

合成樹脂減圧加温浸透法による薄片作成の研究

大塚 寛雄*

Résumé

Study on Preparing Thin Section of Soft Rocks in using Permeated Synthetic Resine under Low Pressure

by

Torao Ohtsuka

Under the urgent need for preparing thin section of soft rocks in some petrographic studies, the present writer is willing to apply new method in using synthetic resin as coagulating matrix. The most fitted resin is "urex III" which, in using, must be diluted by formalin-methyl alcohol. Before preparing thin section, the rock specimen is immersed in the diluted urex III, heated by about 60-65°C in air bath, but into glass case of reduced pressure to about 15-10 Hgmm, and dried.

By these perations the specimen is completely coagulated filled up their interstices and pores by the solidified synthetic resine. Thus it is ready to be polished or sliced by polishing powder. And the slice may be fixed on, urex III is 1.434 in liquidous and 1.486 on solidifying.

1. 序 言

脆弱な岩石・粘土および鉱物に対しては、従来より一般に堅硬な岩石類に対して行われていたカナダ バルサムによる固化と、カーボラシタムの研磨による薄片作成法を適用することができないので、ほとんど顕微鏡による組織的な研究を行うことができなかった。筆者は以前から、これら脆弱な岩石類の顕微鏡研究が、あまり進捗していないのを遺憾に思い、薄片作成のよい方法を発見するべく努力を続けていたところ、たまたま、当所石油課が千葉縣茂原地方の天然ガス田の調査を行うに当り、これと同様の問題を解決する必要に迫られ、筆者に相談があつたので、従来心にえがいていた方法を実験にし、最近一應の成果を得たので、こゝにその結果の大略移を発表する次第である。

この実験の助手には田村芳雄が当り、研磨作業は大野正一が分担した。また、本試験の実施に当り、各種の援助を賜つた名古屋工業試験所大橋技官および電気試験所山田博士に対し深甚の謝意を表するものである。

2. 研究方針

一般に薄片作成上の障碍となる事項を大別すると次の

* 名古屋駐在員事務所

1) 沸石類はバルサムで加熱固化する場合脱水する。またベントナイト類は研磨の時吸水膨潤し、薄片作成を不可能にすることが多い。

ように要約される。

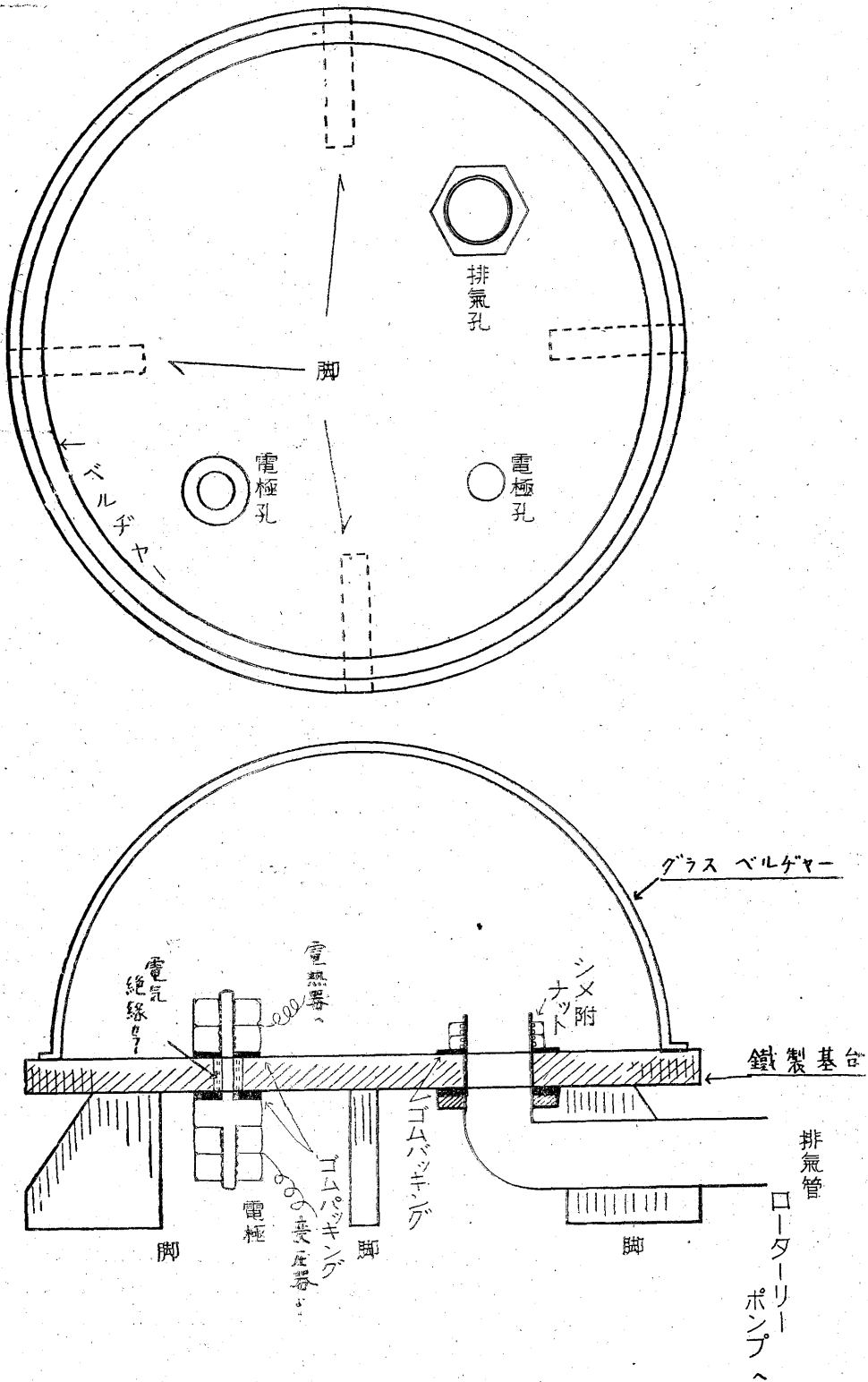
- 1 試料そのものに原因を有するもの
- 2 研磨材料あるいは凝固剤等に原因を有するもの
- 3 研磨技術に原因の存する場合

これらのうち、研磨技術が原因となる場合は、重大な要素には違いが無いが、何分にも個人差に基づくものであつて、本研究の主旨からすれば考慮する必要がない。したがつて研究の対象となるのは1および2であるが、1に関してはさらに試料の組織の強度と組織の変化とに原因を大別することができる。前者は主として、組成鉱物粒子間の膠着力と各鉱物の硬度差により、後者は物理的と化学的变化によつて支配されるのである。したがつて本研究にあつては、これらの障碍を克服するか、あるいは諸種の変化を生じないような方法を発見することに主力を注ぎ、つぎに研磨材料の選択と研磨方法の検討に力を費した次第である。

3. 合成樹脂減圧加温浸透法の大略

薄片を作成するためには、かりに鉱物各粒子の硬度差が大であつても、膠着力の弱い場合でも、とにかく試料に薄片製作作業に耐えうるだけの強度を興えなければならないし、しかもこの方法が試料に変化を生じないようなものでなければならない。

筆者は、真空ポンプを利用した減圧下においてわずかに加温し、試料中の遊離水および包裹ガスを速かに駆逐



第1圖 減壓装置概念圖 約1/3

し、これに代つて合成樹脂溶液を浸透せしめ、樹脂の固化により試料の強度を高め、もつて研磨に耐えさせようとする方法を考案した。これをかりに合成樹脂減圧加温浸透法と名づけることとする。

3.1. 固化剤および装置

3.1.1 樹脂液 この研究では東洋高圧株式会社の Urex III 号をフォルマリン—メチルアルコール系の溶剤で稀釈したものを使用した。固化剤としてはかならずしもこれを使用しなければならないというわけではない。すなわち低温において稀薄な稀釈液から容易に固化し、樹脂が中性で、銹物の包含している遊離水・ガスあるいは銹物中の成分と反応して有害物質を生

整によつて目的を達している。

減圧にはロータリーポンプを使用し、ベルチャーはガラス製で、鉄製の基台に密着するようによくすり合わせ、接着部には白色ワセリンを塗布した。また、ベルチャーとロータリーポンプとの中間に吸湿装置を入れておいた方が便利である。

白色ワセリンおよびロータリーポンプの油は多少包水する傾向があるので、しばしば取り換える必要がある。ロータリーポンプ油が吸湿した場合には、これをピーカーに移し、その中に電球を入れ長時間点燈すれば、完全に水分を除去し再度使用することができる。

3.2 操作

3.2.1 予備作業

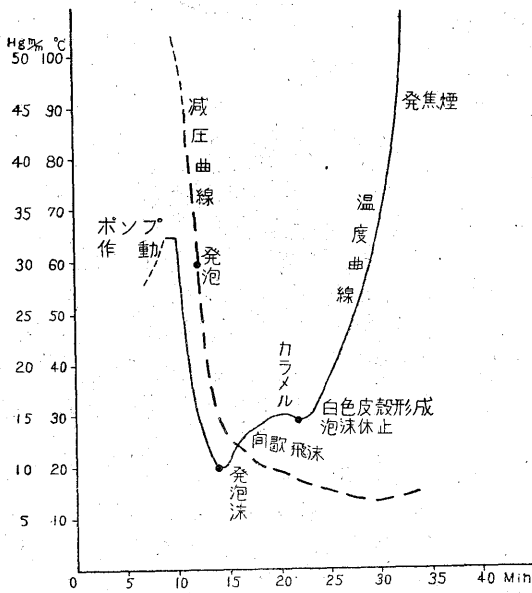
試料 試料中に遊離水を包含していると、操作が困難であるので、あらかじめ 60~65°C で air-bath 中に置くかあるいは長時間デシケーター中に放置して乾燥する。ただし、沸石類とくに濁沸石は脱水すると変質崩壊するので、このような銹物の存在が予知される試料は乾燥しないまま使用する。

試料があまり大形であると、操作上不便であるから適当な厚さと大きさに整えておいた方がよい。筆者は通常、厚さ 1.0~1.5 cm, 径 3~5 cm 程度に切断して使用している。ただし、試料が粘土である場合には、作業中に試料に亀裂を生ずる惧れがあるので、やゝ大形に切断しておいた方が便利である。

試料が砂または粉状の場合には、薄肉の金属製筒またはセロファン製の筒に試料を入れ、これに樹脂を注げば円筒状の試料が得られる。また試料の量が少ない時は、ガラス粉を混じて増量すればよい。砂状の試料を薄肉のガラス瓶、例えば試験管、サンプル瓶などに入れて固化し、そのまま研磨するのも 1 方法である。

樹脂液 Urex III 号を使用する場合には、緻密質の試料に対しては稀薄な液を、多孔質のものに対しては濃厚な液を用いた方が好結果をもたらしている。すなわち、一般には樹脂：溶剤を 2:1 程度に使用し、緻密なものに対しては樹脂：溶剤を 1:1 ないし 1:2 に使用するべきである。なお、試料が遊離アルカリに富む場合には、数滴の塩酸を加えた溶剤を、硫黄または硫酸塩を多く含有する場合には、少量の濃アンモニア液を加えた溶剤を、試料中に浸透させてから固化作業を行わないと、作業に支障を生ずる場合が多い。試料がきわめて崩壊しやすい場合には、上記の薬品を混合した溶剤中に少量の樹脂を溶解しておくと、試料の破壊を防ぐのに有用である。

3.2.2 装置の操作 カセロール・磁製ピーカーある

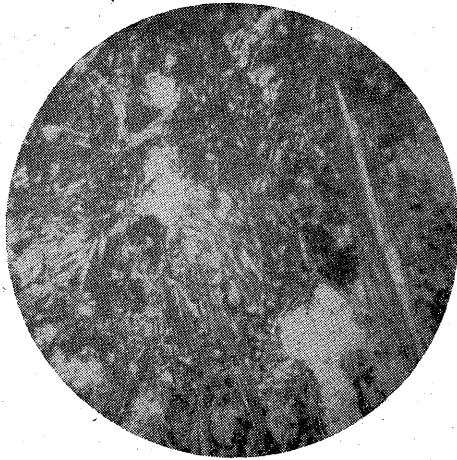


第2圖 Urex 2: Dryer 1.15 cc ピーカー 径 40 m/m

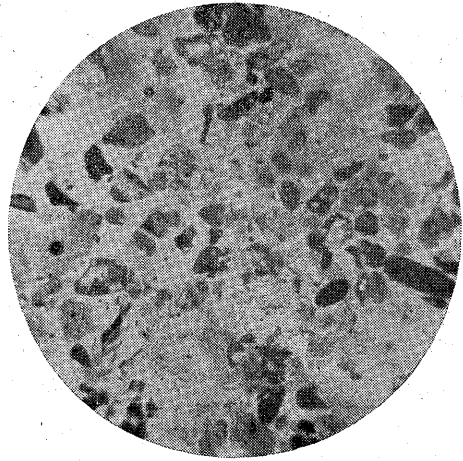
ぜず、かつ稀薄な溶液としても粘性の強いものなどの性質を満足するものなから、適当な薬品を選択すればよい。

たゞし水と非親和性の溶剤は、銹物や岩石の包裹水と反撥するので、事前に試料を乾燥しておくことが必要である。また溶剤と水とがエマルジョンの現象を生ずる場合には、やゝ長時間そのまま放置しておけば薄片作成の障碍とならない。

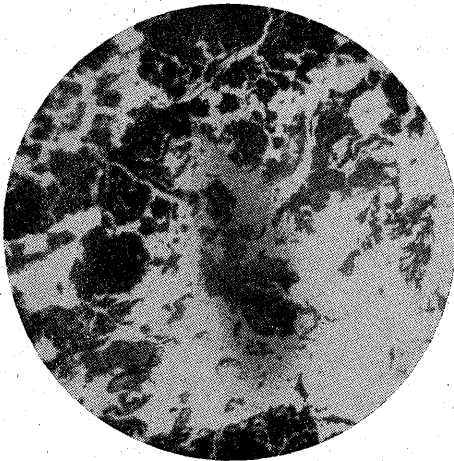
3.1.2 減圧加温装置 試料の孔隙中に包裹されている遊離水およびガスを駆逐するとともに、樹脂液の浸透と揮発を促進させるためには、減圧加温装置を作用するのが便利である。筆者は第1図に示すごとき装置を利用している。加温装置としては市販の小型ニクロム線電熱器を使用し、温度の調節には変圧器を利用して、電圧調



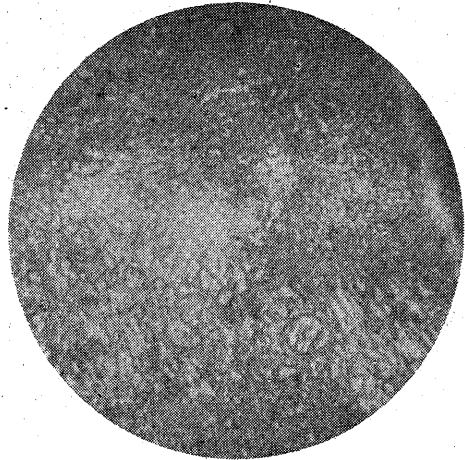
モルデン沸石 ×約100



河口泥 ×60



黒鉛鉱 ×約60



ベントナイト ×100

圖版 第1 合成樹脂減圧加温浸透法

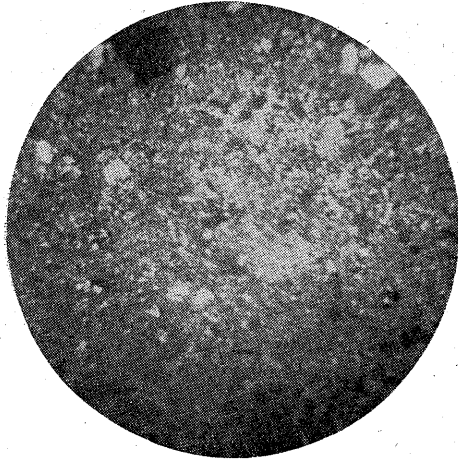
いは金属製皿の中に試料を入れ、その試料の性質に應じて調整した溶剤を注ぎ、これを電熱器上にのせ、あまり高温とならぬように注意しながらベルヂャーをかぶせて減圧する。溶剤は容易に揮発するので、その時にポンプを止め、空気を入れてベルヂャーを除き、あらためて試料上に樹脂液を注ぐ。この場合樹脂液を一時に多量注ぐと、試料上で沸騰するような現象を生じて試料が破壊することがあるので、むしろ少量過ぎるものを数回に分けて注いだ方がよい。この試料をふたたび電熱器上にのせ、ベルヂャーで覆い、加温しつつ減圧する。しばらくすると試料より気泡を生じ、樹脂液は発泡沸騰状を呈するようになる。この時にポンプの作動を止めて房気すると、内部の気体などを放出した試料中に容易に樹脂が浸

透する。以上の操作を数回繰り返すと、試料の内部まで樹脂液が浸透する。

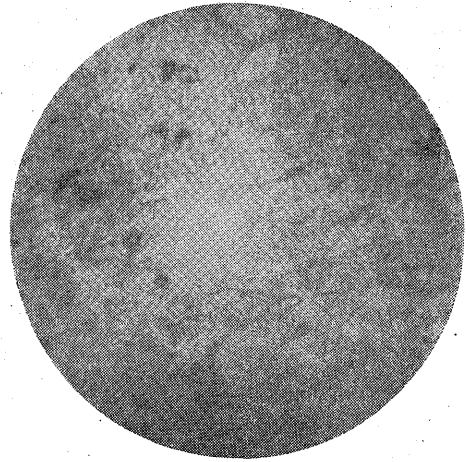
この操作の途中、樹脂液は沸騰状の現象を呈するが、溶剤が気化熱を奪うために液温は予想外に低く、通常2~3°Cである。

試料上の樹脂液は加温しているうちに濃化し、発生する泡も大形となり、カラメル状を経てついには白色海綿状を呈するに至り、やがて全く固化する。この時に加温を止めるのが適當であるが、加温を止めてからも暫くは排気操作を続けた方がよい。

第2図は容量80ccのビーカーに15ccの樹脂液(Urex: 溶剤=2:1)を入れ、液温を65°Cに上昇せしめた時、減圧操作を開始した場合の温度曲線・減圧曲線および樹



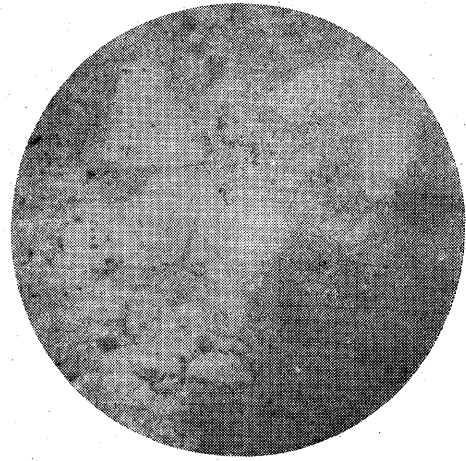
パイロフライライト ×60



凝灰岩(大谷石ミソ) ×100



パイロフライライト ×60



凝灰岩中のモンモリロナイト ×100

により作成した薄片の顕微鏡写真

脂液の状態を示すものである。樹脂液が固化する場合、焦煙を発生することもあるが、樹脂の断熱性により、試料に変化を生ずることはほとんどなく、沸石や硫黄の如きものもこの状態下で十分に針状結晶を保っている。固化した試料はデシケーター中に移し、充分冷却した後研磨用に供する。

3.2.3 研磨作業

研磨液 尿素系樹脂をもつて処理した場合、完全に乾燥していないと水で研磨する時に樹脂が吸水して粘性が増加し、研磨が困難となる。したがって完全に乾燥していたとしても、グリセリン・ラード・流動パラフィンあるいはグリースなどを使用する方が安全である。

筆者は、樹能液の残りを研磨液に使用して好結果を得ている。

研磨材 研磨材は一般に使用しているカーボランダム粉で充分である。薄片の作成を急ぎ試料を樹脂で固化する暇のない場合も、樹脂液を研磨液とすれば試料をそのまま研磨することが可能である。ただしこの場合は800~2,000番のカーボランダム粉を使用し、あまり力を加えずに研磨することが必要である。

膠着剤 従来はカナダ バルサムを使用していたが、バルサムは酸性である上に加熱しなければならぬ不便があるので、低温で使用できる樹脂をバルサムの代用に使用すべく研究中である。筆者は、カバークラスを使用す

る代りに、薄片の表面に Urex III 号を塗布しただけで、十分に目的を達している。また Urex III 号をバルスラムの代用にして、この上にカバーガラスを貼り付けて好結果を得ている。この場合樹脂に10~20%の溶剤を混合しておく、短時間で乾燥して便利である。

なお、Urex III 号の屈折率は 1.434 で、乾燥した場合は 1.486 である。

4. 結 論

以上で脆弱な岩石・粘土および鉱物の薄片製作法とし

て、Urex III 号を使用する減圧加温浸透法の大略を報告したのであるが、この方法が完全無欠の薄片作成法でもなく、また使用すべき樹脂および溶剤についても、今後研究すべき幾多の問題が残されている。しかしこの方法により、従来薄片の作成が困難視されていた脆弱または粘土質の試料の顕微鏡研究も、ある程度可能となるので、あえてここに本文を発表した。大方の参考となれば幸である。
(昭和25年研究)