

宗像市南部の火山灰と高位段丘

Tephras and higher terraces in the southern part of Munakata city, Fukuoka prefecture

黒木 貴一

Kuroki Takahito

社会科教育講座

(平成13年8月15日受理)

要旨

本学のWDS(波長分散型スペクトロメーター)を用いた火山ガラスの主成分組成分析の試験を行った。広域火山灰(K-Ah, AT, Aso-4, Kkt)を用いて, 電圧低下試験, ケミカルシフト除外試験, 移動計測試験を実施し, 本学の機器による火山ガラスの主成分組成分析マニュアルを作成した。

空中写真判読により宗像市南部の高位段丘面相当の平坦地Ⅰ, 平坦地Ⅱの分布を明らかにした。平坦地Ⅱの露頭から検出した火山ガラスに対して主成分組成分析と表面形態の観察を行い, また斑晶鉱物の観察を行った。表面形態の観察はSEM(走査型電子顕微鏡)で行った。その結果, 平坦地ⅡにおけるAT, Ataの層位が明らかとなった。平坦地Ⅱのシルト・粘土層の直上にある軽石質火山灰層の火山ガラスの主成分組成はAta-Thのものと同様だが, それ以外にAta-Thの特徴を見出せなかったためAta-Thと断定できなかった。AT, Ataの年代とローム層の厚さから考えると, 軽石質火山灰層は約18万年前よりも古いものと考えられる。

平坦地Ⅱとなる場所は, 約18万年前以前に浅い静水域であり, そこに軽石質火山灰が二次的に堆積した。その後, 離水し, 平坦地Ⅱの段丘崖を形成する活かな地すべり性の斜面形成が進行した。約18万年前頃に斜面形成は終わり, その後はほぼ等速でローム層を主体とする風成堆積物が平坦地Ⅱ上に蓄積されていった。平坦地Ⅰは, 約18万年前以前の軽石質火山灰堆積時には, すでに離水していた高位段丘面と思われる。

キーワード: 宗像市, 高位段丘, 火山灰, WDS, SEM

I. はじめに

段丘は, 過去の水面に関連して水中で形成された平坦面が離水した地形なので, 水面を持つ海, 河, 湖に対して形成された段丘はそれぞれ海成段丘, 河成段丘, 湖成段丘と呼ばれる。海成段丘や河成段丘は気候変化による海水面変動と地殻変動に結び付けて議論されることが多い。基本的な地形なので, 自然地理学の地形学分野の諸課題を検討する際に段丘地形を取り扱うことが多い。また段丘に対する調査・分析方法は, 地形図や空中写真判読とともに野外調査が不可欠である。そこで, 野外実習で段丘の調査練習に適する福岡教育大学に近い場所を見出すことと, 段丘調査に対する本学の機器の有用性を確認することを目的として, 宗像市に分布する段丘の形成年代と形成環境を検討した。

II. 研究方法

宗像市南部を対象に空中写真判読による地形区分を実施し, 段丘の地質調査を行う。段丘の形成時期を火山灰から認定するために, 露頭から採取した試料に含まれる火山ガラスの主成分組成の分析, 火山ガラスの表面形態の観察, 斑晶鉱物の観察を行う。事前に, 本学の分析機器を火山灰分析に供するための予備的な試験を行い, 分析マニュアルをまとめる。最後に, 火山灰分析結果と地質調査結果などから, 段丘形成年代と形成環境を検討する。

III. 宗像市の地形・地質

1. 地形区分

富田(1998)¹⁾によると宗像市の地質は, 下位より古生代の変成岩類, 白亜系関門層群, 同花崗閃

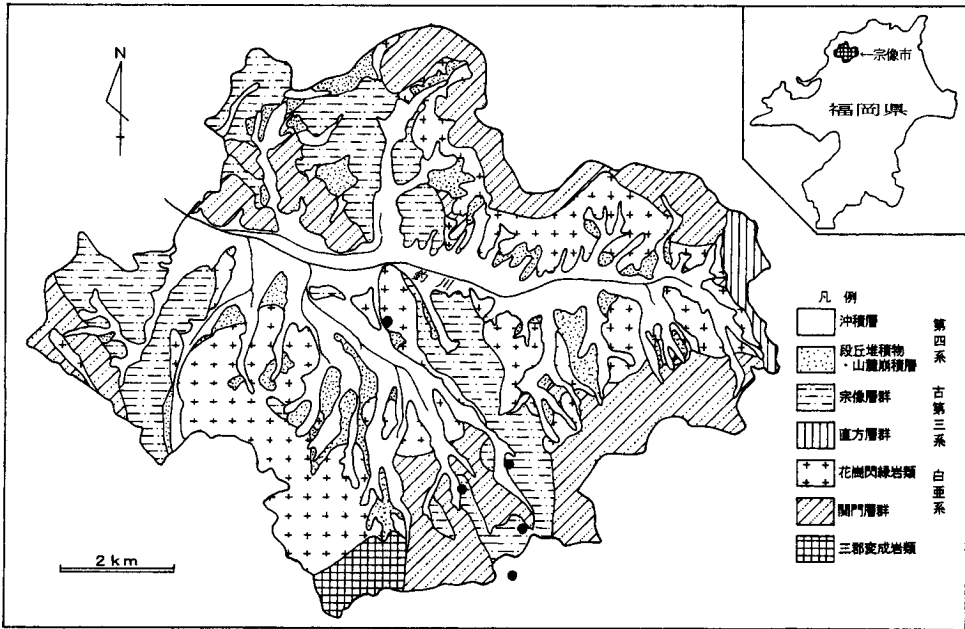


図-1 宗像市の地質

* 富田 (1998)¹⁾を編集した。

* Loc.1~ Loc.5の位置は●で示した。

緑岩類、古第三系直方層群、同宗像層群、段丘堆積物や山麓崩積層などの第四紀堆積物からなる(図-1)。第四紀堆積物で構成される河成段丘は、宗像市を東西に流れる釣川の南北の支流沿いに多く分布する。下山・磯(1997)²⁾は宗像市の地形を、丘陵および山地、侵食小起伏面、河成段丘・扇状地、沖積低地に区分した。なお河成段丘を、9~10数万年前の最終間氷期に形成された中位段丘上位面と中位段丘下位面に、1~9万年前の最終氷期に形成された低位段丘面に細分した。

本研究では、河成段丘と定高性を示す丘陵地が多く見られ、比較的多くの風成のローム質土壌がある宗像市南部を研究対象地域に選定した。この地域には、下山・磯(1997)²⁾によると丘陵及び山地、河成段丘、沖積低地が分布する。1947年米軍撮影の1/4万空中写真を判読したところ、丘陵及び山地の範囲に2段の平坦地が判読できた。そのため、研究対象地域では、高位から山地・その他、平坦地I、平坦地II、河成段丘、沖積低地を区分した(図-2)。平坦地Iは、開析が進み平坦地が狭く尾根状になっているために、丘陵地の頂部斜面(田村, 1996)³⁾までを地形面と認定した。その標高域は110m~40mである。平坦地IIは、山地の裾に断続的に分布するものと、平坦地Iに

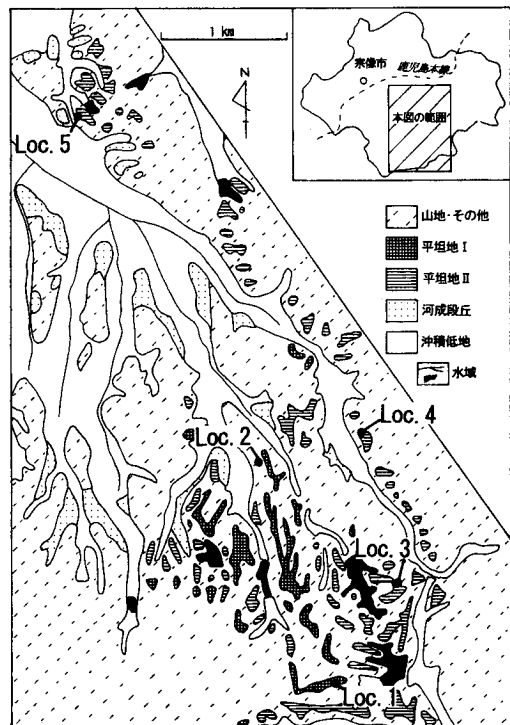


図-2 地形区分

囲まれるように分布するものがあり、分布範囲は平坦地Ⅰに比べると南北に広い。その標高域は90m~20mである。各地形面を南北方向に追跡すると、北に行くほど標高が低下し、東西方向に追跡すると、中央付近の地形面は東西端部の地形面に比べて相対的に標高が高い。

浦田(1961)⁴⁾は、福岡市付近の高位平坦面を標高約600mの犬鳴面と標高約300mの八木山面に区分した。低位平坦面については、下末吉面かそれより古い面に相当する春日面、立川面に相当する須玖面、立川面より新しく沖積面より古い面に相当する日佐面に区分した。研究対象地域の地形面高度や下山・磯(1997)²⁾の地形面の年代観から、

沖積低地の中の微高地は日佐面に、河成段丘は須玖面と春日面に対比できる。一方、平坦地Ⅰおよび平坦地Ⅱは、おおむね50m~100mの標高域にあるので、春日面の中でも下末吉面よりも古いものに対比できるものと思われる。

2. 地形と地形構成層の関係

Loc.1~Loc.5の地質柱状図を図-3に、各位置を図-2に示した。

平坦地Ⅰの露頭Loc.1では、下位に基盤となる古第三系の宗像層群の凝灰質シルト岩が層厚5m以上観察できる。凝灰質シルト岩上部は、層厚45cmの茶褐色ローム層である。本層にはシルト

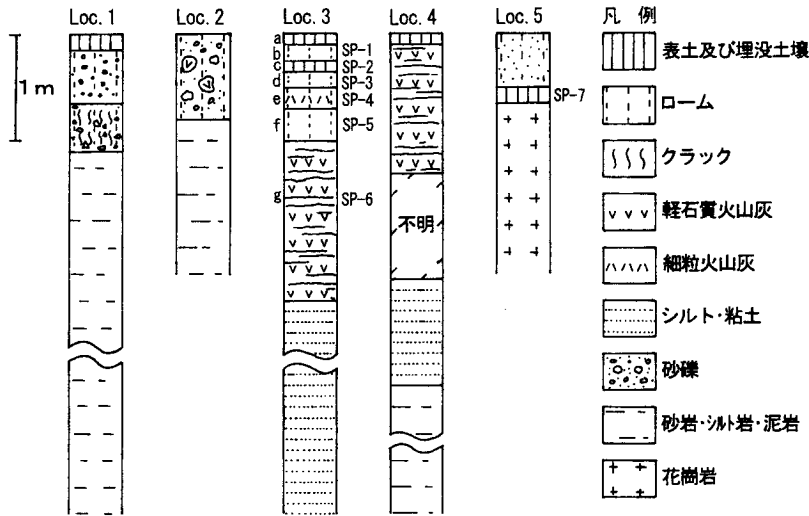


図-3 Loc.1~Loc.5の地質柱状図
* Loc.1~Loc.5の位置は図-2に記載した。

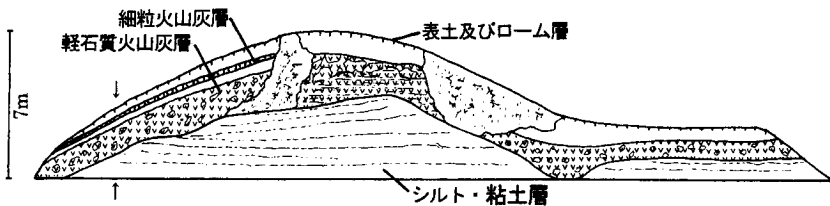


図-4 Loc.3の露頭スケッチ

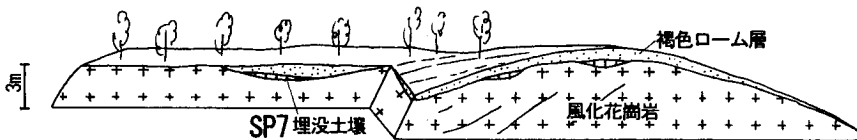


図-5 Loc.5の露頭スケッチ

岩の径約5cmの角礫が混入し、クラックが発達する。上位ほど礫の混入率が低下し、礫径は小さくなる。茶褐色ローム層上部は、層厚50cmの茶色ローム層である。本層には砂岩、シルト岩、花崗岩、泥岩の径約5cmの礫が混入し、クラックは見られない。平坦地Ⅰの段丘崖の露頭 Loc.2では、下位に基盤となる宗像層群の砂岩・シルト岩互層が層厚1.5m以上見られる。シルト岩の上部に、砂礫混じりの層厚80cmの褐色ローム層が載る。褐色ローム層の砂礫は淘汰不良で、乱雑に堆積している。Loc.2は頂部斜面の少し下に位置するため、この褐色ローム層は斜面移動物質と思われる。本層中に軽石質の礫様物が多く見られる。なお、平坦地Ⅰでは風成のローム層および火山灰層は見られなかった。

平坦地Ⅱの露頭 Loc.3 (図-4)では、下位に最大層厚4mのシルト・粘土層が見られる。灰白色、黒色、褐色を呈する未固結層が成層しており、それぞれわずかに東傾斜する。黒色部には炭化物が多く含まれる。この層相からシルト・粘土層は静水域に堆積した地層と解釈される。シルト・粘土層の上部には、最大層厚1.5mの黄褐色を呈する軽石質火山灰層が載る。本層は露頭の中央部ではシルト・粘土層に近い部位に層理が見られ水平成層している。しかし、緩斜面部である露頭の端部では、成層構造を残した、数cm～十数cmのブロック状に分断された軽石質火山灰層が乱雑に堆積している。軽石質火山灰層の上部の赤紫色ローム層上部に、灰白色を呈する細粒火山灰層がある。本層は、約20cmのほぼ等厚で斜面を覆っており、少しローム化している。細粒火山灰層の上部は、埋没土壌を介在させるローム層である。平坦地Ⅱの露頭 Loc.4では、下位に宗像層群の砂岩・シルト岩互層が層厚5m以上観察できる。砂岩・シルト岩互層の上部は、未固結の灰色シルト層である。Loc.4では、シルト層内で地すべり性の斜面崩壊が多く、観察できない層位がある。シルト層の上には層厚1.2m以上の黄褐色を呈する軽石質火山灰層が見られる。Loc.3の軽石質火山灰層と同じものである。このため、Loc.4のシルト層はLoc.3のシルト・粘土層と時代および堆積環境が同じ物と考えられる。

平坦地Ⅱの露頭 Loc.5 (図-5)では、白亜紀の風化花崗岩が層厚5m以上観察できる。花崗岩の上は、層厚約1mの砂混じりの褐色ローム層である。この褐色ローム層の最下部に部分的に層厚約15cmの埋没土壌が観察できる。

Ⅳ. 火山灰分析

研究対象地域では火山灰について既存の報告がなく、火山灰が見出されても既知の火山灰との層位関係が分からないため、層位、層相からの火山灰の同定は難しい。したがって平坦地Ⅰおよび平坦地Ⅱの形成年代の検討に不可欠な細粒火山灰、軽石質火山灰等について、それらに含まれる斑晶鉱物と火山ガラスの観察および分析を行う必要がある。そこで、研究対象地域の火山灰を分析する前に、本学にある機器の使用可能性を検討した。

1. 手順

1) 火山灰の洗浄と偏光顕微鏡による観察 (上野研究室)

ビーカーに入れた火山灰を水で溶き、超音波洗浄器にかけて火山灰の粘土分を除去し、未風化火山灰を抽出する。抽出した火山灰は乾燥させた後に篩い分け、顕微鏡での観察と各種分析に供しやすいために63～250 μ mに粒度をそろえる。次に、偏光顕微鏡を用いて火山灰に含まれる斑晶鉱物の特定を行う。主に opx: 斜方輝石(紫蘇輝石), cpx: 単斜輝石(普通輝石), ho: 普通角閃石, gl: 火山ガラスに区分する。その他、必要に応じて bi: 雲母, qt: 石英, fl: 長石を区分する。

2) 火山ガラスの形態分析 (鈴木研究室)

火山ガラスの形態は、町田ほか(1980)⁵⁾によると、バブル型(曲率の大きな泡の壁や接合部のガラス片で平板状)と軽石型(スポンジ状の微細な泡状構造や泡が一方向に引き伸ばされた繊維束状)に区分できる。これらは偏光顕微鏡や双眼実体顕微鏡で判別できる。しかし、火山ガラスの表面形態で、火山ガラスの風化の進行に伴って形成されるディンプル状の窪み(千木良, 1988)⁶⁾は、それらの顕微鏡では観察しにくい。そこで、SEM(走査型電子顕微鏡: JEOL JSM-5200)を用いて、火山ガラスを撮影し、その表面形態から火山ガラスの古さを推定する。

3) 火山ガラスの主成分組成分析 (上野研究室)

火山ガラスの主成分(SiO₂, TiO₂, Al₂O₃, FeO, MnO, MgO, CaO, Na₂O, K₂O)の組成比は各火山噴火イベントによっておおむね同じになる。そのため、遠隔地における広域火山灰の同定には、火山ガラスの主成分組成分析結果の使われることが多い。そこで、WDS(波長分散型スペクトロメーター)(JEOL 50A)を用い、火山ガラスの主成分組成を分析する。WDSの主成分組成分析における条件は、上野(1982)⁷⁾に記載がある。

前処理では、ガラスの抽出、手作業による研磨、機械による研磨、炭素蒸着を実施する。分析作業では、WDSの立ち上げ、メイン装置の調整、記録装置と分光結晶調節装置の調整、試料電流計測、WDSの停止、Bence & Albee法による主成分組成の計算を実施する。詳細は添付資料で示す。

2. 火山灰の主成分組成分析試験

1) 採取地点とサンプルのガラス質火山灰

九州各地に分布する主な広域火山灰には、K-Ah (6300年前)、AT (2.1万～2.5万年前)、

表一 九州地方に分布する主な広域火山灰の主成分組成

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total	地下年代(万)
K-Ah	75.0	0.53	13.0	2.5	0.07	0.5	2.0	3.6	2.8	100.0	0.63
AT	78.4	0.13	12.2	1.2	0.04	0.14	1.1	3.3	3.4	99.9	2.1～2.5
Aso-4	72.7	0.43	14.8	1.6	0.1	0.4	1.2	4.6	4.2	100.1	17～9
Ata	75.2	0.47	13.3	2.1	0.1	0.5	1.9	3.8	2.7	100.1	8.5～10.5
Ata-Th	78.5	0.16	12.3	1	0.09	0.1	1.1	3.4	3.3	100.0	23～25
Kkt	77.0	0.19	12.7	1.3	0.05	0.14	0.9	3.7	4.1	100.1	30～32

* 町田・新井 (1992)⁸⁾の値を記した。

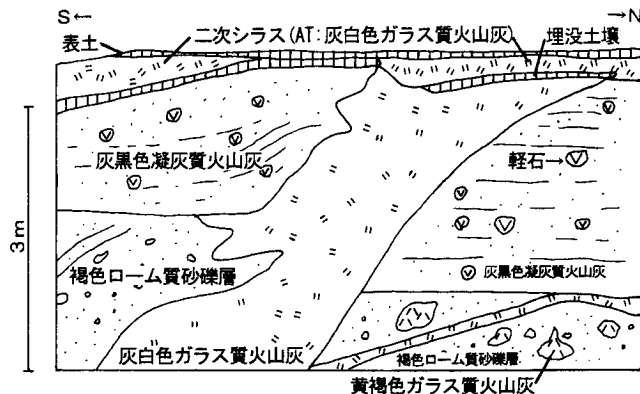
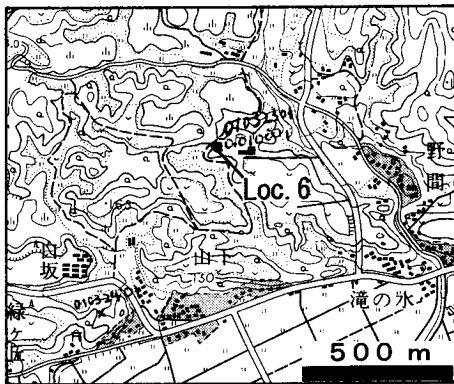
Aso-4 (7万～9万年前)、Ata (8.5万～10.5万年前)、Ata-Th (23万～25万年前)、Kkt (30万～32万年前)がある(町田・新井, 1992)⁸⁾(表一)。これらのうち分析試験に供した火山灰は、九州各地で採取したK-Ah, AT, Aso-4, Kktである。以下に火山灰を採取した地点の露頭スケッチと位置を示す地形図を示す。

町田(1996a)⁹⁾によると、人吉盆地北部の球磨川右岸の丘陵では、AT, Aso-4, Kktなどが観察できる。そこに示された観察地点に近い位置にあるLoc.6では、下位より黄褐色ガラス質火山灰(Ata)、灰黒色凝灰質火山灰(Aso-4)、二次シラス(AT)が見られる(黒木・高本, 2001)¹⁰⁾(図一6)。Loc.6では、南側の地層は北側に対して約60cm上位にあり、また南から押されたことを示す地層の屈曲が、灰黒色凝灰質火山灰や褐色ローム質砂礫層内に観察できる。Loc.6でATを採取した。

下山ほか(1989)¹¹⁾によると、海ノ中道の砂丘の海食崖では、K-Ah, Aso-4, Ataが観察できる。Loc.7では、5層の埋没土壌と新砂丘砂層直下のK-Ah(雁ノ巣黒ボク土)を明瞭に識別できる(図一7)。Loc.7でK-Ahを採取した。

尾崎ほか(1993)¹²⁾に記載された芦屋町の競艇場北にある砂丘の露頭(Loc.8)では、層厚約50cmの黄褐色軽石質火山灰(Aso-4)を観察できる(図一8)。Loc.8でAso-4を採取した。

町田(1996b)¹³⁾によると、大分市東部大野川右岸の高位段丘堆積物中にKktが観察できる。そこに示された観察地点に近い同段丘の露頭(Loc.9)では、下位にある砂・シルト層に挟まれて堆積する黄白色火山灰層(Kkt)が観察できる(図一9)。Loc.9でKktを採取した。

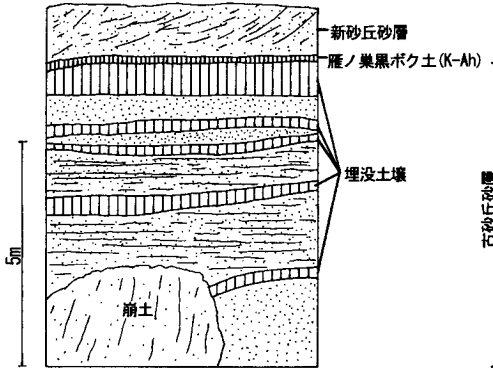
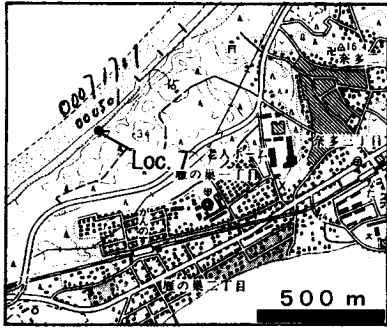


図一6 Loc.6の位置と露頭スケッチ

* 国土地理院 (平成11年発行) の1/25,000地形図「人吉」を使用した。

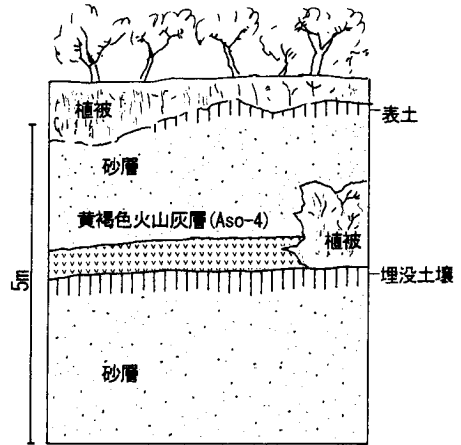
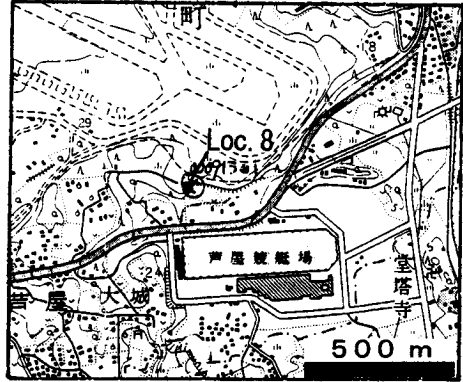
2) 電流低下試験

火山ガラス1粒に対し、各主成分について5回づつ試料電流の計測を行った場合、計測全体で2時間弱を要した。しかし計測開始から1時間を経過すると、電流値が急速に低下し10nA (MgO上)を下回り、安定した20nA (MgO上)を維持できなくなったため、計測を途中で中断せざるを得なかった。そのため各主成分について3回づつの計測とし約1時間で全主成分の試料電流の計測を行い、電流が比較的安定した状態での計測を実



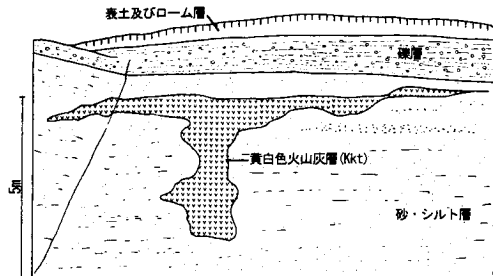
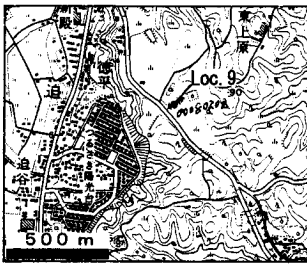
図一七 Loc.7の位置と露頭スケッチ

* 国土地理院（平成9年発行）の1/25,000地形図「古賀」を使用した。



図一八 Loc.8の位置と露頭スケッチ

* 国土地理院（平成11年発行）の1/25,000地形図「折尾」を使用した。



図一九 Loc.9の位置と露頭スケッチ

* 国土地理院（平成11年発行）の1/25,000地形図「鶴崎」を使用した。

施した。それでも、若干の電流の変動があるため、電流が低下した際に、主成分組成に現れる影響を調べた。試験は人吉盆地 Loc.6 の AT を使って、通常の 20nA (MgO 上) で計測した場合と、2 回目の Mg 計測時に 15nA (MgO 上) に電流を低下させて計測した場合について結果を比較した。以下、nA 表示されたものは MgO 上での電流の意である。

カウントは 20nA の時、スタンダード試料(以後 STD とする)は 42692、火山ガラス試料(以後 SP とする)は 94、15nA の時、STD は 37197、SP は 74 となった。STD は約 13%、SP は約 21% カウントが低下した。主成分組成の計算結果(表-2)では、MgO の組成は 15nA の時には 20nA の時に比べ 0.02% 低下し、逆に SiO₂ が 0.02% 増えた。全体的に組成比率にはほとんど影響はない。しかし、元の MgO の組成 0.2% に対して 0.02% の

表一 人吉盆地 Loc.6の AT を用いた電流低下試験

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total
MgO 20nA	77.84	0.14	12.41	1.10	0.18	0.20	1.11	3.64	3.40	100.00
MgO 15nA	77.88	0.14	12.41	1.10	0.18	0.18	1.11	3.64	3.40	100.00

減少は1割の減少に相当する。このことは微量成分ではない SiO₂, Al₂O₃ の場合、全体に占める組成比率が高いため、Si および Al の試料電流の計測時に電流変動が生じると微量成分に及ぼされるその影響は大きくなる危険性があることを示している。また、計測始めから全組成を安定した 10nA で計測した場合は、良好な主成分組成の結果が得られた。その他、計測開始から終了まで電流が低下傾向であった場合には合計値が 100% を下回り、逆に電流が上昇傾向であった場合には 100% を超えることも分かった。したがって、電流の低下が生じた場合、速やかに電流調整を実施するとともに、同じ主成分の STD と SP の計測間隔は、電流の変動が少ない内にてできるだけ速やかに実施することが、より正確な主成分組成を得るためには必要である。なお、Loc.6 の AT の主成分組成は、表一の AT のものとは MnO を除いて良く一致している。

3) ケミカルシフト除外試験

Si および Al の計測ではケミカルシフトが問題になる。ケミカルシフトとは、異なる元素が結合する時に最外殻の電子間の相互作用による化学結合が生じ、内殻の電子も影響を受けるために、元素のエネルギー状態が変化する現象である。そのため、STD 計測で試料電流が最大となる分光結晶の位置と、SP 計測の試料電流が最大となる分光結晶の位置に相違が生じる。そこで、ケミカルシフトを考慮しない計測による結果が、通常の計測による結果とどの程度異なるのかを調べた。試験は、海ノ中道 Loc.7 の K-Ah を用い、SP 計測時に分光結晶を調整した場合と、分光結晶を調整しない場合とで結果を比較した。

STD のカウントは、Si が 45943 で Al が 62867 であった。その時、分光結晶を調整した場合、SP のカウントは Si が 30331 で Al が 7189 で、分光結晶を調整しない場合は Si が 24394 で Al が 5964 となった。したがって、SP のカウントは、Si では約 20%、Al では約 17% 低下した。主成分組成の計算結果(表一 3)では、SiO₂ は 3.2% 減少し、Al₂O₃ はほとんど変化がない。その他の成分では、いずれも約 20% も増加した。つまり SiO₂ の 3.2% の減少が、Al₂O₃ を除く各成分の約 20% の

表一 3 海ノ中道 Loc.7の K-Ah を用いたケミカルシフト未考慮試験

	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total
正常	75.38	0.53	12.76	2.36	0.10	0.48	1.97	3.71	2.73	100.01
未考慮	72.96	0.83	12.79	2.82	0.12	0.58	2.36	4.47	3.26	99.99
変化率(%)	-3.2	18.9	0.2	19.5	20.0	18.4	19.8	20.5	19.4	

増加を招いたことになる。主成分の微量成分は、火山灰を同定する有力な鍵となるため、SP 計測でのケミカルシフトを考慮した分光結晶の調整は、細心の注意を払ってなされるべきである。なお、Loc.7 の K-Ah の主成分組成は、全ての組成で表一 1 の K-Ah のものに良く一致している。

4) 移動計測試験

SP の計測では当初、全元素について火山ガラスの任意の 1 点に電子線を照射しカウントを得ていた。しかし、Na と K の計測において、計測回数が増えるほどカウントが小さくなることがわかった。そのため当初得られた主成分組成は、Na と K の値が表一 1 に示された値よりも小さくなった。これは火山ガラス内の軽元素である Na と K が電子線の影響でイオン化し、移動しやすくなることに原因があると思われる。そこで、Na と K について電子線位置を 1 点に固定した計測が、主成分組成の結果に与える影響の大きさを検証した。試験は、芦屋町 Loc.8 の Aso-4 と、大分市 Loc.9 の Kkt を用いて、SP 計測時に電子線位置を固定した計測と移動させた場合の計測結果を比較した。

Aso-4 の場合、STD のカウントは Na が 2149 で K が 11597 であった。SP のカウントは、電子線を固定した場合は Na が 687 で K が 2978、電子線を移動させた場合は Na が 779 で K が 3096 となった。したがって、移動計測のカウントは、固定計測に比較して Na は約 13% 上昇し、K は約 4% 上昇した。Kkt の場合、STD のカウントは Na が 2314 で K が 10731 であった。SP のカウントは、電子線を固定した場合は Na が 582 で K が 2493、電子線を移動させた場合は Na が 771 で K が 2612 となった。したがって、移動計測のカウントは、固

表一 4 Aso-4 (Loc.8), Kkt (Loc.9) を用いた移動測定試験

Aso-4	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total
固定計測	71.59	0.41	18.58	1.46	0.12	0.33	0.98	4.00	4.37	100.00
移動計測	71.08	0.40	18.47	1.45	0.12	0.52	0.98	4.50	4.50	100.00
変化率(%)	-0.7	-2.4	-0.5	-0.7	0.0	-1.9	0.0	12.5	3.0	
Kkt	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total
固定計測	78.42	0.17	12.57	0.76	0.05	0.21	0.83	3.08	3.92	100.01
移動計測	77.49	0.17	12.45	0.74	0.05	0.21	0.82	4.02	4.04	99.99
変化率(%)	-1.2	0.0	-1.0	-2.6	0.0	0.0	-1.2	30.5	3.1	

定計測に比較して Na は約32%上昇し、K は約5%上昇した。

主成分組成の計算結果(表-4)では、 Na_2O と K_2O の成分比率は、カウントの変化と同程度の変化を示した。 Na_2O と K_2O の主成分組成の増分は、ほぼ SiO_2 の1%程度の減少を生じている。しかし、 SiO_2 以外の主成分組成に与える影響は、その成分比率から見ると小さい。この検討から、Na が K よりも電子線の影響を強く受けることが分かったため、Na の計測には特に注意が必要である。また、火山灰が異なる時、K であればカウントの変化率の差は少ないが、Na であればカウントの変化率に大きな差のあることも分かった。その他、Mn の計測でも同様の現象が認められたため、移動計測の試験を実施した。得られた結果は表-1 に示された値よりも、かなり大きくなったため、Mn の計測は固定計測が良いものと思われる。なお、Loc.8 の Aso-4 の主成分組成は、表-1 の Aso-4 のものと比べると、 Al_2O_3 と MgO を除いて良く一致している。また、Loc.9 の Kkt の主成分組成は、表-1 の Kkt のものと比べると、 FeO と MgO を除いて良く一致している。

5) 分析試験結果から火山灰を同定する際の注意点

表-1 の微量成分 (TiO_2 , FeO , MnO , MgO , CaO) の成分比率を火山灰ごとにみると、各微量成分それぞれ2倍以上の開きがある。本学のWDSによるAT, K-Ah, Aso-4, Kkt の計測結果を表-1 と比べてみると、 TiO_2 , FeO , CaO の成分割合は、ほぼ同じ値が得られている。各微量成分で2倍以上の開きがあることを考えれば、火山灰を同定する際に TiO_2 , FeO , CaO の成分割合が良い指標になる。しかし、他の微量成分である、 MnO , MgO , Na_2O , K_2O は TiO_2 , FeO , CaO ほどには値が一致しないので、それらの微量成分は火山灰の同定に活用しにくいことが分かった。

表-1 の SiO_2 は72.7~78.5%、 Al_2O_3 は12.2~14.9%までの値があり、微量成分のように倍以上の値の開きはない。しかし、Aso-4 の SiO_2 は72.7%なので他に比べて低く、 Al_2O_3 は14.9%なので他に比べて高い点が際立っている。これは、Loc.8 の Aso-4 の特徴と同じなので、Aso-4 の同定には SiO_2 と Al_2O_3 の成分比率が良い指標となる。

以上のことから、本学のWDSによる主成分組成分析値から火山灰をほぼ絞り込めることが分かった。しかし火山灰を同定するには、試料採取場所の周辺の研究報告を参考にしつつ、斑晶鉱物の特徴や他の既知の火山灰との比較から総合的に

判断する必要がある。

V. 宗像市南部の平坦地の地形形成

1. 火山灰の同定

研究対象地域の各露頭の火山灰が混入すると思われる軽石質火山灰、細粒火山灰、ローム、土壌および埋没土壌を採取し超音波洗浄を行って未風化火山灰を抽出した。それらを顕鏡した結果、平坦地 I の Loc.2 における褐色ローム層中の軽石質の礫様物から、混入率は低い火山ガラスを検出した。Loc.1 の試料では火山ガラスを見出せなかった。平坦地 II の Loc.3 のシルト・粘土層より上から採取した全ての試料から火山ガラスが検出された。特に層位 e の細粒火山灰層と層位 g の軽石質火山灰層から多くの火山ガラスが検出された(図-3)。いずれの火山ガラスもバブル型である。また、Loc.5 の埋没土壌からもバブル型の多くの火山ガラスが検出できた。中でも軽石質火山灰層の火山ガラスは、細粒火山灰層や Loc.5 の埋没土壌からの火山ガラスに比べて厚いものが多かった。本研究では、IV章の試験結果を踏まえて、Loc.3 と Loc.5 から採取した試料から得られた火山ガラスの主成分組成分析、電子顕微鏡観察、偏光顕微鏡による斑晶鉱物の観察などを通して火山灰を同定する。

図-4 中に矢印で示した部分の柱状図(図-3)に、試料(SP1~SP6)の採取位置を示した。表-5 は各試料の分析結果である。始めの分析組成である Mg のカウントがばらつく場合、代表的な値を示す火山ガラスを全て計測した結果、SP6 以外は1試料につき複数のガラスの計測となった。

SP6 の洗浄には、それ以外の試料より多くの時間を要し、また残った未風化物が著しく少なかったため、SP6 は風化が相当進んでいるものと思われた。そこで、風化の程度の客観的な指標となる火山ガラスの表面形態の観察を行った。写真1と2はSP6、写真3はSP4、写真4はLoc.8 の Aso-4 の火山ガラスの電子顕微鏡写真である。SP6 の火山ガラスはSP4 や Aso-4 と比べて明らかに厚みがあり、ガラスのエッジはシャープさがなく凹凸がある。また、SP6 の火山ガラスは、ガラス表面のディンプル状の窪みの数が多く、窪みの直径が最大のもので約30 μm もあり大きい。これらの特徴は、この軽石質火山灰が細粒火山灰や Loc.8 の Aso-4 より長期間の風化を受け、ディンプル状の窪みが発達した結果、ガラス

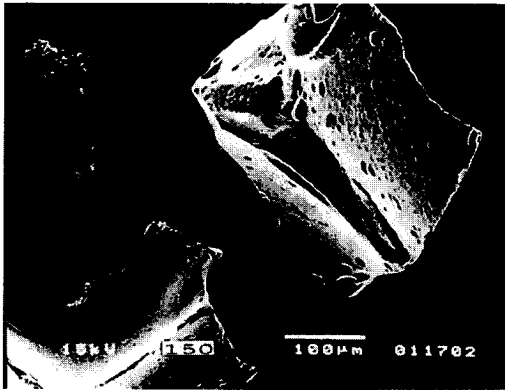


写真1 SP6の火山ガラスの電子顕微鏡写真
*スケールがサイズを正しく表している。

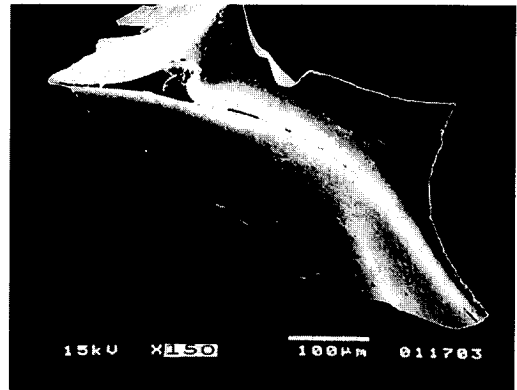


写真4 Aso-4 (Loc.8)の火山ガラスの電子顕微鏡写真
*スケールがサイズを正しく表している。

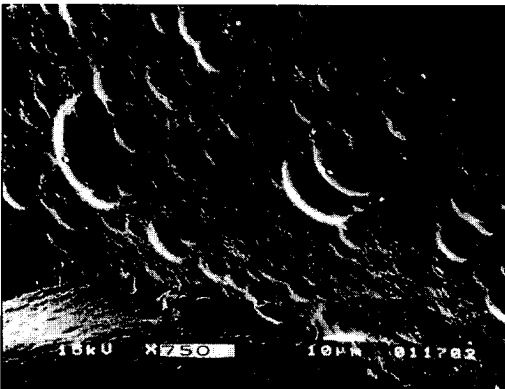


写真2 SP6の火山ガラスの電子顕微鏡拡大写真
*スケールがサイズを正しく表している。

の薄い部分が失われ現在の形態を呈する結果となったことを示している。

Loc.3のSP1～6の火山ガラスは、主成分組成の特徴から少なくとも3種類のものに区分できる(表-5)。それらは、SP4～6にある火山ガラスA (TiO_2 が $0.13\sim 0.16$, FeO が $0.95\sim 1.15$,

表-5 Loc.3の火山ガラスの主成分組成分析結果

試料	SiO_2	TiO_2	Al_2O_3	FeO	MnO	MgO	CaO	Na_2O	K_2O	Total	火山灰層位
SP1-1	76.68	0.13	14.77	1.19	0.08	0.30	0.81	3.53	2.51	100.00	C
SP1-2	72.40	0.44	15.32	2.15	0.13	0.92	1.54	4.56	2.54	100.00	B?
SP2-1	71.17	0.53	16.22	2.13	0.10	1.14	2.04	4.14	2.53	100.00	B?
SP2-2	74.67	0.12	15.89	1.07	0.04	0.33	1.02	4.12	2.93	99.99	C
SP3-1	73.73	0.54	15.84	2.17	0.07	0.36	1.48	3.25	2.77	100.01	B
SP3-2	73.72	0.51	15.29	2.23	0.07	0.49	1.47	3.49	2.76	100.00	B
SP3-3	72.69	0.47	15.97	2.11	0.08	0.77	1.89	3.47	2.75	100.00	B
SP4-1	76.02	0.46	13.14	1.87	0.10	0.60	1.58	3.97	2.26	100.00	B
SP4-2	78.51	0.18	12.58	0.95	0.08	0.21	0.92	3.80	2.80	99.99	A
SP4-3	75.69	0.45	13.04	1.82	0.10	0.57	1.43	4.47	2.42	99.99	B
SP5-1	77.09	0.13	13.80	1.15	0.03	0.25	0.93	3.88	2.95	100.00	A
SP5-2	73.03	0.47	14.89	2.06	0.09	0.71	1.55	4.64	2.52	99.99	B
SP6	78.02	0.15	15.25	0.95	0.08	0.29	0.95	3.78	2.55	100.00	A

CaO が $0.92\sim 0.95$ を示す), SP1～5にある火山ガラスB (TiO_2 が $0.44\sim 0.54$, FeO が $1.82\sim 2.23$, CaO が $1.43\sim 2.04$ を示す), SP1～2にある火山ガラスC (TiO_2 が $0.12\sim 0.13$, FeO が $1.07\sim 1.19$, CaO が $0.81\sim 1.02$ を示す)である。火山ガラスAとCは組成が近似する。しかし火山ガラスAの表面はディンプル状の窪みが多く見られること, SP3で火山ガラスAおよびCがなかったことから両者は区分できる。細粒火山灰は灰白色を呈し層厚が一定で, 火山ガラスを多く含むため露頭観察からは火山灰の純層かと思われたが, 下位の軽石質火山灰起源と思われる火山ガラスAが少し混入していることが分かった。ま

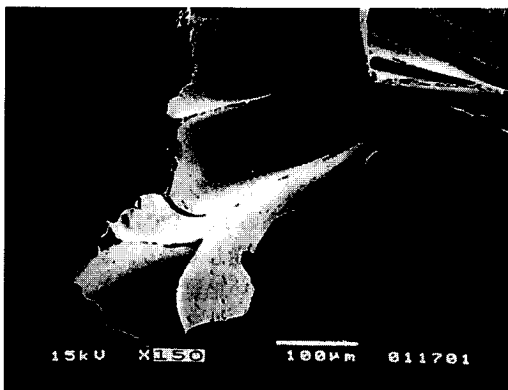


写真3 SP4の火山ガラスの電子顕微鏡写真
*スケールがサイズを正しく表している。

た、SP4の斑晶鉱物は $\text{opx} > \text{cpx} > \text{ho}$ で、SP6のそれは $\text{opx} > \text{cpx}$ であった。

下山ほか(1989)¹¹⁾は、福岡平野周辺にはK-Ah, AT, Aso-4, Ataが分布し、K-Ah, ATは土壤中に分散し土壌物質中に拡散混交していると報告した。火山ガラスCを含む層位bと層位cは表層に近いこととその主成分組成の特徴から火山ガラスCはATと考えられる。

SP4の斑晶鉱物に角閃石が含まれることと、火山ガラスBの主成分組成の特徴から、火山ガラスBに該当する火山灰としてK-Ah, Aso-4, Ataがあげられる。下山ほか(1989)¹¹⁾の報告したK-Ahの堆積状況と細粒火山灰の中心層位eがATよりも下位にあることから、火山ガラスBはK-Ahではない。南方にある山地が障壁となって宗像市にはAso-4火砕流堆積物が到達しなかった(下山・磯, 1997)²⁾と考えられていること、SP4の角閃石の形態がLoc.8のAso-4のような針状ではないこと、火山ガラスBのSiO₂の成分比率が、表-1および表-4のAso-4の値より全般に高いことから、火山ガラスBはAso-4と考えにくい。上記の理由から火山ガラスBはAtaに該当するものと思われる。ただ、火山ガラスBはSP1~SP5まで検出され、火山ガラスAおよびCに比べて分布する層位が多い。また、SP1とSP2の火山ガラスBがSP3~SP5の火山ガラスBに比べてSiO₂が低くAl₂O₃が高い傾向が読み取れることから、SP1とSP2の火山ガラスBはAtaばかりではなくAso-4が混入している可能性もある。

軽石質火山灰層がAtaよりも下位にあること、火山ガラスAの主成分組成の特徴とその表面形態から、火山ガラスAはAta-Thの可能性が高い。しかし、SP6からはAta-Thにあるとされる角閃石と高温型石英を検出できなかったため、現在のところAta-Thと断定できない。図-5の柱状図を元に火山灰およびロームの堆積速度から軽石質火山灰の堆積年代を推定してみる。ATの堆積時期を約2.3万年前、Ataの堆積時期を約9.5万年前とし、ATからAtaまでの間隔を層位bと層位cの境界から層位dと層位eの境界までの50cmとし、Ataから軽石質火山灰までの間隔を層位eと層位fの境界から層位fと層位gの境界までの60cmとすると、軽石質火山灰層の最上部で約18万年前頃の年代が見積もられる。

Loc.5の露頭左側の埋没土壌(図-5)からSP7を採取した。表-6はSP7の主成分組成の分析結果である。Mgのカウントが二つにばらつ

表-6 Loc.5の火山ガラスの主成分組成分析結果

試料	SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	Total	火山灰
SP7-1	75.13	0.43	13.17	2.25	0.08	0.52	1.87	3.56	2.96	99.99	Ata
SP7-2	73.07	0.58	13.70	2.44	0.13	0.81	2.26	4.33	2.86	99.98	K-Ah

いたため、各々の代表的な火山ガラスSP7-1とSP7-2を計測した。SP7-1の主成分組成は、Loc.3の火山ガラスBと共通する特徴を有するためAtaと思われる。一方、SP7-2はTiO₂が0.58、FeOが2.44、CaOが2.26と火山ガラスBのものよりもいずれも高いため、そのような特徴を持つ火山灰であるK-Ahと思われる。

2. 高位段丘の地形発達過程

平坦地IIにみられる軽石質火山灰層はLoc.3, Loc.4ともに数センチ間隔の層理が認められ、その下はシルト・粘土層であるため、軽石質火山灰層は浅い静水域に二次堆積したのと考えられる。また、Loc.3ではその軽石質火山灰層の上部が数cm~十数cmのブロック状に分断された層相を示し、それが平坦地IIの斜面を形成するため、平坦地IIの離水後に活発な斜面形成が行われたものと思われる。以上の事実および火山灰の分析結果から、Loc.3およびLoc.4付近の平坦地IIの地形形成過程は次のようにまとめられる。

約18万年前以前は、平坦地IIとなる場所はシルトや粘土の堆積する浅い静かな水域だった。そこに軽石質火山灰が降下するとともに、平坦地Iなどの当時の陸上部から侵食された軽石質火山灰が二次堆積物として厚く堆積した。なお、シルト・粘土層はわずかに東に傾斜しているため、軽石質火山灰の降下以前に東に傾斜する地盤変動があったことをうかがわせる。軽石質火山灰の堆積後、平坦地IIは離水し侵食が開始された。図-4のように、シルト・粘土層と軽石質火山灰層の境界は凹凸が認められ、すなわちシルト・粘土層が掘り込まれていることから、ブロック状に分断された軽石質火山灰層を生じた斜面形成は、同時にシルト・粘土層の侵食を伴ったものであったものと思われる。人工露頭であるLoc.4では現在、シルト層上部で地すべりが頻発しており、シルト層はすべり面が形成されやすい地質であることを示している。したがって、平坦地IIでは約18万年前まで、地すべりによる斜面形成が進行し、段丘崖の斜面を広げていったものと思われる。軽石質火山灰層より上部の層はほぼ等厚で斜面を被覆しているため、約18万年前以降は平坦地IIにおける地形

変化はなく現在に至っている。

Loc.5の平坦地Ⅱの基盤は花崗岩である。宗像層群が基盤となっているLoc.3, Loc.4と比べて宗像市では花崗岩が基盤の地域では一般に火山灰の残存状況が良くない。幸いLoc.5では埋没土壤中からK-AhとAtaと思われる火山ガラスが検出された。しかし、明瞭に火山灰層と認定できる層位から得られたものではなく、再移動したものという可能性があるため、火山灰から地形面の形成時期を特定できない。少なくとも、平坦地Ⅱが形成された後現在まで、その地形面上では風成物が蓄積されにくい環境が維持されているものと思われる。

一方、平坦地ⅠのLoc.1およびLoc.2では形成時期を示す明瞭な火山灰を検出できなかった。しかし平坦地Ⅰは平坦地Ⅱより標高が約20m高く、基盤上にはマトリックスの風化した礫層が堆積しているため、軽石質火山灰降下以前に形成された高位段丘であると考えて問題はない。平坦地Ⅰの段丘崖斜面に位置するLoc.2では、斜面物質内に取り込まれた軽石質の礫様物から火山ガラスが検出されたことから、軽石質火山灰の降下時点も含め、それ以降も風成層が平坦地Ⅰの地形面上には残りにくい環境が継続してきたものと思われる。

VI. まとめ

本学のWDSを火山ガラスに適用するための計測方法を、様々な広域火山灰を用いて試験を重ねた上でマニュアル化した。またWDSやSEMなどを用いて宗像市南部で見出された火山灰を分析し、宗像市の高位段丘の形成過程を検討した。その結果、次のことが明らかになった。

1. 本学のWDSから得られた火山ガラスの主成分組成から火山灰を絞り込むことができる。またSEMで観察した火山ガラスの表面形態から火山灰の古さを推定できる。
2. 宗像市南部には、高位段丘相当の平坦地Ⅰおよび平坦地Ⅱが分布している。
3. 平坦地Ⅱの段丘構成層の被覆層からAta, AT, K-Ahを検出した。また平坦地Ⅱの段丘構成層直上にAta-Thの可能性の高い火山灰が堆積している。
4. 平坦地Ⅱの離水時期は約18万年前以前である。その段丘崖の斜面は地すべり性の物質移動によって形成された。その斜面形成が終了したのは約18万年前頃である。

また、今後の課題としては次のことが残された。

1. 本学の社会科教育講座において地形的な観点から自然地理学の指導を行う際には、機器と器具の不足が深刻である。将来的には少なくとも乾燥機、超音波洗浄器、偏光顕微鏡、分析試料の調整に供するガラス器具を準備した上で、学生の地理調査技術向上を図りたい。
2. 火山灰の同定をより高精度に行うならば、火山ガラスの屈折率の測定を実施することや、計測サンプル数を増やすことが考えられる。しかし屈折率の測定は本学ではできないため、対象とする地域の火山灰に関する先行研究を参考に、地層対比を十分行った上で火山灰の同定を行うよう注意すべきである。また計測回数を増やすことに関しては、現在でも主成分の計測に1サンプルが1時間強の時間がかかっているために、現実には対応が難しい。
3. 高位段丘以外の段丘調査も行った。その結果、宗像市では空中写真判読による比高からの段丘面区分はできるが、広域火山灰の残存状況が悪いため、その形成年代を明らかにするのは容易ではないことがよく分かった。この原因については、基盤岩の地質工学的な性質や宗像市周辺の地殻変動の特徴を考えながら今後検討を進めたい。

謝辞

本研究を進めるにあたり、火山灰分析に必要な機器と器具の使用を快諾して下さった福岡教育大学環境教育講座上野禎一先生、鈴木清一先生、棟上俊二先生にここに記して謝意を表します。また福岡県に分布する火山灰の特徴について多くの情報をご教示くださった西南学院大学の磯望先生と九州大学の下山正一先生に感謝いたします。本稿の内容の一部は、平成12年度福岡地理学会秋季大会で発表した。

参考文献

- 1) 富田幸臣(1998): 宗像市域における古第三系宗像層群の分布と構造(宗像層群の再考, 予報). 九大理研報(地球惑星), 20-2, 63-70.
- 2) 下山正一・磯望(1997): 第二章 宗像市の地形. 宗像市史通史編第一巻自然考古, 68-96, 宗像市.
- 3) 田村俊和(1996): 4.2微地形分類と地形発達—谷頭斜面を中心に—. 恩田ほか編: 水文地形学—山地の水循環と地形変化の相互作用. 古今

- 書院, 177-189.
- 4) 浦田英夫(1961):福岡市附近の平坦面の地史学的研究.九州大学教養部地学研究報告, 8, 1-45.
 - 5) 町田 洋・新井房夫・杉原重夫(1980):南関東と近畿の中部更新統の対比と編年-テフラによる一つの試み-. 第四紀研究, 19, 233-261.
 - 6) 千木良雅弘(1988):砂岩の風化のメカニズム(その2)-細粒砂岩の風化-. 電力中央研究所報告, U88040, 36p.
 - 7) 上野禎一(1982):長崎県五島鉱山の研究(I)東谷鉱床. 福岡教育大学紀要, 31, 第3分冊, 135-145.
 - 8) 町田 洋・新井房夫(1992):火山灰アトラス(日本列島とその周辺). 東京大学出版会, 276p.
 - 9) 町田 洋(1996a):人吉盆地における加久藤テフラ. 第四紀露頭集-日本のテフラ, 日本第四紀学会, p73.
 - 10) 黒木貴一・高本 隆(2001):人吉盆地西部の扇状地とテフラとの関係. 日本第四紀学会講演要旨集, 31, 70-71.
 - 11) 下山正一・溝田智俊・新井房夫(1989):福岡平野周辺で確認された広域テフラについて. 第四紀研究, 28-3, 199-205.
 - 12) 尾崎正紀・濱崎聡史・吉井守正(1993):地域地質研究報告, 折尾地域の地質. 地質調査所, 121p.
 - 13) 町田 洋(1996b):大分市丹生台地における高位段丘と加久藤テフラ. 第四紀露頭集-日本のテフラ, 日本第四紀学会, p75.

添付試料 上野研究室のWDS (JEOL 50A)を用いた火山ガラスの主成分組成分析方法

I 前処理

1. ガラスの抽出

- 1) 偏光顕微鏡鏡下で虫ピンの先等の鋭利なものを使用し火山ガラスを10粒程度抽出し, 爪楊枝を使ってスライドガラス1に落下させ集める。
- 2) スライドガラスをガラス切りにより1/3(1cm×2cm程度)にカットし, 断面をやすりで削り, それをスライドガラス2とする。
- 3) ペトロポキシ主剤と硬化剤を10:1の比で混ぜ合わせたペトロポキシをスライドガラス2に薄く塗り, そこにスライドガラス1の火山ガラ

スを投下する。

- 4) サンプルのスライドガラス2(以後, SPと記す)をホットプレートにより, 100℃で1時間程度熱しペトロポキシを固める。

2. 手作業による研磨

- 1) 鉄板上でSP上のペトロポキシ凸部を研磨剤(800番)で研磨し火山ガラス断面を出す。
- 2) 研磨後に水洗し, キムワイブで水分を除去した後, 火山ガラス断面の露出を実体顕微鏡(反射光)で確認する。
- 3) ガラス板上で研磨剤(3000番)で研磨する。その後2)を繰り返す。

3. 機械による研磨

- 1) ペトロポキシ円柱底面にSP(裏面)を貼る。
- 2) 粗磨き用研磨板A(3μ対応)に, 3μのダイヤモンドペーストを適量つける。
- 3) 研磨板上に, ルブリカント(潤滑油の一種)を1秒間に1回滴下させる。
- 4) SP(表面)を研磨板につけて, 1分間に75回転で研磨する。
- 5) 約30分後に, 研磨板の回転とルブリカント滴下を中止し, SPを水道水で洗浄する。
- 6) キムワイブを軽く載せて水分を取り, 実体顕微鏡(反射光)でガラスの断面が平滑になったかどうか確認し, 良ければペトロポキシ円柱からSPを外す。

4. 炭素蒸着

- 1) 先を芯のようにした炭素棒A先端は紙やすりで研ぎ, 炭素棒Bの端は平らにする。
- 2) 炭素棒Bをネジ固定する。
- 3) 炭素棒Aを, バネを八部目くらい引いた状態でネジ固定する。その後, 炭素棒A先端を炭素棒Bの端に接触させる。
- 4) ステージ上にガラス皿に載せたSPを表面を上にして載せる。
- 5) POWERスイッチとROTATIONスイッチをONし皿を回転させ, SPが周囲物に接触しないことを確認しガラス覆いをかぶせる。
- 6) VENTスイッチをONし, 約20分かけて真空状態にする。
- 7) EVAPOスイッチをONしVOLTAGEを3にすると, 炭素棒A先端が赤色化する。そこでROTATIONスイッチをONする。
- 8) VOLTAGEを5~6にすると, 炭素棒A先端が光り輝き炭素がまき散り蒸着される。

- 9) 光が消えたら VOLTAGE を 0 に戻し、EVAPO, ROTATION, VENT, POWER スイッチの順に OFF にする。

II 主成分分析作業

1. WDS の立ち上げ

- 1) 逆送, コンセント, X線のスイッチを ON にする。
- 2) メイン装置の電源を ON にする。15分間隔で 2~3 回試行すると約30分後に電圧計のランプが点灯する。
- 3) PR (アルゴン90%, メタン10%) ガスを流す。
- 4) 薄片用ホルダーにシリケート用スタンダード試料(以後, STD と記す)と SP をセットし, SP 押さえ部接触部, SP 辺部にドータイト(銀)を塗る。
- 5) WD37と記載された面を上にしてホルダーを注入器具にはめ, 機械にセットする。
- 6) 顕微鏡を覗きながら STD の MgO を出し Z 軸微調整ネジでフォーカスを合わせる。

2. メイン装置の調整

- 1) ACC.V. を ON にする。
- 2) COARSE と FINE で電圧を15kv にあげる。
- 3) 電流系のチェックボタンで, 電流値を 0 nA に調節する。
- 4) GUN FILAMENT を12時の位置に上げる。
- 5) CONDENCER LENS で電子線を発生させ, 20nA (MgO 上)に調節する。
- 6) 4つの ALIGNMENT をそれぞれが最大になるように動かす。
- 7) OBJECTIVE LENS で光を絞り込む。
- 8) 鏡筒のネジで電子線をセンターに移動させる。
- 9) 4つの ALIGNMENT をそれぞれが最大になるように動かし, CONDENCER LENS で 20nA (MgO 上)に調節する。

3. 記録装置と分光結晶調節装置の調整

- 1) 記録装置の全体のスイッチ (POWER), カウンターにかける電圧のスイッチ (HIGH VOLTAGE POWER SUPPLY), MAIN と CHART のスイッチ, MEASURE のスイッチの順に ON にする。
- 2) 分光結晶調節装置を MANUAL から AUTO に切り替え, START を押す。

4. 試料電流計測

- 1) 計測する主成分の STD を顕微鏡下に出しフォーカスを合わせる。
- 2) STD の試料電流が最大となるように, 分光結晶を既知のメモリを参考に合わせる。
- 3) STD についてカウンターの数値を 3 回カウントし平均する。各計測時間は10秒とする。
- 4) 火山ガラスを顕微鏡下に出しフォーカスを合わせ, 座標を記載する。
- 5) 火山ガラスについてカウンターの数値を 3 回カウントし平均する。
- 6) 分光結晶を 4 メモリ進め, SP と STD のバックグラウンド(以後, B.G. と記す)を 3 回測り, その中間値を代表値とする。
- 7) 主成分の計測順序は, 分光結晶 RAP による Chanel1 を使った Mg, Na, Al, Si を先行し, 分光結晶 PET と LiF による Chanel 2 を使った K, Ca, Ti, Fe, Mn を後とする。
- 8) 各主成分計測において, 注意すべき点は以下のとおりである。

Mg : SP の計測で, 複数の火山ガラスを計測し値が平均的な火山ガラスを選択する。

Na と K : STD も SP もともに電子線で鉱物中の元素が影響を受けるため, 計測回数が増えるたびにカウントは減少する。そのため STD の場合は, 1 回ごとに計測場所を変える。また, SP はカウントの減少が激しいため SP は電子線位置を移動させながら計測する。SP の値としては最高値を採用する。この移動計測では Na は特に注意する。

Al と Si : ケミカルシフト現象があるため, STD で求めた分光結晶位置を, SP では試料電流が最大値になるように再調整する。

Ca, Ti, Fe, Mn : 特になし。

5. WDS の停止

- 1) GUN FILAMENT を下げ 0 にする。
- 2) 電圧を FINE, COARSE の順に下げ 0 にする。
- 3) ACC.V. を OFF にする。
- 4) 分光結晶調節装置の AUTO から MANUAL に切り替える。
- 5) 記録装置の CHART, MAIN, MEASURE を OFF にし, POWER を OFF にする。
- 6) 顕微鏡の光源を最小にする。
- 7) 電流計のチェックボタンを押しながら回す。
- 8) (x,y)=(7.5,12.5)にあわせ, WD37を上にしてサンプル注入部にはめ, サンプルを取り出す。

す。

- 9) メイン装置の電源を OFF にする。
- 10) PR ガスを止め、コンセントと X 線スイッチを OFF にする。
- 11) 15 分後に装置が冷えたら逆流スイッチを OFF にする。

6. 主成分組成の計算

- 1) SP と STD についてそれぞれ平均値又は最高値、B.G.などを計算する。
- 2) 珪酸塩鉱物の重量%の分析プログラム (Bence & Albee 法) を用いて無水に換算して主成分組成の計算を行う。
- 3) プログラムによる計算結果の合計が100%±5%までを許容範囲とし、最後に全体で100%になるように再計算する。