

## 新開発乾式法による脆弱岩石試料の薄片・研磨薄片製作

大和田 朗\*・佐藤卓見・平林恵理

Akira Owada, Takumi Sato and Eri Hirabayashi (2013) New method for making petrographic sections of fragile rocks without using liquids as coolants or lubricants—dry method—. *Bull. Geol. Surv. Japan*, vol. 64 (7/8), p. 221–224, 4 figs.

**Abstract:** It is difficult to make thin sections of fragile and unstable specimens that contain sulfur, clay, salt, and water by applying the conventional method in which water and oil are used. Although such liquids protect samples from the heat generated during the cutting and grinding processes, they can also damage samples, for example, due to expansions. As a solution to this problem, a new method in which liquids are not used and frictional heat is minimized has been developed; in short, samples are not influenced by liquid and heat in this new method. This method enables to make easily the least damaged thin sections of such fragile samples. Further, this method can be adapted for even complex samples that contain both hard and soft minerals, and thus helps researchers obtain all possible information that can be obtained from the samples.

**Keywords:** thin section, fragile rock, dry method, alumina powder

### 1. はじめに

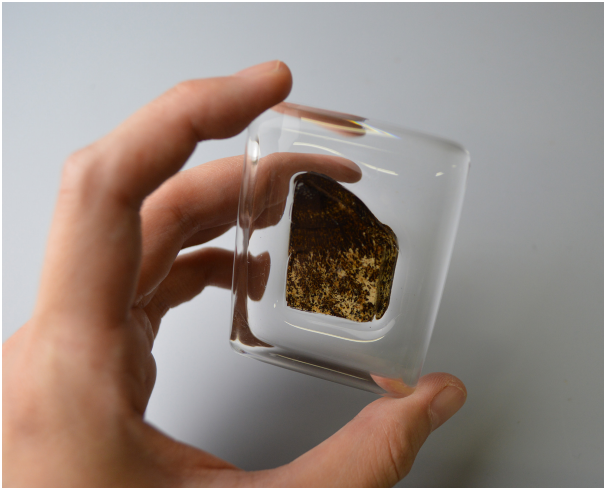
地質の調査研究に不可欠な、岩石等試料の光学顕微鏡用薄片・分析電子顕微鏡用薄片(以下、研磨薄片)の作製工程においては、従来、冷却、潤滑、洗浄を目的とした水、エタノール、油等の液体が使用されてきた。しかし、硫黄・粘土・塩分・水分等を含む脆弱・不安定試料の場合、それらの液体は、脱落や収縮、膨潤の原因となるため、分析用試料として必要な平面精度を得ることができない。これまでに液体の使用を極力抑えた作製方法がいくつか報告されている(大橋ほか, 2008)が、摩擦熱の発生、試料に付着した研磨材の除去に関する問題が残されていた(宮本, 1988; 戸間替, 2005)。そこで、試料を水、エタノール、油等の液体に触れさせない完全乾式による作製法を開発し、従来の課題の解決を目指した。その結果、変質のない精度の高い薄片・研磨薄片を作製することができたので以下に報告する。

### 2. これまでの湿式による作製法について

岩石の薄片・研磨薄片を作製する工程において、岩石の切断・成形時に発生する摩擦熱を除去する冷却剤、並びに試料の研磨時に研磨材を分散させる潤滑剤として液体が使用されている。これらの液体は水・油・水溶性切

削液・不水溶性切削油と灯油が一般的であり、試料の性質や状態によって使い分けられる。しかしこれらの液体を使用する作製方法(以下、「湿式法」)は、硫黄・粘土・水分・塩分等を含む脆弱試料に損傷を与えるという問題がある。海・湖沼・湿地等から採取した水分を含む試料は、採取後の保管状況によって乾燥による収縮が生じている。液体は、収縮した試料を再膨張させ、試料は破損する。合成樹脂による試料の固化が破損防止に有効であるが、樹脂の浸透性を増すため熱を加え乾燥時間の短縮及び十分な乾燥を図る(石佐古, 2003)。しかし、試料に塩分を含む場合、加熱によって析出した試料内部の塩分が除去されず、合成樹脂は加工に必要な硬度まで到達しない。硬化が不十分な樹脂には、研磨工程において、試料の研磨面に研磨材粒子が侵入するため研磨ができない。研磨は粗粒子から細粒子へと研磨材の粒子径を段階的に変えて行われる。残留した粗粒研磨材による研磨面の損傷を回避するため、細粒の研磨に進む前に、前の段階で試料に付着した粗粒研磨材を除去する必要がある。研磨材の除去には、通常、水・油などの液体が使用されるが、用いる液体が試料に膨潤と破損を引き起こす。

このため、硫黄・粘土・塩分・水分などを含む脆弱試料の高精度な薄片・研磨薄片を作製するには、これら湿式による作製法が試料に及ぼす問題を解決し、液体の使用や加熱を施さない作製法が必要となる。



第1図 樹脂で包埋された試料。

Fig. 1 Photograph shows ferromanganese crust embedded into MMA (methyl methacrylate) resin.



第2図 耐水ペーパーを装着した可変式研磨機で行う研磨。

Fig. 2 Grinding a sample on waterproof paper attached to a variable-speed abrasive machine.

### 3. 乾式による製作方法

湿式法の問題点を解決するために液体不使用及び非加熱で薄片・研磨薄片を作製する手法を考案した。この手法によれば、試料が採取されたときの状態を保持した高精度な薄片・研磨薄片が得られる。以下にこの作製法(以下、乾式法)の手順を示す。

#### 3.1. 試料の補強

乾燥による破損の恐れがある試料は、試料をエタノールに浸し試料中の水分とエタノールとの置換を数回繰り返す。その後、試料を常温硬化型の合成樹脂に浸し、試料に含まれたエタノールを樹脂で置換する。その際、真空含浸装置により樹脂を試料内部まで浸透させる。真空含浸中に発生する多量の気泡は試料破損を招くため、適宜外気を入れ真空圧を調節する。エタノールが試料から除去されるまで樹脂との置換を繰り返した後、試料を樹脂中で常温硬化させる(第1図)。

現在のところ、試料の固結には、メタクリル樹脂、エポキシ系樹脂を採用している。いずれも常温硬化型ではあるが、完全硬化に要する時間が異なる。

#### 3.2. 試料の切断・成形

試料を必要な大きさに切断・成形するには、金属製糸鋸、金鋸、ナイフ、バンドソー等を用いる。その際、切断による摩擦熱の影響を回避するため、切断速度を調節する。切粉はエアガン等の圧縮空気により除去する。切断・成形後に試料の破損が見られる場合、加熱の必要がないシアノアクリレート系接着剤で試料を補強する。

#### 3.3. 接着面の研磨

スライドガラスに接着する面を研磨するとき、冷却液・潤滑液などの液体を使用せず、精密研磨用の耐水研磨紙を装着した自動研磨機(以下、可変式研磨機)を用いる(第2図)。研磨機を低速回転(40~50回転/分)にすることにより摩擦熱の発生を抑える。研磨屑は、エアガンで除去する。耐水研磨紙は、320番⇒500番⇒800番⇒1200番⇒2400番⇒4000番の番砥順に使用する。

#### 3.4. スライドガラスへの接着

研磨した試料面を常温硬化型エポキシ系接着剤でスライドガラスに接着し、加圧式固定治具に装着する。その後、防湿庫に保管し、硬化させる。

#### 3.5. 試料の2次切断

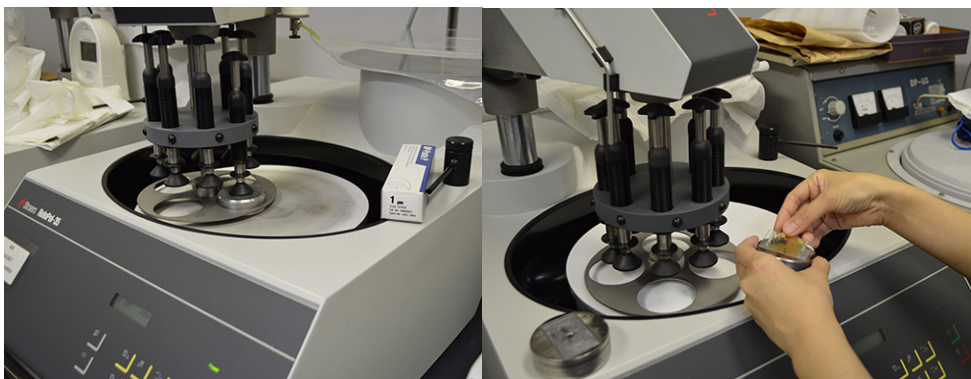
スライドガラスに接着した試料を、厚さが約1mmとなるよう、バンドソーで切断する(第3図)。その際、切断速度を調節することにより、発熱を抑える。切断面に脱落などの破損が見られた場合、シアノアクリレート系接着剤で補強をする。

#### 3.6. 研磨

接着面の研磨時と同様、可変式研磨機に精密研磨専用の耐水研磨紙を貼り付け、低速回転(40回転/分)で研磨を行う。4000番砥まで耐水研磨紙で研磨した後、アルミナ砥粒が蒸着されているラッピングフィルム6000番砥で試料の厚さが30 $\mu$ mになるよう研磨を行う。研磨薄片の場合、この後、研磨機の試料保持具に試料を取り付け、粒径1 $\mu$ mのアルミナ粉末が塗布された研磨クロス上で、500~600gの加重下で機械による仕上げ研磨を約10分間(40回転/分)行う。湿式法では、仕上げ研磨時にペー



第3図 バンドソーでスライドガラスに接着した試料を100 µmに切断する。右の写真は切断後の試料。  
Fig. 3 Slicing of a sample by using a band saw to obtain 100 µm thickness slices while keeping the sample dry. Right side photograph shows 100 µm thickness sample retained on the glass slide.



第4図 最終研磨工程。左はダイヤモンドペストを使用した湿式研磨。研磨クロスの上に冷却液による湿りが見られる。右はアルミナ粉末を使用した乾式研磨。クロス表面は完全に乾燥している。  
Fig. 4 Last step of polishing. The photograph on the left side shows the conventional method of polishing, which employs diamond paste and coolant oil; the surface of the cloth sheet on the machine remains wet. The photograph on the right shows the new method of polishing, wherein alumina powder is used; therefore, the sheet remains dry, which is the preferred condition.

スト状のダイヤモンドを研磨クロスに塗布し使用しているが、揮発性が低く完全に乾燥させて使用することができない。そこで、揮発性の高いエタノールによってペースト状にした粒径1 µmのアルミナ粉末をダイヤモンドペーストの代わりに使用する。以上により、研磨の際に、液体の影響を受けない、乾式による仕上げ研磨が可能となった。

高い研削力を持つダイヤモンドペーストでの研磨では、試料と樹脂との境界部分に研削による段差が生じる恐れがある。一方、アルミナ粉末はダイヤモンドペーストに比べ研削力が低いため、段差の拡大を防ぎ、より平面性にすぐれた観察面を得ることができる(第4図)。

### 3.7. 仕上げ

エアガンなどで研磨屑を除去する。偏光顕微鏡観察用の薄片作製の場合、カナダバルサム等の天然樹脂を使用し、カバーガラスを接着する。

## 4. これまでの成果

海域地質調査によって採取された鉄マンガンクラスト試料の薄片・研磨薄片を、乾式法を用いて作製した。鉄マンガンクラストは塩分及び水分を含む脆弱試料であるが、乾式法で作製することにより、膨潤の影響を受けていない高精度の薄片・研磨薄片を提供することができる。この技術は、産業技術総合研究所と他機関(高知大学・米国マサチューセッツ工科大学・ヴァンダービルド大学)との共同研究(Oda *et al.*, 2011)に貢献した。この研究成果は、2011年2月28日付で産業技術総合研究所ホームページにプレスリリースされ、その中で高品質薄片についても言及された(産業技術総合研究所, 2011)。

粘土鉱物のイモゴライトに含有する天然ナノチューブは、水分を主成分とするため、乾燥に非常に弱く、一旦乾燥すると再度水分を与えても元の状態に戻らない。そのため、従来の湿式法では薄片作製は不可能とされてい

た。今回、乾式法を用いることで、発見以来、約50年間、薄片試料の作製が不可能とされていたイモゴライト含有試料の薄片作製に成功し、その作業方法も含めて日本粘土学会誌で公表された(鈴木ほか, 2011)。

清水(2012)は、北海道光竜鉱山産の金銀鉱石を用いて、乾式法及び湿式法による両面研磨薄片(EPMA用)の研磨状態を比較した。この中で、石英、硫化鉱物や自然金属及び粘土鉱物が共存する鉱石試料において、乾式法を用いることで、従来法(湿式法)では粘土とともに大半が失われていた鉱石鉱物の鏡下観察が可能になったことが確認された。このことから、乾式法は情報の大幅な増大をもたらす画期的な手法であることが述べられている。

乾式法の開発により、これまでに上記の成果をもたらすことができた。この特殊薄片作製技術の手法の一部については、現在、特許を出願中である(特願番号2012-286077)。

## 5. まとめ

脆弱試料の薄片・研磨薄片作製において、加熱及び液体の使用による試料破損の問題は、乾式法を用いることによって解決できた。乾式法は、従来の湿式法に比較して試料に与える負荷が少なく、硬さの異なる鉱物を含む岩石などの様々な不安定試料に適用できることから、今後の活用が期待される。また、この乾式法を発展させることにより、分析装置や研究課題の進展に対しても、強力な研究支援が継続できるものと考えられる。

なお、これらの特殊薄片の作製にあたっては、試料処理の初期段階から試料提供者と密接な連携をとりながら進めている。初期段階での試料の処理方法を誤ると乾式法による高品質薄片の作製に障害をもたらすことを付記しておく。

**謝辞:** 新手法の開発を進めるにあたり、産業技術総合研究所の地圏資源環境研究部門鈴木正哉氏、地質情報研究部門清水 徹氏から、試料の研磨状態に関する貴重な情報を頂いた。地質標本館利光誠一氏には、原稿の作成にあたり、大変有益な指摘と助言を賜り、産業技術総合研究所名誉リサーチャー青木正博氏には粗稿の改善に向けて多くの助言を頂いた。ここに記して深く感謝申し上げます。

## 文 献

- 石佐古早実(2003)地すべり粘土の薄片製作. 地殻, no. 20, 16-21.
- 宮本 誠(1988)乾式研磨法による粘土鉱物を含む試料の薄片作製. 筑波大学技術報告, no. 8, 1-3.
- Oda, H., Usui, A., Miyagi, I., Joshima, M., Weiss, B. P., Shantz, C., Fong, L. E., McBride, K., Harder, R. and Bandenbacher, F. J. (2011) Ultrafine-scale magnetostratigraphy of marine ferromanganese crust. *Geology*, **39**, 227-230. doi: 10.1130/G31610.1.
- 大橋聖和・小林健太・間嶋寛紀(2008)膨潤性粘土鉱物を含む未固結断層岩の薄片・研磨片作製法. 地質学雑誌, **114**, 426-431.
- 産業技術総合研究所(2011)海底の鉄マンガンクラストの形成年代と成長速度を推定—世界で初めて0.1mm単位で地球磁場逆転記録を復元—, [http://www.aist.go.jp/aist\\_j/press\\_release/pr2011/pr20110228/pr20110228.html](http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2011/pr20110228/pr20110228.html) (参照日2012/07/13)
- 清水 徹(2012)乾式法と湿式法との比較—金銀鉱石を用いたEPMA用薄片の場合. 地質標本館地質試料調製グループ, [http://unit.aist.go.jp/geom/qpsg/tech/tech\\_03.html](http://unit.aist.go.jp/geom/qpsg/tech/tech_03.html) (参照日2013/01/04)
- 鈴木正哉・大和田朗・佐藤卓見・永好けい子・犬飼恵一・青木正博(2011)乾式法によるイモゴライトの薄片試料作製. 粘土科学, **50**, no2, 63-38.
- 戸間替修一(2005)含水硫酸塩鉱物の薄片製作. 地殻, no. 21, 12-13.

( 受 付 : 2013年7月10日 ; 受 理 : 2013年8月21日 )