。その場合は、EPMA 分析時に二次電子像には映らず、鉱物が認識されないので、測定可能な鉱物を一通り測定した後、 再研磨して小さい鉱物を露出させる。大きい鉱物を測定せずに再研磨すると、小さい鉱物が露出 する前に大きい鉱物が失われてしまう恐れがある。

		表 6.3-1	重鉱物	カスクリーニン	グにおける分析条件の-	-例。清才	kiまか (20	こ)(01 (210	基づく。
¥ 下	CH(分光器)	分光結晶	X 線名	ピーク位置(mm)	計数方決	BG <sup>(%3</sup> 测过	位置(mm)/ E時間(s)	BG傾き 、	日本学校の総計
				/測定時間(s)		低角	高角	(cps/mm)	
Na	CH1 (H形)	TAPH	Κα	129.548/10	定時間法 <sup>(%1)</sup>	5.5/5	5.5/5	Ι	波高分析器
Ы	CH1 (H形)	TAPH	Кα	199.276/10	定時間法	5.0/5	5.0/5	I	波高分析器
В	CH1 (H形)	LDE2H	Кα	194.659/10	定時間法	2.0/5	1.0/5	Ι	波高分析器
Р	CH2 (XCE形)	TAP	Kα	66.757/10	定時間法	5.0/5	5.0/5	I	波高分析器
Si	CH2 (XCE形)	TAP	Кα	77.380/10	バックグラウンド傾斜法(*2)	5.0/5	1	-3.6	波高分析器
Ν	CH2 (XCE形)	TAP	Кα	90.660/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5		-1.5	波高分析器
Ηo	CH2 (XCE形)	TAP	Μα	99.522/10	定時間法	5.0/5	5.0/5	I	波高分析器
Mg	CH2 (XCE形)	TAP	Kα	107.631/10	定時間法	5.0/5	5.0/5	1	波高分析器
Ti	CH3 (XCE形)	PETJ	Кα	88.044/10	バックグラウンド傾斜法	4.0/5		-2.6	
Ca	CH3 (XCE形)	PETJ	Кα	107.614/10	バックグラウンド傾斜法	3.0/5	I	-0.2	-
К	CH3 (XCE形)	PETJ	Κα	119.863/10	バックグラウンド傾斜法	3.0/5	Ι	-1.06	-
$\operatorname{Th}$	CH3 (XCE形)	PETJ	Μα	132.538/10	バックグラウンド傾斜法	3.0/5	I	-0.8	I
S	CH3 (XCE形)	PETJ	Kα	172.056/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5		-0.05	-
$\mathbf{Zr}$	CH3 (XCE形)	PETJ	Lα	194.61/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	I	0.02	-
Та	CH3 (XCE形)	PETJ	$M\alpha$	232.47/10	バックグラウンド傾斜法	1.5/5	Ι	-0.7	_
Ηf	CH4 (H形)	LIFH	Lα	109.105/10	バックグラウンド傾斜法	2.0/5	Ι	-2.7	波高分析器
Er	CH4 (H形)	LIFH	Lα	124.118/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	Ι	-1.6	X線強度による干渉補正 <sup>(※4)</sup> (Fe)
Mn	CH4 (H形)	LIFH	Кα	146.275/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	I	-1.3	
Nd	CH4 (H形)	LIFH	$L\beta$	150.742/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	Ι	-1.8	-
Ce	CH4 (H形)	LIFH	Lα	178.197/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5		-2.0	
Υ	CH4 (H形)	PETH	Lα	206.656/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	I	-0.13	
dΝ	CH4 (H形)	PETH	Lα	183.456/10	バックグラウンド傾斜法	2.0/5	I	-1.0	
$_{\mathrm{Yb}}$	CH5 (H形)	LIFH	Lα	116.516/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	I	-1.17	1
Dy	CH5 (H形)	LIFH	Lα	133.013/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5		-1.11	X線強度による干渉補正(Mn)
Fe	CH5 (H形)	LIFH	Кα	134.975/10	バックグラウンド傾斜法	3.0/5		-1.6	
$\mathrm{Sm}$	CH5 (H形)	LIFH	$L\beta$	139.196/10	バックグラウンド傾斜法	2.0/5	Ι	-2.4	1
$\mathbf{Pr}$	CH5 (H形)	LIFH	$L_{B}$	157.302/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	I	-1.2	1
$_{\rm Cr}$	CH5 (H形)	LIFH	Кα	159.456/10	バックグラウンド傾斜法	5.0/5	Ι	-1.02	-
La	CH5 (H形)	LIFH	Lα	185.575/10	バックグラウンド傾斜法	3.0/5	Ι	-1.0	
(※1) L (※2) / ·	ピーク 強度 と バッ ベックグラウンドの作	・ク グラ ウント 頃きを仮定した	(強度の後上でに)	定時間を指定して} ク強度および片方の、	則定する方法。 バック グラウン バックグラウンド強度を実測し、正1	、ド強度はビ 味の特性Xが	。 一クの高角() 線強度を計算	側と低角側の する方法。	2点で測定する。

- 23 -

JAEA-Testing 2018-001

(JXA-8530F応用ソプトウェアマニュアル<sup>19)</sup>より)
 (※3)バック グラウンド
 (※4)Åmli and Griffin (1975)<sup>20)</sup>

## 6.4. 鉱物同定及び重鉱物組成・化学組成の比較

重鉱物組成を比較する場合は、鉱物組成の一般値(例えば、Mineralogy Database, 2018<sup>21)</sup>な ど)に基づき、表 6.4-1 に示すような鉱物判定基準を定め、EPMA 分析で得られた化学組成を判 定基準に適用して鉱物の同定を行う。同定の作業は、Microsoft® Excel®などの表計算ソフトを用 いて自動的に判別を行うことができるように設定したファイル(付録:重鉱物判定シート)を用 意して進めると効率的である。判定の流れとしては、まず成分のトータル量が 80 wt%~110 wt% の範囲から外れるものを「範囲外」とする。これは、測定位置が表面の凸凹や複数の鉱物で構成され る岩片であったため、正確な結果が得られていないと判断されるためである。次に、判定基準を満た すものを鉱物ごとに確認していく。その際、複数の鉱物に該当するものも発生するが、風化前と風化 後の鉱物で重複している場合は、風化前の基盤岩のデータと比較するため、風化前の鉱物の方を採用 したり、判定に使用する元素を追加したりするなどして原則は一つの鉱物に絞る。また、判定基準の どれにも該当しないものは「不明」とするが、文献などによる鉱物の化学組成の再調査、偏光顕微鏡 下観察による鉱物同定などによって判定する鉱物を順次追加し、再度同定を行う。このフロー(図 6.4-1) を経てマウントされた鉱物をできるだけ多く同定し、重鉱物組成を求め、比較することで後背地の検討を 行う。

特定の重鉱物の化学組成を比較する場合は、拾い出した鉱物が対象の鉱物であるか確認するため、重鉱 物組成を比較する場合と同様に鉱物同定を行う。その上で、対象の重鉱物のデータについてのみ、化学組 成を比較し、後背地の検討を行う。

# 表 6.4-1 鉱物同定判定基準の例 (1/2)

(a)	夜月地1世に使用 9 る	JIJATO					
	鉱物	判定に使用す	る元素と条件		鉱物	判定に使用す	る元素と条件
1	褐簾石	$Al_2O_3$	$\geq$ 5 %	12	普通角閃石	$Al_2O_3$	4-11 %
	(Allanite)	FeO	$\geq$ 5 %		(Hornblende)	$SiO_2$	$\geqq$ 40 %
		$Ce_2O_3$	$\geq$ 3 %			CaO	9-12 %
2	角閃石族	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4-20 %			MgO+FeO	$\geqq 20 \%$
	(Amphibole)	SiO <sub>2</sub>	$\geqq$ 40 %	13-1	紫蘇輝石	MgO	$\geq 10 \%$
		CaO	8-16 %		(Hypersthene)	$Al_2O_3$	$\leq$ 3 %
		TiO <sub>2</sub>	$\geq$ 1 %			SiO <sub>2</sub>	$\geqq$ 45 %
		MgO+FeO	$\geq 20$ %			CaO	$\leq$ 5 %
3	燐灰石	$P_2O_5$	$\geq$ 40 %			FeO	$\geqq 20 \%$
	(Apatite)	CaO	$\geq$ 30 %			MgO+FeO	$\geq 30 \%$
4-1	普通輝石	MgO	$\geq$ 7 %	13-2	紫蘇輝石	MgO	$\geqq 20 \%$
	(Augite)	$Al_2O_3$	$\leq$ 3 %		(Hypersthene)	$Al_2O_3$	$\leq$ 3 %
		SiO <sub>2</sub>	$\geqq$ 45 %			$SiO_2$	$\geqq$ 45 %
		CaO	$\geq$ 17 %			CaO	$\leq$ 5 %
		FeO	$\geq 10 \%$			FeO	$\geq 10 \%$
4-2	普通輝石	MgO	$\geq 10 \%$			MgO+FeO	$\geq 30 \%$
	(Augite)	$Al_2O_3$	$\leq$ 3 %	14-1	イルメナイト	TiO <sub>2</sub>	$\geq 40 \%$
		SiO <sub>2</sub>	$\geq$ 45 %		(Ilmenite)	MnO	$\geq 0.1$ %
		CaO	$\geq$ 17 %			FeO	$\geq 30 \%$
		FeO	$\geq$ 7 %	14-2	イルメナイト	TiO <sub>2</sub>	$\geq$ 40 %
5	黒雲母	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≧ 12 %		(Ilmenite)	MnO	$\geq 15 \%$
	(Biotite)	K <sub>2</sub> O	$\geq 6 \%$			FeO	$\leq 30 \%$
		MgO+FeO	$\geq 25 \%$	15	モナズ石	La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≧ 3 %
6	クロム鉄鉱(Chromite)	Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\geq$ 30 %		(Monazite)	$Ce_2O_3$	$\geqq 20 \%$
7	コルンブ石(Columbite)	) Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	≧ 30 %	-		Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\geq$ 3 %
8	緑簾石	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\geq 20 \%$	16	ルチル(Rutile)	TiO <sub>2</sub>	$\geq 60 \%$
	(Epidote)	CaO	≧ 5 %	17	蛇紋石	MgO	$\geq 30 \%$
		FeO	$\geq$ 5 %		(Serpentine)	$Al_2O_3$	$\leq 1 \%$
9	フェルグソン石	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≧ 10 %			$SiO_2$	$\geq$ 30 %
	(Fergusonite)	$Nb_2O_5$	$\geq$ 30 %			Total	$\leq$ 94 %
10	酸化鉄	FeO	≧ 85 %	18	トール石(Thorite)	ThO <sub>2</sub>	$\geq$ 40 %
	(Ferric hydroxide )	Total	$\leq$ 92 %	19	チタノマグネタイト	TiO <sub>2</sub>	5-40 %
11	蛍石	F	≧ 30 %		(Titanomagnetite)	FeO	$\geq 40 \%$
	(Fluorite)	CaO	$\geq 30 \%$	20	リン酸イットリウム鉱	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	$\geq 20 \%$
				-	(Xenotime)	$Y_2O_3$	$\geq 30 \%$
				21	ジルコン(Zircon)	ZrO <sub>2</sub>	≧ 20 %

# (a) 後背地推定に使用する鉱物

## 表 6.4.1 鉱物同定判定基準の例 (2/2)

(b) (a)に該当しない鉱物

	鉱 物	判定に使用する	元素と条件
1	アルミバーミキュライト	$Al_2O_3$	$\geqq 25 \%$
	(Al-vermiculite)	$SiO_2$	$\geq$ 38 %
		Total	$\leq$ 94 %
2	緑泥石	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\geq$ 12 %
	(Chlorite)	SiO <sub>2</sub>	$\geqq 25 \%$
		K <sub>2</sub> O	$\leq 1 \%$
		CaO	$\leq 1 \%$
		TiO <sub>2</sub>	$\leq 1 \%$
		MgO+FeO	$\geqq 25 \%$
3	カリ長石	FeO	$\leq 1\%$
	(K-feldspar)	K <sub>2</sub> O+Na <sub>2</sub> O	$\geq$ 14 %
4	斜長石	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	$\geq 15 \%$
	(Plagioclase)	SiO <sub>2</sub>	$\geqq$ 50 %
		Na <sub>2</sub> O+CaO	$\geq$ 10 %
5	石英(Quartz)	SiO <sub>2</sub>	$\geq 80 \%$
6	蛭石	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	≧ 12 %
	(Vermiculite)	$K_2O$	1-6 %
		MgO+FeO	$\geqq 20 \%$
		Total	$\leq 90 \%$





## 7. おわりに

本報告書は、当センターにおいて後背地解析のための重鉱物のスクリーニングを実施するにあ たって作業者が参照することを念頭に置いて執筆したものである。個々の手順については、既存 の関連する分析における作業手順に加えて筆者らが作業中に得たノウハウも合わせて解説した。 分析に使用する EPMA 装置の詳細な分析方法の手順や保守については、別途装置の手順書やマ ニュアルに従う。

### 謝辞

本論の手法の開発を進めるにあたり、名古屋大学の鈴木和博名誉教授には、EPMA での分析技 術開発において多くのご教示を賜りました。鈴木先生は、平成 28 年 10 月に思いもかけず急逝 されました。心よりご冥福申し上げるとともに、これまでのご厚情に感謝の念に堪えません。九 電産業株式会社の柴田健二氏には、特に手法開発の初期段階において、前処理や EPMA 分析に ついて多大なご協力を賜り、有益な議論をしていただきました。日本原子力研究開発機構の安江 健一氏(現在、富山大学都市デザイン学部准教授)、新日建コンサルタント株式会社の堀内泰治氏 には手法開発にあたり有益な議論をしていただきました。以上の方々に厚く御礼申し上げます。 なお、本報告は経済産業省資源エネルギー庁委託事業「高レベル放射性廃棄物等の地層処分に

関する技術開発事業(地質環境長期安定性評価確証技術開発)」の一環で実施したものです。

# 参考文献

- Sueoka, S., Kohn, B. P., Tagami, T., Tsutsumi, H., Hasebe, N., Tamura, A., Arai, S., Denudation history of the Kiso Range, central Japan, and its tectonic implications: Constraints from low-temperature thermochronology, Island Arc, vol. 21, 2012, pp.32 - 52.
- 2) 末岡 茂,堤 浩之,田上高広,低温領域の熱年代学の発展と日本の山地の隆起・削剥史研究 への応用,地球科学,69巻,2015,pp.47 70.
- Sueoka, S., Tsutsumi, H., Tagami, T., New approach to resolve the amount of Quaternary uplift and associated denudation of the mountain ranges in the Japanese Island, Geoscience Frontiers vol.7, 2016, pp.197 - 210.
- 4) 浅森浩一, 丹羽正和, 花室孝弘, 山田国見, 草野友宏, 幕内 歩, 高取亮一, 國分(齋藤) 陽子, 松原章浩, 石丸恒存, 梅田浩司, 地質環境の長期安定性に関する研究 年度報告書(平成 23 年度), JAEA-Research 2012-024, 2012, 132p.
- 5) 日本原子力研究開発機構, 平成 25 年度地層処分技術調査等事業 地質環境長期安定性評価 確証技術開発報告書, 2014, 198p.
- 6) 日本原子力研究開発機構,平成26年度地層処分技術調査等事業 地質環境長期安定性評価 確証技術開発報告書,2015,229p.
- 7) 日本原子力研究開発機構,平成27年度地層処分技術調査等事業 地質環境長期安定性評価 確証技術開発報告書,2016,265p.
- 8) 日本原子力研究開発機構, 平成 28 年度地層処分技術調査等事業 地質環境長期安定性評価 確証技術開発報告書, 2017, 230p.
- 9) 日本原子力研究開発機構,平成 29 年度高レベル放射性廃棄物の地層処分に関する技術開発事業 地質環境長期安定性評価確証技術開発報告書, 2018, 206p.
- 10) 清水麻由子, 佐野直美, 鈴木和博, JAEA 東濃地科学センターの JEOL JXA-8530F FE-EPMA を用いた鉱物分析と年代測定, 名古屋大学年代測定研究, 1, 2017, pp.36-43.
- 11) 田中 剛, 吉田直弘編, 地球化学講座8地球科学実験法, 培風館, 2010, 332p.
- 12) 檀原 徹, 岩野英樹, 糟谷正雄, 山下 透, 角井朝昭, 無毒な重液 SPT(ポリタングステン酸ナトリウム)とその利用, 地質ニュース, 455 号, 1992, pp.31 36.
- 13) Tanner, C.B., Jackson, M.L., "Monographs of sedimentation times for soil particles under gravity or centrifugal acceleration", Soil Science Society of America Proceedings, vol. 12, 1947, pp.60–65.
- 14) Williams, J.W., Van Holde, K.E., Baldwin, R.L., Fujita, H., "The theory of sedimentation analysis", Chemical Reviews, vol. 58, 1958, pp.715 744.
- 15) Jackson, M.L., "Soil chemical analysis", Advanced course, Revised 2nd edition, Parallel Press, University of Wisconsin-Madison Libraries, Madison, WI, 2005, 521p.
- 16) MEASURE WORKS, 2018, https://www.measureworks.co.jp/SPT.htm (参照: 2018年2月26日).
- 17) 澤田 清編, 若手研究者のための機器分析ラボガイド, 講談社, 2006, 246p.
- 18) Reed, S.J.B., Electron Microprobe Analysis, Second Edition, Cambridge University Press, 1993, 326p.
- 19) 日本電子株式会社編, JXA-8230, JXA-8530F, EPMA 応用ソフトウェア
- 20) Åmli,R. and Griffin,W, Microprobe analysis of REE minerals using empirical correction

factors, American Mineralogist, 60, 1975, pp.599 - 606. 21) Mineralogy Database, 2018, http://webmineral.com/ (参照: 2018年2月26日). This is a blank page.

表 1. SI 基本単位							
II 基本単位							
盔半里	名称	記号					
長さ	メートル	m					
質 量	キログラム	kg					
時 間	秒	s					
電 流	アンペア	А					
熱力学温度	ケルビン	Κ					
物質量	モル	mol					
光度	カンデラ	cd					

表2. 基本単位を用いて表されるSI組立	単位の例				
an de La SI 組立単位	SI 組立単位				
名称	記号				
面 積 平方メートル	m <sup>2</sup>				
体 積 立方メートル	m <sup>3</sup>				
速 さ , 速 度 メートル毎秒	m/s				
加 速 度メートル毎秒毎秒	$m/s^2$				
波 数 毎メートル	m <sup>-1</sup>				
密度,質量密度キログラム毎立方メート/					
面積密度キログラム毎平方メート/	$\nu$ kg/m <sup>2</sup>				
比体積 立方メートル毎キログラ」	m <sup>3</sup> /kg				
電 流 密 度 アンペア毎平方メート/	$\nu$ A/m <sup>2</sup>				
磁 界 の 強 さ アンペア毎メートル	A/m				
量 濃 度 <sup>(a)</sup> , 濃 度 モル毎立方メートル	mol/m <sup>3</sup>				
質量濃度 キログラム毎立方メート/					
輝 度 カンデラ毎平方メート/	$\nu$ cd/m <sup>2</sup>				
屈 折 率 <sup>(b)</sup> (数字の) 1	1				
比 透 磁 率 <sup>(b)</sup> (数字の) 1	1				
(a) 量濃度 (amount concentration) は臨床化学の分野-	では物質濃度				

(substance concentration)ともよばれる。
 (b) これらは無次元量あるいは次元1をもつ量であるが、そのことを表す単位記号である数字の1は通常は表記しない。

#### 表3. 固有の名称と記号で表されるSI組立単位

		SI祖立单位				
組立量	名称	記号	他のSI単位による 表し方	SI基本単位による 表し方		
平 面 隹	ラジアン <sup>(b)</sup>	rad	1 (в)	m/m		
立 体 催	ステラジアン <sup>(b)</sup>	sr <sup>(c)</sup>	1 (b)	$m^2/m^2$		
周 波 数	ヘルツ <sup>(d)</sup>	Hz	1	s <sup>·1</sup>		
力	ニュートン	Ν		m kg s <sup>-2</sup>		
压力,応力	パスカル	Pa	N/m <sup>2</sup>	m <sup>-1</sup> kg s <sup>-2</sup>		
エネルギー,仕事,熱量	ジュール	J	N m	$m^2 kg s^2$		
仕事率, 工率, 放射束	ワット	W	J/s	$m^2 kg s^{-3}$		
電荷,電気量	クーロン	С		s A		
電位差(電圧),起電力	ボルト	V	W/A	$m^2 kg s^{\cdot 3} A^{\cdot 1}$		
静電容量	ファラド	F	C/V	$m^{-2} kg^{-1} s^4 A^2$		
電気抵抗	オーム	Ω	V/A	$m^2 kg s^{-3} A^{-2}$		
コンダクタンス	ジーメンス	s	A/V	$m^{2} kg^{1} s^{3} A^{2}$		
磁東	ウエーバ	Wb	Vs	$m^2 kg s^2 A^{-1}$		
磁束密度	テスラ	Т	Wb/m <sup>2</sup>	$\text{kg s}^{2} \text{A}^{1}$		
インダクタンス	ヘンリー	Н	Wb/A	$m^2 kg s^2 A^2$		
セルシウス温度	セルシウス度 <sup>(e)</sup>	°C		K		
光東	ルーメン	lm	cd sr <sup>(c)</sup>	cd		
照度	ルクス	lx	$lm/m^2$	m <sup>-2</sup> cd		
放射性核種の放射能 <sup>(f)</sup>	ベクレル <sup>(d)</sup>	Bq		s <sup>-1</sup>		
吸収線量,比エネルギー分与, カーマ	グレイ	Gy	J/kg	$m^2 s^{-2}$		
線量当量,周辺線量当量, 方向性線量当量,個人線量当量	シーベルト <sup>(g)</sup>	Sv	J/kg	$m^2 s^{-2}$		
酸素活性	カタール	kat		s <sup>-1</sup> mol		

酸素活性(カタール) kat [s<sup>1</sup> mol
 (a)SI接頭語は固有の名称と記号を持つ組立単位と組み合わせても使用できる。しかし接頭語を付した単位はもはや ュヒーレントではない。
 (b)ラジアンとステラジアンは数字の1に対する単位の特別な名称で、量についての情報をつたえるために使われる。 実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号である数字の1は明 示されない。
 (c)測光学ではステラジアンという名称と記号srを単位の表し方の中に、そのまま維持している。
 (d)へルツは周頻現象についてのみ、ペラレルは放射性核種の統計的過程についてのみ使用される。
 (e)センシウス度はケルビンの特別な名称で、セルシウス温度を表すために使用される。やレシウス度とケルビンの
 (d)ペルジは周頻現象についてのみ、ペラレルは放射性核種の統計的過程についてのみ使用される。
 (e)センシウス度はケルビンの特別な名称で、1、組定差で建度問題を表す数値はどもらの単位で表しても同じである。
 (f)放射性核種の放射能(activity referred to a radionuclide)は、しばしば誤った用語で"radioactivity"と記される。
 (g)単位シーベルト(PV,2002,70,205)についてはCIPM勧告2(CI-2002)を参照。

#### 表4.単位の中に固有の名称と記号を含むSI組立単位の例

	SI 組立単位			
組立量	名称	記号	SI 基本単位による 表し方	
粘度	パスカル秒	Pa s	m <sup>-1</sup> kg s <sup>-1</sup>	
カのモーメント	ニュートンメートル	N m	m <sup>2</sup> kg s <sup>-2</sup>	
表 面 張 九	ニュートン毎メートル	N/m	kg s <sup>-2</sup>	
角 速 度	ラジアン毎秒	rad/s	m m <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup> =s <sup>-1</sup>	
角 加 速 度	ラジアン毎秒毎秒	$rad/s^2$	$m m^{-1} s^{-2} = s^{-2}$	
熱流密度,放射照度	ワット毎平方メートル	W/m <sup>2</sup>	kg s <sup>-3</sup>	
熱容量、エントロピー	ジュール毎ケルビン	J/K	$m^2 kg s^{-2} K^{-1}$	
比熱容量, 比エントロピー	ジュール毎キログラム毎ケルビン	J/(kg K)	$m^2 s^{-2} K^{-1}$	
比エネルギー	ジュール毎キログラム	J/kg	$m^{2} s^{2}$	
熱伝導率	ワット毎メートル毎ケルビン	W/(m K)	m kg s <sup>-3</sup> K <sup>-1</sup>	
体積エネルギー	ジュール毎立方メートル	J/m <sup>3</sup>	m <sup>-1</sup> kg s <sup>-2</sup>	
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	m kg s <sup>-3</sup> A <sup>-1</sup>	
電 荷 密 度	クーロン毎立方メートル	C/m <sup>3</sup>	m <sup>-3</sup> s A	
表 面 電 荷	「クーロン毎平方メートル	C/m <sup>2</sup>	m <sup>2</sup> s A	
電 束 密 度 , 電 気 変 位	クーロン毎平方メートル	C/m <sup>2</sup>	m <sup>-2</sup> s A	
誘 電 卒	コァラド毎メートル	F/m	$m^{-3} kg^{-1} s^4 A^2$	
透磁 率	ペンリー毎メートル	H/m	m kg s <sup>-2</sup> A <sup>-2</sup>	
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	$m^2 kg s^2 mol^1$	
モルエントロピー, モル熱容量	ジュール毎モル毎ケルビン	J/(mol K)	$m^2 kg s^{-2} K^{-1} mol^{-1}$	
照射線量(X線及びγ線)	クーロン毎キログラム	C/kg	kg <sup>-1</sup> s A	
吸収線量率	グレイ毎秒	Gy/s	$m^{2} s^{-3}$	
放 射 強 度	ワット毎ステラジアン	W/sr	$m^4 m^{-2} kg s^{-3} = m^2 kg s^{-3}$	
放 射 輝 度	ワット毎平方メートル毎ステラジアン	$W/(m^2 sr)$	m <sup>2</sup> m <sup>-2</sup> kg s <sup>-3</sup> =kg s <sup>-3</sup>	
酵素活性濃度	カタール毎立方メートル	kat/m <sup>3</sup>	$m^{-3} s^{-1} mol$	

表 5. SI 接頭語						
乗数	名称	記号	乗数	名称	記号	
$10^{24}$	э 9	Y	10 <sup>-1</sup>	デシ	d	
$10^{21}$	ゼタ	Z	10 <sup>-2</sup>	センチ	с	
$10^{18}$	エクサ	Е	$10^{-3}$	ミリ	m	
$10^{15}$	ペタ	Р	$10^{-6}$	マイクロ	μ	
$10^{12}$	テラ	Т	10 <sup>-9</sup>	ナノ	n	
$10^{9}$	ギガ	G	$10^{-12}$	ピコ	р	
$10^{6}$	メガ	М	$10^{-15}$	フェムト	f	
$10^{3}$	+ 1	k	$10^{-18}$	アト	а	
$10^{2}$	ヘクト	h	$10^{-21}$	ゼプト	z	
$10^1$	デ カ	da	$10^{-24}$	ヨクト	У	

表6.SIに属さないが、SIと併用される単位			
名称	記号	SI 単位による値	
分	min	1 min=60 s	
時	h	1 h =60 min=3600 s	
日	d	1 d=24 h=86 400 s	
度	٥	1°=(π/180) rad	
分	,	1'=(1/60)°=(π/10 800) rad	
秒	"	1"=(1/60)'=( π/648 000) rad	
ヘクタール	ha	1 ha=1 hm <sup>2</sup> =10 <sup>4</sup> m <sup>2</sup>	
リットル	L, 1	1 L=1 l=1 dm <sup>3</sup> =10 <sup>3</sup> cm <sup>3</sup> =10 <sup>-3</sup> m <sup>3</sup>	
トン	t	$1 t = 10^3 kg$	

## 表7. SIに属さないが、SIと併用される単位で、SI単位で

去される数値が実験的に得られるもの					
名称			記号	SI 単位で表される数値	
電子	ボル	ŀ	eV	1 eV=1.602 176 53(14)×10 <sup>-19</sup> J	
ダル	ŀ	$\sim$	Da	1 Da=1.660 538 86(28)×10 <sup>-27</sup> kg	
統一原子	「質量単	单位	u	1 u=1 Da	
天 文	単	位	ua	1 ua=1.495 978 706 91(6)×10 <sup>11</sup> m	

#### 表8. SIに属さないが、SIと併用されるその他の単位

名称	記号	SI 単位で表される数値
バール	bar	1 bar=0.1MPa=100 kPa=10 <sup>5</sup> Pa
水銀柱ミリメートル	mmHg	1 mmHg≈133.322Pa
オングストローム	Å	1 Å=0.1nm=100pm=10 <sup>-10</sup> m
海 里	М	1 M=1852m
バーン	b	$1 \text{ b}=100 \text{ fm}^2=(10^{\cdot 12} \text{ cm})^2=10^{\cdot 28} \text{m}^2$
ノット	kn	1 kn=(1852/3600)m/s
ネーパ	Np	の単位しの教徒的な問題は
ベル	В	31単位との数値的な関係は、 対数量の定義に依存。
デシベル	dB -	

#### 表9. 固有の名称をもつCGS組立単位

名称	記号	SI 単位で表される数値		
エルグ	erg	1 erg=10 <sup>-7</sup> J		
ダイン	dyn	1 dyn=10 <sup>-5</sup> N		
ポアズ	Р	1 P=1 dyn s cm <sup>-2</sup> =0.1Pa s		
ストークス	St	$1 \text{ St} = 1 \text{ cm}^2 \text{ s}^{\cdot 1} = 10^{\cdot 4} \text{ m}^2 \text{ s}^{\cdot 1}$		
スチルブ	sb	$1 \text{ sb} = 1 \text{ cd cm}^{-2} = 10^4 \text{ cd m}^{-2}$		
フォト	ph	1 ph=1cd sr cm <sup>-2</sup> =10 <sup>4</sup> lx		
ガル	Gal	1 Gal =1cm s <sup>-2</sup> =10 <sup>-2</sup> ms <sup>-2</sup>		
マクスウエル	Mx	$1 \text{ Mx} = 1 \text{ G cm}^2 = 10^{-8} \text{Wb}$		
ガウス	G	$1 \text{ G} = 1 \text{Mx cm}^{-2} = 10^{-4} \text{T}$		
エルステッド <sup>(a)</sup>	Oe	1 Oe ≙ (10 <sup>3</sup> /4 π)A m <sup>-1</sup>		
(a) 3元系のCGS単位系とSIでは直接比較できないため、等号「 ≙ 」				

は対応関係を示すものである。

表10. SIに属さないその他の単位の例						
名称				記号	SI 単位で表される数値	
キ	ユ		IJ	-	Ci	1 Ci=3.7×10 <sup>10</sup> Bq
$\scriptstyle  u$	$\sim$	ŀ	ゲ	$\sim$	R	$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{C/kg}$
ラ				ĸ	rad	1 rad=1cGy=10 <sup>-2</sup> Gy
$\scriptstyle  u$				ム	rem	1 rem=1 cSv=10 <sup>-2</sup> Sv
ガ		$\boldsymbol{\mathcal{V}}$		7	γ	$1 \gamma = 1 \text{ nT} = 10^{-9} \text{T}$
フ	T.		N	Ξ		1フェルミ=1 fm=10 <sup>-15</sup> m
メー	ートル	/系	カラゞ	ット		1 メートル系カラット= 0.2 g = 2×10 <sup>-4</sup> kg
ŀ				N	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa
標	準	大	気	圧	atm	1 atm = 101 325 Pa
力			IJ	-	cal	1 cal=4.1858J(「15℃」カロリー), 4.1868J (「IT」カロリー), 4.184J(「熱化学」カロリー)
3	ク			~	ц	$1 \mu = 1 \mu m = 10^{-6} m$