

温泉地学研究所における多孔質・粒状試料の薄片作製工程

松沢親悟*

1. はじめに

温泉井掘削等で得られた地質試料は、偏光顕微鏡による検鏡やX線マイクロアナライザによる化学分析等の手法で岩石学的に解析することによって、地下地質構造を解明するために用いられている。これら試料の検鏡を行うためには、厚さが均一で20 μ程度の薄片を作製しなくてはならない。

これらの試料には、固結した棒状、塊状の物と粒状の物がある。また、固結した試料でも変質したり、多孔質であったりして脆く崩れやすい物もある。新鮮な岩石試料は、通常数ミリの厚さに切断し、それを研磨して薄片に仕上げる。しかし、多孔質で脆い試料は樹脂を注入・固化した後、切断研磨して薄片に仕上げ、また粒状試料は、樹脂で固めた物を切断研磨して薄片を作製する。

ここでは、温泉により変質した地質試料を多量に扱う本研究所における薄片の作製工程と作製上の留意点について紹介する。

2. 作製工程

作製における各工程を、図1に示す。



写真4 樹脂含浸装置



写真5 恒温乾燥器



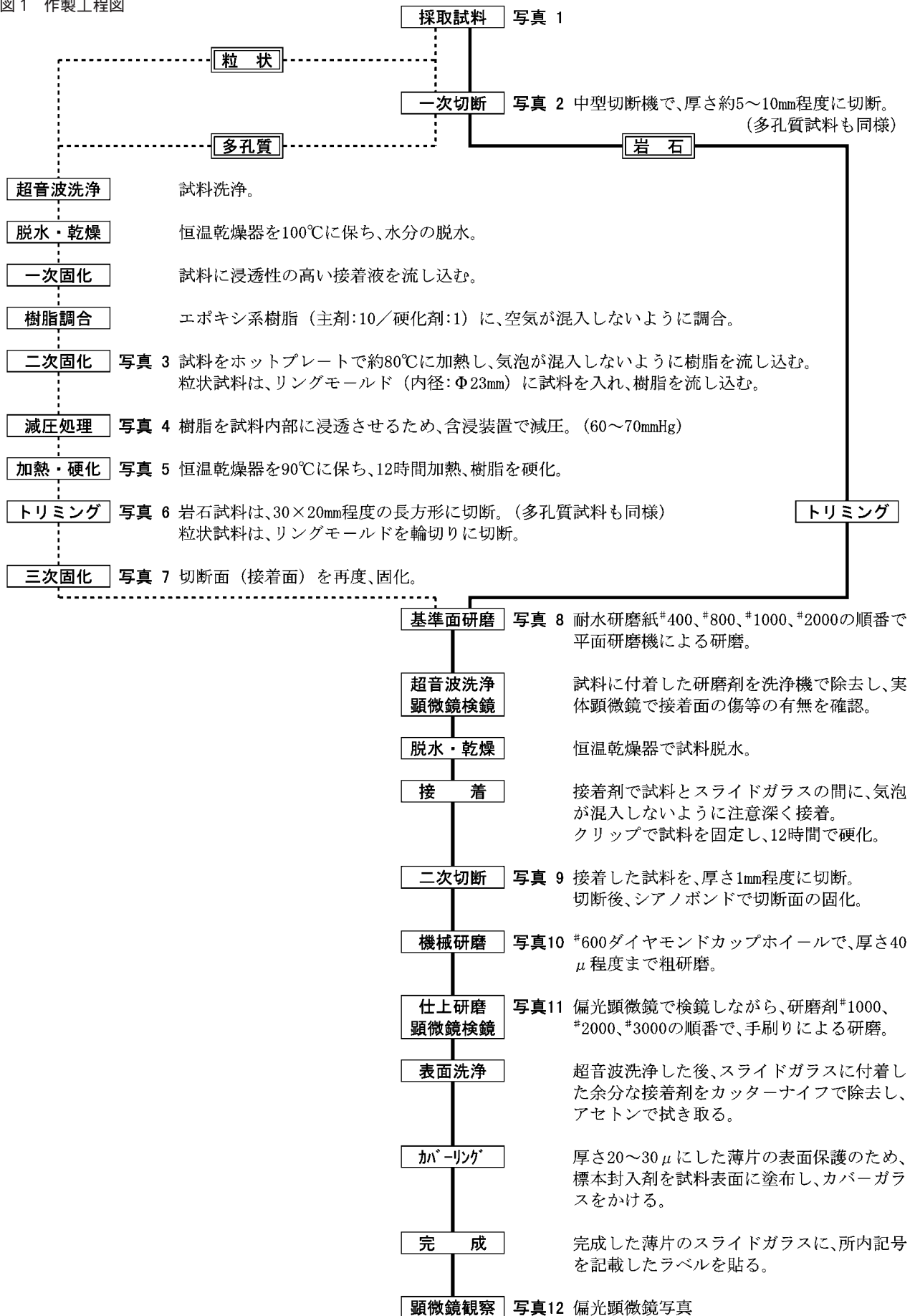
写真1 粒状試料



写真6 岩石小型切断機

*神奈川県温泉地学研究所 〒250 0031 神奈川県小田原市入生田 586
資料，神奈川県温泉地学研究所報告，第32巻，81-86，2001。

図1 作製工程図



3. 作製工程における技術的な留意点

一次切断(写真2)

緻密で硬い試料は5mm程度の厚さで作製上、問題ないが、多孔質試料や固結度の低い泥岩質試料は強度が落ちるため、8～10mm程度の厚さに切断する。また、試料が緻密でも表面に亀裂の見える試料などは、切断中にバラバラに崩れてしまう事もあるため、事前にシアノアクリレート系接着剤シアノボンドで補強してから切断にとりかかる。

試料洗浄

粒状の試料は、表面に付着した泥水等を超音波洗浄機で水が透明になるまで洗浄しておかないと、試料とスライドガラスを接着・硬化した際、剥離の原因となる。また、各メッシュ毎の研磨が終了したら洗浄機で3分程度洗浄し、試料表面に付着している研磨剤を除去しておかないと、次の研磨に移る際、粒子の違う研磨剤同士が混ざり合い試料表面の傷の原因となる。

脱水・乾燥

試料を樹脂で固化させる際、水分を十分に除去しておかないと、試料に気泡となって残り固化してしまう。これを防ぐため、乾燥器の温度を100℃に保ち、約12時間かけて試料内部の水分を抜く。

一次固化

一次切断で8～10mmの厚さに切り出された多孔質試料は、前工程で乾燥させたため、脆く崩れやすくなっている。このような状態で二次固化を行うと、わずかな外的な衝撃や樹脂を浸透させる減圧処理中に試料が崩れたりするため、シアノボンドを流し込み試料を補強する。

樹脂調合

エポキシ系樹脂ペトロポキシ154の主剤と硬化剤を規定量計量したら、別容器に移し空気が混入しないように注意して攪拌する。その容器を減圧装置内に入れ、樹脂に混入した空気を吸引減圧して細かな気泡を抜く。

二次固化(写真3)

樹脂と試料の表面温度をホットプレートで70℃に保ち樹脂を流し込むと、流動性が高くなり試料内部に浸透しやすい。また泥岩質や多孔質試料は、アルミホイルで試料を包み、あらかじめ爪楊枝などで空隙内に樹脂を充填しておく、内部に浸透し気泡が発生しにくい。



写真2 一次切断工程



写真3 リングモールド内の試料に樹脂を流し込む



写真7 トリミングした試料切断面を再度、固化

加熱・硬化

樹脂を流し込み乾燥器の温度を 90 に保ち、12 時間かけて樹脂を硬化させる。樹脂は、100 以上の温度で加熱すると短時間で硬化するが、試料内部からの気泡発生を最小限に抑えるため、90 で加熱。また、試料を乾燥器内から取り出す際、急激な温度変化を与えると樹脂表面に亀裂が生じるため、乾燥器内が 30 位まで徐冷させてから取り出す。

基準面研磨(写真8)

基準面研磨は薄片の完成度を左右する重要な工程で、基準(接着面)となる面の切断傷や凹凸、片減り(片側が部分的に削れる)などを平面(平行)に研磨する(図2)。

この工程で試料全体を平面にしておかないと、次の接着工程でクリップを使って固定する際、不安定で試料全体に均等の力が加わらない(図3)。試料に均等の力が係らない状態で接着剤が硬化すると、機械研磨の際、片減り状態で研磨され精度不良の薄片になるため、微妙な力加減で平面を出し、基準面全体に物が写る程度に平面研磨を行う。



写真8 平面研磨機



図2 基準面(接着面)研磨試料断面

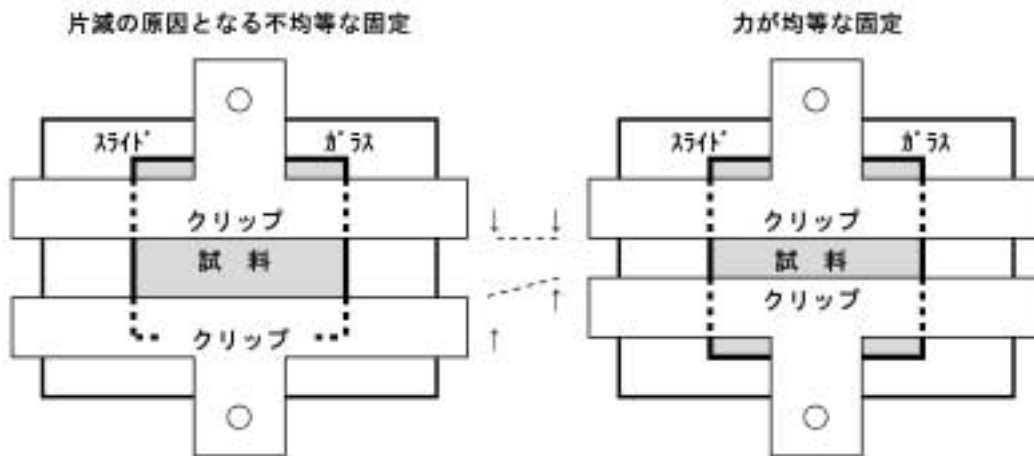


図3 クリップで固定時の平面

接着

エポキシ系接着剤アラルダイトで試料とスライドガラスをクリップで固定すると、ガラスと試料の間から余分な接着剤が押し出される。そのままの状態では接着剤が硬化すると、クリップまで接着してしまいクリップを外す際にクリップを損傷させたり、スライドガラスを割ってしまうため、余分な接着剤は硬化する前に除去しておく。

また、湿度が高い時期に接着した状態のまま室内に5日以上放置すると、試料が剥離してくることもあるため、デシケータに入れて乾燥状態にしておく。

いずれにせよ接着剤が完全硬化したら、早期に切断・研磨に取りかかり完成させる。

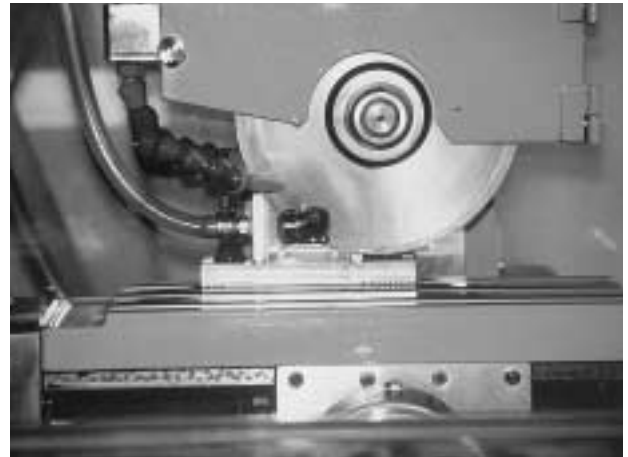


写真9 岩石精密二次切断機

二次切断(写真9)

試料とスライドガラスを貼り合わせた接着剤が完全に硬化したら、クリップを外す。その際、スライドガラスの縁や接着面反対側のガラス面に付着した汚れや余分な接着剤等を Cutter - ナイフで除去し、アセトンでガラス面を拭き取り、精密切断機で厚さ1mm程度に切断する。

機械研磨(写真10)

機械研磨は600ダイヤモンドカップホイールで粗研磨するため、試料表面は研磨傷や凹凸が無数に付着している(図4)。

研磨中、幾度もマイクロメータで試料各部位の厚さを計測し、約40μの厚さに調整する。

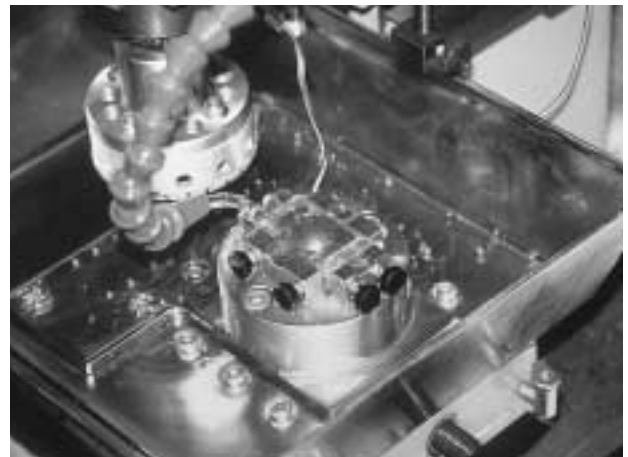


写真10 プレパラップによる機械研磨

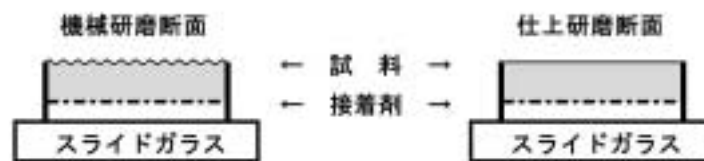


図4 機械研磨終了から仕上研磨中の断面

仕上研磨(写真11)

機械研磨で付着した傷や凹凸を、1000の研磨剤で手刷り研磨をする。研磨中、偏光顕微鏡を檢鏡し、厚い部位を確認しながら、微妙な力加減で傷等が完全に消えるまで磨き上げる。次に2000、#3000の研磨剤で試料に含まれている斜長石の鉱物の色が偏光顕微鏡を檢鏡しながら、灰色に変わってくるのを目安にすると、ほぼ目的の厚さに研磨される。

その他

仕上研磨で使用する各メッシュ専用の研磨板(ガラス板:#1000、メノウ板:#2000、#3000)は、他の研磨剤や埃等が混入しないように注意し、仕上研磨が終了したら各研磨板は水洗いをして保管する。



写真 11 手刷りによる仕上研磨

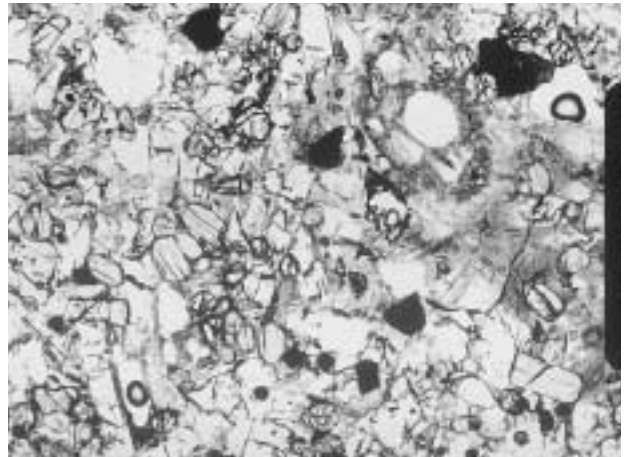


写真 12 偏光顕微鏡写真

4. 使用機器・材料等

作製工程において使用した機器・材料等を、表 1 に示す。

表 1

切断機	岩本鉱産 マルトー マルトー	岩石中型切断機 R-18 クリスタルカッター MC-411 ラボカッター MC-120	研磨剤	マルトー 岩本鉱産	耐水研磨紙 #400、#800、#1000、#2000 アラバム#1000、#2000、#3000
研磨機	マルトー マルトー	マルトラップ ML-110N プレハップ MG-300	接着剤	田岡化学 ニチバン	シアボント RP-QS アラバイト AR-S30
乾燥器	ADVANTEC 井内盛栄堂	恒温乾燥器 FS-620 オートライデシケータ OH	顕微鏡	ニコン オリンパス	偏光顕微鏡 POH-2 双眼実体顕微鏡 X-2
加熱器	井内盛栄堂 Fine	大型ホットコンプレート NHP-1 ホットコンプレート FHP688	ガラス板	岩本鉱産	スライトガラス 28×48mm カバーガラス 24×32mm
減圧装置	マルトー	樹脂含浸装置 MD-200A	洗浄機	パソリナ	超音波洗浄機 USC-1
包埋	マルトー	リングモールド 外径：Φ25×L25mm	切削油	出光	ダフニカットオイル HL-25
樹脂	マルトー	ペトロボキシ154	保護剤	BECKER	標本用合成封入剤

謝辞

本資料をまとめるに当たり、温泉地学研究所の平野浩二所長には、日頃から激励と有益な御指導をいただき、石坂信之専門研究員には有益な助言を、また萬年一剛技師には、偏光顕微鏡写真を提供していただきました。以上の方々に深く感謝いたします。