

# 温度変化法による鉱物・ガラスの屈折率測定方法

遠藤 秀典 (環境地質部)  
Hidenori ENDO

地層中のテフラは 同一時間面を指示する鍵層として 正確な地層対比のため極めて利用価値が高いものです。テフラ中の鉱物・ガラスの屈折率頻度分布の特徴は テフラの対比・同定に極めて有効な迅速に測定できる指標の一つです。ここでは鉱物・ガラスの屈折率を測定する方法の一つとして 位相差偏光顕微鏡を用いた温度変化法による測定方法について紹介します。

この装置の信頼性を確かめるために行った EPMA 分析の結果を屈折率測定結果と比較すると共に EPMA 分析の方法についてもあわせて紹介します。

わが国の第四紀層中にはテフラが豊富に含まれますが豊富なために類似したものも多く 正確な同定を困難としている場合があります。堆積環境や 風化の様式が著しく異なっているために 野外観察結果からだけでは精度の高い同定が不可能なことがあります。またボーリングコア中のテフラを地表のテフラと対比する際 肉眼での観察事項のみでは不十分なことがあります。このため より高精度にテフラ層を対比・同定するには 詳細な野外調査が基本となるのは言うまでもありませんが あわせて室内作業によって得られる様々の指標を用いる必要があります。鉱物組成や重鉱物個数比などの岩石記載的方法が用いられるほか 鉱物・ガラスの形態光学性 あるいは主成分比 微量成分含有量等と共に 鉱物・ガラスの屈折率が指標として用いられています。

新井 (1972) によって全国の主要なテフラのおもに斜方輝石の屈折率 ( $\gamma$ ) が測定されたのを始めとし 吉川

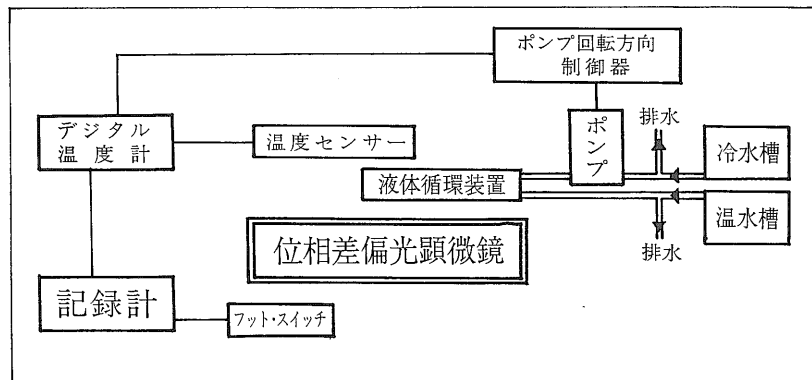
(1976) 春日井ほか (1980) 等によって鉱物・ガラスの屈折率の特徴が 各テフラの指標として極めて有効であることが既に明らかにされています。マグマの諸性質や生成条件を反映し 同一種類の鉱物でもテフラによって構成成分比が異なっており この違いによって屈折率頻度分布の特徴もそれぞれ異なっています。

沖積統・洪積統の地質学的研究を進めるに当り ボーリングコア中のテフラを対比・同定するため また担当している姉崎図幅地域において 火山灰層の対比を正確に行うため この測定装置を作成しました。この屈折率測定方法及び装置の作成については 北海道教育大学札幌分校の春日井 昭教授に御指導を願いました。また地質部の佐藤博之技官には EPMA 分析を行っていただくと共に この研究を進めるに当って多くの御教示をいただきました。これらの方に厚く御礼申しあげます。

## 測定装置

温度変化法は 鉱物・ガラスなどの固体の屈折率が温度の変化に対してほとんど変化しないの比べて 液体の屈折率は大きく変化することを利用した測定法です。

屈折率測定に用いる液体即ち浸液には 屈折率変化率が  $0.00045 \sim 0.00068$  ( $^{\circ}\text{C}$ ) 程度のものを使用します。浸液法が屈折率の少しづつ異なる浸液シリーズを用意し 浸液をとりかえることによって測定する方法であるのに対し温度変化法では 浸液の温度を  $15 \sim 20^{\circ}\text{C}$  の幅で変化させることによって 多くの場合 2 浸液で屈折率の上



第1図  
測定装置構成図  
測定は位相差偏光顕微鏡のステージ上に液体循環装置をとりつけ その中央に温度センサーを埋め込んだスライドガラスをのせることによって行う (写真3)。なお冷水槽には水を用い マグネチックスターラによってかく拌し 一定水温の冷水を得ている。

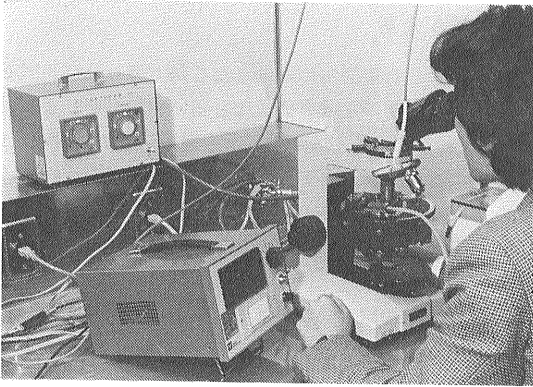


写真1 測定装置の主要部分

右から ポンプ 位相差偏光顕微鏡 デジタル温度計及びポンプ回転方向制御器。冷水槽及び温水槽は隣室にありチューブで結んでいる。液体循環装置への流入水温はそれぞれ約16°Cおよび43°C。測定室は室温 $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$  湿度約50%で一定に保たれている。

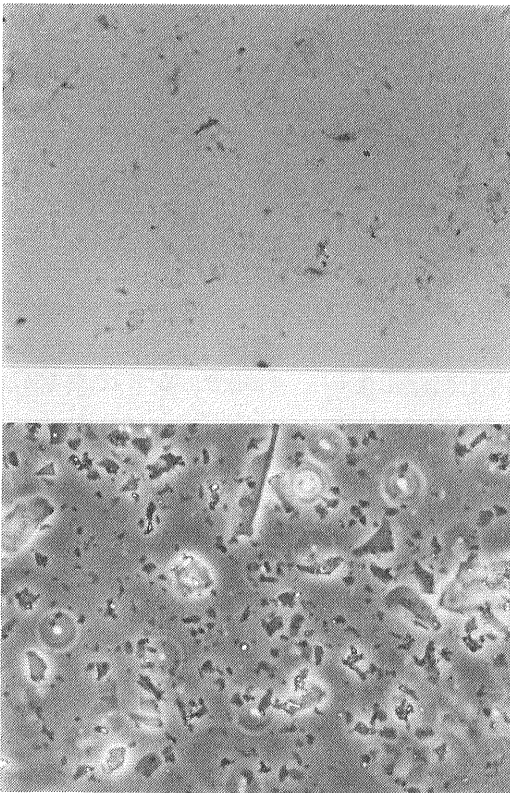


写真2 一般透過観察と位相差観察

一般透過観察（上）と位相差観察（下）によって同じサンプルの同一位置を撮影倍率200倍で撮影。位相差対物レンズは Nikon BM。粒子は標準ガラスで屈折率1.70095。浸液は1.705。この程度の屈折率の差がある場合位相差観察では粒子を明確に認別できるのに対して一般透過観察ではかなり困難である。

限から下限までの測定が可能となり また屈折率の連続的な値が測定されます。

測定装置は 浸液と測定粒子（この場合鉱物・ガラスの細片）との屈折率の異同を観察するための位相差偏光顕微鏡 顕微鏡のステージ上の浸液の温度を周期的に変化させるための冷・温水循環系 および温度を測定し記録する温度記録系からなっています（第1図及び写真1）。

位相差偏光顕微鏡は 対物レンズ及びコンデンサーを位相差観察用のものに取替えた偏光顕微鏡です。浸液と測定粒子との屈折率の異同の観察には 普通の偏光顕微鏡によるバック線法が多く用いられますが この方法では屈折率 $\pm 0.003$ 程度の誤差が見込まれるのに対し位相差観察によると $\pm 0.001$ 以内の精度で屈折率の異同を判定することができます（写真2）。光源には金属干渉フィルタを装着し D光（波長 $589\text{m}\mu$ ）に近い単色光が得られるようにします。

冷・温水循環系は 冷水槽 温水槽 ポンプ及びステージ上の液体循環装置（写真3）をチューブで結んだものからなっています。ポンプの回転方向を反転させることによって冷水と温水を交互に液体循環装置に流し 浸液の温度を連続的に変化させます。ポンプ回転方向制御器をポンプと温度計とに接続することによって一定の温度で自動的にポンプの回転方向が制御できるようにしてあります。

温度記録系は スライドガラスに埋め込んだ温度センサー（径 $1.5\text{mm}$  精度 $0.1^\circ\text{C}$ ）によって温度を測定し記録紙に記録します。記録計につけたフットスイッチによって測定時刻をマークできるようにします。

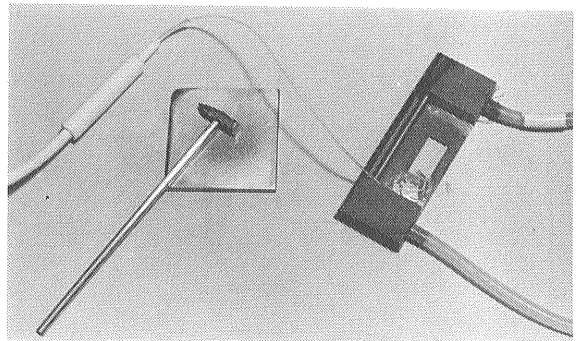


写真3 液体循環装置

顕微鏡のステージ上から取りはずした 液体循環装置（右）中央部に温度センサーを埋めこんだスライドガラス（左下部の白い線の先に埋められている）がのっている。測定はこのスライドガラス中央部に浸液をおとして行う。スライドガラスは岩石用の大きさで厚さ $0.7\text{mm}$  センサーの精度は $0.1^\circ\text{C}$ 。左は粉碎用のステンレス製小板とげんとう。

## 測定方法

測定粒子を選別するまでの試料の調製方法は 重鉱物分析の場合と同様です。ここで注意することは 混入物を除去するのはもちろんですが 特に鉱物・ガラスの表面の粘土鉱物・付着物を水洗を良く行い取り除くことです。水洗後乾燥した試料から 径1/2~1/4mmの目的の鉱物・ガラスを多くひろい出します。この粒をステンレス製の小板上で 小げんのうを用いて押しつぶすように粉碎します(写真3)。次にこの細片を耳かき1杯程度スライドガラス上にとり 浸液とよく混ぜた後 顕微鏡ステージ上の温度センサーのついたスライドガラス上におとし カバーガラスをかけます。冷・温水循環系によって周期的に変化している温度を記録紙に記録しながら 測定ガラス あるいは鉱物細片の特定の光学的方位の屈折率と浸液の屈折率との異同を観察し 両者が等しくなった瞬間を フットスイッチによって記録紙に打点します。この温度範囲で測定できない細片の数も記録しておきます。浸液はアッペ屈折計によってここに用いる冷・温水循環装置及び温度記録装置を用いて温度と屈折率の関係を測定しておきます。さらに標準ガラス(屈折率が他の方法によって高精度に測定された均一なガラスの細片)を用いて顕微鏡のステージ上で測定温度と屈折率との関係が再現されていることを確認します。なお浸液に混合液を使用する場合には 測定時間が長びくと揮発量の差によって屈折率が変化することがあります。特にカバーガラスの周辺部は変化が生じ易いため注意が必要です。測定時間は角閃石の場合が比較的長く 100個で約15分を要します。

## EPMA分析

しばしば屈折率測定の対象となる斜方輝石及び角閃石の屈折率は その主成分構成比と強い相関があります。EMPA分析による主成分含有量と屈折率とは指標として互いに類似した結果が得られ これら両者を比較することによってこの方法の信頼性も確かめることが出来ます。既に春日井ほか(1980)によって テフラの斜方輝石の屈折率( $\gamma$ )と EPMA 分析結果との比較が行われています。EPMA分析による火砕流堆積物の対比が 荒牧・宇井(1976)によって行われ 曾屋・佐藤(1980)は支笏カルデラの活動史を EPMA 分析によって追求しています。

ここでこの二つの測定方法を比較するため EPMA 分析用の試料の調製方法を紹介します。

EPMA 分析には測定試料の研磨片が必要です。しかしテフラ中の鉱物は細粒であること また研磨作業には大きな労力が費やされるため つぎのような工夫をして迅速に作成できる方法を用いています。屈折率測定の場合と同様によく水洗を行った後 ガラスから鉱物を分離します。この試料をエポキシ系樹脂に混ぜ スライドガラスの大きさの石膏板上に並べられた7×4mmの12のくぼみに埋めこみます。一昼夜放置し よく固結した後スライドガラスに密着した試料を石膏板からはがしとり研磨します。このようにして一枚のスライドガラスで12の試料の研磨片を作成できます。研磨後写真撮影を行い(写真4)光学顕微鏡によって測定を行う鉱物の位置を観察します。その位置に基づいて EPMA 分

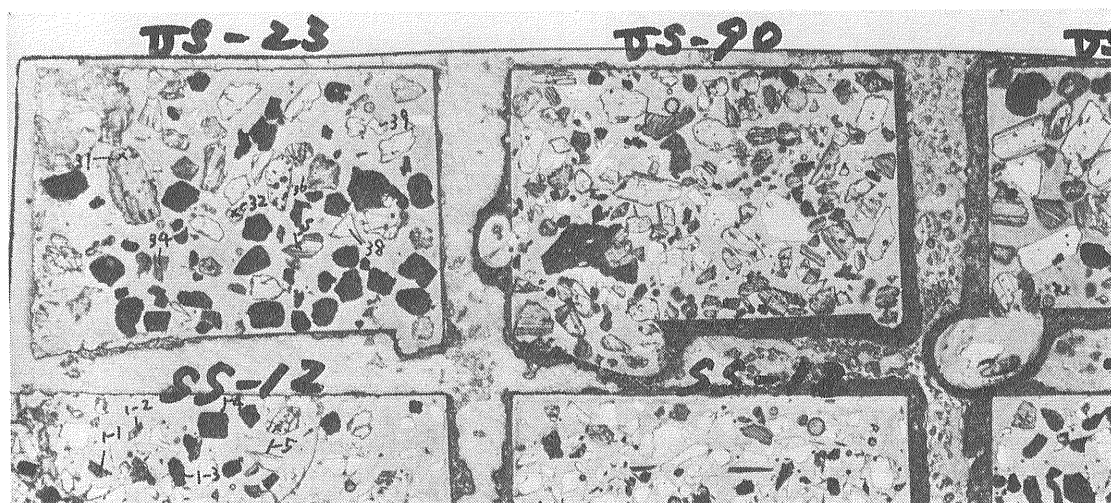


写真4 EPMA分析用研磨片 VS-23が今回測定したA VS-90がB それぞれの大きさはほぼ7×4mm。石膏板にこの大きさのくぼみを作り 試料を埋め込むことによって同時に12の試料の研磨片を作成できる。

第1表 斜方輝石の Content profile の1例

NO.	X	Y	Z	Ca	Fe	Mg
11220	18872	20.0	1.4	15.4	2	2
11224	18880	20.7	1.3	15.3	2	2
11229	18889	20.3	1.4	15.8	2	2
11234	18898	21.4	1.4	15.3	2	2
11238	18907	21.0	1.4	15.5	2	2
11243	18915	20.5	1.4	15.4	2	2
11248	18924	21.2	1.4	15.6	2	2
11252	18933	20.4	1.3	15.5	2	2
11257	18942	20.6	1.4	15.7	2	2
11262	18950	20.7	1.3	15.2	2	2
11267	18959	20.7	1.5	15.2	2	2
11271	18968	20.2	1.4	15.9	2	2
11276	18977	21.0	1.4	15.4	2	2
11281	18985	21.3	1.3	15.1	2	2
11285	18994	20.1	1.5	14.1	2	2
11290	19003	21.3	1.4	14.9	2	2
11293	19012	21.6	1.4	14.9	2	2
11300	19020	21.4	1.3	14.9	2	2
11304	19029	21.9	1.3	14.9	2	2
11309	19038	21.7	1.3	14.6	2	2
11314	19047	21.7	1.4	15.1	2	2
11318	19055	21.3	1.4	14.6	2	2
11323	19064	21.6	1.3	15.0	2	2
11328	19073	21.1	1.4	14.9	2	2
11333	19082	21.2	1.3	15.3	2	2
11337	19091	21.2	1.4	14.6	2	2
11342	19099	20.9	1.4	15.2	2	2
11347	19108	20.4	1.3	14.7	2	2
11351	19117	21.1	1.4	15.0	2	2
11356	19126	21.2	1.4	15.1	2	2
11361	19134	21.1	1.4	15.0	2	2
11366	19143	20.4	1.4	14.7	2	2
11370	19152	20.7	1.4	15.0	2	2
11375	19161	20.1	1.3	15.2	2	2
11380	19169	21.1	1.3	15.3	2	2
11384	19178	20.3	1.3	15.1	2	2
11389	19187	20.5	1.4	14.2	2	2
11394	19196	20.9	1.4	15.1	2	2
11399	19204	21.4	1.3	15.2	2	2
11403	19213	21.1	1.2	14.7	2	2
11408	19222	21.0	1.2	15.1	2	2
11413	19231	20.9	1.3	14.7	2	2
11417	19239	21.1	1.2	14.8	2	2

JOB: D STD=0/UNK, NO: 0 ELEMENT: 0

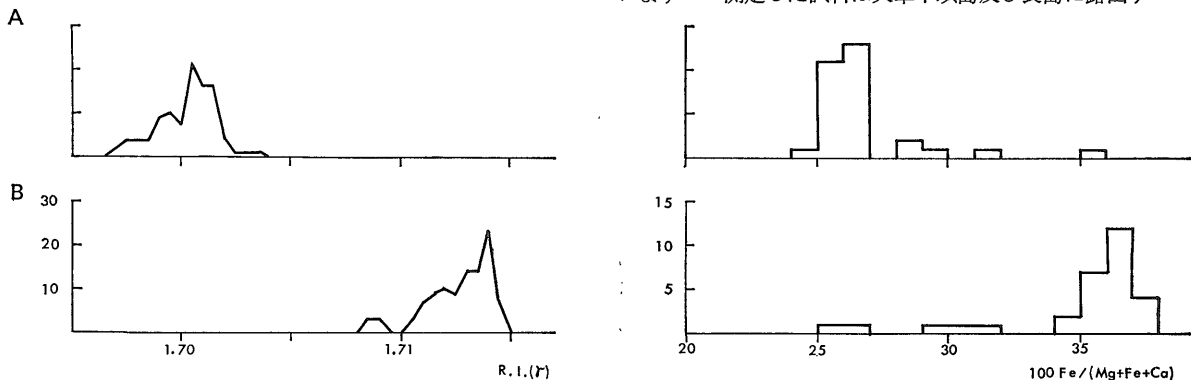
1粒の斜方輝石を横断し 10μm 間隔で分析した結果. このプロファイルは定量全分析結果から得られる検量線によって補正する(奥村・曾屋:1976). なお測定はコンピュータコントロールした EPMA (日本電子製 IXA-5A 型 取り出し角40°) を使用. 測定条件は加速電圧 15KV 試料電流はペリクレス上で 0.02~0.03μA. ビーム径 1~3 μm である. 補正計算は BENCE and ALBEE(1968)の方法で行い NAKAMURA and KUSHIRO(1970)の α 値を用い 1回10秒のカウントを3回くり返した.

析を行います (第1表).

測定結果

なお測定には 研摩片作成及び写真撮影に 1~3 日 EPMA 分析に 1 試料30粒で 順調に行われて 2 試料で一日かかります.

第2図に斜方輝石の屈折率(γ)及びEPMA による Fe/(Mg+Fe+Ca) を測定した結果を示してあります. この二つの頻度分布の傾向が共に非常に似たものとなっています. 測定した試料は天草下須島及び長島に露出す



第2図 屈折率及び Fe 比の頻度分布図

屈折率測定個数は A が 101 B が 103 個 Fe 比は共に 30 粒測定. 頻度分布の傾向が共に類似している.

る溶結凝灰岩についてであり Aは長島 Bは下須島のものです。

斜方輝石の屈折率( $\gamma$ )は主としてMgとFeの含有比に関連しています。第3図は DEER ほか (1963) の斜方輝石の光学性及び化学組成の測定値に基いて作成した図です。屈折率( $\gamma$ )と  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  との強い相関関係が示されています。ここに示した  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  値に対する屈折率( $\gamma$ )の回帰直線に対して個々の屈折率( $\gamma$ )測定値は  $\pm 0.0065$  の範囲に分布し  $\pm 0.004$  程度の範囲に多く分布しています。

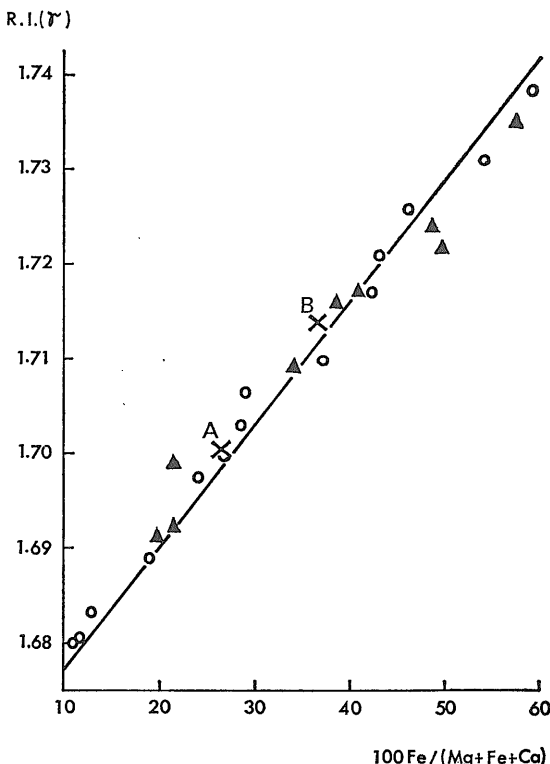
つまり  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  から屈折率( $\gamma$ )を推定すると  $\pm 0.004$  程度の誤差を見込まなければならないことが分かります。また逆に屈折率( $\gamma$ )から  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  を推定する場合  $\pm 3\%$  の誤差が見込まれることが示されています。

今回の測定結果では  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  の最頻値による推定値と比較して屈折率( $\gamma$ )の最頻値は A で 0.002 B で 0.0025 程高くなっています (第3図の×印)。

これらのばらつきは主としてCa, Mn, Alの含有量の差に基づくと考えられます。しかし今回 Mn, Alの含有量については大部分の粒について測定していません。なおAの試料についていくつか測定した結果によると Mn, Alの含有量は平均的な値です。一方Ca/(Mg+Fe+Ca)は二つの試料共幾分大きな値となっています。つまりAは2.3~3.2の範囲で最頻値が2.85 Bはそれぞれほぼ2.4~3.0 2.75でありこのために屈折率がやや大きくなっているとも考えられます。

屈折率から鉱物の成分比を推定する場合ある程度の誤差が見込まれます。しかし対比・同定のための指標として用いる場合この二つの測定値によって得られるテフラの特徴は共通した傾向を示すものとなつてと言えます。注意深く行うことによりこの装置で  $\pm 0.001$  以内の精度で屈折率を測定できます。今回の比較によってもこの方法で屈折率頻度分布の特徴が充分信頼できる精度で測定されていることが確認されました。

EPMA 分析はどこでも行えるものでなく試料の準備が整った後でも一日に2試料の測定しかできないのに対し屈折率は1回の測定を約15分以内に迅速に行うことができます。さらに測定装置もはるかに安価に作成できることから今後 鉱物・ガラスの屈折率測定値がテフラの指標として多方向で活用されていくと思われま



第3図 斜方輝石の屈折率とFe比の相関図  
DEER ほか(1963)に掲載された火成岩(○印)及び変成岩(△印)の斜方輝石の化学分析値と屈折率によって作成した。×印が今回の測定結果。直線は同資料から得られる  $100 \text{ Fe}/(\text{Mg}+\text{Fe}+\text{Ca})$  に対する屈折率の回帰直線。

参考文献

- 1) 新井房夫(1972)：斜方輝石・角閃石の屈折率によるテフラの同定。第四紀研究 11 151—182
- 2) 荒牧重雄・宇井忠英(1976)：南九州の火砕流堆積物。地震研究所彙報 51 151—182
- 3) DEER, W. A., HOWIE, R. A. and ZUSSMANN, J. (1963) Rock-Forming Minerals, 2, Longmans.
- 4) 春日井昭ほか(1980)：南部石狩低地帯の後期更新世のテフラ—斜方輝石の屈折率とMg-Feとの比較研究—地球科学 34 1 1—15
- 5) 奥村公男・曾谷龍典(1976)：自動 EPMA による珪酸塩の定量分析。鉱物学雑誌 12 116—124
- 6) 奥村公男ほか(1979)：有珠火山末期活動噴出物の斑晶の累帯構造。MAGMA 55 10—16
- 7) 曾屋龍典・佐藤博之(1980)「千歳地域の地質」説明書
- 8) 末野悌六(1964)：標準硝子による屈折率測定の新装置。鉱物学雑誌 6 5 330—337
- 9) 吉川周作(1976)：大阪層群の火山灰層について。地質学雑誌 82 8 497—515