

研磨片製作における合金包埋の試み

高谷 真樹

京都大学大学院理学研究科技術室

1. はじめに

研磨片は、表面観察や表面分析、表面での物性測定が行えるように試料断面を研磨した試片である。薄片および研磨薄片と呼ばれる、鉱物や岩石などを偏光顕微鏡で透過光の下で観察できるように加工した試片とともに、地球惑星科学分野の研究に用いられている。研磨片は、鉱物、鉱石、テフラ、地球外物質（隕石や近年では小惑星リターンサンプル）などの試料で製作されることが多く、数百 μm ～数 mm サイズ（ときにそれ以下のサイズ）の試料をはじめ、そのままでは研磨困難な場合には、通常研磨に先立ち試料を樹脂で包埋することが行われる。

研磨片による試料の組織観察や微小部分分析においては、反射照明装置付き偏光顕微鏡に加え、電子線マイクロアナライザー（EPMA）、レーザーアブレーション誘導結合プラズマ質量分析計（LA-ICP-MS）、二次イオン質量分析計（SIMS）などの表面分析機器が用いられる。しかし、研磨片の製作にあたり使用した樹脂やその種類によっては、電子線による樹脂の溶融による装置内汚染、高真空度下での樹脂からの脱ガスによる真空度低下、樹脂由来のコンタミネーションなどが生じることから、試料や機器の運用・分析条件が制限される。そのため、樹脂の使用ができないあるいは適さない場合に対応できる包埋方法が求められてきた。この課題へのアプローチとして、本研究では、臼歯修復用の金属成形充填材として開発、検討されてきたガリウム合金を用い、粉液混合による合金包埋で研磨片の製作を試みたので報告する。

2. 合金の準備

本研究に用いたガリウム合金は、ガリウム、錫、インジウムからなる常温で液状の合金と、銀、錫、銅、パラジウムからなる粉末状の合金との混合により得られる合金である。液状の合金と粉末状の合金の組成は中島ほか (1992) ^[1] を参考にそれぞれ重量

比で $\text{Ga} : \text{In} : \text{Sn} = 65 : 19 : 16$ 、 $\text{Ag} : \text{Sn} : \text{Cu} : \text{Pd} = 50 : 26 : 15 : 9$ とした。液状の合金はこの比で用意した各純金属を混合して作製した。粉末状の合金については、株式会社真壁技研に材料の合金化および小型ガスアトマイズ装置によるアトマイズ粉の製造を委託し、上述の比で用意した純金属および合金材料から球状の微粉末を得た後、280 メッシュでふるいがけしたものを用いた。実験に使用した混合前の液状の合金と粉末状の合金を図 1 に示す。

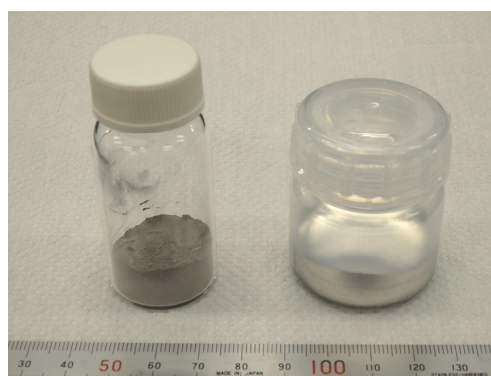


図 1 実験に用いた粉末状の合金と液状の合金

3. 合金の混合時間や硬化に関する調査

合金包埋に先立ち、粉液比（重量比）1:0.5、1:0.6、1:0.7、1:0.8、1:0.9、1:1 で、混合時の粘性やおおよその可使用時間、混合物の硬化の観点から包埋作業条件について調査した。各粉液比において計 1.0 g となるように液状の合金および粉末状の合金を計量した後、室温約 25 $^{\circ}\text{C}$ の下で混合した。その結果、いずれの粉液比においても数分の間に粘性が上昇していくことが分かった。また、液比が高くなるにつれて、粘性の上昇は緩やかになる傾向が認められ、すなわち可使用時間が長くなることが分かった。加えて、それぞれの粉液比において、ある程度混ざった状態から 10 秒、40 秒、70 秒ごと（粉液比 1:0.5 は 10 秒、40 秒ごと）に分取した混合物は、混合を終了した直後はいずれも混合物の形状を変化させることがで

きたが、24 時間以上経過させた後はいずれも硬化していた。これらの結果および低い液比での可使時間を考慮し、包埋作業はある程度混ざった状態から 20 秒後に実施することにした。

4. 合金包埋

模擬試料の包埋を、粉液比（重量比）1:0.6、1:0.7、1:0.8、1:0.9、1:1、室温約 25℃の下で実施した。液状の合金および粉末状の合金は、包埋にあたり増量し、各粉液比で計 4.0 g となるように計量した。模擬試料には、径約 1 mm のガラス製球状ビーズと、隕石（H5）を砕いて得た約 1 mm および約 0.5 mm の小片を用いた。内径 10.5 mm±0.5 mm の石英ガラス製のリング内に模擬試料を配置し、混合した合金をリング内に移した後、10.0 mm 径の銅製の円柱を用いて手圧で混合物を充填した。

合金硬化後に混合物の充填具合を実体顕微鏡で観察した。粉液比 1:0.6 および 1:0.7 では合金部分に皺状の凹部が認められ（皺の大きさは 1:0.6 > 1:0.7）、混合物の充填は不十分なものであったが、液比が高くなるにつれて皺が少なくなるとともにリングのコーナー部への充填が進み、充填の度合いが大きくなっていった。1:0.6 や 1:0.7 は混合時に粘性が上がってきていたことから、充填具合はその影響を受けやすいものと思われる。一方で、液比の最も高い 1:1 では未硬化な部分が認められた。これは包埋にあたり混合量を増やしたことで混合が十分にできていない部分が残ったものと考えられた。また、球状のビーズに注目して観察した結果、合金が球の下半分まで回り込んでいる様子が確認された。しかし、いずれの粉液比においても合金と試料との間には隙間が確認され、十分に密着しているとは言えない結果となった。硬化時は体積変化を伴うものと思われるが、模擬試料の破損は認められなかった。

5. 合金包埋試料の研磨

粉液比（重量比）1:0.6、1:0.7、1:0.8、1:0.9、1:1 の合金包埋試料において、耐水研磨紙およびラッピングフィルムを用いて研磨を実施した。その結果、皺状の凹部や、試料と合金との間の隙間は残るものの、粉液比 1:0.6 の約 0.5 mm の隕石片を除き、研磨における模擬試料の脱落は無く、試料および合金部分を鏡面研磨できることが判明した（図 2）。

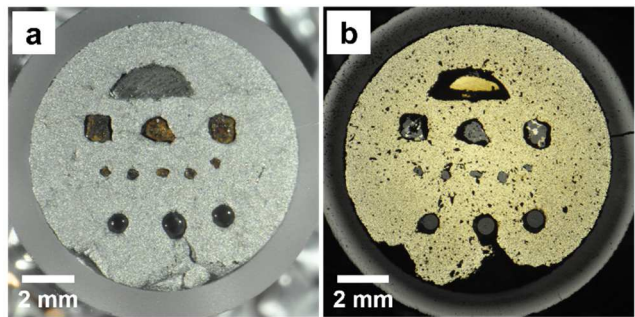


図 2 合金包埋の様子を示す顕微鏡写真(a)とその研磨後の反射光顕微鏡写真(b)。この合金包埋試料では模擬試料に加えて、アルミニウム片も包埋している（写真上部の半円状の物質）。粉液比 1:0.8（重量比）の例

6. おわりに

模擬試料を合金で包埋した合金包埋試料を研磨まで実施できたことにより、ガリウム合金を用いた粉液混合による合金包埋で研磨片を製作できる可能性が示された。一方で、研磨は実施できたものの、合金混合物の充填は現状十分とは言いがたい。また今回の調査の中で包埋作業に向くものと考えられた比較的高い液比は、中島ほか（1992）^[1]において EPMA による観察・分析が行われたガリウム合金の粉液比（重量比で 1:0.6）と異なることから、EPMA での観察・分析下で合金部分が安定であるかは別途調査が必要である。今後、包埋方法の最適化を検討するとともに、分析機器に導入して運用条件の検証やガリウム合金の試料への影響を確認する必要がある。

参考文献

- [1] 中島 薫, 真田 幸英, 市丸 俊夫, 久保田 稔 (1992) ガリウム合金の走査型電子顕微鏡および X 線微小部分分析による金属組織学的研究. 岩医大歯誌, 17, 76-81.

謝辞

実体顕微鏡の使用および写真撮影において、便宜を図っていただいた京都大学大学院理学研究科三宅亮教授に深く感謝申し上げます。本研究は、科学研究費補助金（奨励研究）21H04076 の助成を受けて実施しました。