Japan Geoscience Union Meeting 2015
(May 24th - 28th at Makuhari, Chiba, Japan)
©2015. Japan Geoscience Union. All Rights Reserved.

SSS29-P04 会場:コンベンションホール 時間:5 月 24 日 18:15-19:30

SEM-EBSDを用いた結晶方位解析における試料前処理条件の検討：花崗岩中の石英結晶を例に
Sample preparation condition for SEM-EBSD: An example of quartz minerals in granite

金井 拓人 [1*] ; 向吉 秀樹 [2] ; 高木 秀雄 [3]
KANAI, Takuto[1*] ; MUKOYOSHI, Hideki[2] ; TAKAGI, Hideo[3]

[1] 早稲田大学大学院創造理工学研究科, [2] 島根大学大学院総合理工学研究科地球資源環境学領域, [3] 早稲田大学教育・総合科学学術院
[1]Graduate school of creative science and engineering, Waseda University, [2]Interdisciplinary Graduate School of Science and Engineering, Shimane University, [3]Faculty of Education and Integrated Arts and Sciences, Waseda University

後方散乱電子回折法（EBSD）は，結晶性の試料に電子線を照射し，後方散乱する回折電子像のパターン（EBSP）を解析することにより結晶方位を特定する手法である．近年，地質学分野においても，走査型電子顕微鏡（SEM）に取り付けられた EBSD を用いた岩石試料の結晶方位解析や，層状物質の積層構造の解析などが行われている．岩石試料の SEM-EBSD 解析では，主に薄片を用いる．EBSD 分析では，EBSP に寄与する入射電子の進入深さが数 10 nm までとされており，硬い研磨剤の使用によるダメージ層の存在は，EBSP のコントラストを大きく減少させる．そのため，SEM-EBSD 用の試料は，通常の薄片作製によるダイヤモンドペースト鏡面研磨を行った後に，イオンミリングやコロイダルシリカを用いた振動研磨によりダメージ層を除去する測定面の仕上げが推奨されている（小暮・立川，2002; Prior et al., 1999）．なお，一般的な岩石薄片表面のダメージ層除去の仕上げには，コロイダルシリカを用いた振動研磨が最も適しているとされている（例えば Lloyd, 1987）．ただし，コロイダルシリカを用いた EBSD 用試料の研磨については，具体的な処理手順および最適な処理方法に関する報告はあまり知られていない．また，岩石薄片を作製する際に，作製者の技量により薄片が片減りすることがある．片減りした薄片も EBSD 分析に影響を及ぼす恐れがあるが，片減りの影響に関する報告もない．

そこで，岩石薄片におけるコロイダルシリカによる SEM-EBSD 用試料の前処理条件を検討することを目的とし，造岩主要鉱物の 1 つである石英を多く含む花崗岩を例に，コロイダルシリカの最適研磨条件に関する検討を行った．具体的には，コロイダルシリカ振動研磨の研磨時間および研磨時に試料にかける荷重について検討を行った．また，意図的に片減りさせた薄片を用意し，片減りがどの程度 EBSD 分析に影響を及ぼすかについての検討も行った．

コロイダルシリカによる振動研磨は，BUEHLER 社製 VibroMet2 研磨装置を用いた． またコロイダルシリカ溶液は PRECISION SURFACES INTERNATIONAL（PSI）社（代理店 株式会社 三啓）コロイダルシリカ最終仕上げ用（型番: 5904-S-64，pH: 9.8，粒径: 40 nm）を使用した．コロイダルシリカを用いた振動研磨の最適条件を決めるうえで，重要となるパラメータとして，①振動研磨時間，②試料にかける荷重，③振動強度，がある．今回の報告では，これらのパラメータのうち，①および②に対して検討を行った．具体的には，①については，振動研磨を 1 時間，2 時間，3 時間行った場合の研磨具合の違いについて検討した．②については，装置に付属の錘（約 200g）を 1 個使用した場合と 3 個使用した場合の研磨具合の違いについて検討した．③の振動強度については，中間値である 50%に固定して振動研磨を行った．EBSD 測定は，早稲田大学所有の SEM（日立ハイテクノロジーズ製 S-3400N）および，同 SEM に取り付けられている EBSD 検出器（Oxford Instruments 製 HKL CHANNEL5）を使用した．入射電子用の SEM フィラメントにはタングステンを用いた．測定用の試料は蒸着を行わず，試料表面の帯電を防ぐために，SEM 試料室の真空度を低真空（30Pa）に設定して測定した．また，照射電圧：25 kV，ワーキングディスタンス（WD）：30 mm の条件で SEM 観察および EBSD 分析を行った．測定の手順としては，まず，それぞれの薄片試料において，後方散乱電子像（BEI）観察により，目視で石英粒子を識別し，ターゲットとする石英結晶に対し，250 倍の倍率で，70 μm 四方の範囲を 2 μm 間隔で面分析（1 つの結晶につき 1225 点測定）した．1 つの薄片につき 20 個の石英結晶の面分析を行った．EBSD の評価方法は，面分析の総分析点数に対して，正しく指数付けされた測定点の数をヒット率として定義し，ヒット率が大きいほど EBSD での測定に適した試料調整ができているとした．

解析の結果，ダイヤモンド鏡面研磨のみの試料ではヒット率の平均値が 55%未満であったのに対し，コロイダルシリカ処理を施した試料はすべて 70%以上の値を示し，明らかな違いが見られた．コロイダルシリカ処理を施す時間に関しては，処理時間が長い程よい結果が得られたが，最も時間の短い 1 時間の試料でも，平均値が 70%以上の値を示し，1 時間の処理で十分であることが明らかとなった．錘の違いによる変化は見られなかった．本結果は，結晶サイズが数 100 μm 程度の石英粒子の EBSD 分析を行う場合のみに適している可能性があり．その他の試料については，目的とする試料に合わせて，最適処理時間を評価する必要があると思われる．

キーワード: 走査型電子顕微鏡後方散乱電子回折法, コロイダルシリカ, 振動研磨, 薄片
Keywords: SEM-EBSD, colloidal silica, vibratory polishing, thin section