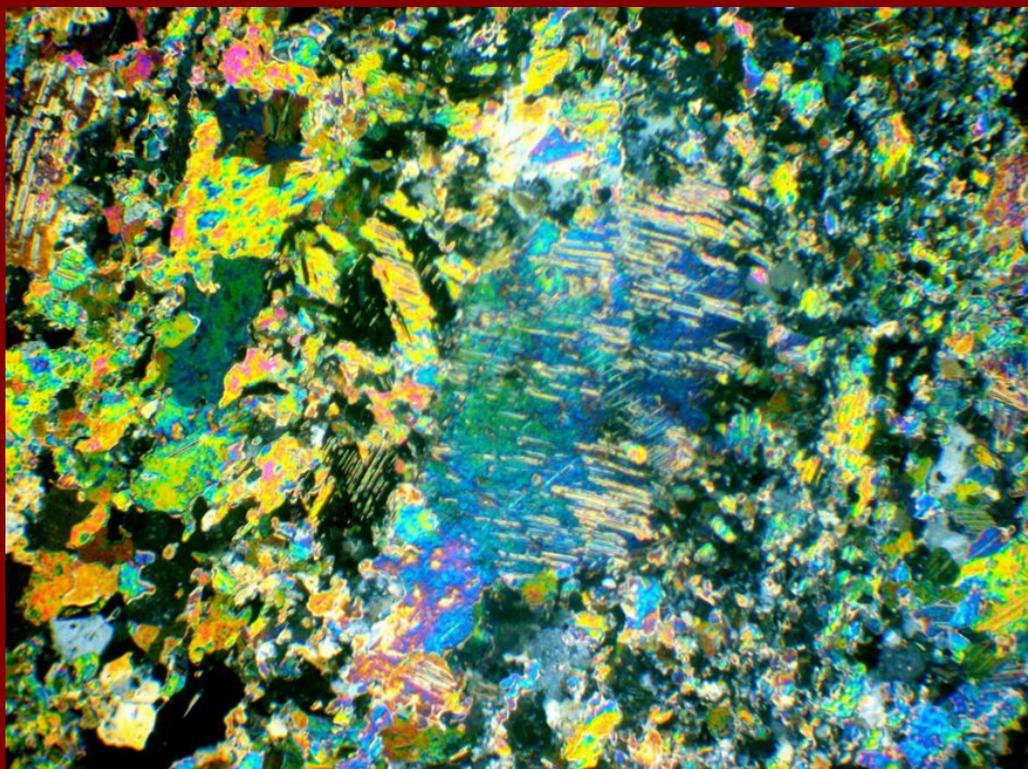


薄片製作のテキスト



早稲田大学 教育・総合科学学術院
薄片室

はじめに

薄片の歴史は我が国において、小藤文次郎（1856-1935）がドイツから持ち帰ったのが始まりとされている。かつて渡辺武男によって 1938 年に発表された新鉱物である小藤石 (kotoite, $Mg_3(BO_3)_2$) は、小藤文次郎に因んで名付けられたものであり、鉱物の記載には X 線回折による結晶構造の解析や、化学分析と共に、光学的な特性を調べる上で、欠かすことのできないのが薄片である。現在でも薄片の重要性は変わらないが、その手法は日進月歩である。特に脆い鉱物・岩石の薄片製作には効力を発揮する接着剤や切削力の強いダイヤモンドが入手しやすくなっていて、製作するための環境はますます良くなっている。しかし、誰でもが手軽に作製できるかと言うとそうでもない。自然のものを対象としているため、同じ鉱物・岩石でも一つ一つの個体に違いがあるため、少なからず薄片製作にも影響を与えている。即ち、同じ鉱物・岩石でも全く同じ手法では薄片をうまく作製できないことがある、ということである。薄片を作製する場合には、その都度工夫しながら行う必要があり、この冊子が少しでもよりよい薄片づくりにお役に立てれば幸甚である。

この冊子を作成するに当たり、薄片技術をご指導いただいた国立科学博物館の池田重夫技官や同館で長年薄片を作製している林富士子氏、そして早稲田大学薄片室に勤務されていた力田正一氏をはじめこれまでの薄片室担当者、そして同大教育学部地球科学教室の方々とその関係者、さらに薄片技術研究会の諸兄の皆様に深く感謝いたします。

目 次

はじめに	1
I 試料の切断	3
II 岩石・鉱物の研磨（1）：グラインダーを使用した研磨	5
岩石・鉱物の研磨（2）：ガラス板を使用した研磨	7
III 接着	8
IV 成形	12
V 薄片の研磨（1）：グラインダーを使用した研磨	13
薄片の研磨（2）：ガラス板を使用した研磨	14
薄片の研磨（3）：専用研磨機を使用した研磨（琢磨）	15
VI カバーガラスの接着	17
VII 薄片の製作例	19
薬品による鉱物の着色（方解石と長石）	19
水も油も使わない乾式による薄片づくり	21
隕石(コンドライト)の研磨薄片例	22
VIII 補足	23
試料の補強と埋没	23
資料の空隙率	24
IX 薄片室について	25
おわりに	27

表紙の写真（幅1 mm）：岡山県高梁市備中町布賀鉱山で産出する、石灰岩とモンゾニ岩との接触帯に見られる白色の岩石(スカルン)を、厚さ30 μm の切片(薄片)にして偏光顕微鏡で直交ニコルの状態で観察すると、写真のように綺麗な干渉色を呈す。これは方解石のような炭酸塩鉱物の特徴であるが、この中には縞模様(集片双晶)のような別な鉱物が確認できる。これが2013年に岡山大学の草地功などにより発表された新鉱物の島崎石-4M (Shimazakiite $\text{Ca}_2\text{B}_{2-x}\text{O}_{5-3x}$ ($X=0\sim 0.06$ 単斜晶系)である。この試料は、2015年に採集したもので、肉眼的には白色で均一な石灰岩のように見える。

*本文で使用した偏光顕微鏡による薄片の写真の幅は1 mmである。

I 試料の切断

野外で採集した試料（岩石・鉱物）には、土砂や植物などが付着しています。研究対象が粘土鉱物などのように水で洗うと流れてしまうものでない限り、流水でよく洗ってから切断します。

切断機は大きな音が出るので、耳栓や耳当てを使い、さらに切断した岩石片や鉱物片から保護するためにゴーグル（防護メガネ）も着用して作業を行います。

脆い岩石・鉱物やひび割れなどのクラックがある場合は、樹脂などで固めから切断します。エポキシ系やポロエステル樹脂など様々なものがあります。小さな割れや脆いものには、粘性が低く浸透しやすいシアノアクリレート系の接着剤（図一１）などを使うとよい。ただし、この接着剤は熱に比較的弱いので、加熱して硬化させて使用するエポキシ系接着剤であるペトロポキシとの併用は避ける。また、使用する際は、試料をよく乾燥させること。

① 最初は試料（岩石・鉱物）を切断機（岩石切断機：図一２）で、適度な大きさにする。通常は、貼りつけるスライドガラスの大きさに合わせる。岩石・鉱物の場合は、その大きさが28mm×48mmなので、それより小さくする。なお、厚さは1cm程度。その際、試料は台の上でしっかり持つ。動くと岩石切断機の刃を傷めたり、途中で動かなくなってしまうので、不安定な時は、下の台との隙間に木材や岩石片などを挿入して固定する。場合によっては、可塑性のある樹脂などで固定するとよい。



図一１：商品名アルテコ

② 試料の切断時、岩石切断機の刃が、試料を置いた台より下にあることを確認する事。もし、刃が台より上側にあると、切断できない箇所が生じると共に、試料が岩石切断機の回転力によって飛ばされて怪我をする恐れがあるので、必ず岩石切断機の刃の位置を確認する事。

③ 岩石切断機の刃と試料の位置関係は、円形である刃の接線と平行に試料の切断面を当てるとよい。試料が当たる面が刃に対して斜めになると、うまく切断できずに刃が反ってしまうことがある。反ってしまうと、刃が欠けたりする恐れがあるので注意が必要である。切断中に刃が反ってしまった場合は、台を手前に引いて、再度切断を試みる事。

④ 切断した試料の裏側も先ほど切断した面と平行に切断しておくことよい。これは、後でスライドガラスに試料を接着する時に、裏側が凸凹しているとやりにくい。小さな試料なら、アルミホイルを折ったり丸めたりして試料を固定するとよい。



図一２：岩石切断機の刃が下の台より下にあることを最初に確認する



図一3：岩石切断機（図左）には集塵機（図右）が取り付けられている

- ⑤ 岩石切断機で試料を切り終わる時、力を入れすぎると試料が割れたりすることがある。これを避けるため、最後に切り終わる時には、少し押す力を弱めるとよい。なお、刃の切れ味が悪くなったら、レンガや砥石等の柔らかく均一なものを切ってドレッシング(目たて)するとよい。これは刃に付着しているダイヤモンド砥粒の間に挟まった岩石片を取り除いたり、削られたダイヤモンド砥粒の下にある新しいダイヤモンド砥粒を表面に出すためである。
- ⑥ 切り出した試料の裏側は、赤鉛筆などで試料番号などを書いておく事。ただし、超音波洗浄器で洗ったりすると落ちてしまうことがあるので、作業中はこまめに試料番号をチェックするとよい。特に一度に多くの薄片を製作する場合は、試料の特徴（形や色など）をスケッチ（メモ）して残すとよい。
- ⑦ 試料の切断中のトラブル（例：岩石切断機の刃の破損など）は、思わぬ事故につながる場合がある。自分が起こしたトラブルでなくても、気づいた時点で必ず薄片室の担当者に報告をする事。また、水や油を使用しないで切断する時は、必ずマスクを着用し、集塵機（図一3、右図）が設置してある岩石切断機（図一2、左図）を使用し、集塵機も起動させる事。また、コロイダルシリカ専用の自動研磨機の試料を出し入れしている時は、岩石切断機の使用を避ける。

Ⅱ 岩石・鉱物の研磨（１）

グラインダーを使用した研磨

観察したい試料の面をグラインダー（図一４）に研磨材を塗布して研磨する。グラインダーは専用のものがあるが、水平に回転する盤であればよい。研磨材は炭化珪素（SiC，商品名：カーボラダム）で、#800（約20 μ m）、#400（約30 μ m）及び#150（約100 μ m）を使う。数字が大きいものほど細かい。



図一４：２連式のグラインダー。使用する研磨材は左右で変える（左：#800，右：#400）。電源スイッチは膝を使って押せるようになっている



図一５：回転盤の傍らには水と研磨材が入った容器（左：#400，右：#150）。研磨材を変える時は手や回転盤をよく洗う。水の容器も必ず変える。

- ① グラインダーの回転盤の傍らには、水を入れる容器（片手が自由に動ける大きさのもの）と研磨材が入った容器も用意する（図一５）。これも細かい（番号の大きい）ものから準備する。後片付けも同様の順序で行う。

- ② グライNDERを回転させ、水が入った容器から片手で水をすくい取って、盤の中心付近に撒く。その後、水で溶いた研磨材をひとつかみ取って同様に撒くと、中心から遠心力で外側に拡散する。
- ③ 試料を両手でしっかり持ち、試料を真上から押さえるようにして回転盤に接触させる。最初は、回転盤の動きで試料が飛ばされることがあるので注意する。研磨する面がほぼ平らなら、#800からでよいが、面に凹凸のある場合は#150 もしくは#400 から始める。
- ④ 研磨材を細かいものに変えるタイミングは、面の凹凸がなくなり、一つの面になればよい。岩石切断機の刃の跡が残っていれば、その跡がなくなるまで研磨する。試料を流水でよく洗ってから送風機で乾燥させ、研磨面に光を反射させて天井の蛍光灯を見るようにするとよい（図一6）。まだ、凹凸が残っていると、反射して見える蛍光灯が一様に見えない。



図一6：磨いた面に凹凸や研磨の時に出来たキズなどがなくどうかは、研磨面に蛍光灯が反射して見えるようにしてみるとよく分かる。

- ⑤ グライNDERの回転盤上に研磨材と水があることに心掛ける。研磨するためには研磨材と水は欠かすことができない。試料が回転盤に貼り付きそうになったら、水と研磨材を補充する。最初で、慣れない場合は、グライNDERを一度止めてから、回転盤に水と研磨材を塗布する。慣れてくると試料を片手で押さえながら、もう一つの手で水と研磨材が補充できるようになる。回転盤に試料が貼り付くと怪我の原因になるので、貼り付きそうになったら、急いで膝を使いスイッチを押す。
- ⑥ 研磨する時は、回転盤全体を大きく利用するとよい。小刻みに研磨すると、指の力を入れた箇所が削れて平らにならないことがあるので気を付ける。
- ⑦ #800 研磨の終了時には、スライドガラスの稜線を取る（面取り）を行っておくと、角で怪我したり、次の工程の研磨（琢磨）時に研磨布（クロス）を傷つけない。
- ⑧ 回転盤の使い終わりには、回転盤上を清拭後、回転させて完全に乾かしてからスイッチを切る。
- ⑨ 研磨材が少なくなったら、補充しておく。その際、粒度を間違えないように気を付ける。補充する際は、必ず細かい（番号大きい）順で行う事。
- ⑩ 本学の授業や講習会では、一度に実習する学生が多いため、#150・#400 が同じ回転盤を使い、研磨材を変える時に、その都度清拭して使うが、授業や講習会の終了後は、研磨材の粒度ごとに回転盤を変えるとよい。その際は、#800 の回転盤で#150 あるいは#400 を使用しない事。

岩石・鉱物の研磨（2）

ガラス板を使用した研磨

グラインダーによる#800の研磨面が仕上がったら、ガラス板を使った研磨に移る。図一七参照。研磨材としてアルミナ (Al_2O_3) #1500 (約 $8\mu\text{m}$) と#3000 (約 $4\mu\text{m}$) を用いる。まず#3000を用意し、次に#1500を用意する。

- ① ガラス板を使用した研磨では、研磨台上によく洗ったガラス板をセットし、その上に#3000の研磨材をスパチュラに1杯盛る。水を垂らし、研磨材と水を混ぜる。専用の均し石（なら）し石を使用するとよい。次に#1500も別なガラス板に同様にして準備する。



図一七：ガラス板をセットした台。研磨材、水、均し石などを用意する。準備は研磨材の番号の大きいもの（細粒）から行う。後片付けも同じ順序で行う。

- ② 最初は#1500を使い、研磨する面を下にし、指で真上から押さえて、ガラス板全体を使って研磨する。研磨が試料の面全体にゆきとどいて均一になれば、#1500段階は終了。ガラス板研磨は立った姿勢で行う方が、力が均一にかかりやすい。
- ③ #1500、#3000 終了毎に試料は流水でよく洗う事。多孔質と思われる岩石などは、超音波洗浄機を使い、隙間に入り込んでいる研磨材等を落とす。超音波を長く使用すると試料が割れたりする恐れがあるので、10～30秒でよい。使用後は流水で洗浄してから送風機でよく乾かす。ただし、脆弱な試料については、超音波をかけない方がよい場合もあるので、試料の状態をよく観察しながら行うこと。

Ⅲ 接 着

ガラス板による#3000の研磨面が仕上がったら、スライドガラスに貼りつける。

一般的に試料のスライドガラスへの接着にはエポキシ系樹脂が使われる。商品名がペトロポキシと呼ばれる、加熱により硬化する樹脂と時間をかけて硬化させる非加熱型のもの（商品名スーパーセメダインなど）がある。また、アクリレート系樹脂の光硬化型も使われる。さらにシアノアクリレート系樹脂（商品名アロンアルファやシアノボンドあるいはアルテコ（図一1）など）も使用されることがあるが、キシレンなどの有機溶剤で剥がすことができるため、両面研磨片を作成する際に使用する。

それぞれの接着剤に粘性・加熱温度・硬化時間・硬化時の剛性・気泡の発生具合などの長所短所があるので、試料の性質や行いたい観察方法によって接着剤を選ぶ。

(1) ペトロポキシによる接着

140℃程度の温度で固化させるため、粘土鉱物などのような含水鉱物を含む岩石を作製する場合には不向きであるが、現在では広く使用されている接着剤の一つである。図一9参照。

- ① 試料を180℃のホットプレート上で30分以上乾燥させる（図一8）。あるいは、恒温槽60～100℃で一晩乾燥させる。ホットプレートや恒温槽には、接着する面を上にしておく。また、直に置くのではなく、アルミホイルを敷いておくと、他の付着物の混入を防ぐ（コンタミを避ける）ことができる。



図一8：ホットプレートにはアルミホイルを敷く。さらに試料がスライドガラスを置く時も小さく切ったアルミホイルを下に敷く。



図一9：ペトロポキシ（商品名）は主剤（上図左）と硬化剤（上図右）を10：1で混合させる。シリンジ（下図）を使って正確に測る。

- ② ペトロポキシは冷蔵庫の中（電源は入っていない）にあるので、それを使う。量が足りない場合は、調合してつくることになる。調合は、ドラフトの下にある主剤と冷蔵庫の上にある硬化剤を、10：1（体積比）の割合で混ぜる。主剤を容器に入れた量が5mlなら硬化剤を0.5ml 正確にシリンジで採ってよく攪拌させから使用する。図一9参照。この時、室内が下がると硬化剤が二液に分離することがある。そのような場合、80度のお湯で温めて、分離がなくなってから使用する。
- ③ 接着剤の準備が整ったら、ホットプレートの温度を140℃に下げる。次に作業台に紙を敷く。ピンセットで試料を取り、紙を敷いた作業台上に貼り付け面を上向きのまま降ろし、120℃くらいまで冷ます。
- ④ スライドガラスをホットプレートの上に置く。スライドガラスの埃などはキムワイプなどで取り去り、貼り付け面を上向きにしておく。
- ⑤ ペトロポキシを、試料の中心付近に1～2滴垂らす。この時、調合の際に使用した攪拌棒が直接試料に触れないように注意する。上から距離を置いて垂らす、もしくは爪楊枝をその都度使い捨てにするなどして、岩石粉粒などがカップの中を汚染しないようにする。多くの人が共同で使うものなので、細心の注意を払うこと。
- ⑥ スライドガラスを、ペトロポキシを垂らした側の端からゆっくり倒すように被せて数秒置く。
- ⑦ ピンセットのつなぎ目側を使って、スライドガラスを前後左右にずらす作業を繰り返しながら、気泡を追い出す。コツは、力を入れすぎず、中心から外側に向かってゆっくり行う。気泡がうまく追い出せない場合は、もう一度同じ作業を試みる（加熱して固化させるまでは何回も繰り返せる）。
- ⑧ 貼りつけたスライドガラスを下側にして、140℃ホットプレートで15分間硬化させる。固まったかどうかを確認するには、周囲のはみ出た樹脂を、楊枝などで触れてみる。
- ⑨ 長時間、ペトロポキシで試料をスライドガラスに張り付けた状態で長時間放置すると、スライドガラスが割れたり、試料が剥がれたりするので、次の作業にとりかかった方がよい。

(2) スーパーセメダインによる接着

加熱せずに接着させる場合に用いられる。図一10参照。



図一10：スーパーセメダインはA液とB液を等量混ぜて使う。

- ① 試料を洗浄して十分に乾燥させたのち、研磨面を上向きにして試料台の上に置く。
- ② 40～50℃のホットプレートに載せておく。接着面は上になる。
- ③ ガラス板の上で、スーパーセメダインの主剤と硬化剤（図一10）を 1:1 の割合で使う分だけ混ぜる。シリンジを使うと正確な量になる。調合の際は、白濁するまで根気よく混ぜる。白濁後、ガラス板ごと 40～50℃のホットプレート上でもよくかき混ぜる。この時、気泡が大きくはじけて少し透明になってくる。
- ④ スーパーセメダインをスライドガラス上に延ばし、そのスライドガラスを岩石チップの上に被せる。スーパーセメダインが試料面全体に行き渡るように、力をかけずにスライドガラスを水平に 1～2回転させる。
- ⑤ ピンセットを使ってスライドガラスを前後左右に軽くずらす作業を繰り返しながら、余剰なスーパーセメダインと一緒に試料とスライドガラスの間の気泡を追い出す。
- ⑥ 試料の周りにはみ出たスーパーセメダインを楊枝などで取り除く。
- ⑦ 接着後、水平な場所でスライドガラスを下側にして置く。25℃程度の室温で2～3時間放置する。スライドガラス上の試料がずれることがあるので、時々チェックするとよい。動かなくなったら夏場では2時間以上、冬場の場合は6時間以上で実用強度に達するとされているが、できれば一日程度水平な場所に置いた方がよい。
- ⑧ 作業を急ぐ場合は、接着後3～4時間が過ぎて（ある程度硬化して）から 40～50℃のホットプレートまたは恒温器に2時間置いて硬化を促進させることができる。

(3) 光硬化型による接着：

気泡が入りやすい岩石・鉱物には向いている。図一11・12参照。



図一11：袋に入っている光硬化型接着剤（左図）と接着する試料（右図）



図一12：光硬化型接着剤を紫外線で硬化させる。通常より時間をかけた方がよい。

- ① 試料を洗浄して十分に乾燥させたのち、研磨面を上向きにして試料台の上に置く。
- ② スライドガラスを40～50℃のホットプレートに載せておく。接着面は上になる。
- ③ 光硬化型の接着剤を冷蔵庫から取り出して、試料の中心付近に1～2滴垂らす。スライドガラスを試料に覆いかぶせる。スライドガラスの重みで接着剤が広がり、試料全体にわたるようにスライドガラスを多少動かす。試料からはみ出た接着剤は、楊枝などで取り除く。なお、光硬化型樹脂は、周囲からの紫外線で硬化が進むので、接着剤の蓋は使用后すぐに閉め、容器の袋に入れておく。
- ④ 試料に接着剤がゆきわたったら、試料とスライドガラスの間に気泡が入っていないかどうか確認する。気泡が入っていたら、外側に出すようにスライドガラスをゆっくり動かす。
- ⑤ 硬化には、机上の紫外線ライトで25分程度照射させる。最初は、スライドガラスを下にして5分間照射させて、試料が動かないようにさせる。この時、携帯用の紫外線ライト（長波）の照射によっても動かなくなる。その後、試料を下にして20分間、紫外線ライトを照射させ硬化を十分に進行させる。

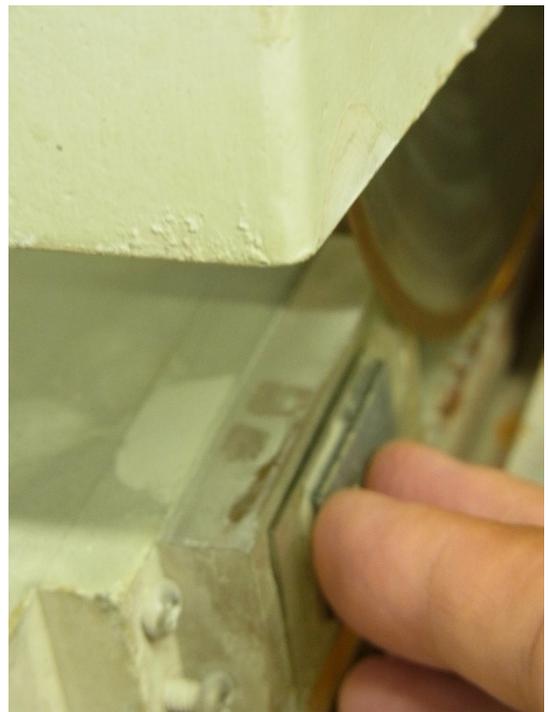
IV 成 形

スライドガラスへの接着が完了したら，スライドガラスの裏面（研磨面の裏側）の端にダイヤモンドペンで簡単な情報（試料番号など）を記入しておく．次に，いわゆる二次切断と呼ばれる成形により，研磨の時間を短縮させることができる（図一13・14）．

- (1) スライドガラスに貼り付けた試料の厚さを2～3mmまで成形（二次切断）する．
- (2) 僅かな量の試料については，時間はかかるが，精密切断機で二次切断することがある．



図一13：成形用の岩石切断機



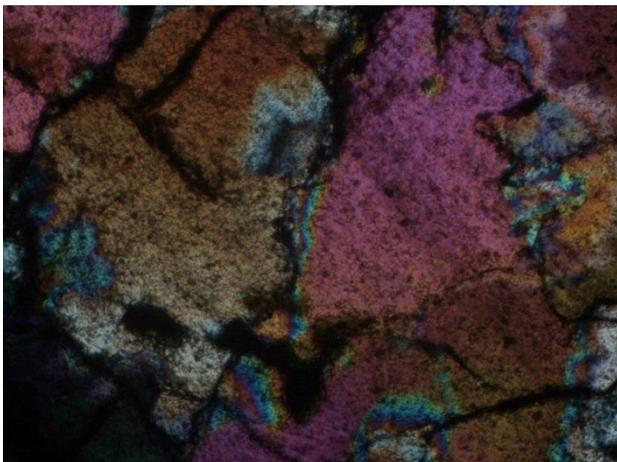
図一14：スライドガラスに貼り付けた試料の厚さを2～3mmまで薄くする

V 薄片の研磨（1）

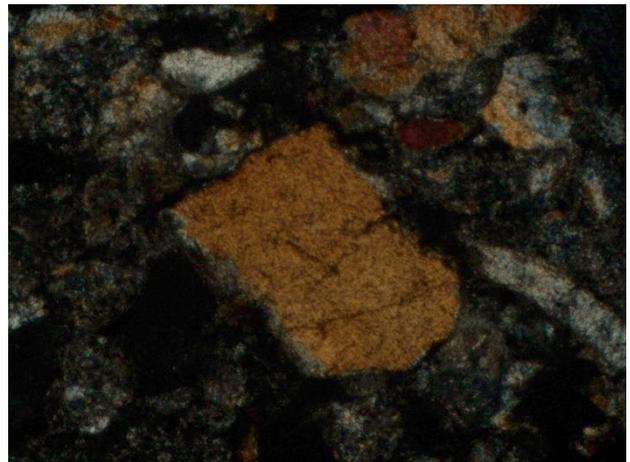
グラインダーを使用した研磨

岩石・鉱物の研磨と同様にグラインダーを使ってカーボラダム#150, #400, #800と段階的に研磨する。

- ① スライドガラスに貼り付いた試料をグラインダーで研磨する場合、試料の一面を研磨する時と同様に、回転盤に水で溶いた研磨材と使って削ることになる。この時、左右の人差し指と中指でスライドガラスを押さえ、スライドガラス下の研磨材の様子を見ながら、回転盤全体を使って研磨する。水が少なくなったら、試料を回転盤から離して、回転盤に水と共に研磨材を補充すると効率的に研磨が進む。回転盤の水が減って、スライドガラスが貼り付くと怪我の原因となるので、回転盤が乾きそうになったら、膝を使って回転盤のスイッチを押して、水と研磨材を足す。
- ② #150, #400 では力を入れて研磨するが、あまり力を入れすぎるとスライドガラスが割れることがある。#800 では少し力を弱めて慎重に研磨すること。削りすぎたら元には戻らないので要注意。
- ③ #800 では偏光顕微鏡で厚さを確認する。石英が含まれている場合、その干渉色がオレンジ色を示す程度まで薄くするとよい。図一15・16参照。軟らかい試料や部分的に薄くなってしまった場合は、ガラス板を使って研磨する。
- ④ それぞれの段階が終わったら、回転盤を洗い、試料と手も綺麗に洗う。これは、粗い研磨材をおとすため。次の細かい研磨材とは決して混ぜないこと。



図一15：#400 では石英は濃ピンクなどカラフルに見える。



図一16：#800 では石英がオレンジ色まで薄くする。

薄片の研磨（2）

ガラス板を使用した研磨

岩石・鉱物の研磨と同様にガラス板を使って#1500, #3000, #6000 と段階的に研磨する。ただし、偏光顕微鏡を使っての観察のみの場合（EPMAなどで表面観察や分析を行わない時）は、#3000での研磨終了後は、カバーガラスによる接着を行う。

- ① 研磨材を、#1000→2000→#3000 と段階を追って順次薄片を薄くしていく。硬い鉱物が多く含まれている場合は、研磨材としてポロンバーバイト（ B_4C ）を使用するとよい。研磨材が多いとムラが出来やすくなり、軟らかい部分が削り過ぎて均一に薄くならないことがあるので、量は少なめがよい。ただし、大きくすり減らす必要がある場合は適宜研磨材を足して、均し石でよく均してから研磨すること。水を多いと同様にムラがしやすいので注意する。
- ② #1000, #2000 では、円運動よりも直線的な運動で研磨を行うほうが均一に薄くなる。円運動は、部分的に厚い（硬い鉱物が多い）ところを薄くするときに行うとよい。
- ③ #3000になると薄片の完了まであと一歩なので、偏光顕微鏡で厚さをよく確認しながら作業を行うこと。均一になるように十分注意しても岩石・鉱物の硬さが場所により異なるため、厚さにムラができることがある。このように部分的に厚いところが出来てしまった場合は円運動により薄くする。
- ④ #1000, #2000 は「目的の厚さに近付けるために磨り減らす」、#3000 は「表面を滑らかにする」という意識で研磨を行うとよい。
- ⑤ 各段階において偏光顕微鏡でこまめに薄片全体の厚さをチェックする。石英が含まれている場合、最終的には図一17のように灰色まで薄くする。ただし、研究目的により長石類を黄色で終わらせる場合もある。なお、そのあと琢磨を行う場合は、全体的に少しずつ厚めで次段階に移行する。また、柔らかい岩石に関してはさらに厚めで推移する方がよい。



図一17：石英（下部）が灰色で終了。上部の累帯構造が見えるのは斜長石。ともに灰色にする。

- ⑥ さらに研磨（琢磨）する場合、次にグリーンカーボランダム(GC) #6000 もしくはポロンカーバイト(B_4C)による研磨を行う。GCはカーボランダム(SiC)の純度の高いもの。 B_4C はモース硬度9.5にあたるので研削力がある。 B_4C の $1\mu m$, $2.5\mu m$, $5\mu m$ をそれぞれ揃えてあるので使用してみるとよい。
- ⑦ この研磨については、厚さを減らすことよりも、表面をこの粒度の研磨面に仕上げるのが主目的となる。ただし、薄くならないわけではないので、軟らかい岩石・鉱物では注意が必要。

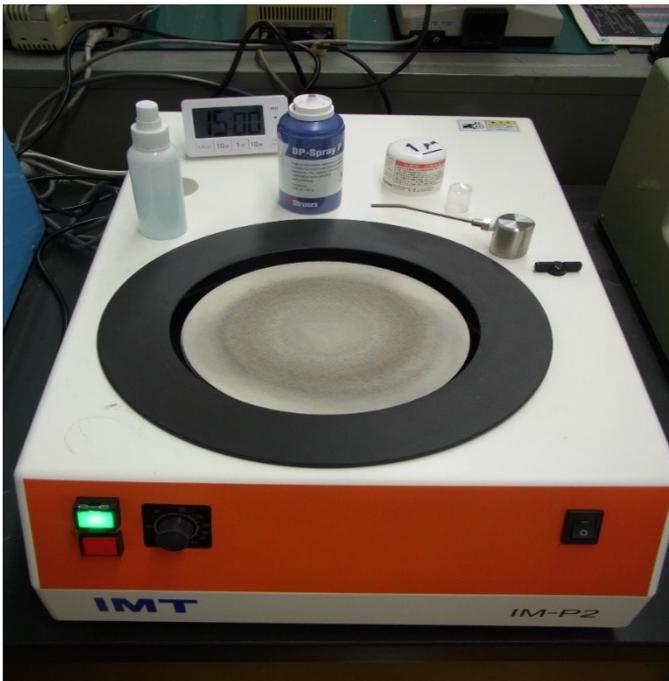
薄片の研磨（3）

専用研磨機を使用した研磨（琢磨）

最終的な研磨（琢磨）を行うためには、専用の研磨機（図一18）とダイヤモンドの研磨剤及び潤滑剤（図一19）を使用する。

ダイヤモンドの研磨剤は、 $6\mu\text{m}$ 、 $3\mu\text{m}$ 、 $1\mu\text{m}$ 及び $1/4\mu\text{m}$ などで試料を研磨（琢磨）する。ただし、ダイヤモンドはペースト状あるいはスプレーで研磨（クロス）に塗布して使用する。この時、水の代わりにアルコールが入っている潤滑剤（商品名：ルブリカント）を用いる。

なお、これまでの研磨工程中に間違えて研磨面の反対側を磨き、曇りガラス状になったものは、このダイヤモンド（ $\sim 1\mu\text{m}$ ）による研磨（琢磨）で綺麗な光沢面になる。



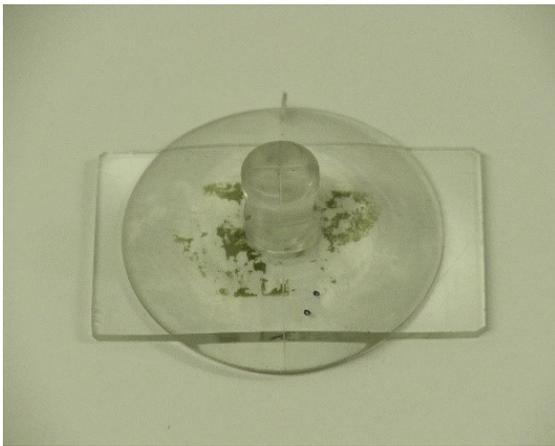
図一18：琢磨専用の研磨機。ダイヤモンドの研磨剤、潤滑剤、研磨機には専用のクロス（布）が装着されている。



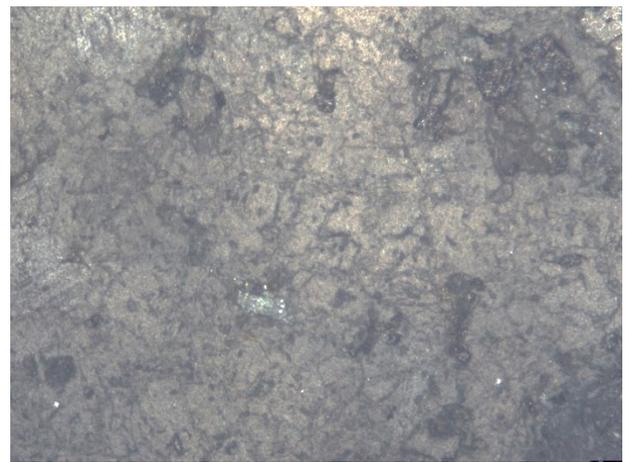
図一19：ダイヤモンドの研磨剤（左図）と潤滑剤（商品名：ルブリカント）とそれを入れた容器（右図）。

- ① 琢磨機に研磨布（クロス）をセットし、ダイヤモンドスプレーをクロスの上7~8cmからクロス中心に向かって1~2秒噴射する（ペーストの場合は中心部に約1cm出して、指で四方に伸ばす）。洗瓶からルブリカントブルーを中心に1秒垂らし、専用の研磨機（琢磨機）を回転させる。
- ② クロスはMD-Molなどの毛足の短いものを使用する。 $3\mu\text{m}$ の琢磨で毛足の長いクロスを使うと、柔らかい鉋物がより選択的に奥に向かって磨かれ、研磨面の段差の原因になるので注意。
- ③ 研磨は、あまり両手を動かさずに一方向に研磨するつもりで行う。数分位毎に筆を使って洗剤入りの水で丁寧に洗浄し、送風機で乾かしてから観察する。
- ④ 研磨の際は、グラインダーの時と同じように両手の指で押さえつけて行う。慣れない場合は、図一20のように吸盤を貼り付けて行うとスライドガラスを保持しやすい。
- ⑤ やわらかい部分はすぐ磨けるが、硬い部分はなかなか鏡面にならない。磨きの度合いを見る目安として、薄片の周囲にある接着剤の表面を観察するとよい。

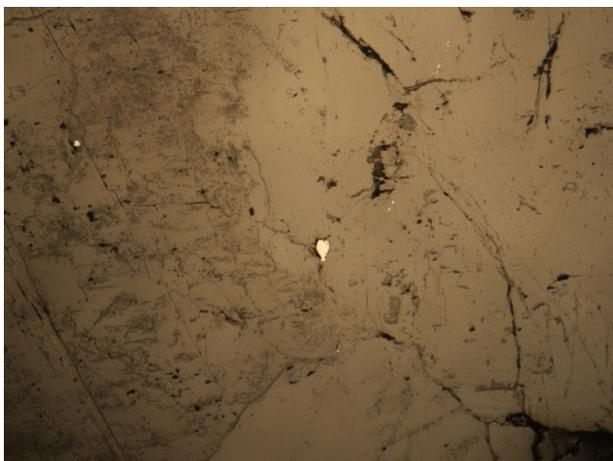
- ⑥ 回転盤での研磨時間が長くなると、岩石中に含まれる硬い鉱物の端の角が丸くなる（ダレ）が生じるようになる。また、表面の凹凸がなかなか平坦にならない場合は、#800の時などで試料に凹みが生じていて、それが残っていることがある。これは、#1000や1500、#3000で丁寧に研磨することで解決することがある。
- ⑦ 研磨（琢磨）はあわてずゆっくり丁寧にすることが肝心かも知れない。
- ⑧ EPMAなどの分析に使う場合は、一般的には $1\mu\text{m}$ 琢磨が最終仕上げ段階となる。 $3\mu\text{m}$ 琢磨と同じように、ダイヤモンドスプレー（またはペースト）とルーブリカントブルーを使って琢磨する。試料中の鉱物に硬度の差がある場合は、クロスの毛足が短い方がよい。硬度差がない場合は毛足の長いクロスで軽く琢磨する。
- ⑨ $1\mu\text{m}$ 琢磨では、 $3\mu\text{m}$ 段階と違って、力をあまり入れず、回転に対して向きを少しずつ変えながら琢磨する。 $3\mu\text{m}$ 琢磨でほとんど鏡面にしてあるので、 $1\mu\text{m}$ で研磨傷を落とせばほぼ完成。5分くらい磨けば十分なので、時間をかけすぎないこと。さらに $1/4$ (0.25) μm のダイヤモンドや $0.04\mu\text{m}$ のコロイダルシリカを使って琢磨することがある。
- ⑩ 最初は凹凸がある研磨面（図一21）が平滑になれば終了。図一22・23参照。



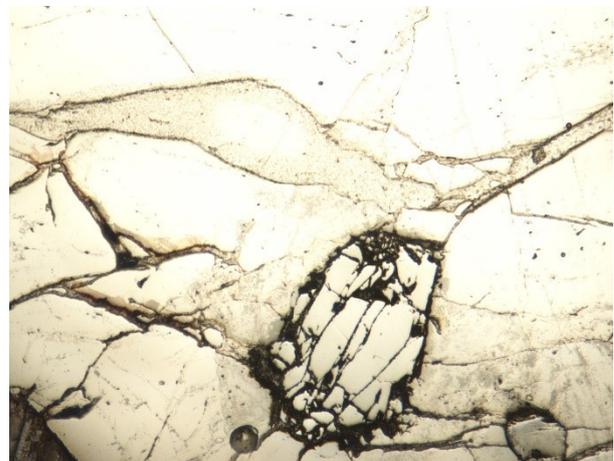
図一20：スライドガラスに吸盤を付けたもの



図一21：#3000で研磨した表面。凹凸がある。



図一22： $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドで研磨すると平滑な面になる（その1）。

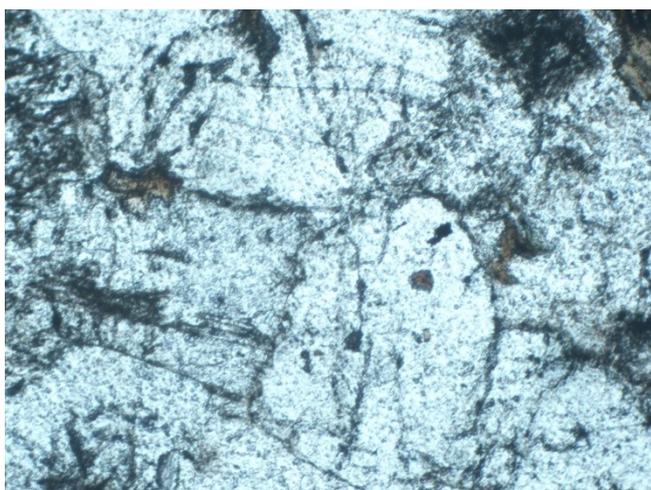


図一23： $1\mu\text{m}$ のダイヤモンドで研磨すると平滑な面になる（その2）。

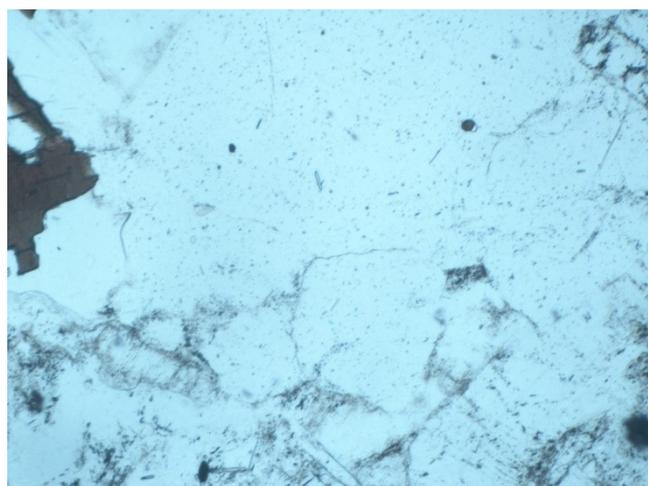
VI カバーガラスの接着

偏光顕微鏡観察用薄片の仕上げ

薄片を偏光顕微鏡で観察する際にカバーガラスを被せると見やすくなる（図一24・25）。これは表面の乱反射を防ぐからで、かつてはカナダバルサムが用いられてきたが、最近では光硬化型のものが簡便なので普及している。ただし、光硬化型の樹脂で接着すると、カバーガラスを外すことはできないので注意が必要である。一方、カナダバルサムは有機溶剤を用いて簡単に外すことができるので、後にEPMAなどによる分析が可能となる。一方、手軽に薄片を観察したい場合は、透明マニキュアでコーティングして済ませる方法もある。



図一24：カバーガラスを被せていない薄片



図一25：カバーガラスを被せた薄片



図一26：袋から取り出した紫外線硬化型樹脂（図右）



図一27：カバーガラスを被せた薄片

- ① 薄片の中心付近に紫外線硬化型樹脂を, 小さい試料なら 1 滴, 図一27の試料なら 2 滴垂らす。その上にカバーガラスを右端から覆い被せるようにして全体を覆う。
- ② 気泡がカバーガラスの中に入っているならば, 指を使って外側に押しやるように軽く押す。あまり強く押すと指を離れた際に気泡が入ってしまうことがある。カバーガラスからはみ出した接着剤は楊枝などで取り除く。
- ③ 気泡がないことを確認できれば紫外線を 10 分程度照射させると樹脂は固化する。
- ④ 固化が終了したら、カミソリ用の刃を使ってスライドガラスの周囲の樹脂などを取り除く。図一28参照。
- ⑤ ラベルを貼り, 必要な情報を書く。



図一28 : カミソリの刃は1 / 4に折って使う (図右下)

VII 薄片の製作例

薬品による鉱物の着色（方解石と長石）

方解石の着色

方解石（ CaCO_3 ）と苦灰石（ $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ）は、どちらも炭酸塩鉱物であり、光学的特性が近いために区別が難しい。そこで、化学薬品を使い、方解石を着色して区別をする。

使用する薬品

- ・硝酸銀：10%溶液 100ml
- ・重クロム酸カリウム：20%溶液 100ml

用意する器具

- ・シャーレ（径9cm）2個、ビーカー：100ml 2個、ガラス棒：2本、ピンセット、ゴム手袋、偏光顕微鏡

着色の手順

- 1) 通常の厚さの薄片を洗浄・乾燥させておく
- 2) 硝酸銀（10%溶液）を入れたシャーレに薄片を1分30秒～40秒（液温20度）浸す。ここで炭酸銀（ Ag_2CO_3 ）ができる。その後、水を入れたビーカーの中ですすぎ乾燥させる。
- 3) 次に重クロム酸カリウム（20%溶液）を入れたシャーレに着色の度合いを見ながら浸す。ここでは、クロム酸銀（ AgCrO_4 ）ができて赤褐色に方解石が着色される。その後、水を入れたビーカーの中ですすぎ乾燥させる。
- 4) 偏光顕微鏡で確認後、カバーガラスをかけて終了。



炭酸塩鉱物の薄片例（直交ニコル）



方解石は赤褐色に着色（開放ニコル）

長石の着色

長石のなかでもカリ長石 (KAlSi_3O_8) と斜長石 ($(\text{Na,Ca})\text{Al}(\text{Si,Al})_2\text{O}_8$) を、化学薬品を使い、鉱物の化学組成の違いにより着色して区別をする。斜長石と石英が容易に区別できる場合は、斜長石の着色は省略する。

使用する薬品

○カリ長石の着色（黄色）

- ・フッ化水素酸：濃度46～55% 6ml
- ・ヘキサニトロコバルトⅢナトリウム（コバルチ亜硝酸ナトリウム）：4g + 蒸留水 20ml

○斜長石の着色（赤褐色）

- ・塩化バリウム5%溶液 50ml
- ・ロジソン酸カリウム：0.05g + 蒸留水 20ml

用意する器具

- ・プラスチック容器：カバーガラス（24×32mm）のプラスチック容器を整形
- ・シャーレ：径9cm 2個 / ・ビーカー：100ml 3個
- ・ガラス棒：3本 / ・スポイト付き滴ピン / ・ピンセット / ・ゴム手袋
- ・偏光顕微鏡

着色の手順

- 1) 通常の厚さの薄片を洗浄・乾燥させておく
- 2) 室温（20～25度）で、フッ化水素酸を入れたプラスチック容器の上に薄片を被せ、3分間その蒸気にさらす。これで薄片表面の珪素がとり取り除かれ、カリウムやカルシウムと薬品が反応しやすくなる。
- 3) ヘキサニトロコバルトⅢナトリウム（コバルチ亜硝酸ナトリウム）飽和溶液を入れたシャーレの中に、薄片を上に向けて約45秒間浸す。その後、水を入れたビーカーの中ですすぎ乾燥させる。これでカリ長石は黄色に着色される。これはコバルチ亜硝酸カリウムができて黄色となる。
- 4) 次に塩化バリウム5%溶液に薄片を1～2度手早く浸して、水を入れた別なビーカーの中ですすぎ乾燥させる。
- 5) ロジソン酸カリウム溶液をスポイトにとり、薄片の試料全体に滴下させる。約10秒放置後、水を入れた別なビーカーの中ですすぎ乾燥させる。ここで斜長石は赤褐色に着色される。これはロジソン酸バリウムができて赤褐色となる。
- 6) 偏光顕微鏡で確認後、カバーガラスをかけて終了。

水も油も使わない(乾式)による薄片づくり

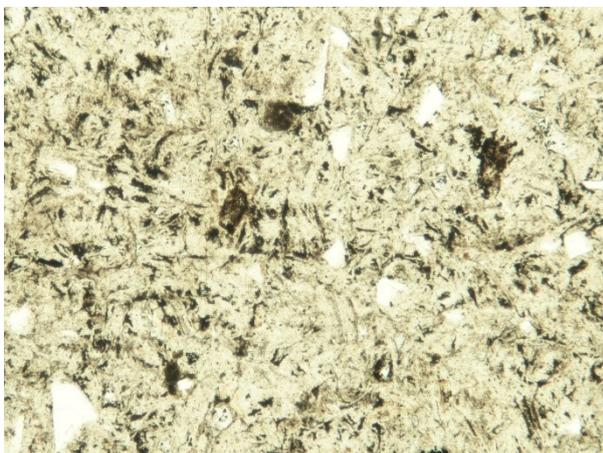
柔らかい岩石や粘土鉱物を薄片にする場合、よく乾燥させた後、シアノ系の接着剤を浸透させてから行うとよい。ただし、この接着剤は熱に比較的弱いので、スライドガラスに貼りつける場合は、スーパーセメダインのような非加熱型接着剤を使用する。

水や油を使ってもうまくできないものは、本学では耐水性の紙ヤスリ（＃120、＃320、＃800、＃1,200）、ラッピングフィルムシート（＃1,500、＃3,000、＃10,000、＃20,000）を回転研磨機につけて研磨し、ダイヤモンド粉末（～0.4 μm）を用いる時は、クロスに塗布してよく乾燥させてから研磨（琢磨）を行う。当然ながらループリカントブルーのような液体も使用しない。そして、最終仕上げにエーテルに混ぜたアルミナ粉末（0.05 μm）をクロスに塗布し、エーテルがよく乾いた後に研磨する方法により、従来のコロイダルシリカ（0.04 μm）での研磨と同様な仕上がりとなっている。

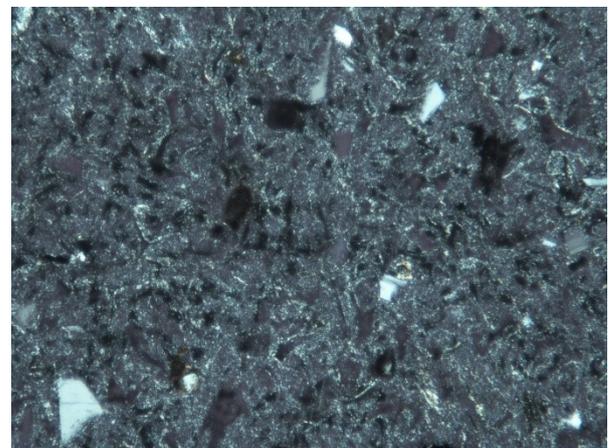
この乾式と呼ばれる方法は、「薄片でよくわかる岩石図鑑」（誠文堂新光社刊、2014）に紹介されているが、この方法を確立された産業技術総合研究所（産総研）の大和田朗氏、佐藤卓見氏、平林恵理氏の方々により研究報告書の第64巻第7/8号221-224ページに「新開発乾式法による脆弱岩石試料の薄片・研磨薄片製作」として書かれているので参考にされたい。

乾式も従来の水や油を使用した研磨工程と基本的には同じであるが、柔らかい試料のため、回転研磨機を毎分50回転程度の遅い速度で研磨して作製することになる。また、製作工程中に試料が剥離してきた場合（表面がザラついてくる）は直ちにシアノ系の接着剤で補強するなど、試料の状態をよく観察しながらの作製が大切である。

柔らかい試料である粘土鉱物を主とした岩石を乾式で行った例が下図のとおり。



開放ニコル



直交ニコル

粘土鉱物のモンモリロン石（ $(\text{Na}, \text{Ca})_{0.33}(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 単斜）を主とした岩石（ベントナイト）を乾式で製作した薄片の例。

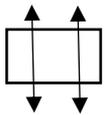
隕石(コンドライト)の研磨薄片例

試料が小さかったので研磨して接着した後、成形には精密切断機を用いた。

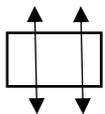
試料が柔らかいので#800から始める。試料がなくならないように十分に注意する。次の例を参考にしながら、偏光顕微鏡で薄片の状態をよく確認しながら製作すること。

- #800 → 試料が黒色から濃茶になり、透明な部分が一部見えるようになってくる。回転研磨機（グラインダー）は、ほどほどにして、少し薄くなったら手ずりに変更。
- #1500 → 濃茶から全体的に茶色にする。カンラン石が赤色まで薄くする。透明な部分がボツボツ見えてきたら#3000にする。
- #3000 → 茶色から明るい茶色にする。透明鉱物がはっきり分かるようになるまで。

研磨（琢磨）は、ダイヤモンドの1 μm で3分程度。試料の向きを研磨機の回転方向と垂直にして1分30秒ほど研磨（琢磨）する。



回転スピードも遅めで
試料の向きを180度回転させて1分30秒ほど研磨（琢磨）する。



180度回転させる
最後に試料の向きを90度変えて30秒ほど研磨（琢磨）する。



90度回転して30秒で完成

Ⅷ 補 足

試料の補強と埋没

表面の割れや脆い試料の補強

高温で固化する樹脂（商品名ペトロポキシ）を使用する場合は除く

試料を切断する前から、クラックなどの割れの広がりを防ぐために、前述のように、よく乾燥させた後、シアノアクリレート系接着剤（アロンアルファやシアノボンドあるいはアルテコなどで浸透させるとよい。このタイプは水と反応するので、乾燥が足りないと白濁（固化したため）する。この白濁した接着剤は、機械的に擦れば取り除くことができる。

この接着剤は浸透性がよいので、薄片を製作中に試料が接着面から剥がれてきた時に使用して、その剥がれが広がるのを防ぐことができる。さらに、脆い試料もある程度補強することができる便利な接着剤である。

試料の埋没

浸透しにくい試料や、全体的に樹脂で覆って補強したい場合は、カルドフィックスやエポフィックスなどのエポキシ系樹脂やリゴラックなどの不飽和ポリエステル樹脂などが使われる。それぞれの樹脂は、主剤に硬化剤や促進剤を混合して使用する。その混合する割合が重量比か体積比かをよく確認すること。混合する時は、ドラフトを使い換気に注意する。樹脂の中の気泡を取り除くために、真空引きを行うことがある（下図参照）。真空にする場合は、一度真空にした状態で暫く様子を見てから大気に戻し、更に真空引きを行う、ということ数を繰り返す。樹脂の中から出てくる気泡が大きくなってくる。



埋没させた樹脂が固化の際に割れることがある（矢印）

真空ポンプ（図左）と加熱も可能な装置（図右）

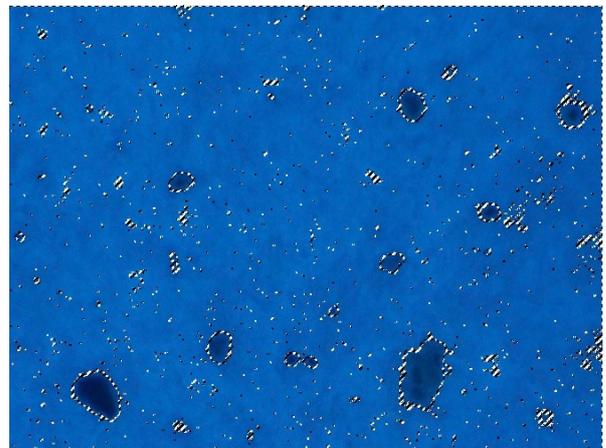
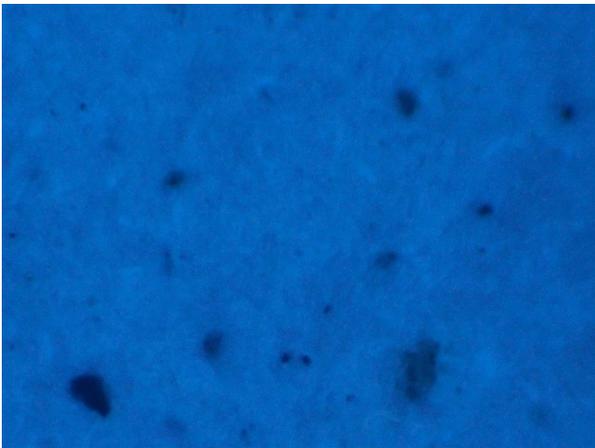
試料の空隙率

試料の隙間（空隙率）を調べる場合は、その空隙に紫外線で発光するエポキシ樹脂や、青色・赤色などの着色剤を含浸させる方法がある。ここでは、エポキシ樹脂に長波紫外線（365nm,）を照射して撮影された画像データから、その空隙率を調べる方法を紹介する。

空隙に含浸したエポキシ樹脂に起因された蛍光により空隙に含浸したものとの差が明瞭には見えないが、画像ソフト（GIMP2）などを使って解析することになる。

下図のような岩石では、含まれている石英や長石のような透明な鉱物（角張っている）も明るく見えることから、それらとの区別も必要である。

空隙率の求め方は、仮に空隙が下図の青色（左下の図の斜線部分）の場合、画像ソフト（GIMP2）を使って明るいところ（石英や長石の部分を除く）を計算して、その割合（空隙率）を計算すると得られる。この場合は4%という計算値が得られた。



Ⅸ 薄片室について

- 薄片室の利用時間は平日 9 時～17 時です。ただし、授業のある日は開室します。担当者が不在の場合は、薄片室の講習会等に参加した学生には所定の手続きにより利用できます。6号館3階の事務室で相談してください。
- 万が一、事故が起こった場合は、すぐに担当者あるいは6号館3階事務室に連絡をすること。
- 恒温槽（恒温器）の温度設定の仕方は、MODE スイッチを押し、次に SHIFT を押し、温度を上下の印がついたスイッチを選択して希望の温度を設定する。SHIFT を押しと温度の百や十の位の設定を選択できる。再度 MODE を押して温度設定が終わる。温度を上昇させるためには RUN を押し、スイッチの左側の赤ランプが点灯していることを確認する。最後に退室する方へ
- 最後に退室する利用者は下記の項目をチェックしてください。
 - ①顕微鏡の照明はOFF？
 - ②熱風乾燥機の電源はOFF？
 - ③研磨機の電源はOFF？
 - ④研磨機の下にある水槽の水は捨てた？
 - 溜まり過ぎると溢れて床が水浸しになります。
 - ⑤恒温乾燥器の設定（温度・時間）は？
 - メモなどで利用時間を明示してください。
 - ⑥ゴミ箱のゴミは外のゴミ入れに入れる。
 - ⑦少なくなった研磨材は補充する。
 - 順番は#800→#400→#150 といよように細かいものから補充する。

• 薄片室の利用

卒論・修論などで薄片や研磨片が必要な場合は、所属の研究室毎に講習会を開き指導します。担当者にご相談ください。講習会等を受講していない学生の使用は、安全性等の理由で認めません。



16号館1階にある薄片室102室
(手前)と101室(奥)



薄片製作を行うための様々な装置



EPMA用表面研磨を行う装置

薄片製作室・材料調整室使用者リスト
NO. 24

日付	研究室	学年	氏名	作業内容	入室時刻	退室時刻	連絡事項
10/1	鈴木	B4	[REDACTED]	薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	7:45	16:40	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	8:50	16:40	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	12:00	16:40	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	12:00	17:00	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	15:11	17:15	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	14:00	14:30	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	10:00	11:35	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	10:00	11:40	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	11:30	15:10	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	13:20	14:20	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	13:15	15:15	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	14:05	16:15	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	14:25	16:30	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨	15:25	16:30	
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨			
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨			
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨			
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨			
				薄片製作 研磨(1次-2次) 研磨(1次-2次) 研磨			

※ 備考：調整室に調整が完了した時は、速やかに担当者へ申し出る。担当者不在の場合は、調整室に使用禁止の張り紙を貼付し、連絡事項にその旨を記入する。

薄片室を利用する際は、102室にある使用者リスト(左図)に所属する研究室名等を必ず記入すること。

おわりに

薄片の製作はうまくできましたか。最初一枚は誰でもうまくできないものです。やり直しのできる試料ならよいのですが、一つしかない試料や小さな隕石などは大変気を遣います。鉱物は地球からの贈り物なので、大切なものです。また、分析が終わった試料や切断した残りのチップなどは、きちんと場所を決めて整理しておくこと。一定期間が過ぎると処分しますので気を付けてください。

薄片室では、薄片が教育・研究にますます活用できるように日ごろから技術を切磋琢磨し、それを次の世代が学べるよう、よりよい環境づくりを目指しています。

何か分からないことがあったら遠慮なく薄片室の担当者に聞いてください。

鉱物が先生でその言葉を伝えるのが私の役目と話された研究者がおられました。私たちは彼（彼女）から何かを学ぶ使命を与えられているとみなすことができます。自然界に産出する鉱物（岩石）から、より多くを学ぶためにも、よい薄片をつくることが重要と考えられます。そのため、お互いに情報交換が必要です。その場の一つとして薄片室が活用されることを願っています。

*参考文献（書籍・報告書のみ掲載）

- 力田正一(1986):「岩石薄片の作り方」(ニュー・サイエンス社)
- 野村秀彦, 中村晃輔, 佐々木克久, 佐藤卓見(2007):「日本岩石鉱物特殊技術研究会50周年記念 地殻集」(日本岩石鉱物特殊技術研究会)
- 大和田朗, 佐藤卓見, 平林恵理(2013):「新開発乾式法による脆弱岩石試料の薄片・研磨薄片製作」, 地質調査研究報告, 第64巻, 第7/8号, p.221-224.
- チームG編(2014):「薄片でよくわかる岩石図鑑」(誠文堂新光社, 2014)
- 林 政彦, 林 富士子(2016): 島崎石, 鉱物情報, No.186.

Ver.3.5

(文責 早稲田大学 教育・総合科学学術院 薄片室 林 政彦)

Copyright © 2017 Masahiko Hayashi All Rights Reserved