

ノート

岩石薄片の SEM-EBSD 分析における試料前処理条件の紹介：石英および方解石の例

Preparation condition of rock thin section for electron backscatter diffraction analysis: Examples of quartz and calcite

金井拓人* 森山功二郎*† 向吉秀樹**††
高木秀雄**

Takuto Kanai*, Kojiro Moriyama*†,
Hideki Mukoyoshi**†† and Hideo Takagi**

2015年3月24日受付.

2015年8月6日受理.

* 早稲田大学大学院創造理工学研究科 地球・環境資源理工学専攻
Science and Environmental and Resource Engineering,
Graduate School of Science and Engineering, Waseda Uni-
versity, Shinjuku, Tokyo 169-8050, Japan

** 早稲田大学教育・総合科学学術院地球科学教室
Faculty of Education and Integrated Arts and Sciences,
Waseda University, Shinjuku, Tokyo 169-8050, Japan

† 現所属：石油資源開発株式会社

Present address: Japan Petroleum Exploration Co., Ltd.,
Chiyodaku, Tokyo 100-0005, Japan

†† 現所属：島根大学大学院総合理工学研究科地球資源環境学領域
Present address: Department of Geoscience Interdisciplin-
ary Faculty of Science and Engineering, Shimane Universi-
ty, Matsue, 690-8504 Japan.

Corresponding author: T. Kanai,
cani@toki.waseda.jp

Abstract: Crystallographic orientations of minerals were determined by electron backscatter diffraction (EBSD) under a scanning electron microscope. In this study, we introduce a technique for vibratory polishing of rock samples using colloidal silica (CS), for EBSD analysis of quartz in granite and calcite in limestone. Evaluation of the surface state consisted of a band contrast (BC) measure to represent the surface state, a hit rate to represent the success rate of indexing, and a mean angular deviation (MAD) to represent the accuracy of indexing. The factor that most affected the BC and the hit rate was the total amount of displacement of the sample. However, the BC and hit rate also showed a dependency on the crystallographic orientation. When eight Kikuchi bands were detected, the value of the MAD was $< 1^\circ$, and the MAD was independent of the BC. The BC measure showed that the optimal CS polishing times for quartz and calcite were 3 hours and 1 hour, respectively. When preparing a sample with for the first time, CS polishing for 3 hours and detection of the eight Kikuchi bands provide the most effective method for determining crystallographic orientations.

Keywords: SEM-EBSD, colloidal silica, vibratory chemo-mechanical polishing, thin section

はじめに

後方散乱電子回折 (EBSD) 分析は、結晶性の試料に電子線を照射し、後方散乱する回折電子像のパターン (菊池パターン) を解析することにより結晶方位を特定する分析手法である。近年、地質学分野においても、走査型電子顕微鏡 (SEM) に取り付けられた EBSD 検出器を用いた岩石試料の結晶方位分析 (例えば, Harigane et al., 2011; 道林, 2000; 重松, 2001) や、層状物質の積層構造の分析 (Kogure, 2002) などが行われている。岩石試料の SEM-EBSD 分析では、SEM 観察や電子線マイクロアナライザー (EPMA) 分析と同様に研磨片や薄片を用いる。通常、SEM 観察や EPMA 分析用の試料は、 $0.25\text{--}3\ \mu\text{m}$ のダイヤモンドペーストやアルミナ懸濁液を用いた研磨により、観察や測定に供する面を鏡面仕上げする。しかし、これらの硬い研磨剤による試料表面の仕上げは、試料近傍に結晶欠陥密度の大きいダメージ層を形成するとされている (小暮・立川, 2002; Prior et al., 1999)。SEM 観察や EPMA 分析では、このダメージ層の厚さは特に問題とはならないが、EBSD 分析の場合、菊池パターンに寄与する入射電子の進入深さが数 $10\ \text{nm}$ までであるため、ダメージ層の存在により菊池パターンのコントラストが大きく減少するとされる (小暮・立川, 2002; Prior et al., 1999)。そのため、EBSD 分析用の試料は、ダイヤモンドペーストによる鏡面研磨を行った後に、イオンミリングやコロイダルシリカ (CS) を用いた振動研磨によりダメージ層を除去する測定面の仕上げが推奨されている (小暮・立川, 2002; Prior et al., 1999)。これらのうち、イオンミリングは、試料表面にアルゴンイオンビームを照射し、上述の機械研磨では取り除けないダメージ層をスパッタリングにより除去する手法である。この手法では照射径 $5\text{--}10\ \text{mm}$ 程度のアルゴンイオンビームを 20 時間前後試料表面に照射することで、照射範囲の測定面を平坦に仕上げることができる (例えば, 本田ほか, 2012)。使用する装置にもよるが、直径数 mm の範囲の測定面を仕上げるのに約 1 日の時間を費やすため、測定面が $20\ \text{mm}$ 四方を超えるような岩石薄片の処理には向かない。一方、コロイダルシリカによる仕上げは、メーカーによって規格が異なるが、粒度 $10\text{--}100\ \text{nm}$, pH9–11 のコロイド状のシリカ溶液を浸したバフの上で測定面全体を同時に振動研磨する。この手法では機械研磨と化学研磨が同時に進行し、1 時間に $1\text{--}2\ \mu\text{m}$ 程度の遅い研磨速度で試料表面を研磨するため、一般的な岩石薄片表面のダメージ層除去の仕上げに最も適しているとされている (例え



Fig. 1. Photograph of the VibroMet™ 2 vibratory polisher.

ば, Lloyd, 1987). ただし, CS を用いた EBSD 分析用試料の研磨については, 合金を用いた最適研磨条件に関する簡単な報告はあるものの(例えば, Nowell et al., 2005), 岩石試料については, 具体的な処理手順および最適な処理方法に関する報告は, 著者らの知る限り知られていない. そこで本論では, 硬度の異なる 2 つの結晶の例として花崗岩に含まれる石英(モース硬度: 7)と石灰岩に含まれる方解石(モース硬度: 3)を対象に, CS 処理条件の違いによって見られる EBSD 分析の結果を提示し, 早稲田大学で成功している SEM-EBSD 分析用岩石薄片における CS 処理条件について紹介する.

手 法

1. 分析試料

花崗岩試料は香川県丸亀市手島で採取した中粒黒雲母花崗岩(有田, 1988)を用いた. また, 石灰岩試料は埼玉県秩父市中津川地域に露出する秩父帯南帯の石灰岩(藤本, 1974)を用いた. なお, 測定対象とした石英の粒径は数 100 μm , 方解石の粒径は数 mm である. CS 処理を行う前までの岩石薄片作製の手順については, 力田(1986)を参考にした. 手順の詳細については, 上記文献を参考にされたい.

2. CS 振動研磨条件

CS を用いた振動研磨には BUEHLER 社製 VibroMet2 研磨装置(Fig. 1)を用いた. また, CS 溶液は PRECISION SURFACES INTERNATIONAL (PSI) 社(代理店 株式会社 三啓)コロイダルシリカ最終仕上げ用(型番: 5904-S-64, pH: 9.8, 粒径: 40 nm)を使用した. CS 処理による研磨の程度を支配する主要要素として, (1)研磨剤の性質および

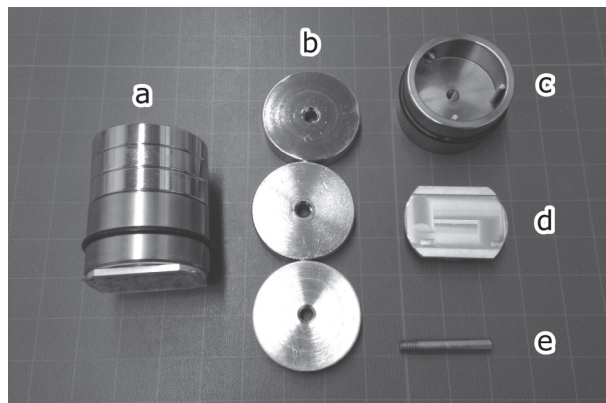


Fig. 2. Thin section holder accessories used for vibratory polishing. (a) Thin section holder assemblage. (b) Weight. (c) Thin section holder fixture. (d) Thin section holder. (e) Pin for the weight.

量, (2)研磨面への圧力, (3)試料の運動速度, (4)試料の総変位量, (5)アルカリ性を示す CS 溶液との反応時間が挙げられる. このうち(1)については毎回ほぼ同等の条件だと考えられるので, CS 処理条件を変化させることで(2)–(5)について各要素の影響を検討した.

VibroMet2 を用いた振動研磨の条件として, (I)研磨時間, (II)試料にかかる荷重, (III)振動強度がある. 研磨時間は試料の総変位量および CS 溶液との反応, 時間試料にかかる荷重は研磨面への圧力, 振動強度は試料の運動速度に影響する. 今回はこれらの条件のうち, (I)および(II)に対して検討を行った. 具体的には, (I)の研磨時間については, 振動研磨を 1 時間, 2 時間, 3 時間行った場合の研磨具合の違いについて検討した. (II)の荷重については, 装置に付属の錘(約 200 g)を 1 個使用した場合と 3 個使用した場合の研磨具合の違いについて検討した. 薄片試料を研磨する場合, 錘のほかに薄片ホルダー保持具(約 400 g), 薄片ホルダー(約 40 g)および錘を乗せるための柱(約 10 g)を取り付ける必要がある(Fig. 2). そのため, 錘を 1 つまたは 3 つ乗せた場合の荷重は, それぞれ約 650 g, 1050 g になる. (III)の振動強度については, 装置上で 0–100% の範囲で設定することができ, 運動速度などに影響を与える. 今回は, 中間値である 50% に固定して振動研磨を行った. また, 比較のためにダイヤモンド鏡面研磨のみの試料についても EBSD 分析を行った. 加えて CS 溶液との反応について検討するため, ダイヤモンド鏡面研磨の後に荷重をかけずモーターを作動しない状態で CS 溶液に浸け置きした試料(以下, 浸け置きした試料)についても EBSD 分析を行った. 分析を行った試料の CS 処理条件について Table 1 に示す.

3. EBSD 分析条件

EBSD 分析は, 早稲田大学所有の SEM(日立ハイテクノロジーズ製 S-3400N)および, 同 SEM に取り付けられている EBSD 検出器(Oxford Instruments 製 HKL Nordlys detector)を使用した. また, 菊池パターンの指数付けには HKL Channel 5 software(以下, Channel 5; Oxford In-

Table 1. Summary of the preparation conditions of examined samples. “0 h” indicates only diamond polishing. “Soak 1h” and “Soak 3h” indicate samples soaked in colloidal silica solution for 1 hour and 3 hours, respectively, after diamond polishing.

Condition	Weights (g)	Time (hour)	Motion velocity (cm / s)	Total displacement (cm)
0h	0	0	0.00	0
Soak 1h	0	1	0.00	0
Soak 3h	0	3	0.00	0
1h1w	650	1	1.53	5500
1h3w	1050	1	1.53	5500
2h1w	650	2	1.53	11000
2h3w	1050	2	1.53	11000
3h1w	650	3	1.53	16500
3h3w	1050	3	1.53	16500

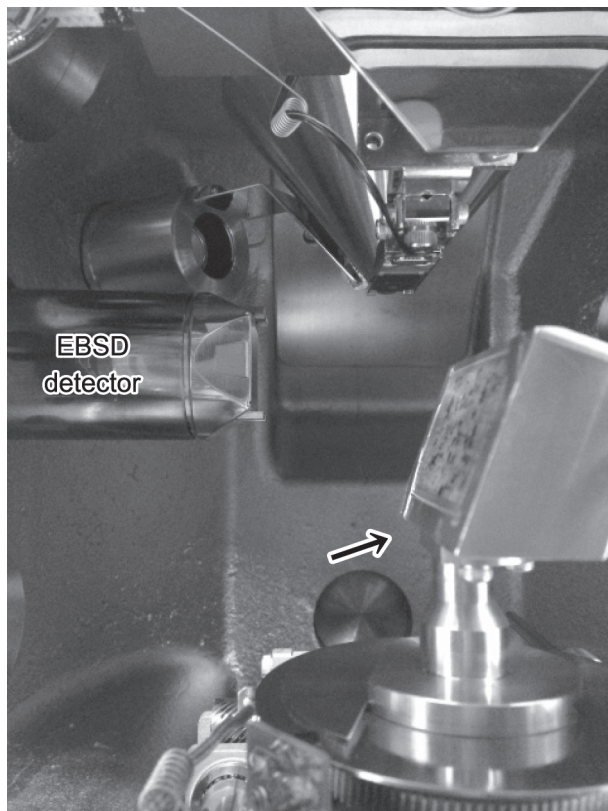


Fig. 3. Photograph of the sample chamber of the SEM. Arrow shows a sample holder tilted at 70°.

struments 製)を使用した。入射電子用の SEM フィラメントにはタングステンを用いた。菊池パターンは、試料の表面に対する電子線の入射角が 40° 以上になるとパターンの回折強度が急激に弱くなる。このため、試料を水平面から 60–80° 程度に傾斜して観察する必要がある(鈴木, 2004)。本論では、水平面からスクリーンに向かって 70° 傾斜した試料ホルダー(Fig. 3)を用いた。通常の SEM 観察の場合、試料表面の帯電を防ぐために、炭素や白金による蒸着を行うが、EBSD 分析の場合、上述のように菊池パターンに寄与する入射電子の進入深さが数 10 nm と非常に浅いため、蒸着膜による菊池パターンのコントラストの減少が考えられる。そのため、測定用の試料は蒸着を行わず、試料表面の帯

電を防ぐために SEM 試料室の真空度を低真空 (30 Pa) に設定して測定した。また、加速電圧: 25 kV, 作動距離(WD): 30 mm の条件で SEM 観察および EBSD 分析を行った。測定の手順としては、まず、それぞれの薄片試料において、後方散乱電子像(BEI)観察により目視で測定対象とする粒子を識別した。その後、対象とする粒子に対し、200 倍の倍率で 70 μm 四方の範囲を 2 μm 間隔で面分析(1 つの結晶につき 1225 点測定)した。1 つの薄片につき 20 粒子の面分析を行った。なお、粒界および方解石の双晶面では菊池パターンが不鮮明になることが多いため、石英では面分析の範囲に粒界が入らないよう、方解石では面分析の範囲に粒界および 2 本以上の双晶が入らないように配慮して分析を行った。

EBSD 分析では、スクリーンに映し出された菊池パターンから数本の菊池バンドを読み取ることで結晶方位の指数付けを行う(Fig. 4)。このとき、読み取るバンドの本数によって、EBSD 分析に要する時間や指数付けの正確性が変化する。すなわち、読み取る本数が少ない場合は、測定時間が短くなり指数付け成功率も上昇するが、指数付けの精度が低下する。一方、読み取る本数が多い場合は、測定時間が長くなり指数付け成功率も低下するが、指数付けの精度は上昇する。Channel 5 では読み取るバンドの本数の下限と上限を設定することができる。今回は下限および上限の本数を 8 本として分析を行った。この設定で、1 点の測定に要する時間は約 0.055 秒であった。

4. EBSD 分析評価方法

EBSD 分析において、研磨による試料表面状態の変化は菊池パターンの質に現れる。今回利用した Channel 5 では、菊池パターンの質は Band Contrast(BC)によって評価される。BC は 0–255 までの値をとり、値が大きいほど菊池パターンの質が良いことを示している。そこで試料表面の研磨状態を評価する指標として BC を利用した。加えて、実際の分析では指数付けの成功率(ヒット率)や指数付けの質も重要となる。指数付けの質は理論的な菊池パターンと実際に測定された菊池パターンとのずれである Mean Angular Deviation(MAD)によって評価され、1° 以下であることが好ましいとされる(Oxford Instruments HKL, 2007)。今回はこのヒット率と MAD についても比較を行った。

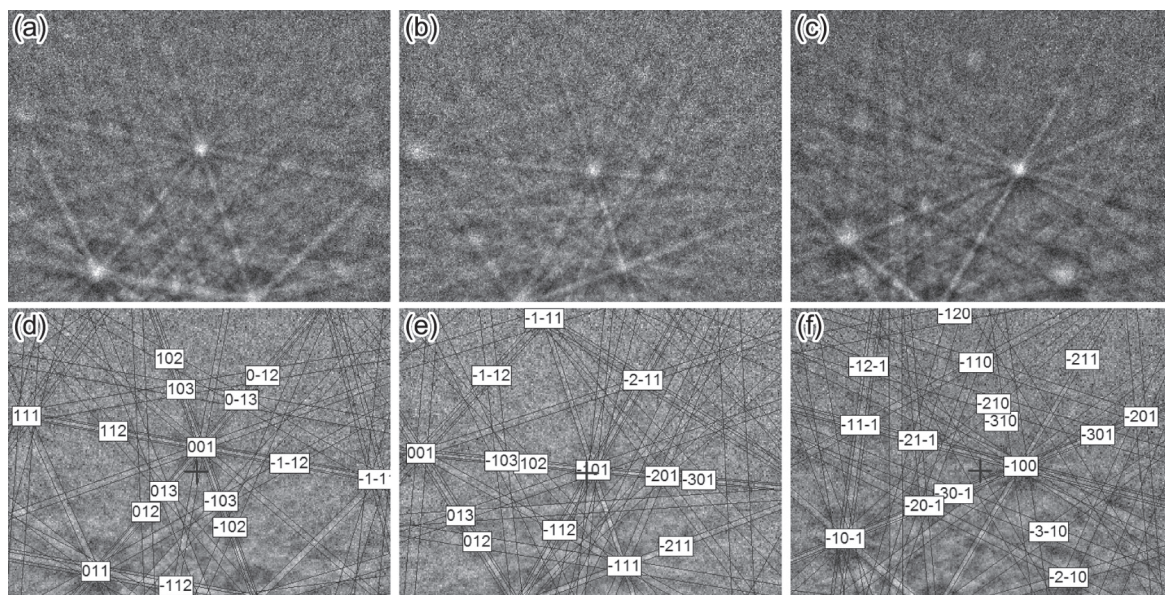


Fig. 4. (a)–(c) Examples of the Kikuchi patterns of quartz grains, with c-axis plunges of 76.9° (a), 48.1° (b), and 2.7° (c). (d)–(f) Automatically indexed Kikuchi bands for (a)–(c).

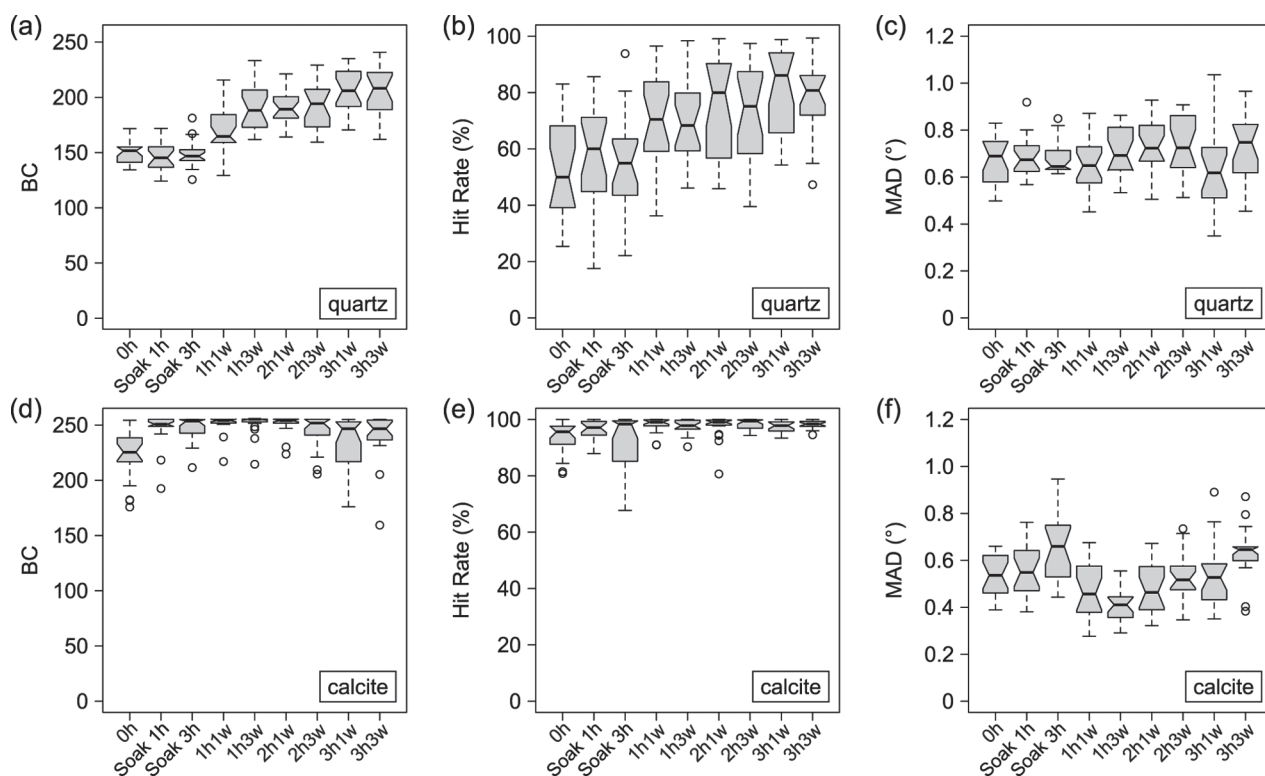


Fig. 5. Boxplot showing variations in the results of the electron backscatter diffraction analysis. The line within the box represents the median value, with notches indicating 95% confidence intervals around the median. (a) and (b) Band contrast. (c) and (d) Hit rate. (e) and (f) Mean angular deviation. (a), (c), and (e) Results for quartz. (b), (d), and (f) Results for calcite.

結 果

分析結果を Fig. 5 および Table 2 に示す。石英においては、BC の平均値はダイヤモンド鏡面研磨のみの試料では約

150 であったが、CS 処理時間を増やすほど値は増加し CS 処理 3 時間では 200 を上回った。鍾については、CS 処理 1 時間の場合では鍾 3 個の方が 1 個の場合よりも高い BC を示したが、CS 処理 2 時間以上の場合では鍾の違いによる有

Table 2. Summary of the results of the electron backscatter diffraction analysis for each preparation condition.

Condition	Quartz						Calcite					
	BC		Hit rate (%)		MAD (°)		BC		Hit rate (%)		MAD (°)	
	Mean	Median	Mean	Median	Mean	Median	Mean	Median	Mean	Median	Mean	Median
0h	149.6	151.3	53.6	50.0	0.68	0.69	221.6	225.1	93.4	95.6	0.54	0.54
Soak 1h	145.2	144.8	57.0	60.0	0.69	0.67	246.3	250.3	96.7	97.1	0.56	0.54
Soak 3h	148.9	146.4	55.1	55.1	0.68	0.65	247.2	253.2	92.0	98.4	0.65	0.66
1h1w	171.6	164.3	70.2	70.5	0.65	0.65	251.6	253.8	98.1	99.1	0.47	0.46
1h3w	191.9	187.8	70.4	68.3	0.71	0.69	250.9	254.9	97.6	97.8	0.41	0.41
2h1w	190.1	188.8	74.3	80.0	0.72	0.72	250.6	253.7	94.5	99.1	0.49	0.46
2h3w	191.9	193.8	73.0	75.1	0.74	0.72	244.7	251.4	98.4	99.4	0.53	0.52
3h1w	207.4	205.7	80.7	86.1	0.63	0.62	233.0	246.6	97.5	97.9	0.53	0.53
3h3w	204.7	207.8	77.9	72.4	0.72	0.75	239.6	246.3	98.2	98.4	0.63	0.63

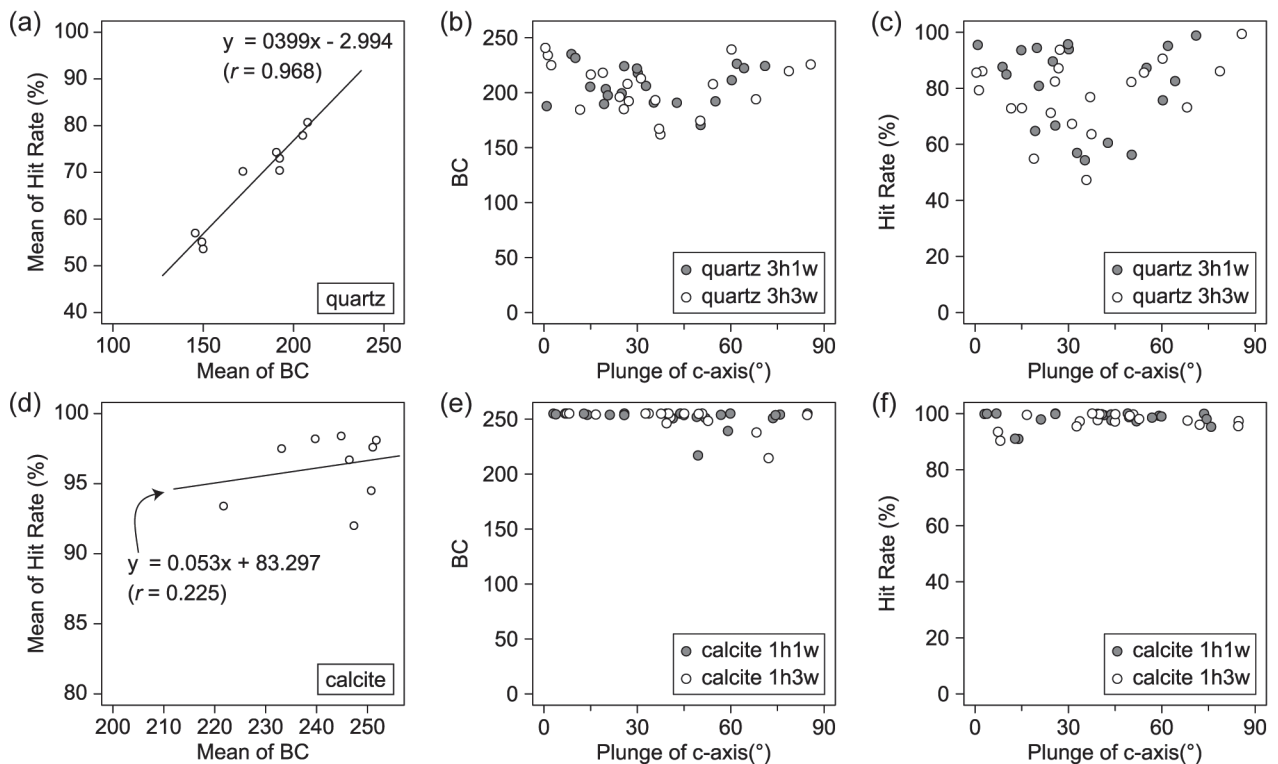


Fig. 6. Plot of the c-axis plunge versus the band contrast (BC) (a) and (b), and the hit rate (c) and (d). (a) and (c) Results for quartz. (b) and (d) Results for calcite.

意な差は認められなかった。また、浸け置きした試料とダイヤモンド鏡面研磨のみの試料の BC に有意な差は認められなかった。ヒット率の平均値はダイヤモンド鏡面研磨のみの試料では約 55% であったが、CS 処理時間を増やすほど値は増加し、CS 処理 3 時間では約 80% を示した。ヒット率については錘の違いによる有意な差は認められなかった。MAD は CS 処理 3 時間では錘 1 個の試料の 1 つの分析領域で 1.04° と 1° を上回る結果となったが、それ以外ではすべて 1° を下回った。MAD の平均値は約 0.7° で試料ごとに有意な差は認められなかった。

方解石においては、BC の平均値はダイヤモンド鏡面研磨のみの試料では約 220 であり、CS 処理 1 時間では約 250 を示した。しかしそれ以降は CS 処理時間を増やすと値は減

少し、CS 処理 3 時間では約 235 を示した。錘の違いによる BC の有意な差は認められなかった。一方で、浸け置きした試料の BC はダイヤモンド鏡面研磨のみの試料よりも値が増加した。ヒット率の平均値はダイヤモンド鏡面研磨のみの試料でも約 95% を示し、CS 処理を施すことで処理時間の違いによらず 100% 近くに達した。錘の違いによるヒット率の有意な差は認められなかった。MAD はすべて 1° を下回り平均値は約 0.5° であったが、CS 処理 1 時間で錘 3 個の試料では約 0.4° と相対的に低く、CS 処理 3 時間で錘 3 個の試料では約 0.6° と相対的に高い値を示した。

考 察

CS 処理の検討結果から BC については、石英では CS 処

理3時間、方解石ではCS処理1時間の場合が最良の値を示した。なお、この処理時間においては錘の違いによる研磨状態の変化は認められなかった。浸け置きした試料のBCは、方解石でのみダイヤモンド鏡面研磨のみの試料よりも増加が認められた。以上のことから、前述したCS処理による研磨の程度を支配する5つの要素のうち、最も影響が大きいものは試料の総変位量にあると考えられる。石英のように硬く機械研磨の進行が遅い鉱物では総変位量を増やす必要がある。一方、方解石のように軟らかい鉱物では、1時間程度のCS処理(総変位量約5000 cm程度)が最適な条件であると考えられる。次いで影響の大きいものは方解石で見られたCS溶液との反応である。研磨剤ならびにその溶液がもたらす化学作用として、触媒、酸化、還元、拡散、化合、腐食、吸着、置換といった作用が考えられている(谷, 1996)。特にCS溶液の場合は、溶液中で帯電した微細粒コロイダルシリカによる吸着作用が影響を与えられている(谷, 1996)。このような研磨溶液との反応を考える場合、研磨状態を規定するのは機械研磨におけるような研磨砥粒の形状や大きさあるいは硬さではなく、主として研磨砥粒と試料結晶の接触点における固相反応の容易さだと考えられている(安永, 2001)。そのため、今回CS溶液に浸け置きした試料について、方解石で表面状態の改善が見られたにも関わらず石英で表面状態に変化が見られなかったことは、石英の方が化学的に安定した鉱物であることが原因の一つとして考えられる。最後に、研磨面への圧力による研磨度合いの違いは、1時間処理の石英にしか確認されなかった。そのため錘は1つでもCS処理のために十分な荷重を得られていると考えられる。

MADについては、石英、方解石ともにCS処理条件によらず 1° 以下の値を示した。これは、菊池パターンから読み取る菊池バンドの数を8本に設定したためだと考えられ、8本のバンドを読み取ることができれば指数付けの精度には問題がないことを示している。

ヒット率については、ヒット率の平均値とBCの平均値が正の相関を示したことから(Fig. 6a, 6d)、大局的には研磨状態に依存して変化すると考えられる。石英においては、研磨時間の増加に伴ってヒット率の平均値が上昇を示すが、どの研磨条件においてもヒット率の最大値と最小値の間に約50%の幅が存在する。ヒット率が低い結晶が見られる要因として、不均一な研磨によるダメージ層の残留、結晶方位の違いによる研磨されやすさの違いが考えられる。研磨具合の不均一がヒット率の幅に表れるとすると、CS処理時間の増加に伴って研磨具合の不均一が解消されればヒット率の幅は小さくなると考えられる。しかし、CS処理時間を増やしてもヒット率の幅は減少を示していないため、CS処理においてはヒット率に影響を与えるような研磨の不均一は生じていないと考えられる。一方で、コロイダルシリカを用いた研磨ではないものの、六方晶系SiC単結晶などで結晶方位に依存して研磨度合いが変化する例が報告されている(須賀, 1991)。結晶方位の影響を確認するため、c軸の沈下角に対するBCとヒット率の関係について評価した(Fig. 6b, 6c,

6e, 6f)。この結果、方解石においてはBC、ヒット率ともにc軸沈下角との関係性は認められなかった。一方で石英においてはBC、ヒット率ともにc軸沈下角が $30\text{--}60^\circ$ の範囲で値が低下する傾向が認められた。なお、Fig. 4a, 4b, 4cの菊池パターンは薄片に対する石英のc軸沈下角が 76.9° , 48.1° , 2.7° のものであり、Channel 5による指数付けは正常に行われているので(Fig. 4d, 4e, 4f)、ソフトウェアによる指数付けが結晶方位に依存する可能性は低いと考えられる。このことから、石英については結晶方位に依存して研磨度合いが変化することでヒット率に幅が生じていると考えられる。ヒット率の低下を防ぐ方法として、(1)菊池パターンの取得時間を長くしてノイズの影響を軽減させることでBCを向上させる、(2)菊池パターンから読み取る菊池バンドの数を少なくする、(3)最新の検出器およびソフトウェアを利用することが考えられる。これらのデメリットは、(1)分析時間が長くなる、(2)MADが低下することである。一方、分析間隔を小さくすることで1つの粒子に対して多数の分析点を得ることができれば、ヒット率が低くても粒子の結晶方位を測定することができる。しかし、マイロナイトのように1つの粒子が小さく多数の分析点が得られない場合や、波動消光する粒子全体で結晶方位の変化を欠損なく分析したい場合にはこの方法は不向きである。

以上より、EBSD分析では対象とする鉱物の種類や求められる結果の質によって前処理条件や分析条件を調整する必要がある。今回扱った石英では錘3個で3時間、方解石では錘3個で1時間、Nowell et al. (2005)によるNiCrFe合金(INCONEL 600)では2時間と3時間とともに最良のBCが得られている。方解石に関しては2時間以降の研磨でBCが減少する傾向が見られた。今回の検討ではその原因の追究には至っていないが、その条件でもCS処理を行わない場合よりも高いBCを示しており、3時間のCS処理が原因となるEBSD分析の質の著しい低下は発生していない。これらの結果をもとに、経験のない試料を扱う際には、はじめに3時間のCS処理を行い、EBSD分析結果をもとにCS処理条件を調整する方法が有効な方法の一つであると考えられる。早稲田大学では経験のない試料を扱う際にははじめに錘3個で3時間のCS処理を行うという方針を採用している。

ま と め

花崗岩中の石英と石灰岩中の方解石を対象としてSEM-EBSD分析用岩石薄片試料の前処理条件を検討することを目的とし、CSを用いた振動研磨条件について評価を行った。試料の研磨状態を反映するBCの変化から、CS処理による研磨状態は試料の総変位量に最も影響を受け、次いでCS溶液との反応に影響を受けると考えられる。荷重については、検討した中で最も軽い条件(約650 g)においても十分な研磨が可能である。試料の総変位量を決定する処理時間は、石英においては3時間、方解石においては1時間の条件で最も良い研磨状態を示す。指数付けの正確性を反映するMADは、石英と方解石ともに試料の研磨状態によらず許容値であ

る 1° 以下の値を示す。これは菊池パターンから読み取る菊池バンドの本数に依存すると考えられ、今回の上限下限とも 8 本という条件であれば MAD は 1° 以下の値を示すと考えられる。指数付け成功率を反映するヒット率は BC と正の相関を示し、研磨状態が良い方がヒット率も高くなる傾向を示した。一方で研磨状態がおおむね等しい場合でも、BC やヒット率は結晶方位によって変化する可能性がある。そのため EBSD 分析では対象とする鉱物の種類や求められる結果の質によって前処理条件や分析条件を調整する必要があるが、経験のない試料を扱う際は CS 処理 3 時間、菊池バンドの読み取り 8 本という処理分析条件を有効な方法の 1 つとして紹介したい。

謝 辞

早稲田大学職員の三浦 仁氏には、SEM-EBSD 分析機器の操作に際しご指導いただいた。匿名の査読者には試料研磨状態の評価法について重要なコメントをいただき粗稿は大幅に改善された。編集担当である九州大学の池田 剛博士には適切なコメントをいただいた。以上の方々に御礼申し上げます。

文 献

有田正志 (Arita, M.), 1988, 児島半島, 塩飽諸島の花崗岩類の岩石学的研究—特にそれらの組織について—. 地質雑 (*Jour. Geol. Soc. Japan*), **94**, 279–293.
 藤本治義 (Fujimoto, H.), 1974, 関東山地における石灰岩の分布について。石膏と石灰 (*Gypsum & Lime*), **128**, 29–36.
 Harigane, Y., Mizukami, T., Morishita T., Michibayashi, K., Abe, N., Hirano, N., 2011, Direct evidence for upper mantle structure in the NW Pacific Plate: Microstructural analysis of a petit-spot peridotite xenolith. *Earth Planet. Sci. Lett.*, **302**, 194–202.

本田順一・松井寛樹・原田晃男・小畑裕希・富田 健 (Honda, J., Matsui, H., Harada, A., Obata, H. and Tomita, T.), 2012, 遠隔操作型イオンミリング装置の開発. *JAEA-Technol.*, **21**, 17p.
 小暮敏博・立川 統 (Kogure, T. and Tachikawa, O.), 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 (*Japan. Mag. Mineral. Petrol. Sci.*), **31**, 275–282.
 Kogure, T., 2002, Identification of polytypic groups in hydrous phyllosilicates using Electron Back-Scattering Patterns (EBSPs). *Amer. Mineral.*, **87**, 1678–1685.
 Lloyd, G. E., 1987, Fabric Analysis Using SEM Electron Channeling. *Jour. Geol. Soc.*, **144**, 678–678.
 道林克禎 (Michibayashi, K.), 2000, SEM-EBSP システムによるカンラン岩の結晶方位解析. 構造地質 (*Jour. Tectonic Res. Group Japan*), **44**, 63–66.
 Nowell, M. M., Witt, R. A., True, B. W., 2005, EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips, and Tricks. *Microsc. Today*, 44–48.
 Oxford Instruments HKL, 2007, *CHANNEL 5*. 5.27p
 Prior, D. J., Boyle, A. P., Brenker, F., Cheadle, M. C., Day, A., Lopez, G., Peruzzo, L., Potts, G. J., Reddy, S., Spiess, R., Timms, N. E., Trimby, P. W., Wheeler, J. and Zetterstrom, L., 1999, The application of electron backscatter diffraction and orientation contrast imaging in the SEM to textural problems in rocks. *Amer. Mineral.*, **84**, 1741–1759.
 力田正一 (Rikita, M.), 1986, 岩石薄片の作り方 (*How to Make a Rock Thin Section*). ニュー・サイエンス社 (NEW Science co., Ltd.), 77p.
 重松紀生 (Shigematsu, N.), 2001, 走査型電子顕微鏡後方散乱電子回折法 (SEM-EBSD) による石英—長石質ウルトラマイロナイトの結晶方位解析. 構造地質 (*Jour. Tectonic Res. Group Japan*), **45**, 65–68.
 須賀唯知 (Suga, T.), 1991, 非酸化セラミックスのメカノケミカルポリシング. 機械と工具 (*Kikai to Kogu*), **6**, 92
 鈴木清一 (Suzuki, S.), 2004, EBSP 法の基礎原理と活用法 (I). 顕微鏡 (*Microscopy*), **39**, 121–124.
 谷 泰弘 (Tani, Y.), 1996, 研磨加工における化学的作用. 生産研究 (*Seisan Kenkyu*), **48**, 221–225.
 安永暢男 (Yasunaga, N.), 2001, 高能率・超平滑化加工法—軟質粒子によるメカノケミカルポリシング—. 表面科学 (*Jour. Surf. Sci. Soc. Japan*), **22**, 187–196.