

# Report

Hokkaido Soil Research Cooperative Association



2023. 7  
No. 401

ISSN 1342-1409

北海道土質試験協同組合広報誌



表紙写真 舞鶴橋

[写真説明]

千歳川流域の治水と開発を象徴する昭和11年に建造されたランガーガーダー橋  
(平成7年に現在の位置に移設)

目

次

---

1. 卷頭言.....	1
北海道土質試験協同組合 技術顧問 岡村 聰	
『電子線プローブX線マイクロアナライザー(EPMA)分析の実例』	
2. 令和5年度(第58期)通常総会議事録.....	5
3. 第38回技術懇談会開催される.....	6
4. 令和5年度第1回理事会議事録.....	7
5. 令和5年度第2回理事会議事録 .....	7
6. 部門別試験実績 .....	8
4・5月分	

## 電子線プローブX線マイクロアナライザー（EPMA）分析の実例

北海道土質試験協同組合 技術顧問 岡村 聰

当組合では、電子線プローブX線マイクロアナライザーによる試料の化学組成分析業務を行っています。本装置は、微小部(直径数 $\mu\text{m}$ )の化学分析(点分析)が可能であり、対象となる試料は、固体状態の広い範囲をカバーしています。また、本装置は走査電子顕微鏡装置に付設されており、電子線を走査することによって試料の高倍率画像が得られます。電子線を走査しながら化学分析することで、観察領域全体の元素の濃度分布を示す「元素マッピング」(面分析)が可能です。なお、高倍率画像として、電子線の照射によって発生する二次電子像と反射電子像があり、後者は、試料中の原子番号によって輝度が異なるため、重い元素ほど明るくなる化学組成像の特徴も合わせ持っています。



写真1 エネルギー分散型X線分析装置(EDS)を付設する走査電子顕微鏡装置(SEM)  
日本電子製 JSM-IT200(LA)

### 1. 電子線プローブX線マイクロアナライザー(Electron probe X-ray Microanalyser; EPMA)の種類

本装置は、直径数 $\mu\text{m}$ に絞った電子線(electron probe)を試料に照射し、そこから発生するX線を用いて化学組成を分析します。各元素に固有のX線スペクトルは、波長ごとに検出する波長分散型と、エネルギーごとに検出するエネルギー分散型の二つのタイプがありますが、当組合の装置は後者のエネルギー分散型X線分析装置(Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)であり、走査電子顕微鏡装置(Scanning Electron Microscope; SEM)に付設されています(写真1)。エネルギー分散型装置は、波長分散型装置に比べX線の分解能と定量分析精度が劣るとされていますが、最近のエネルギー分散型装置は、検出器やX線スペクトルの解析ソフトウェアの性能が向上しており、主要元素組成の分析においては、波長分散型に匹敵する高精度分析結果が得られます。

## 2. SEM-EDSによる分析例

本装置は、微小部化学分析を目的としており、主に岩石中の鉱物分析に用いられてきました。岩石・鉱物を鑑定する方法として、厚さ0.02mm程度の薄片を用いた偏光顕微鏡観察が行われますが、この薄片試料を用いてSEM-EDS分析を行うことが可能です。ただし前処理として、薄片試料の表面は鏡面研磨し、電子線が照射される部分の導電性を得るために炭素蒸着を施します。

これまで当組合で扱った分析業務のいくつかを紹介します。

- ・粘土鉱物の高倍率観察と化学組成（図1）；粉体試料を用い、高倍率観察による結晶形態と主な元素同定から、粘土鉱物の種類を同定します。

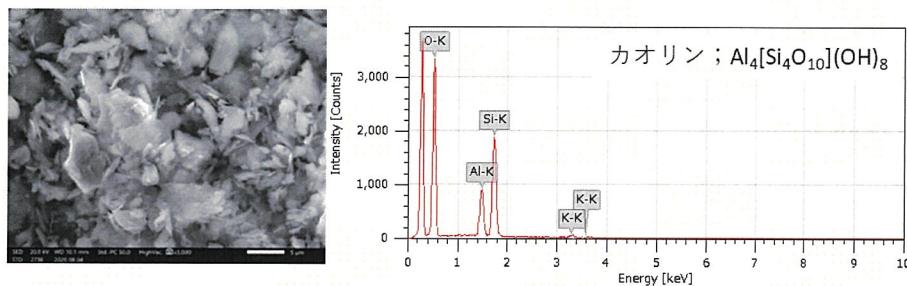


図1 粘土鉱物の電子顕微鏡写真とX線スペクトル

二次電子像（倍率×3,000；左）は、板状の結晶構造を示し、化学組成（右）は、Si, Al, Oを主成分とすることから、カオリン（理想化学式  $\text{Al}_4[\text{Si}_4\text{O}_{10}](\text{OH})_8$ ）に同定される。

- ・鉄バクテリアの元素マッピング（図2）；析出物の同定を目的として、試料の高倍率観察と元素マッピングによって、FeとOを主成分とする鉄バクテリアであることが判明しました。

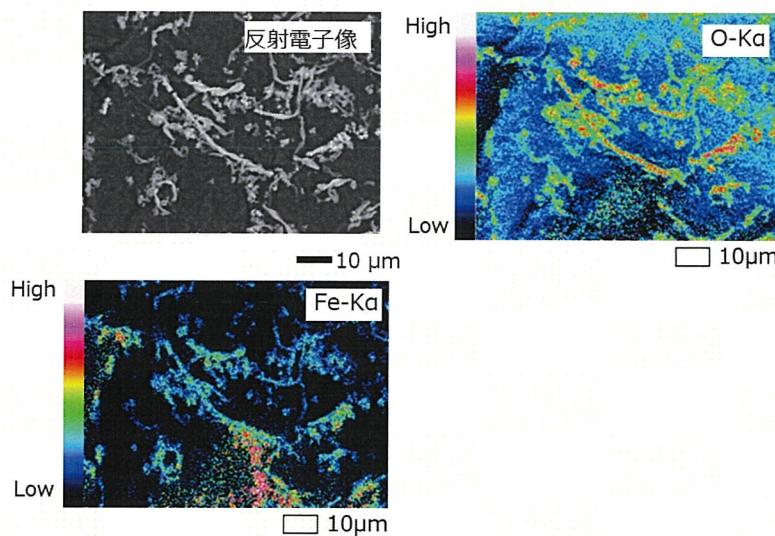


図2 鉄バクテリアの電子顕微鏡写真と元素マッピング

反射電子像（倍率×1,500）から、ひも状の形態を示し、元素マッピングから、FeとOからなる鉄バクテリア（ガリオネラ）に同定される。

・火山灰の化学組成分析;火山灰中の火山ガラスの化学組成分析によって、火山灰の噴出起源と噴出年代の推定を行います。2018年に起った北海道胆振東部地震では、激しい地震動にともない表層火山灰層の斜面崩壊が発生し甚大な被害を受けました。当組合では、震源地周辺に広がる火山灰層の化学組成分析を実施し、斜面崩壊を引き起こした樽前火山や恵庭火山を起源とする火山灰層の同定を行いました。表1は、当組合の化学組成分析の正確度を示す例として、標準ガラスとして用いられるAT(姶良Tn火山灰)の分析結果を示します(表1)。

表1 標準ガラス AT(姶良Tn火山灰)のEDS分析値

	AT(SRC) <sup>*1</sup>	AT <sup>*2</sup>	AT <sup>*3</sup>
(重量%)			
SiO <sub>2</sub> /二酸化ケイ素	77.71	77.87	78.80
TiO <sub>2</sub> /二酸化チタン	0.18		0.15
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /酸化アルミニウム	12.19	12.43	12.29
FeO*/酸化鉄(II)	1.32	1.34	1.26
MnO/酸化マンガン	0.10		0.08
MgO/酸化マグネシウム	0.20		0.08
CaO/酸化カルシウム	1.32	1.14	1.04
Na <sub>2</sub> O/酸化ナトリウム	3.70	3.44	3.31
K <sub>2</sub> O/酸化カリウム	3.54	3.25	3.00
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> /五酸化二リン	0.08		

\*全Fe量をFeOとして計算した値。

\*1 当組合 分析個数7点の平均値

\*2 Suzuki et al. (2014)

\*3 長橋ほか(2003)

・硫化鉱物の形態と微量元素の含有挙動(図3、4);自形性黄鉄鉱とフランボイダル黄鉄鉱の結晶構造とヒ素などの元素の濃度比較

・コンクリートの劣化現象の検証;コンクリートに生じるひび割れの要因の一つであるアルカリ骨材反応(アルカリシリカ反応, アルカリ珪酸塩反応, アルカリ炭酸塩反応)で生成されるアルカリシリカゲルは、吸水膨張してひび割れを増大させるため、その抑制対策が必要となります。そのため割れ目充填物質がアルカリシリカゲルかどうかを判定するためにSEM-EDSによる化学分析が有効となります。

SEM-EDS分析による組成分析について、より一層のご利用をお待ちしております。

### 文献

長橋良隆・吉田武義・中井聰子・奥平敬元(2003)XRF分析との比較によるテフラガラス片のEDS分析結果の評価と補正. 第四紀研究, 42, 265-277.

Suzuki T., Kasahara A., Nishizawa F. and Saito H. (2014) Chemical characterization of volcanic glass shards by Energy Dispersive X-ray Spectrometry with EDAX Genesis Apex2 and JEOL JSM-6390. Geographical Reports of Tokyo Metropolitan University, 49, 1-12.

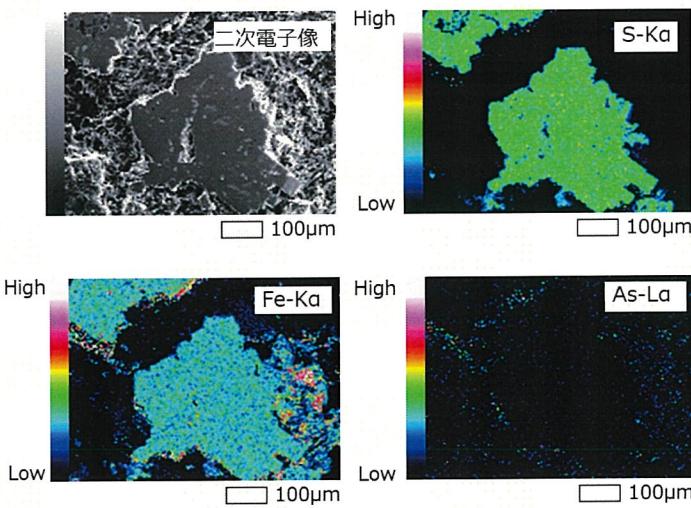


図3 黄鉄鉱（自形性結晶）の電子顕微鏡写真と元素マッピング

(倍率×130)

二次電子像から、自形性に近い結晶形を示し、元素マッピングから、FeとSからなる黄鉄鉱 ( $FeS_2$ )に同定される。ヒ素 (As)は黄鉄鉱の外側に濃集している。

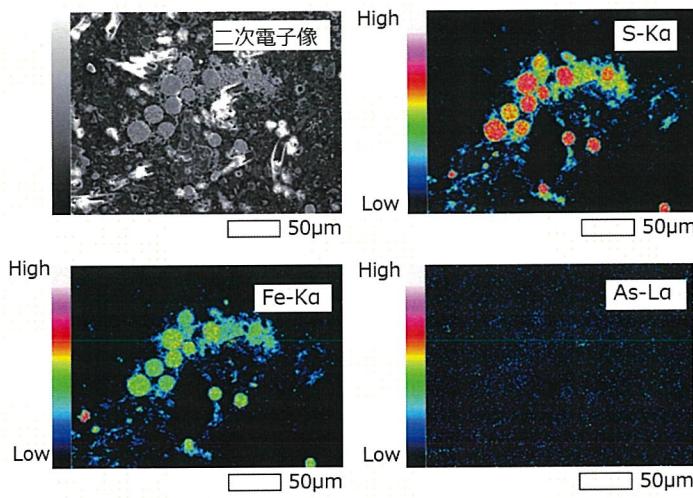


図4 フランボイダル黄鉄鉱の電子顕微鏡写真と元素マッピング

(倍率×500)

フランボイダル（木苺状）組織を示す黄鉄鉱は、元素マッピングから、ヒ素 (As)を含むことがわかる。

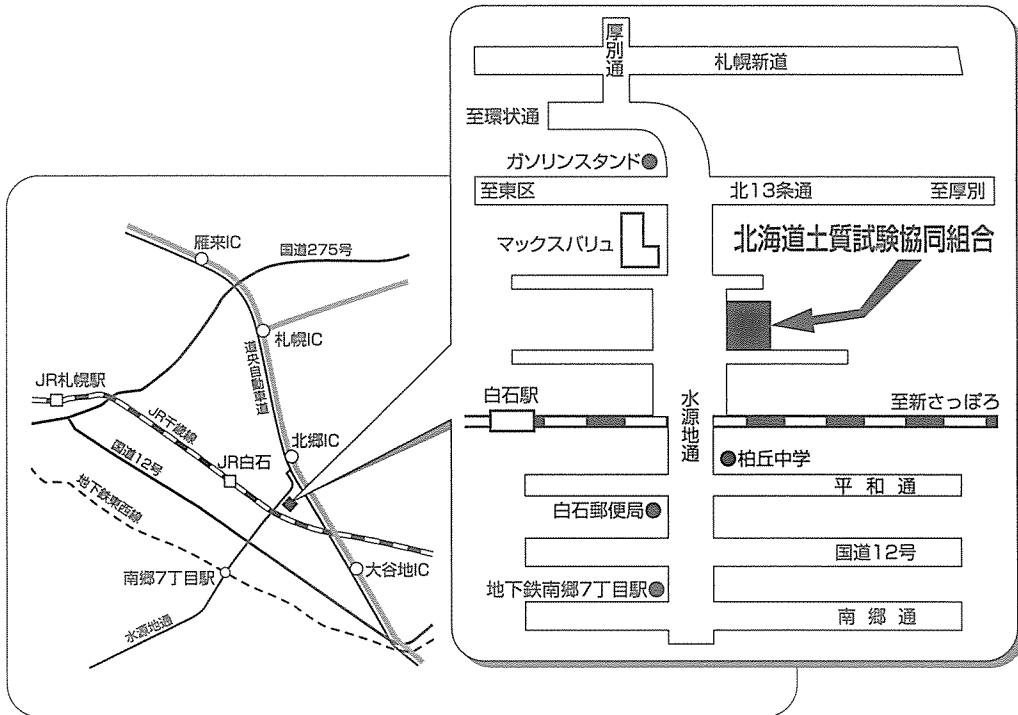
## 令和5年度（第58期）通常総会議事録

北海道土質試験協同組合

1. 総会招集年月日 令和5年5月15日（月）
2. 開催年月日 令和5年5月31日（水）午後4時より
3. 開催場所 ニューオータニイン札幌  
(札幌市中央区北2条西1丁目1-1)
4. 組合員数及び出席者数  
並びにその出席方法  
(1) 組合員数 47人  
(2) 出席者数 47人(本人出席21人、代理人出席15人、委任状出席11人)
5. 議長の氏名 阿部 哲男（中央開発 株式会社 札幌支店）
6. 議事経過の要領及び  
そ の 結 果
  - ・第1号議案 令和4年度事業報告、決算報告及び剰余金処分（案）について承認を求める件
  - ・第2号議案 令和4年度事業利用分量歩戻（案）及び増資（案）について承認を求める件  
議長は第1号議案と第2号議案は関連性が高いので併合審議することを説明し、当期（自 令和4年4月1日 至 令和5年3月31日）における事業の経緯を事務局に説明させたうえ、上山弘 監事（上山試錐工業株式会社）に監査の結果報告を求めた。よって、同氏より監査の結果その処理は適正であった旨報告があり、これを議場に諮ったところ満場異議なく原案どおり承認された。
  - ・第3号議案 令和5年度事業計画（案）及び収支予算（案）について承認を求める件  
議長は第3号議案を付議し、事務局に説明させたうえ、意見を求めたところ満場異議なく原案どおり承認された。
  - ・第4号議案 令和元年度組合借入金の最高限度額について承認を求める件  
議長は第4号議案を付議し、事務局により本年度の組合借入金残高の最高限度額について、これを議場に諮ったところ満場異議なく原案どおり承認された。
  - ・第5号議案 令和5年度役員報酬案（限度額）について承認を求める件  
議長は第5号議案を付議し、事務局により本年度の役員報酬について、これを議場に諮ったところ満場異議なく原案どおり承認された。



舟田理事長挨拶



### ① 高速道路を利用した場合

旭川方面から 札幌IC出口より 約10分

小樽方面から 大谷地IC出口より 約10分

室蘭方面から 札幌南IC出口より 約15分・北郷IC出口より 約8分

### ② 国道を利用した場合

旭川方面から 国道12号から水源地通りを右折

小樽方面から 札幌新道(国道274号)から厚別通りを右折し水源地通りを左折

室蘭方面から 国道36号から水源地通りを右折

### ③ 公共交通機関を利用した場合

JRを利用した場合 JR白石駅下車、徒歩約15分

地下鉄を利用した場合 市営地下鉄東西線、南郷7丁目駅下車、徒歩25分

又は、北海道中央バス(白25番)に乗り継ぎ、北郷2条8丁目下車

**●発行所**  
**北海道土質試験協同組合**

〒003-0831 札幌市白石区北郷1条8丁目3番1号  
TEL 011-873-9895 (代表)  
FAX 011-873-9890 (総務部)  
FAX 011-874-1910 (技術部)  
ホームページアドレス <http://www/src.or.jp/>  
地質調査業者登録  
土壤汚染指定調査機関登録  
ISO/IEC17025:2005認定登録

**●発行日**  
第401号 令和5年7月15日

**●編集責任者**

折 笠 章

**●印 刷**

株エーシーピー T E L 231-7575

