

## ウルトラマイクロトーム法による超高压物質の電顕解析

### Electron microscopy of ultrahigh pressure materials prepared by ultramicrotomy

# 藤野 清志[1], 佐々木 洋平[1], 小森 豊久[1], 小川 久征[1], 村上 元彦[2]

# Kiyoshi Fujino[1], Yohei Sasaki[2], Toyohisa Komori[3], Hisayuki Ogawa[3], Motohiko Murakami[4]

[1] 北大・理・地球惑星, [2] 東工大 理 地球惑星

[1] Divi. of Earth and Planetary Sci., Hokkaido Univ., [2] Earth and Planetary Sci., Hokkaido Univ., [3] Earth and Planetary Sci., Hokkaido Univ., [4] Earth and Planetary Sci., Titech

下部マントル条件で安定な超高压物質の電顕用薄膜試料作成における問題点を克服するため、ウルトラマイクロトーム法を超高压物質に適用し電顕解析を試みた。その結果、マルチアンビルセルおよびダイヤモンドアンビルセルどちらで合成した試料とも、ダイヤモンドナイフで約数十ナノメートルの厚さの超薄切片に切り出す事が出来、それらの電顕像を観察することが出来た。一方、分析装置による組成分析では、これまでのところ、(Mg,Fe,Al)(Si,Al)<sub>3</sub>ペロブスカイトについてはそれなりの値が得られたが、CaSiO<sub>3</sub>ペロブスカイトについてはCaがかなり低めに出るなどの問題点がまだ残っている。

#### 1. はじめに

近年、地球深部や隕石中の超高压物質の解析に、分析透過電顕が大きな威力を発揮している。特に超高压物質に特徴的な粒径がミクロン以下の物質の構造と組成を同時に測定できるという点では、分析透過電顕に勝る他の有効な手段はない。しかし、超高压物質は、電子線の照射に弱く容易に非晶質化してしまうとか、イオン研磨による薄膜作成の際に特定の元素が選択的に失われてしまうなどの問題点をかかえている。

そこで、上記の特に後者の問題点を克服するため、最近進展の著しい、ダイヤモンドナイフによって試料を数十ナノメートルの薄さに切り取るウルトラマイクロトーム法を超高压物質に適用し、分析透過電顕観察を試みた。

#### 2. 実験

実験試料には、マルチアンビルセルで合成したCaTiO<sub>3</sub>-CaSiO<sub>3</sub>系の高圧相や、ダイヤモンドアンビルセルで合成したCaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>-CaFeSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>系やKLB1試料の高圧相を用いた。これらの超高压試料をエボン系の樹脂で固めて、ガラスナイフである程度トリミングしたのち、ダイヤモンドナイフ(スミナイフ)で樹脂ごと超薄切片にした。

水面に浮かべたこれらの超薄切片をマイクログリッドのメッシュにすくいにとって、軽く炭素蒸着したのち、電顕観察をした。電顕観察には、日本電子の2010分析透過電顕を用いた。

#### 3. 結果と考察

観察に用いた試料はいずれもほとんどサブミクロンの粒径の多結晶集合体であるが、厚さ60-80ナノメートルの超薄切片にすることができ、電顕像を観察することが出来た。ただし、水面からメッシュにすくう際に、試料の一部またはかなりの部分が抜け落ちたりした。これら超薄切片がもとの組織をそのまま保っているかどうかは、必ずしも明らかではない。従って、非破壊で組織を見る目的には、イオン研磨による試料との併用観察が必要であろう。

透過電顕に附属するエネルギー分散型検出器による組成分析については、現在進行途中であるが、KLB1試料から得られた(Mg,Fe,Al)(Si,Al)<sub>3</sub>ペロブスカイトは、陽イオンと酸素のストイキオメトリーについてはイオン研磨薄膜の場合に比べて改善されていたがCaMgSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>-CaFeSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>系試料から得られたCaSiO<sub>3</sub>ペロブスカイトでは、Caがかなり少な目に出ていた。この原因としては、測定している相の粒径が薄膜の厚みより小さいため、他の相を引っかけて測定している可能性と、Caについては照射電子線の電流密度がまだ強すぎてCaが選択的に失われ、結果としてCa/Siなどの特性X線強度比が正確に計れてない可能性が考えられる。