

レーザー加熱ダイヤモンドアンビルセル合成試料の集束イオンビーム加工と透過型電子顕微鏡観察

Focused Ion Beam (FIB) processing of samples from Laser-heated DAC experiments for TEM observations

一色 麻衣子[1]; 入船 徹男[1]; 阪本 志津枝[1]

Maiko Isshiki[1]; Tetsuo Irifune[1]; Shizue Sakamoto[1]

[1] 愛媛大・地球深部研

[1] GRC, Ehime Univ.

集束イオンビーム装置(FIB)による微細加工は、近年のナノテクノロジー分野を担う重要な基盤技術である。通常 Ga をイオン源として用い、高電圧でイオンビームを加速・照射し、試料の二次イオン像(SIM 像)を観察しながら試料の精密加工が可能である。最近地球科学分野でも特に微細鉱物の TEM 観察用試料加工への応用が試みられているが、高圧合成試料の加工への応用は非常に限られている(宮島他, 2003)。我々は最近 GRC において TEM 用試料加工に特化した FIB(JEM-9310FIB)を導入し、マルチアンビル装置やレーザー加熱ダイヤモンドアンビルセル(LHDAC)による合成試料の薄膜加工、および分析電顕による観察を開始した。ここではその一例として、マグネサイトの相転移 X 線その場観察実験で得られた試料の加工と TEM 観察の結果について報告する。

試料は天然の(Mg_{0.995}Ca_{0.004}Fe_{0.001})CO₃ マグネサイト微細粉末(+圧力マーカーの Pt 粉末)を、断熱材として Al₂O₃ 粉末のディスクではさみ、高圧下において YAG レーザーで両面加熱した後ガasketとともに取り出したものを用いた。直径 0.050-0.100 mm、厚さ 0.010 mm 程度の円板状試料の中心部において、FIB を用いて厚み方向に 0.005 mm、直径方向に 0.010 mm、厚さ 100 nm 程度の短冊状の試料を切り出した。作成した薄膜試料はマイクロマン્યピューレーターを用いて取り出し、炭素膜コーティングが施された TEM 観察用メッシュに取り付けた。得られた試料は GRC の 200 kV 分析電顕(JEM-2010)を用いて組織観察、元素定性分析、および電子線回折解析をおこなった。

我々は SPring-8 の放射光を用いた高温高圧下 X 線その場観察により、マグネサイトが 115 GPa 程度の圧力で新しい高圧相(マグネサイト II)に相転移することを最近報告した(Isshiki et al., 2004)。このマグネサイト II は常温常圧下には凍結できず、X 線その場観察の結果から脱圧に伴いマグネサイトに逆相転移すると判断した。本研究ではマグネサイトの安定領域(MS-29; 30 GPa, 2300 K)、およびマグネサイト II の安定領域(MS-15; 115 GPa, 2200 K)で合成した 2 つの試料について、FIB で作製した DAC 試料の厚み(加圧軸)方向の TEM 観察をおこなった。

定性分析の結果、試料部はいずれも出発物質の組成と変わらず、マグネサイトの分解や Al₂O₃ 断熱材のとの反応は認められなかった。また場所によっては加工に用いられたガリウムイオンの存在が確認された。MS-29 においては、試料はマグネサイトであることが確認されたが、ダイヤモンドアンビルのキュレット面から離れた試料中心部では、明らかな粒成長がみられた。MS-15 では Al₂O₃ 断熱材に接した部分では微粒(数 10 nm)ながらマグネサイトが電子線回折から確認されたが、中心部のより高温の領域では粒界は認められず、電子線回折の結果からも非晶質化していることが明らかになった。このことは高圧相のマグネサイト II が脱圧過程で非晶質化したことを示しており、X 線その場観察では分らなかった事実である。このように FIB で加工された試料の TEM 観察により、従来は明確でなかった LHDAC 試料の厚み方向の温度勾配に伴う試料の変化が明確に観察できた。今後このような高圧合成試料の TEM 観察において、FIB による試料の加工は非常に重要な役割を果たすものと考えられる。