鉱物の分析・解析のコツと勘どころ

イオンビームによる造岩鉱物の透過電顕観察試料作製法

小西博巳*・赤井純治**

Specimen Preparation of Rock Forming Minerals by Using Ion Beam for TEM Observation

Hiromi KONISHI* and Junji AKAI**

Abstract: Ion thinner is a useful tool for specimen preparation of rock forming minerals for electron microscopy. This paper describes the principle and procedure of ion thinning, and some preparing techniques for ion thinning.

1. はじめに

高分解能電子顕微鏡法による鉱物の格子像の観察は、1960年代に始まり、1970年代に入ってBuseckと飯島により珪酸塩鉱物の格子像が示された頃から、鉱物学者の高分解能電子顕微鏡法への関心が高くなり、その後急速に高分解能電子顕微鏡法による研究が増える^{2,3,4)}。技術的背景としては、電子顕微鏡の分解能の向上と、試料作製技術の発達があった。鉱物の粉末を支持膜上に分散させれば、電子顕微鏡観察が可能である。しかし、鉱物の多くは癖開を持つために、観察したい方位を電子顕微鏡の光軸に合わせる事が難しい場合が多い。ここで紹介するイオンシンニング法(Ion Thinning またはIon Milling)により、はじめて多くの鉱物において任意の方位の薄膜を作製することが可能となった。イオンシンニング法が試料作製技術として確立することが、高分解能電子顕微鏡法が鉱物学に普及するためにきわめて重要であった^{5,6)}。

現在では、イオンシンニング法は鉱物学分野において最も汎用的な試料作製技術となっている。

2. イオンシンニング法以外の試料作製技術

はじめに、イオンシンニング法以外の試料作製技術を紹介する。高分解能で鉱物を電子顕微鏡観察するためには、その厚さを数10nm以下にする必要がある。一般的な試料作製技術をより詳しく知りたい場合は、電子顕微鏡学の教科書(例えば文献^{7,8,9,10)}が参考になる。

粉碎法；

蒸留水やイソプロピルアルコールとともに2枚のスライドガラスに挟むなどして粉碎して得られた鉱物片の分散液を、支持膜の貼り付けられた直径3mm厚さ15 μ mのグリッド(一般的にはCuのグリッドを利用するが、他にMoやナイロンのものがある)に載せ、乾燥させて見る方法がある。鉱物片のエッジの部分を観察する。この方法により、イオンシンニング法で得られるよりも薄い部分が得られる場合がある。しかし、多くの鉱物は劈開などにより特定の方向に割れやすく、この方法では必ずしも観察したい方位から観察できる訳ではない。また、観察領域もエッジの部分に限られる。支持膜には、プラスチック製マイクログリッド(数10~数100nmの孔径を持つ網状のプラスチック膜)やカーボン膜を用いる。高分解能で観察することが目的でない場合は、簡単に作製できる

1999年1月13日受理

* 日本大学文理学部物理学教室
Dept. of Physics, College of Humanities and Sciences,
Nihon University, Sakurajosui 3-25-40, Setagaya-ku,
Tokyo 156-8556

** 新潟大学理学部地質科学教室
Dept. of Geology, Faculty of Science, Niigata University,
Ikarashi, Niigata 950-2181

トリアセチルセルロース(TAC)膜, ホルムバール膜, コロジオン膜などを用いることもある。いずれの支持膜も, カーボンで補強して使用する。使用前に, グロー放電により親水化処理すると, 試料液が支持膜になじみやすい。イオンスプッターを使用するか, それがなければ, 蒸着装置の電極にガイスラー管の放電などに使われているネオントランスをつなぎ高電圧を印加すると, ロータリーポンプの真空レベル(0.1 Torr程度)でグロー放電が得られる。

ウルトラマイクロトーム法

ウルトラマイクロトーム法は, エポキシ系樹脂に包埋された試料を専用の装置に固定されたダイヤモンドナイフでスライスする試料作製法である。従来医学・生物学分野での試料作製に用いられてきた。粘土鉱物, アスベストなどの繊維状鉱物, 金属やGaAsにおいて, 二次元格子像観察ができるほどの試料作製に成功している^{11, 12, 13}。ダイヤモンドナイフで切断する時に, アーティファクトが生じる場合がある。ウルトラマイクロトーム法による粘土鉱物の試料作製法については, 村上・小暮(1998)の解説に詳しい¹⁴。

電解研摩法

電解研摩法とは, 導電性のある結晶を電解溶液中に浸し, 電流を流すことによって結晶を溶解して薄くする方法である。薄化したい結晶を陽極とし, 白金などを陰極として電解液中で直流電圧をかける。しかし, 造岩鉱物の多くは導電性がないため, この方法は使えない場合が多い。

FIB加工法

近年, 集束イオンビーム(Focused Ion Beam, 以下FIB)加工法による試料作製が半導体分野などで行われるようになってきた。高い加速電圧(30kV)で加速されたGaイオンビームのスパッタリングにより結晶を薄膜にする。この方法は装置が高価であることもありまだまだ一般的な手法とはなっていないが鉱物学分野への応用が期待される。この方法による試料作製例を, 後の節で紹介する。

3. イオンシニング装置の基本的原理と装置の構成

加速された粒子が固体表面に衝突したとき, 運動量の交換によって固体を構成する原子が空間へたたき出される(スパッタリング現象)。イオンシニング法とは, スパッタリング現象を利用した試料作製技術である。あらかじめ機械的に研磨して薄くした試料(～50μm)にイオンビームを照射して試料の中央部に穴をあけると, 穴の周辺に厚さ数10nmの薄い領域が得られる。イオンシ

Fig. 1. Schematic diagram of an ion-beam thinning device.

ニング法では, 加速粒子として Ar^+ を使うことが多い。Fig. 1に冷陰極型イオン銃を持つイオンシニング装置の概略図を示した。冷陰極型イオン銃ではカソードをアースしアノードに高電圧(～10kV)をかける。両者の間にアルゴンガスを注入してグロー放電を起こし, Ar^+ を発生させる。発生した Ar^+ はカソードに引っ張られてカソードの穴から放出される。加速電圧, イオンソース電流, イオンビーム照射角度(本論ではビームと試料面の間の角度を照射角度とする)が試料の削れ方を決める条件となる。 Ar^+ はカソードに衝突すると電子と再結合してアトムとなるので, イオンシニングに実際に用いられているビームはイオンビーム, イオンとアトムの混合したビーム, またはアトムビームである。イオンとアトムの比率は, カソードの形状により決まる。また, 試料に電圧をかけることにより試料に照射されるイオンとアトムの比率を変えることができる。

イオンシニング装置は, いくつかの会社で製品化されている。TECHNOORG LINDA IV3(冷陰極Steigerwald型イオン銃)*¹, GATAN Dual Mill 650(ホローカソード型イオン銃), GATAN PIPS(ペニング型イオン銃), ION TECH 806(冷陰極サドルフィールド型イオン銃)*², BALZERS RES010(冷陰極Steigerwald型イオン銃), VCR XLA-2000(冷陰極サドルフィールド型イオン銃)などが

*¹ 冷陰極Steigerwald型イオン銃によるイオンシニング装置は, ハンガリー応用物理学研究所のA. Barna博士が開発したものをTECHNOORG LINDA社が製品化した。それを日本フィジテック(株)が輸入販売している。多くは排気系と一体型のものであるが, TECHNOORG LINDA IV3は手持ちの排気系(たとえば蒸着装置など)にチャンバーを載せるベースを作るなどの簡単な加工をしてチャンバー, イオン銃をとりつけることができる。

*² 盟和商事(株)はION TECH 806を輸入販売しているが, 手持ちの排気系にチャンバー, イオン銃を取り付けることも行っている。

ある。イオンシンニングでは、1)物質の異なる部分での選択的シンニング、2)試料損傷、3)観察視野が狭い、などが問題となることがある。これらを改善する手法として低角度からのイオンビーム照射がある。しかし、照射角が小さくなるとシンニングレートが小さくなるので、実質的に低角度からのイオンビーム照射が可能かどうかは、イオン銃の特性(ビームが安定で集束されているか)に依存する。ビーム径は冷陰極Steigerwald型イオン銃で最も小さい。

基本的機能として1)加速電圧・イオンソース電流の調整、2)イオンビーム照射角度の調整、3)試料の回転とその速度の調整、などがある。また、液体窒素による試料の冷却、イオンビーム電流、レーザー光または透過光による終点検知、リターディングシステム(試料にプラスの電圧を加えることによりイオンビームを試料からそらし、アトムを試料に衝突させる。電圧を変えることによりイオンとアトムの比率を変えることができる)、試料の振動運動(ある角度の範囲での反転運動)などの機能を持つ装置もある。

4. イオンシンニング装置にセットする試料の準備

4.1. 試料準備の概略

イオンシンニング装置にセットする試料は、直径3mmの単孔グリッドに岩石(鉱物)薄板を張り付けたものである。岩石(鉱物)薄板の厚さはできる限り薄い方がよいが、現実的には30-50 μ mくらいの厚さであろう。目安としては通常の薄片くらいである(石英や長石の干渉色が灰色に見える岩石薄片の厚さは30 μ m程度である)。岩石(鉱物)薄板は、両側とも鏡面仕上げしておくことが望ましい。イオンシンニングする面に凹凸があると、特に低角度からイオンビームを照射してシンニングする場合には、きれいに削れない。単孔グリッドに貼り付ける岩石(鉱物)薄板は、研磨剤と研磨板を用いて作製する。如何に薄く、また、スムーズな表面に岩石(鉱物)薄板を仕上げるかが重要なポイントとなるので、この工程に時間を惜しんではならない。ディンプラーと呼ばれる凹面研磨装置により厚さ0.5mm程度の厚さから孔があく程度まで試料の一方の面に半円球状の窪みをつくることもできるが、通常の岩石薄片をつくる技術(研磨板と研磨材を使う方法)で十分に試料準備ができる。

耐水研磨紙は8000番まで市販されているので、それらを使えば水を使わずに試料を薄板にすることもできる。粘土鉱物を含む試料の試料作製技術は、村上・小暮(1998)に詳しく紹介されている¹⁴⁾。

単孔グリッドは、国内・海外のものがあり、孔の形状・大きさ、グリッドの材質などに違いがある。市販されている単孔グリッドは、直径3mm、厚さ15 μ mである。材質の選択にあたっては、観察したい鉱物の化学組成などを考慮して選択する必要がある。珪酸塩鉱物などでは、Moを使用するのが良い。単孔グリッドの孔の径は、一般論を言えば大きい方がよい。しかし、癭開の発達した結晶ではイオンシンニング中に一部が脱落することがあり、やむを得ず孔径の小さなものを使用せざるを得ない場合がある。グリッドの厚みの分だけ試料にイオンビームがあたらない影ができるので、孔径が小さいグリッドを使用した場合は低角度からイオンビームを照射できない場合がある。市販の単孔グリッドの厚さは15 μ mあるので、5度の低角度照射ではグリッドの孔の周囲に幅170 μ mのイオンビームのあたらない影ができる。筆者は、厚さ50 μ m、孔径1.5mmのMoの特製グリッドを片側だけに張り付けて使用している。イオンシンニング装置の試料ホルダーへのセットは孔径2.5mm程度の孔をもつ2枚のプレート(シンニングレートの小さいTiなどでできている場合が多い)にグリッドを挟んで行う。さらに低角度からイオンビームを照射する場合には、専用のホルダーに液状導電性カーボン接着剤などでグリッドを固定する。

4.2. 岩石薄片からの試料作製法

電子顕微鏡観察に先だって、偏光顕微鏡による観察やEPMAによる組成分析を行うことが多い。それらの検討に用いた岩石薄片中の結晶を電子顕微鏡観察したいと思うこともある。また、岩石中から単結晶として取り出すことが難しい場合は、幾つかの岩石薄片をつくり電子顕微鏡観察に都合の良い方位の結晶を探すことになる。

偏光顕微鏡用薄片から電子顕微鏡観察試料を切り出すためには、カバーガラスは使わず、鏡面に仕上げておく。電子顕微鏡観察したい部分を偏光顕微鏡により見つける。ある程度の結晶方位は、偏光顕微鏡観察(劈開の特徴やコノスコープ像)により検討がつく。電子顕微鏡の二軸傾斜ホルダーを使って試料を傾斜して方位が出せる程度(高分解能用二軸傾斜ホルダーの場合 ± 15 度くらいの)のずれに押さえる必要がある。

岩石薄片を作るときに使用した接着剤を溶かす溶剤があれば、この後の作業は容易である。しかし、岩石薄片を作るときに広く用いられているペトロボキシなどには、適当な溶剤がない。そこで、溶剤のある接着剤を使って新しいスライドガラスに接着しなおして、ペトロボキシを使って接着したスライドガラスを研磨剤で削り落とす必要がある。

観察したい部分を1 cm × 1 cm程度の大きさにスライドガラスごとガラス切りで切り出し、別のスライドガラスに研磨面側を仮止めする。不必要に大きく切り出すと研磨剤で研磨するのに時間がかかる。ここで使用する接着剤は、溶剤で溶かすことのできるものでなくてはならない。例をあげると、レークサイトセメント(溶剤はエチルアルコールまたはアセトン)、GATAN社のマウンティングワックス(溶剤はアセトン)などがある。

研磨は、コランダムなどの研磨剤で通常の岩石薄片をつくる方法で行えばよい。スライドガラスが無くなるまで研磨する。鉄の研磨板とガラス板があれば十分に手研磨できる。最後に、ポリシャーでダイヤモンドペーストを使って鏡面仕上げする(もし、ポリシャーがなければ、ガラス板にフェルトを張り付けると手研磨できる)。ポリシャーでは専用の冷却液の使用が勧められているが、これにはエチルアルコールが含まれている。レークサイトセメントを使用しているときには、はがれてくる場合があるので蒸留水を使用する方がよい。

鏡面仕上げを行ってからもう一度偏光顕微鏡で観察したい所を確認し、単孔グリッドを張り付ける。単孔グリッドを貼り付けるための接着剤は、スライドガラスへの張り付けで使用した接着剤の溶剤に溶けないものである必要がある。一例をあげるとポリビニールアルコールがある。粉末で市販されており、蒸留水を温めながら適当量溶かして好みの粘性にする。ポリビニールアルコールは、温水に溶かすことができるが、エチルアルコール、アセトンに溶けない。単孔グリッドの周囲に添って製図用カッターなどで傷をつけて、溶剤を入れたシャーレの中で数時間かけて剥がす。あるいは、ホットプレート上で加熱して接着剤を柔らかくし、ピンセットで剥がす。試料に残った接着剤はアセトンをつけた綿棒で拭く。単孔グリッドからはみ出している岩石(鉱物)がある場合は、製図用カッターなどを使って切り落とす。この作業を厳密にしておかないと、電子顕微鏡試料ホルダーにはまらない場合がある。

もし、鉱物が壊れにくいものであるならば、試料をスライドガラスから剥がしてから、液状導電性カーボン接着剤で単孔グリッドをつけた方がよい。

4.3. 鉱物(岩石)片からの試料作製法

鉱物片(岩石片)を小型カッター(幾つかの製品がある)を使ってスライスする。0.5mm(または0.3mm)の歯を使って切断すると、貴重な試料をより多く残すことができる。0.5mm~1mmの厚さの切片をスライドガラスに仮止めし(マウンティングワックスなどを使用するとよい)、研磨して鏡面仕上げする。ホットプレートで加熱して接

着剤を緩めて剥がしてから(あるいはアセトンに浸して剥がしてから)、マウンティングワックスなどを使って研磨面をスライドガラスに再び仮止めする。通常の岩石薄片程度の厚さになるまで研磨したのち鏡面仕上げする。スライドガラスから剥がして単孔グリッドを貼り付ければイオンシンニング装置にセットする試料ができる(単孔グリッドを貼り付けてからスライドガラスから剥がしてもよい)。

鉱物片(岩石片)が小さいと、樹脂包埋しなければならない場合がある。特色のある包埋剤が各社からでている。結晶方位は外形から推定したり、幾つかの薄片を作って目的の方位を探すなどの方法により見つけだす。晶系によってはユニバーサルステージをつかうことにより方位決定できる。電子顕微鏡観察では[100], [010], [001]などの晶帯軸から電子線を入射して観察することが多い(その方が像解釈が簡単な場合が多い)。試料はこれらの晶帯軸に垂直なものを準備する必要がある。結晶の方位の推定が難しい場合は、ラウエ法などX線単結晶法により方位決定する必要がある。方位決定後の定方位薄片の作り方には延谷・床次(1978)¹⁵⁾の方法がある。

4.4. 粉末アラルダイトとC粉末の混合物により包埋する方法

Barnaは材料のユニークな試料作製¹⁶⁾を試みている。この方法は、鉱物の試料作製においても簡便に応用できた。この方法の重要な点は、粉末アラルダイト(ATI)とカーボン粉末を混合したものを試料の包埋に使用することである。これまで用いてきた包埋材のシンニンググレートは、包埋される試料に対して著しく大きかった。ところが、ATIとカーボンを4対1で混合したものは包埋後、Siと同程度のシンニンググレートになることがわかったのである。

簡単な工程図をFig. 2に示した。専用のTi-ディスクの中央孔に鉱物片を入れ、中央孔の両側の穴を時計ドライバーの先を使って歪めることによって鉱物片を固定する。粉末試料ならば、中央孔に入れるだけでよい。ホットプレートにアルミホイルを敷き、150度に加熱する。ATIとカーボンの混合物をホットプレートの上で溶かし、鉱物片を挟んだTi-ディスクをその上に置く。しばらく、放置して1度か2度、ATIとカーボン粉末の混合物をTi-ディスクの上に補充する。最後に、180度にセットした恒温器で2時間以上加熱して完全に固化させる。鉱物片を挟んだTi-ディスクは、岩石(鉱物)片からの試料作製法で述べた方法に従って、研磨する。アラルダイトはアセトンに浸すと軟化する傾向があるので、加熱して接着剤を緩めてスライドガラスから剥がしたほう

Fig. 2. Schematic sequence for specimen preparation by using Ti-disk. **a.** Mounting of specimen in Ti-disk. **b.** Embedding. **c.** Polishing.

が良い。試料に付着した接着材は、アセトンを染み込ませた綿棒でふき取る。Ti-ディスクがあるので、単孔グリッドで補強する必要はない。ディスクの材料は、Moでも良いと思われる。ATIとカーボン粉末の混合物、Ti-ディスクは製品化されている^{*3}。

5. イオンビーム照射角度、加速電圧の選択

試料の選択的なシンニング、照射損傷の問題を避けるためには低角度イオンビーム照射、低加速電圧とそれに依存するイオンソース電流の選択(高圧電源での調整とArガス流量の調整が必要)が重要となる。加速電圧、イオンソース電流が高いとダメージが生じやすくなる。イオンビーム照射角度は可能ならば3～8度が望ましい、加速電圧・イオンソース電流が低いほどシンニングに時間がかかる。そこで、加速電圧を大きくして荒削りしたのち、低加速電圧で仕上げると良い。使用する装置の特性を研究した上で、実際に設定する加速電圧、イオンソース電流を決める必要がある。

片側からイオンビームを照射するイオンシンニング

装置を使用する場合は、裏側を簡単にシンニング(少し表面が削れる程度)したのち、表側を穴があくまでシンニングする。両側とも仕上げは低加速電圧でシンニングするが、表側を仕上げた後にもう一度裏側を簡単にシンニングして汚れを落とす。

6. カーボンの蒸着

電子顕微鏡観察の時に、試料がチャージアップする場合は、カーボンを薄く(数nm以下)蒸着すると良い。カーボン蒸着膜の厚みの見積りは、スライドガラスに蒸着したときの色(黒さ)により経験的に判断することができる。黒化度と膜厚はおおよそ比例関係にあるので、デンストメーターで黒化度を測定することにより蒸着カーボン膜の厚さを見積もることができる。大雑把な膜厚の見積もりは、蒸着源の体積と蒸着膜の厚みとの関係式を使えばよい。蒸着源から、試料まで距離を10 cmとする。カーボンの半径を r mmに削り、蒸着源に用いる。カーボンの長さを l mm蒸着すると、得られる膜の厚さ t nmは、 $t = 25 l r^2$ となる。

以上の方法の他に、イオンシンニング装置を使って、カーボンにイオンビームを照射してカーボンをデポジションさせるなどの方法がある。また、藤吉はカーボン蒸着の回り込み効果を利用した簡単な小道具を作り非常にスムーズな膜を得ている(間接蒸着法)¹⁷⁾。

7. FIB加工法

FIB加工法は、いわゆるイオンシンニング法の範疇に入らないが、Gaイオンビームによるスパッタリング現象を利用した方法である。

イオンシンニング法のイオンビームに比べてはるかにパワーがあり集束されたイオンビームを電子顕微鏡観察したい面に対して平行に走査させて加工する。Gaイオンビームが試料に照射されたときに発生する二次電子を用い走査イオン顕微鏡(Scanning Ion Microscope, 以下SIM)像を観察することができるので微小な部分をねらって試料作製するときに有効である。電子顕微鏡観察したい方向からもSIM像を見ることができるが、試料が損傷する。観察面に対して平行にイオンビームを照射して加工するので原理的には広範囲に薄くすることができる。しかし、FIB加工法といえども、やはり広範囲に薄くするにはかなりの時間がかかるし、試料の変形などもあり薄くするのは容易ではない(20 μ m四方、厚さ0.1 μ m程度まで)。ある程度薄くなってから、厚さが十分に薄いかどうか、目的のものが加工されているかどうかを、電子顕微鏡観察で確認する。もし、加工が不十分であれ

^{*3} TECHNOOG LINDA社により製品化され日本フィジテック(株)が取り扱っている。

Fig. 3. 1. Schematic diagram of a specimen disk for FIB. 2. Cross-section of anthophyllite fiber. 3. [001] image of anthophyllite. Single chain structures (1) are found in anthophyllite structure (2).

ばFIB加工を続けて行う。

FIB加工法に用いる試料は、イオンシンニング法に用いる試料と同様に厚さは $50\mu\text{m}$ 程度の厚さにしておく必要がある。イオンシンニング法の試料準備と異なるのは加工したい微小部分を $50\mu\text{m}$ 以内に含むように切り出し、単孔グリッドの3分の2ほどをあらかじめきり落としたグリッド(キリカケメッシュとして販売されている)に張り付ける必要がある点である(Fig. 3. 1)。目的の部分が、それ以上に岩石(鉱物)薄板の中心にくるとイオンビームで削ることができない。通常の岩石薄片からFIB用の試料を準備する場合、この試料の切り出しは決して易しいことではない。

FIB加工法では観察したい面に対して平行にイオンビームを照射して加工するので材質の違いによる選択的研磨は生じない。従って、樹脂包埋した微小な粉末や繊維状試料も容易に試料作製できる。Fig. 3. 2とFig. 3. 3は、滑石を出発物質として水熱条件下で分解して直閃石を合成したものの観察例である。直閃石は長さ数十ミクロンの繊維状の形態をしている。アラルダイトと合成試料を混合し固化させた後、剃刀でできるだけ薄く切断(数十ミクロン程度)して、マニキュアでキリカケメッシュに張り付けた。白金を蒸着してFIB加工した。FIB加工により得られた試料は、少し厚かったが、繊維状試料の断面観察がなんとか可能であった(Konishi and Kimura未公表データ)。

8. 電子顕微鏡法・EDXによる観察と結果の解釈上留意すべき点

幾つかの造岩鉱物の観察例をFig. 4に示す。鉱物の微細組織の中には、分解組織のように複数の鉱物、非晶質からなるものがあるが、上述の方法により比較的良好な結果が得られている。

イオンシンニング法により作製した試料から得られる結果を解釈する上で、注意すべき点を幾つか述べる。

試料損傷と発熱

イオンビームの照射により、試料に熱発生や照射損傷を与えることがある。試料の表面が非晶質化する。HRTEM観察では試料のエッジに数nmの非晶質が観察される(Fig. 4. 1)。HRTEMでは不均質なコントラストとして観察されることもある。イオンビームに弱い鉱物(粘土鉱物など)が選択的に非晶質化することもある。また、内部欠陥が生じこともある。Arが試料中に元素と置き換わることもある。

照射損傷や温度上昇を防ぐためには、低角度からのイオンビーム照射、低加速電圧、液体窒素による試料の

Fig. 4. (1) A short-range polysome (423333223222) in anthophyllite form the Yanahara mine ¹⁹⁾. The amorphous layer (A) is observed near the edge of the specimen. It was formed during ion thinning. (2) Olivine from Oze-Hiuchigatake ²⁰⁾. Olivine changes to magnetite (Mt) and pyroxene (Px). (3) A complex polytype of biotite from the Higashiyama hills, Niigata ²¹⁾. The area between the two bars denotes one unit of complex polytype. (4) Dark field image of b-domains in dusty plagioclase from Oze-Hiuchigatake ²²⁾. Glass materials with fine minerals surround the plagioclase.

冷却などが考えられる。試料が200度以上になる場合があるとされているが、正確な見積もりは無いようである¹⁸⁾。

また、イオンビームの照射により試料が帯電する。それを軽減する方法としてアトムビームの利用が提案されているが、イオン銃のコンディショニング、チャンパーの真空度、導入されるアルゴンガスの純度(導入途中で空

気の混入がないかなど)なども試料の帯電の原因となる。それが累積すると放電(絶縁破壊)し、試料によっては局部的に高温になる場合があるかもしれない。

デポジション

イオンビームによるスパッタリングを利用して試料を薄化するが、このときに、試料やグリッドからたたき出された原子の一部は試料にデポジションする。イオ

ンシンニングした試料のEDX分析値は厳密には本来の化学組成とは異なる。微量の元素の有無そのものを議論するときには注意する必要がある。

謝辞：貴重なご意見を頂いた匿名の査読者の方には感謝します。日本大学理工学部先端材料科学センターの伊藤彰義教授、中川浩二博士、生産工学部の菅又信教授、コニカ(株)の嶋徹男氏には常々電子顕微鏡の利用に便宜を図って頂いている。また、日立計測エンジニアリング(株)の上野武夫博士にFIBについて御指導して頂いた。日本フィジテック(株)の船谷實氏には冷陰極Steigerwald型イオン銃について御教示頂いた。以上の方々感謝します。最後に、鉱物学を続けるために種々の便宜を図って頂いた日本大学文理学部石川晃教授に感謝致します。

文 献

- 1) Yada, K. (1967): Study of chrysotile asbestos by a high resolution electron microscope, *Acta Cryst.* **23**, 704-707.
- 2) Buseck, P. R. and Iijima, S. (1974): High resolution electron microscopy of silicate. *Amer. Minerals*, **59**, 1-21.
- 3) Wenk, -H. R. (Ed.) (1976): *Electron microscopy in mineralogy*. 564, Springer-Verlag, New York
- 4) Akai, J. (1975): Direct observation of stacking faults in wollastonite. *Mem. Fac. Sci. Kyoto Univ. [Geol. Mine.]*, **41**, 1-14.
- 5) Paulus, M. and Reverchon, F. (1962): Trillat J. J. ed. *Le bombardement ionique, theorie et applications*, Colloque Internationaux de C.N.R.S. No. 113, p. 223.
- 6) 金谷光一 監修(1991): イオンビームの電子顕微鏡への応用研究. p. 275, 医学出版センター.
- 7) 堀内繁雄(1988): 高分解能電子顕微鏡. p. 236, 共立出版.
- 8) 安達公一・石原信一・岡田正和・小野昭成・田辺良美・四本晴夫(1975): 電子顕微鏡利用の基礎. p. 470, 共立出版.
- 9) 多目的電子顕微鏡編集委員会編(1991): 多目的電子顕微鏡. p. 474, 共立出版.
- 10) 堀内繁雄・弘津禎彦・朝倉健太郎 共編(1996): 電子顕微鏡Q&A—先端材料解析のための手引き—. p. 301, アグネ承風社.
- 11) 酒井俊男(1989): 超薄切片技術の開発とその応用研究. *電子顕微鏡*, **24**, 121-133.
- 12) 神山宣彦・酒井俊男・篠原也寸志(1997): アスベスト及びアスベスト代替繊維鉱物の表面形態の観察. 日本電子顕微鏡学会第53回学術講演会発表要旨集, 39.
- 13) 神山宣彦・酒井俊男・篠原也寸志(1998): HRTEM繊維断面観察によるチタン酸カリウムウイスカの異なる種類の検出. 日本電子顕微鏡学会第54回学術講演会発表要旨集, 88.
- 14) 村上 隆・小暮敏博(1998): 粘土鉱物の高分解能電子顕微鏡: 観察と試料作成. *鉱物学雑誌*, **27**, 113-118.
- 15) 延谷宏治・床次正安 (1978): 透過電顕および分析電顕用定方位薄片の作り方. *日本結晶学会誌*, **20**, 179-183.
- 16) Barna, A. (1991): Topographic kinetics and practice of low angle ion beam thinning, *Materials Research Society Symposium Proceedings*, **254**, 3-22.
- 17) 藤吉好則(1981): 高分解能電子顕微鏡による核酸の直接観察. *In* 山岸秀夫編 遺伝子観察への旅. 東京大学出版会, 21-63.
- 18) Williams, D. B., Carter, C. B. (1996): *Transmission electron microscopy*. p. 729. Plenum publishing corporation. New York.
- 19) 小西博巳・加納 博・光野千春(1996): 柵原鉱山産堇青石・直閃石岩中の直閃石の再検討. 日本岩石鉱物鉱床学会・日本鉱物学会・資源地質学会平成8年度秋季連合学術講演会講演要旨, 142.
- 20) Konishi, H. and Akai, J. (1994): HRTEM observation of oxidized olivines from the Oze-Hiuchigatake volcanic rocks in central Japan. *Abstracts of 16th general meeting IMA*, 212.
- 21) Konishi, H. and Akai, J. (1990): HRTEM observation of new complex polytype of biotite from dacites in Higashiyama hills, Niigata, central Japan. *Clay Science*, **8**, 25-30.
- 22) Konishi, H. and Akai, J. (1995): A transmission electron microscopic study of dusty plagioclase in calc-alkaline andesite from the Oze-Hiuchigatake volcano, central Japan. *Mineralogy and Petrology*, **53**, 173-187.