

先端研究基盤共用促進事業（先端研究設備プラットフォームプログラム）

## 顕微イメージングソリューションプラットフォーム

### 利用報告書

報告日 2024/3/20

北海道大学創成研究機構長 殿

下記の通り利用結果を報告します。

#### ●利用課題名

STEM-EELS による鉱物の水素イオン照射損傷過程の解明 2

#### ●申請者情報

機関名：京都大学

部署名：理学研究科・地球惑星科学専攻

代表者：伊神 洋平 助教

#### ●利用期間

2024/2/1 ~ 2023/3/31

#### ●利用装置

JEM2100 & JEM ARM200F（名古屋大学）委託分析

#### ●利用分野

エネルギー ナノテクノロジー・物質・材料

#### ●利用目的

近年はやぶさ 2 をはじめとする太陽系探査技術が進展し、月や小惑星物質の直接分析が可能となってきた。これまでに得られた天体表層粒子からは、太陽からの水素イオンの照射による表面数十 nm 厚の損傷組織が見出されており、その解釈のために多様な構造を持つ鉱物の損傷過程の統一的な基礎理解が求められる。当課題では実験的に水素イオンを照射した鉱物試料に対して電子線エネルギー損失分光 (EELS) 分析を活用し、ナノオーダーでの局所構造・電子状態変化の解析を行った。

#### ●利用結果

試料には、エンスタタイト ( $\text{MgSiO}_3$ ) の単結晶を用いた (図 1)。エンスタタイトは、 $\text{SiO}_4$  四面体の頂点共有により c 軸方向に伸長した鎖状構造と、それらの間で O を八面体配位する Mg により構成される。エンスタタイト単結晶基板にイオン照射装置を用いて 40 keV  $\text{H}_2^+$  を照射した後、照射表面を含む断面薄膜を作成し、像観察や電子回折図形の取得および、収差補正電子顕微鏡 JEM-ARM200F を用いて STEM-EELS 分析を実施した。Mg  $L_{2,3}$ , Si  $L_{2,3}$ , および O K-edge 領域のスペクトラムイメージングデータを取得した。

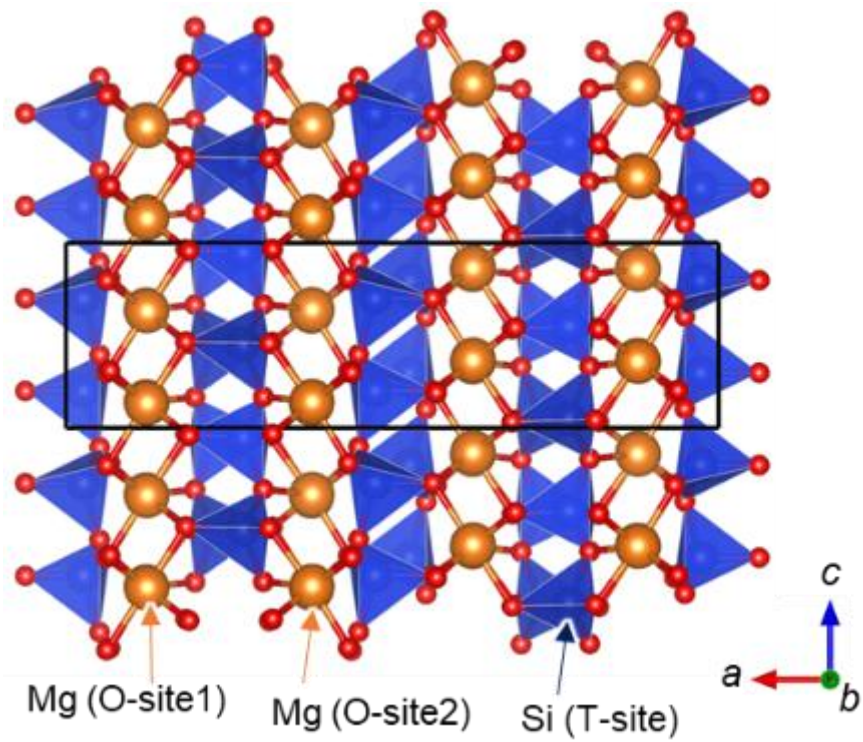


図1 直方エンスタタイト (MgSiO<sub>3</sub>)の結晶構造.

図2に分析試料の一例を示す。電子回折図形から、損傷ピーク領域において長距離秩序を反映する回折スポットの弱化が確認されたが有意な非晶質化までは認められなかった。これは図1に示したエンスタタイトの複合的構造に起因する可能性がある。

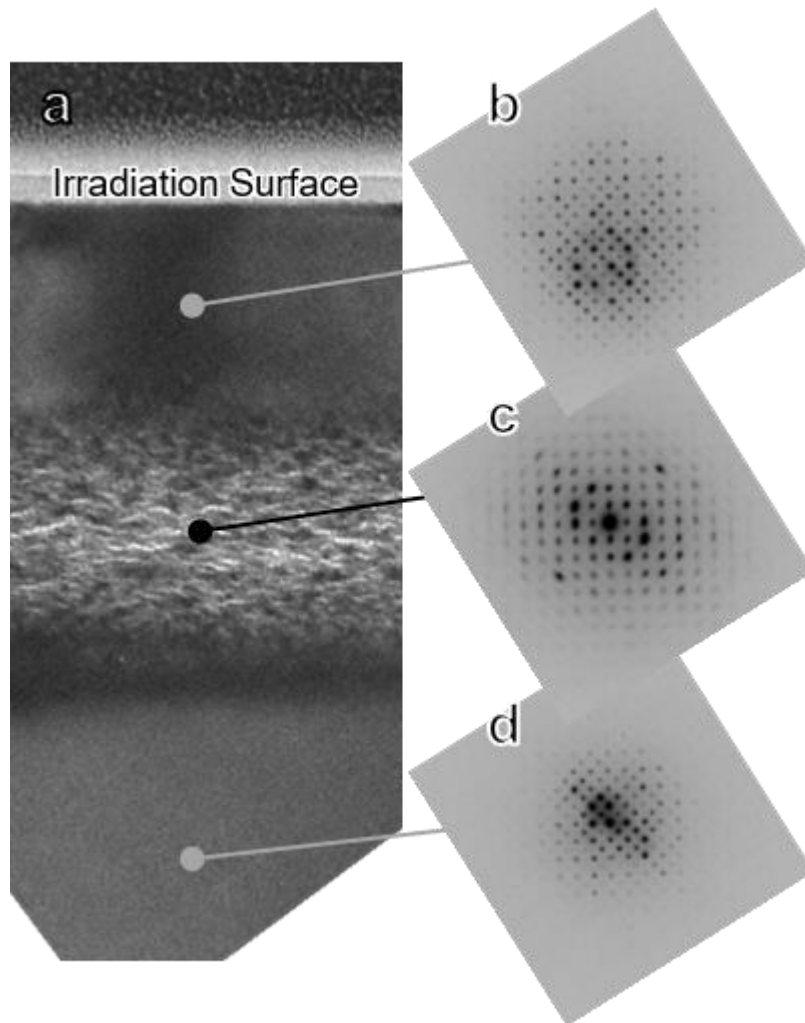


図2 分析試料の一例。(a)BF-TEM像。(b-d)(a)に示す領域から取得したナノビーム電子回折図形。これらが含まれる領域でEELSスペクトラムイメージングを実施した。

この領域でEELSスペクトラムイメージングを実施し、一連のデータの物性可視化のために、主成分分析(PCA)を利用したクラスター解析を行った。EELSのおよそ50-150 eVの領域(構成元素であるMgおよびSiの $L_{2,3}$ 吸収端スペクトルが含まれる)の処理結果を図3に示す。図3上図にはPCAの第一及び第二成分の寄与率を全データに対してプロットしたものを示している。これによってデータスペクトルは大きく5つに分類され、それぞれのカテゴリーの空間分布を図3下図に示す。この結果の意味づけのために、各カテゴリーの元のスペクトルを参照すると、①から③はMg金属的になっており、またSiが欠乏していることがわかる。重要な点はカテゴリー④及び⑤で、これらはそれぞれイオン注入による電子励起および核衝突によるエネルギー損失の深さ分布にほぼ対応し、異なる損傷過程による欠陥生成に対応すると考えられる。

今後同様の測定・解析を異なるイオン照射量および異なる鉱物種に対して繰り返し行い、欠陥生成および水素リテンションが、照射量と結晶構造によってどのように変化するかを有効に整理することが可能になるはずである。

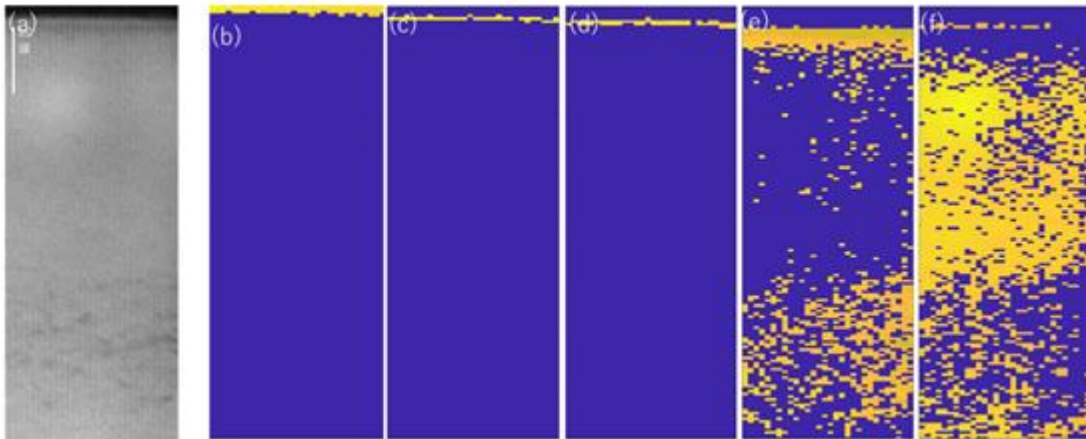
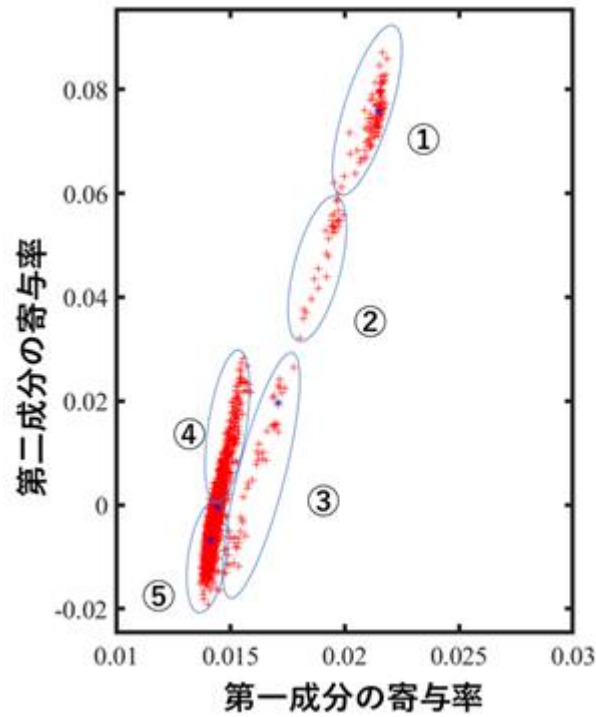


図3 (上図) SI データを PCA 解析した結果。EELS の 50-150 eV 領域の全スペクトルを特異値分解し、第一・第二成分の寄与率をそれぞれ縦横軸にとってプロットしたもの (下図) Mg, Si high-loss 領域の各クラスターでの空間分布 (a) 試料 STEM 画像 (b) クラスター 1 の空間分布 (c) クラスター 2 の空間分布 (d) クラスター 3 の空間分布 (e) クラスター 4 の空間分布 (f) クラスター 5 の空間分布

- 
- 受付番号 : C23P0028 (名古屋大)
  - 受理日 : 2024 年 3 月 13 日
  - 受付担当者 : 武藤、阿部