

電子後方散乱回折（EBSD）とステレオ SEM 観察による微小結晶の形態解析

Morphology analyses of micro-crystals using electron back-scattering pattern technique and stereographic SEM observation

小暮 敏博[1], 井口 良一[1], 尾崎 紀昭[2]

Toshihiro Kogure[1], Ryoichi Inoguchi[2], Noriaki Ozaki[3]

[1] 東大・理・地球惑星, [2] 科技団

[1] Earth and Planetary Sci., Univ Tokyo, [2] Earth and Planetary Sci., Tokyo Univ, [3] CREST, JST

鉱物の結晶形態はその形成環境によってさまざまに変化する。これは簡単に言えば結晶方向に依存した成長速度の異方性のためであり、鉱物の結晶形態に関して昔から多くの記載と定性的な解釈がなされてきた。そして最近の生体鉱物などの研究ではこのような形態解析から重要な知見が得られる可能性があり、たとえば火星隕石中に含まれる磁鉄鉱の一方に伸長した形態が生物起源でしか説明されない問題などが挙げられる。

歴史的に鉱物や結晶の形態解析（とくに結晶構造との対応）には反射測角器と単結晶 X 線回折写真が用いられてきた。しかしながらこの手法では結晶サイズの下限はせいぜい 0.1mm 程度であり、主に微結晶を扱う生体鉱物などの研究では役に立たない。一方このような試料のためには透過電子顕微鏡（TEM）による拡大像とそれに対応する電子回折がおそらく唯一の手法であったが、原理的に TEM 像は結晶粒子の“影絵”であって三次元的な形態の把握が難しい場合も多く、この目的のためには最近の高分解能な走査電子顕微鏡（SEM）の方がはるかに有利である。

電子後方散乱回折（Electron Back-Scattering Diffraction：以下 EBSD と略記）は SEM の中で試料から菊池パターンを取り込むことにより、その結晶学的情報が得られる。これより SEM による微結晶の相同定や結晶方位分布などが可能となっているが（1）、今回我々はこの EBSD とステレオ SEM 観察と組み合わせ、微結晶の形態解析を可能にする手法を開発しつつあるので報告する。

我々の使用している装置は日立 S-4500 冷電界放射型 SEM とそれに取り付けられたサーモノーラン社製の EBSD 検出器（Phase-ID システム）で、方位解析等には自作のソフトウェアで対応している（1）。またこの SEM には 45 度まで傾斜できる試料ステージが付いており、ひとつの結晶について 2 つの傾斜角で SEM 像を測定し、像に写っている結晶のある稜（方向）の、傾斜軸からの角度を測る。このとき磁界レンズによる像の回転に注意する。このひとつの稜に対する 2 つの角度とそのときの傾斜角から、EBSD 検出器を極点方向とする極座標系における稜の座標を数値計算で求める。次にこの結晶の EBSD パターンを測定し、それより求めた結晶方位のステレオ図に先に稜の座標を示せば、例えば稜の結晶学的な方向（ $[u, v, w]$ ）が決定できる。

本報告ではこのようなシステムによるさまざまな炭酸カルシウム（calcite, aragonite, vaterite）微小結晶の形態の解析例について報告し、その精度や手法の限界等について議論する。

文献

1. 小暮・立川（2002）“電子線後方散乱回折（EBSD）の鉱物学への応用”、岩石鉱物科学、31、275-282.