

# 1 : 2 ガラスビードを用いた EPMA + LA-IC-MS 分析

中田英二、湯川芽依（電力中央研究所）

## EPMA + LA-ICPMS analysis using 1 : 2 glass bead

Eiji Nakata\*, Mei Yukawa (CRIEPI)

### 1. はじめに

配合率 1 : 2 の低希釈ガラスビードを再現性良く作製できる手法と ZrO<sub>2</sub> 等の分析結果を紹介する。多くの場合、分析は 1 (試料) : 10 (溶剤) や 1 : 5 のガラスビードで行われている (中田, 2006)。無希釈ガラス作成には特殊な装置が必要となる (Nicholls, 1974)。低希釈率ガラスの作成は試料の溶け残りや発泡による混合不良が発生することが多く難しい。

### 2. 1 : 2 ガラスビード

ガラスビードは試料 0.1000g と融剤 0.2000g (Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> と LiBO<sub>2</sub> を 1 : 1 で混合) を混合して作成する。剥離剤は使用しない。試料は予め 750°C で酸化させておく。

ガラスビードは NT-2120 (日本サーモニクス製) で作成した。熔融温度は 1150°C である。熔融温度到達後の最初の揺動で白金ルツボは高周波炉ごと右に 45 度傾斜する。このため、試料粉末は白金ルツボ内でタッピングして事前に右側に寄せておく。熔融した試料本体は白金ルツボの縁のみを一体化したままで動き回る。熔融、揺動・回転を 10 分実施させた後、高周波炉は中央の定位位置に戻る。この時、白金ルツボの中央などにガラスの粒が残ることが多い。ガラスが熔融している間に白金付トングで白金ルツボを傾け、これらの残存ガラスを熔融ガラス本体に取り込む。取り込んだ後にもう一度手動で 1150°C 熔融、揺動、回転を 1 分行う。

おおむね 15 分で小さなガラスビードができる。このガラスは白金ルツボと接する面積が少ないため、冷却によって容易に剥離する。剥離したガラスは乳棒で 1 ~ 3 mm 程度の大きさに粉砕する。

粉砕したガラス破片は一つを取り出し、25 個程度の孔を開けたアルミ板 (幅 2.5 ×

長さ 3cm) に包埋し研磨する。

### 3. 分析装置

EPMA は JXA8230 (W フィラメント: 日本電子製)、LA-ICP-MS は (X Series II: サーマフィッシャー製に、UP213-AS: ニューウェーブ製 Nd-YAG UV213 nm) を取り付けたものである。EPMA で軽元素濃度、LA-ICP-MS で重元素濃度を求める。

### 4. 分析

EPMA での分析径は 10 μm とし、吸収電流値は 10 nA、ピーク分析時間は 10 秒とした。標準試料には単鉱物を用いる。単鉱物を用いて 1 : 2 ガラスビードの標準試料を分析し、定量値は ZAF 法で得られた分析値と推奨値から検量線を作成して求めた。

LA-ICP-MS での分析直径は 100 μm とした。一点の分析は 100 秒とし、この間、試料表面から深さ 20 μm 程度の試料がエアロゾル化する。一つの試料で 3 点を測定し平均値を求める。He キャリアガスの不安定さを考慮し、概ね未知試料 10 試料ごとに標準試料を 5 試料測定し、毎回検量線を作成する。標準試料には NIST610 と、1 : 2 でガラスビード化した GSJ reference samples を用いている。

分析値は EPMA で得られた SiO<sub>2</sub> 濃度と LA-ICP-MS で得られる SiO<sub>2</sub> 濃度を一致させた比で補正して求める。

### 5. 結果

新鮮部と風化部が接する安山岩からガラスビードを作成し EPMA と LA-ICP-MS で比較した。この結果、EPMA では ZrO<sub>2</sub> 濃度の違いが判らない場合でも、LA-ICP-MS では風化部に ZrO<sub>2</sub> が多くなる傾向が得られた。

### 6. まとめ

XRF を用いず、1 : 2 ガラスビードで軽元素~ランタノイドまで分析ができた。

Keywords: 1:2 glass bead, EPMA, LA-ICP-MS

\*Corresponding author: nakata@criepi.denken.or.jp

中田 (2006) 電中研報告, N05063

Nicholls et al., (1974) Chem Geol 14, 151-157.