

Cs 補正走査透過電子顕微鏡による造岩鉱物の原子像観察 Atomic columns in rock-forming mineral using Cs-corrected STEM

三宅 亮^{1*}, 藤昇一², 福永啓一³

Akira Miyake^{1*}, Shoichi Toh², Keiichi Fukunaga³

¹京大・理, ²九大・電顕室, ³ファインセラミックスセンター

¹Kyoto Univ., ²Kyushu Univ., ³JFCC

Haidar らが球面 (Cs) 収差補正装置の開発に成功して以来 (Haider et al. 1998, Krivanek et al. 1999)、収差補正電子顕微鏡の開発がヨーロッパ、アメリカ、日本で精力的に進められている。その結果、非常に高い空間分解能をもつ電子顕微鏡が開発され、数十 pm 離れた 2 つの原子カラムを分離した像の撮影が可能となっている。また、試料上に照射する電子ビームの直径を 0.1nm 以下にすることが可能となっている。この電子ビームを用いて薄い透過電子顕微鏡 (TEM) 試料に照射し、試料を透過した電子を検出し、像を形成する走査透過電子顕微鏡法 (Scanning transmission electron microscopy, STEM) が広く用いられるようになった。この手法の中で、比較的高角度に散乱した電子を環状検出器を用いて検出する High angle annular dark field STEM (HAADF-STEM) は、検出した強度は試料中の原子の原子番号 (Z) のおよそ二乗に比例することが知られており (Pennycook & Jesson, 1991) 重い元素の直接観察に有効であることが知られている。一方、最近、Okunishi et al. (2009), Findlay et al. (2009, 2010) は、Annular bright field STEM (ABF-STEM) を提案し、この手法が結晶中の軽元素、酸素やリチウム、水素原子の直接観察に極めて有効であることを示した。多くの造岩鉱物は酸素原子の作るパッキングの中に陽イオンが存在する。そこで、本研究では、HAADF-, ABF-STEM 法を用いて、造岩鉱物の酸素原子を含めた原子像の直接観察を行ったのでその結果について報告を行う。

本研究で用いた鉱物試料は合成の forsterite, アメリカ合衆国 San Carlos 産 olivine, スペイン・アラゴン産 aragonite などである。これらの試料を、京都大学にある FEI 社製集束イオンビーム装置 Quanta 200 3DS を用いて TEM 試料作製を行い、(財)ファインセラミックスセンターにある、JEOL 社製 Cs 収差補正電子顕微鏡 JEM-2400FCS を用いて、HAADF-, ABF-STEM 実験を行った。

観察の結果、forsterite の a 軸方向からの観察では、HAADF-STEM においては、マグネシウム原子カラム、およびシリコンと酸素原子が並んだカラムを、ABF-STEM においては、酸素原子カラム、マグネシウム原子カラム、およびシリコンと酸素原子が並んだカラムを得た。本研究においても HAADF-STEM において酸素原子カラムを観察することはできなかった。次に、得られた STEM 像からコントラスト強度と原子番号の関係を調べた。本研究においては、ある原子カラムサイトにマスクをかけ、その中で最も強い (HAADF) / 弱い (ABF) 強度を用いて調べた。HAADF-STEM については、従来知られているのと同様、Z のおよそ二乗に比例した。当日は、さらに詳細な結果について発表を行う。