

## X線マイクロ・ディフラクトメーター用 薄片試料の作製方法について

The method of preparation of thin section  
for X-ray micro-diffractometer

戸間替 修 一  
Shuichi TOMAGAE

### まえがき

X線マイクロ・ディフラクトメーターは、コリメーターを通して細いX線ビームを作り、試料に照射することによって、任意の微小部分が測定できるX線回折装置である。測定方法は、透過法と反射法の2つがあり、これに対する試料の作製方法が異なっている。本稿では、透過法の試料作製方法についてのべる。

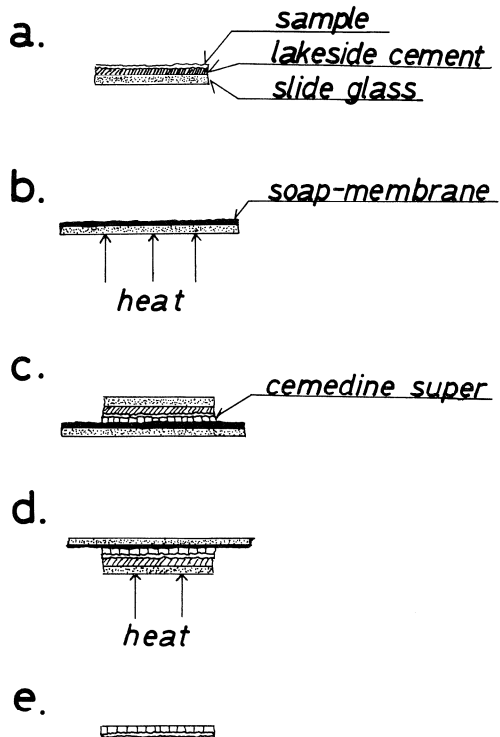
透過法は、試料にX線を照射し、透過した回折X線(Debye ring)を、円形の受光スリットを用いて検出する方法である。この場合、薄片を試料として測定を行なうが、単体で測定するため鉱物が方位をもち、at randomのピークが得られないという問題点がある。また、薄片を透過させてX線を検出するため、試料によってはX線が吸収され、回折X線強度が低下するという問題もある。前者の問題については、マイクロ・ディフラクトメーター自体に試料振動装置が備え付けられており、試料を振動することによりある程度まで解決することができる。後者については、充分鑑定できる回折X線強度を得るため、試料の厚さが影響してくる。そのため、厚さの異なる薄片を作製して、X線強度についての試験も行なった。

本試験を実施するにあたり、当所黒沢邦彦研究職員には、報告書のとりまとめに際し何かと御援助をいただくとともに、X線回折の労をわずらわした。また、北海道大学の桑島俊昭文部技官には、薄片試料作製の際いろいろ御指導、御助言をいただいた。ここにお礼しあげる。

### I 薄片試料の作製法

通常、偏光顕微鏡下で観察するための薄片は、スライドガラスの上にはりつけられている。この薄片

を使用して透過法で測定を行う場合、X線の吸収量が大きすぎてマイクロ・ディフラクトメーター用の試料とはならない。このため、試料ホルダーに固定できるようなフィルム状薄片試料の作製が必要となる。しかし、単に普通の薄片から割した試料では、強度が充分ではなく、このためホルダーに固定することは非常に困難である。したがって、マイクロ・ディフラクトメーター用の試料の作製が必要となる。



第1図 試料作製過程の概念図

Fig. 1 The process of preparation of thin section for X-ray micro-diffractometer.

試料の作製方法は、大部分は針谷ほか(1979)に従ったが、本実験に用いた方法について順をおって説明する。

(1)試料の整形：通常の薄片を作製する方法によって、カバーリングをする前の工程までを行なう。つぎに、試料とスライドガラスの大きさを同一にするために、400# のカーボランダムで余分なガラス部分を削り取る(第1図-a)。

(2)石けん皮膜の作製：新しいスライドガラスを石けん水のなかに2~3回浸し、ガスバーナーで均等に熱し、スライドガラスの表面に薄い石けん膜を作る。この場合、あまり強く熱しすぎるとスライドガラスが割れることがあるので、2~3秒熱したら少々冷し、再び熱するとスライドガラス上に白い皮膜ができる(第1図-b)。

(3)試料の接着：石けん皮膜を作ったスライドガラス上に、(1)で整形した試料をセメダインスーパーで接着する。この接着から硬化に要する時間は、常温では24時間程度を必要とするが、温度をかけることによって短時間で仕上げることができる。すなわち、接着した試料を約80°Cの乾燥器のなかに30~40分間入れ、半固結状態となったときに一旦乾燥器からとり出して、試料部分からはみ出した余分な接着剤をナイフできれいに削り取る\*。このあと、再び乾燥器に2~3時間入れておくと、充分固結した試料ができる(第1図-c)。

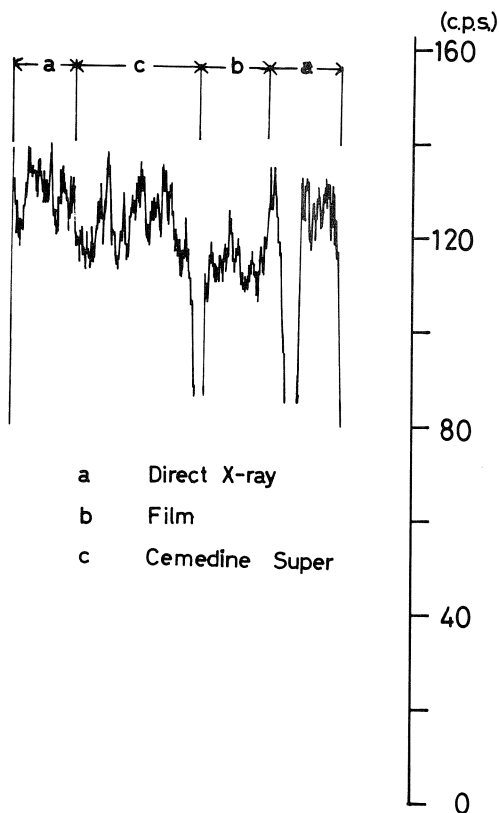
(4)レーキサイドセメント側の試料の剥脱：(1)で貼りつけたレーキサイドセメント側をガスバーナーで熱し、レーキサイドセメントを溶かし、静かにスライドガラスをずらしながら取りはずす。この場合、熱しすぎると、反対側のセメダインスーパー側に気泡が入ったり、あるいは試料を傷つけることがあるので、徐々に熱し少しずつ取りはずした方がよい結果が得られる(第1図-d)。剥がしたままの試料は、表面にレーキサイドセメントが付着しているので、ガソリンと綿花を用いて取り除く。このあと、直ちに石けん水で洗浄しなければ、試料が白濁し、顕微鏡で測定しにくくなり、マイクロ・ディフラクト用の試料としては不適当なものとなる。

(5)セメダインスーパー側の試料の剥脱：この作業は、ガラス面と接着剤との間に石けん皮膜が存在するため、鋭利なナイフで比較的簡単に剥がすことが可能である。最後に試料の表面についている石けん皮膜を水で洗浄して完成する(第1図-e)。

以上がマイクロ・ディフラクトメーター用試料の作製方法である。出来上がった試料は、通常の薄片とは異なり、セメダインスーパーの膜が存在するため試料の強度ははかなり高い。

## II マイクロ・ディフラクトメーターによる測定結果

最初、セメダインスーパーによるX線の吸収を調べるため、ほぼ薄片と同じ厚さを有するものを作製し測定した。さらに、これと比較するためにフィルムによる吸収も測定した。その結果、フィルムによる吸収も測定した。その結果、フィルムでは、明らかに吸収が認められるが、セメダインスーパーではほとんど認められなかった(第2図)。セメダインスーパーによるX線の回折図形はブロードなものであり、明らかなピークは認められない。このことから、通常のマイクロ・ディフラクトメーターによる回折には全く影響のないことがわかった(第



第2図 X線吸収量の比較

Fig. 2 The comparison with X-ray absorption

\* この作業は慎重に行なわなければならない。試料面からはみ出した接着剤がある場合には、このあとのスライドガラスから試料を剥脱する作業が非常に困難となる。

3図-a)。

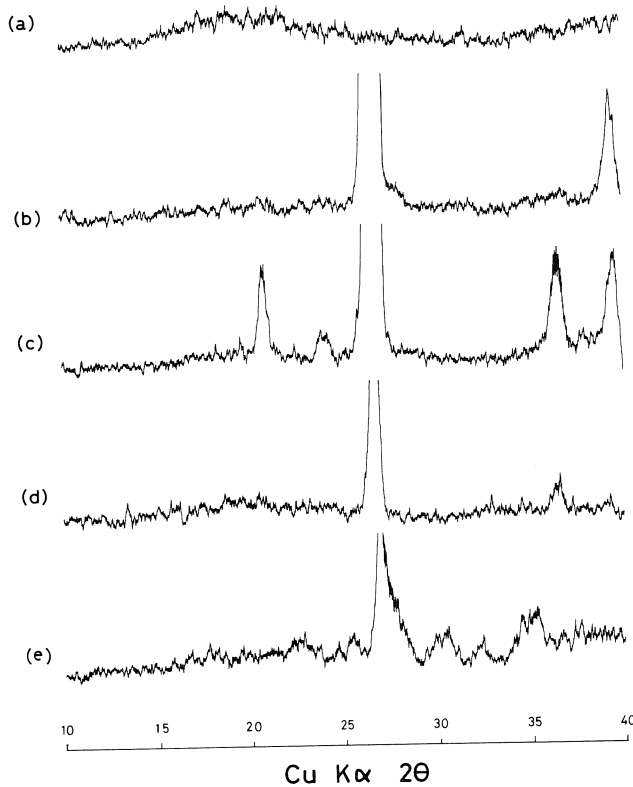
以上の実験からセメダインスーパーは、薄片試料の補強に役立つと同時に、X線回折には全く影響を与えず、非常に有効な強化剤であることが判明した。

実際の鉱物の測定は、花こう岩中の石英と長石について行なった。その結果を、第3図(b)~(e)にしめした。回折図形に与える試料振動の効果を調べるため石英について同一部分で測定を行なった。振動させない場合(第3図-b)と振動させた場合(第3図-c)の比較から、振動による効果は非常に大きく、振動しない時に現われなかったピークが見い出されている。

つぎに、薄片の厚さのちがいによる差を調べるため、通常の厚さよりうすい薄片を作製し測定を行なった。その結果を第3図-dにしめした。通常の厚さ

の薄片と比較すると、X線強度の増加は認められるが、回折図形による鉱物の同定には、あまり役立たなかった。長石類の測定結果は、第3図-eにしめしたが、ある程度の同定は可能であった。

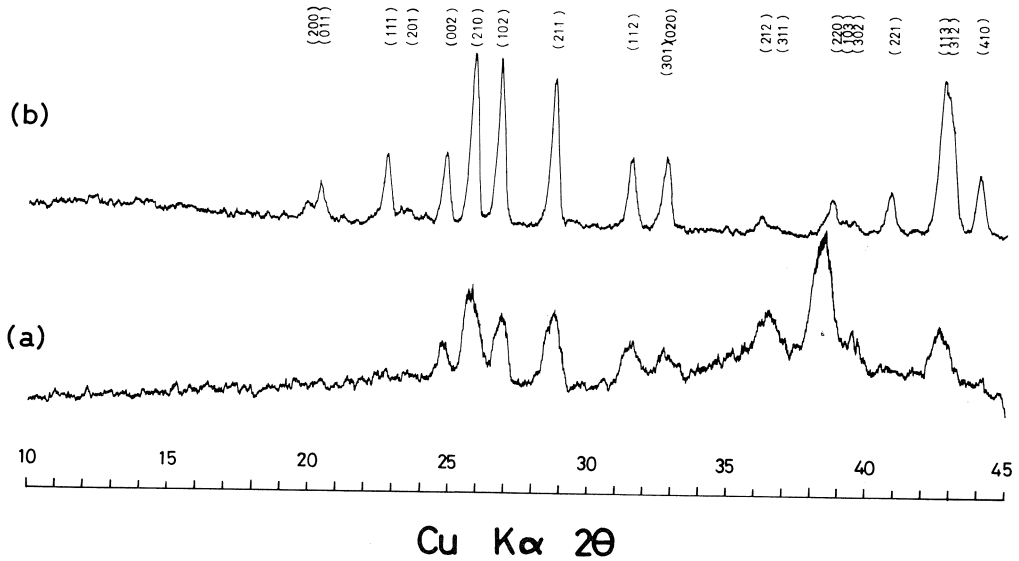
以上、鉱物のX線回折実験の結果から、試料は通常の厚さで、セメダインスーパーによる補強を行ない、さらに振動を与えながら測定をすればよいことが判明した。この方法によって、稲倉石鉱山産の重晶石をマイクロ・ディフラクトメーターで測定した結果は、第4図-aにしめしてある。また、従来の粉末法によるディフラクトメーターの測定結果は、第4図-bにしめしてある。両者の比較から、マイクロ・ディフラクトメーターによる測定結果は、重晶石の同定のための試料としては充分に役立つことが判明した。



第3図 マイクロ・ディフラクトメーター回折図

Fig. 3 The diffraction patterns of X-ray micro-diffractometer.

- a. cemedine super
- b. quartz (oscilation off)
- c. quartz (oscilation on)
- d. quartz (thiner than b and c, oscilation on)
- e. feldsper



第4図 稲倉石鉱山産重晶石のX線回折図

Fig. 4 The diffraction patterns of barite from Inakuraishi Mine.

a. micro-diffractometer

b. diffractometer (powder method)

#### あとがき

スライドガラス上に貼りつけてある薄片を、そのままマイクロ・ディフラクトメーターで測定した場合にはX線強度が弱い。また、その薄片を剥がしたものではありません。試料強度が充分でないなどの種々の問題があった。しかし、薄片の厚さ、接着補強剤の選定と試料作製法および測定方法などを吟味することにより、マイクロ・ディフラクトメーターが、鉱物の同定には充分使用できることが明らかになった。今後は、鉱物の同定に必要な化学組成・結晶構造の解析のため、X線マイクロアナライザー法(EPMA)と

共用し得る試料を作製する必要がある。このため透過法・反射法の両法が測定でき、さらにEPMAによる分析可能な試料(polished thin section)を作製する技術の開発を進めていく必要がある。

#### 文 献

- 針谷 宥・桑島俊昭・寺田省一(1979): Micro-diffractometerによるX線回折のための薄片試料作製法. 岩石鉱物鉱床学会誌, vol. 74, p. 199~203.