

## 微細構造解析に適した多孔質・脆弱岩石試料の薄片作製法

水野 樹<sup>\*,\*\*†</sup>・前野 深<sup>\*\*</sup>

### The Manual for Preparing Thin Sections of Porous and Fragile Samples for Microstructural Analyses

Tatsuki MIZUNO<sup>\*,\*\*†</sup> and Fukashi MAENO<sup>\*</sup>

#### Abstract

This report describes how to prepare thin sections before analyzing porous samples such as pumice and scoria. Porous samples are often damaged during cutting and polishing, and poor bonding to glass slide. These issues make preparation of thin section difficult. To address these issues, resin impregnation under vacuum is commonly employed. However, the resin does not permeate sufficiently because isolated vesicles smaller than several ten micrometers remain unfilled. In this study, we developed an improved method in which additional resin impregnation is applied to the sample surface before final polishing. This approach effectively reduces the unfilled vesicles and improves sample quality for microstructural analysis. This report details the thin section preparation process using equipment at the Earthquake Research Institute, the University of Tokyo, and we hope it will serve as a manual that will be particularly helpful to students and researchers in the future.

*Key words* : Procedures, Thin section, Porous rock sample, Structural analysis

#### はじめに

岩石薄片作製は、地質学的・岩石学的研究における最も基本的な試料調製手法である。薄片試料は、偏光顕微鏡による組織観察や鉱物種の同定、電子プローブマイクロアナライザ (EPMA) を用いた石基ガラスや鉱物の化学組成分析、石基中の気泡や結晶によって形成される微細組織の観察・解析など、多様な用途に利用される。

一般的には、岩石試料を整形 (一次切断・研磨) 後にスライドガラスに接着し、厚さ $\sim 30\mu\text{m}$ まで加工 (二次切断・研磨) する。この手順は広く共通して用いられるが、具体的な操作や条件の詳細は大学や研究機関ごとに異なる (松沢, 2001; 代永ほか 2020)。また、試料の種類や分析の対象によって求められる精度や条件は異なるため、対象に応じた適切な作製手法を検討・選択することが重要である。

深成岩や変成岩、溶岩など、亀裂や空隙の少ない緻密な岩石試料を対象とする場合であれば、基本の手順によって比較的容易に薄片を作製することができる。一方で、軽石やスコリアのような多孔質岩石試料、豆石など凝集物は非常に脆く、従来の手法では研磨時に試料が破損する可能性が高いため、加工前に樹脂で包埋する必要がある。加藤・野村 (1988)、大和田ほか (2013) では加工前の試料を樹脂に浸し、真空処理によって試料中の空隙に樹脂を充填させる手法を用いている。しかし、高発泡度の軽石試料は直径数 $10\mu\text{m}$ 程度の微細な気泡を多量に含み、これらの気泡はしばしば独立しているため、加工前に行う真空処理のみでは十分に樹脂が浸透しない。その結果、試料を厚さ $30\mu\text{m}$ 程度まで研磨した際に、樹脂が充填されていない気泡が試料表面に多数露出することになる (図 1)。微細構造解析を行う際は、露出した気泡底部の石基ガラスが気泡・石基領域の区別を阻害し、気泡領域の面積を過小評価する要因になりうる。このため、観察者による目視確認および手動での修正を必要とするが、これらの作業は解析結果の精度を安定して確保するうえで大きな制約となる。また、解析作業の迅速性を著しく損ない、多数の試料を対象とした解析が困難となるという課題がある。本報告では、微細構造

2025 年 10 月 30 日受付, 2026 年 1 月 7 日受理.

<sup>†</sup> tatsuki.mizuno.d5@tohoku.ac.jp

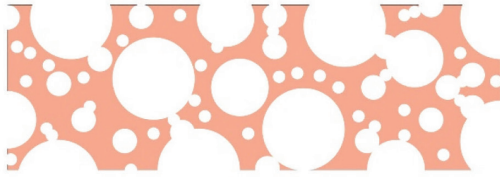
<sup>\*</sup> 東京大学地震研究所火山噴火予知研究センター

<sup>\*\*</sup> 東北大学大学院理学研究科地学専攻

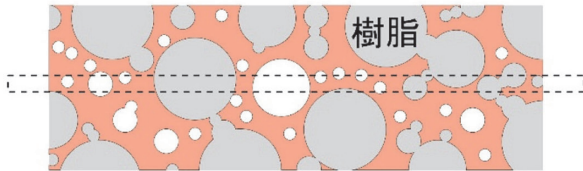
<sup>\*</sup> Volcano Research Center, Earthquake Research Institute, The University of Tokyo

<sup>\*\*</sup> Department of Earth Science, Graduate School of Science, Tohoku University

(a) 多孔質試料の空隙構造



(b) 樹脂充填時



(c) 研磨後

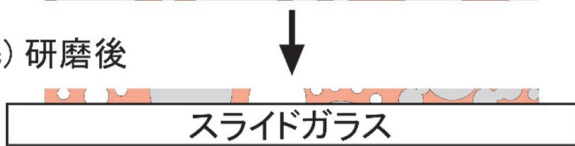


図 1. 多孔質岩石試料内部の空隙に対する樹脂充填。(a) 気泡はしばしば連結し、外部と接続されている。しかし、試料の厚さより十分に径が小さい気泡は独立して存在する。 (b) 真空処理時、連結気泡は樹脂が容易に浸透するが、独立気泡には樹脂が浸透できない。(c) 研磨後、樹脂に充填されていない独立気泡が試料表面に露出する。

解析に適した薄片の作製を目的とし、試料の接着および研磨過程に複数回の真空処理を導入したことで、より精密な空隙の樹脂充填を実現した。これらの手法を含め、取り扱いの難しい岩石試料を対象とした薄片作製の手法について、これまでの試行錯誤を通じて最適化した手順を示す。

最初に、岩石薄片試料の作製時に使用する装置や資材について解説する。続いて、緻密な岩石試料を対象とした従来の薄片作製手法について、詳細を整理する。そのうえで、多孔質岩石試料を扱う場合に生じうる問題を整理し、改良した作製手法について詳細を解説する。最後に、天然試料の気泡組織を対象とした微細構造解析例を示し、作製手法の妥当性を検証する。なお、本報告では、東京大学地震研究所の設備・作業環境における岩石薄片試料の作製手法について述べるが、一般に適用可能な手法と考えられる。

使用した機材・資材

ここでは、東京大学地震研究所において岩石薄片試料の作製時に使用されている機材をまとめる (図 2, 表 1)。

切断機

試料はダイヤモンドカッターを用いて切断する。ダイヤモンドカッターは、縁部にダイヤモンド砥粒が埋め込まれた金属円盤を高速回転させて岩石試料の切断を行う装置である。試料の大きさや硬度、ならびに工程に応じて、適切な装置を使い分ける。小型カッター (図 2a) は、一次切断

において試料をスライドガラスに収まる大きさに成形する目的で使用する。二次カッター (図 2d, e) は、スライドガラスに接着された試料の二次切断に用いる。一方、これらの装置を用いて脆弱な岩石試料を切断する場合、切断時の応力により試料全体が破壊されるおそれがある。精密カッター (図 2b, c) は、小型カッターと比較して刃厚が薄く、回転数を制御できる点に特徴がある。回転数を 100rpm の低速度に設定することで、試料の破壊を伴うことなく切断することが可能になる。精密カッターは、フリーハンド、あるいはスライドガラス固定用ステージに試料を装着した状態で使用し、一次切断および二次切断のいずれの工程においても小型カッターや二次カッターの代替として使用することが可能である。

なお、ここでは詳細を述べないが、緻密で硬度が高く、かつ大型の岩石試料を切断する場合には、小型カッターよりもさらに高い出力を有する大型の切断装置を使用することが適している。

研磨機

岩石試料は研磨盤および研磨剤を用いて段階的に薄く加工する。試料の研磨には、グラインダー、ガラス板、ドラム式研磨機、ならびに卓上試料研磨機を使用し、研磨工程に応じて適切に使い分ける。

グラインダー (図 2f) は、金属製回転盤上に研磨剤を散布して研磨を行う装置であり、主として試料表面の凹凸除去および迅速な研磨を目的として使用する。研磨剤にはカーボランダム C (株式会社マルトー製) を用い、粗研磨用として粒度 #120, 200, 400, ならびに表面の平滑度調整用として粒度 #800 の研磨剤を使用するため、2 台のグラインダーを用いている。粒度 #1500, 3000, 6000 の研磨工程では、ホワイトアラランダム (株式会社マルトー製) をガラス板 (図 2g) 上に塗布して使用する。粒度 #1500 は、一次研磨工程における表面凹凸の調整、および二次研磨工程における試料厚さの精密な調整に用いる。粒度 #3000 および 6000 は、鏡面研磨工程で使用する。

ドラム式研磨機 (図 2h, i) は、スライドガラスに接着された試料の研磨に用いることができ、試料を約 100 μm の厚さまで速やかに研磨することが可能である。ただし、本装置では、厚さ調整ねじを同一の目盛りを設定した場合であっても、研磨後の試料厚さにはばらつきが生じる。また、試料の周縁部は中央部に比べて研磨されやすい。想定以上に研磨が進行し、試料が消失するおそれがあるため、厚さの設定を過度に薄くすることは避ける必要がある。

卓上試料研磨機は、ホルダーに装着した試料の自動研磨が可能な装置である。研磨盤を取り換えることで多様な研磨工程に対応させることができるが、本報告では鏡面研磨工程において粒径 3 μm および 1 μm のダイヤモンドペースト (Struers 製、以下 DP と表記) を使用する場合に限っ



図 2. 東京大学地震研究所の薄片室で使用されている機材。(a) 小型カッター, 試料の整形に使用する。(b) 精密カッター, 小型カッターよりも回転刃が薄く, 低速度に設定した切断が可能である。多孔質試料の整形・二次切断に使用する。(c) 精密カッターの回転刃と試料ホルダー。(d) 二次カッター, 二次切断に使用し, 試料を薄くする。(e) 二次カッターの回転刃。(f) グライNDER, 回転する円盤上に研磨剤を散布し, 研磨を行う。(g) 研磨用ガラス板, #1500 以上の研磨剤による研磨時に使用する。(h) ドラム式研磨機, 二次切断後の研磨に用いる。試料を  $100\ \mu\text{m}$  程度まで薄くすることができる。(i) ドラム式研磨機の回転ドラム。

表 1. 東京大学地震研究所の装置・資材一覧

装置・資材	製品名	製造
小型カッター	ミニ・ラボカッター MC-110	株式会社マルトー
精密カッター	IsoMet1000	Buehler
2次カッター	Thin section cut-off saw 137U	Ward's National Establishment, Inc
ドラム式研磨機	Thin section Grinder 400U	Ward's National Establishment, Inc
卓上型試料研磨機	LaboForce-Mi	Struers
研磨剤 #120-800	カーボランダム C	株式会社マルトー
研磨剤 #1500-6000	ホワイトアランダム	株式会社マルトー
ダイヤモンドペースト	DP-ペースト	Struers
エポキシ樹脂	新ペトロポキシ 154	Burnham Petrographics LLC
エポキシ樹脂	ボンド E セット	コニシ株式会社

て用いている。

研磨剤の粒度を変更する際には、試料表面に付着した研磨剤を超音波洗浄などにより十分に除去し、異なる粒度の研磨剤の混入を防止する。多孔質な試料では、研磨剤が空隙内に残留しやすいため、特に注意を要する。

#### 樹脂

岩石試料のスライドガラスへの接着、および空隙の樹脂充填にはエポキシ樹脂を用いる。本報告では2種類の樹脂を使用する。

新ペトロポキシ 154 (Burnham Petrographics LLC 製、以下ペトロポキシと表記) は薄片試料作製に用いられる代表的な二液性エポキシ樹脂であり、主剤と硬化剤を 10:1 の割合で混合して使用する。硬化剤には濃褐色と黄色の2種類があり、前者は近年開発されたもので結晶化しにくい特性を持つ。一方で、樹脂の色が濃く、黒色試料を扱う際には作業中に試料の視認性が低下するため、試料の種類によっては注意を要する。主剤：硬化剤の比率を 20:1 に調整することで、強度を保ちつつ色調を薄めることが可能である。黄色の硬化剤は古くから使用されており、二液混合時の色が薄く、試料包埋時の視認性に優れている。ただし、結晶化しやすいため、使用時には結晶を十分に溶解・分散させる必要がある。室温下でも低粘性で取り扱いやすく、加熱によりさらに粘性が低下することから、空隙内への樹脂の浸透性が高い。熱収縮率が高いため、高温下で硬化させた場合、冷却後にスライドガラスが破損する可能性があることに留意すべきである。

ボンド E セット (コニシ株式会社製、以下ボンド E と表記) も広く使用されている二液性エポキシ樹脂である。家庭用商品として販売されており、比較的安価かつ入手が容易である。A 剤と B 剤を 1:1 の割合で混合して用いる。黄

色硬化剤を用いたペトロポキシよりやや色調が濃いですが、薄く広げて使用する場合はほぼ無色透明であり、試料作製工程における視認性に支障はない。ただし、120℃以上の高温で加熱した場合や、低温下でも長時間の加熱を行った場合には褐色に変色する可能性があるため、樹脂固結後は速やかに加熱を停止する。本樹脂はペトロポキシに比べて粘性が高いため、空隙への浸透性は低く、充填に不向きである。また、硬化後の硬度はペトロポキシより低いため、接着工程ではペトロポキシの使用が優先される。しかし、試料表面の空隙に浸透することなく接着面に樹脂が残るため、スライドガラスへの安定した固定が可能である。また、熱収縮率がペトロポキシより低く、スライドガラスが破損する頻度は低い。ペトロポキシの使用によって試料の破損が頻発する場合は、こちらで代替することを推奨する。

2種類の樹脂の硬化に要する時間を確認するため、スライドガラス上にペトロポキシおよびボンド E を塗布し、ホットプレート上で加熱した。樹脂は爪楊枝を用いて少量を採取し、スライドガラス上に薄く均一に塗布した。ホットプレートの設定温度は 80, 100, 120, および 150℃ の 4 条件とした。加熱に伴い重合反応が進行すると樹脂の粘性は急激に増加し、完全に固結していなくとも、試料がスライドガラス上でずれない程度に固定される状態となる。本報告では、爪楊枝の先端で樹脂表面を突いた際に生じた凹みが回復するまでに 20 秒以上を要する状態を、試料固定が可能となる目安と定義した。樹脂の状態を 1 分ごとに確認し、試料固定が可能な状態に到達するまでの時間、および樹脂が完全に固結するまでの時間を、それぞれ測定した (表 2)。ペトロポキシ使用時の試料固定が可能になるまでに要した測定時間は、仕様書に記載された硬化時間 (Burnham Petrographics LLC, Figure 1) と概ね一致した。ボンド E

表 2. 樹脂の熱硬化時間

温度 (°C)	所要時間 (分)			
	ペトロポキシ		ボンド E	
	固定可能	完全固結	固定可能	完全固結
80	23	45	12	25
100	13	25	7	15
120	5	10	3	7
150	1	3	1	3

はペトロポキシと比較して硬化に要する時間が短い傾向を示す。

高温下では樹脂の粘性が低下するため、貼付面に傾斜がある場合、試料が容易にずれることがある。また、固結に至るまでの過程で樹脂中に気泡が混入する場合がある。これらの理由から、固結までの時間は可能な限り短縮することが望ましい。一方で、固結時間が過度に短い場合には、気泡を除去するための操作が完了する前に樹脂の硬化が進行する可能性がある。以上を踏まえ、本研究ではペトロポキシについては 120°C、ボンド E については 100°C 程度を硬化させる際の加熱温度として採用する。なお、150°C 条件ではいずれの樹脂においても極めて速やかに固結が進行することが確認されたが、ペトロポキシでは白色の煙が少量発生した。また、ボンド E についても高温条件下で褐色への変色が認められる場合があることから、150°C での加熱は推奨できないと判断した。なお、本実験におけるホットプレートの設定温度と樹脂実体の実際の温度との間には一定の差が存在する可能性がある。また、周囲の湿度などの環境条件によっても硬化挙動は変化し得る。そのため、ここで示した硬化に要する時間は、あくまで参考値として扱うべきである。いずれの樹脂も水分を含むことで重合反応が阻害され、硬化不良となる性質を持つ。保管・使用時の除湿、および岩石試料の十分な乾燥が必要となる。

### 岩石薄片試料作製の基本工程

ここでは、空隙の少ない緻密な岩石試料を対象とする場合に用いる基本工程を紹介する (図 3, 5a)。片理や亀裂の補強が必要な場合は、多孔質試料を対象とした工程(B)で後述する手法により、試料切断前に樹脂包埋を実施する。

#### 試料の一次切断・一次研磨

(1) 岩石試料をダイヤモンドカッターで厚さ 0.5~2 cm の板状 (スラブ) に切断・整形する (図 4a)。その後、スラブを約 3 × 2 cm サイズ (チップ) に小型カッターで切り出す。

(2) チップの片面を研磨する。大きな凹凸は #120, #200,

#400, #800 の研磨剤を用いたグラインダーで除去する。その後 #1500 の研磨剤を用いてガラス板上で研磨し、平滑面を形成する。研磨後、チップを洗浄し十分に乾燥させる。乾燥に要する時間は試料の厚さや空隙率により異なるが、60°C のオープンでは数時間、110°C のホットプレート上では 30~60 分程度加熱することで十分に乾燥させることができる。

#### 試料のスライドガラスへの接着

この工程では、エポキシ樹脂を使用し、チップをスライドガラスに接着する (図 4b)。なお、断りがない限り、樹脂はペトロポキシを使用するものとして記述する。

(3) スライドガラスおよび研磨面を上にしたチップを 110°C のホットプレート上に配置する。チップの研磨面に樹脂を塗布後、スライドガラスを速やかに被せる。このとき、手前のチップ縁部、中央部、奥の縁部の順に押し付けることで気泡の混入を最小限に留めることができる。樹脂中に残存した気泡は、スライドガラスを試料に押し付けながら円を描くように擦り合わせ、除去する。

(4) ホットプレートの温度を 120°C にして静置し、試料が固定される程度に樹脂が硬化した後、ホットプレートから下ろす。接着面から流出した樹脂が残存すると、樹脂の冷却時の収縮に伴うスライドガラスの破損や研磨時の試料厚の不均一化を招く可能性がある。余剰な樹脂は完全に硬化する前に拭き取る、もしくはカッターナイフ等で削り取る。その後、樹脂を完全に硬化させるため、スライドガラス面を下にして 120°C のホットプレート上でさらに加熱する。樹脂の硬化を確認後、ホットプレートから下ろして自然冷却する。急冷はスライドガラスの破損を引き起こす恐れがあるため避ける。

#### 二次切断・研磨

(5) 二次カッターでチップを厚さ 0.5 mm 程度に切断する (図 4c)。

(6) 試料が厚い場合は、#120~400 の研磨剤、もしくはドラム式研磨機を用いて試料表面をさらに削り、厚さを約 0.1 mm にする。その後、#800 の研磨剤を用いてグラインダー上で厚さ 40~50 μm 程度にまで研磨する。厚さの目安は、偏光顕微鏡下で斜長石が薄橙色を示す程度である。なお、この際にスライドガラスの試料側の面の縁を研磨し、角を落とすことで、鏡面研磨工程においてスライドガラスの縁部による研磨板の摩耗を減らすことができる。#1500 の研磨剤を用いてガラス板上で研磨し、厚さを 30 μm に調整する。厚さの目安は、偏光顕微鏡下で斜長石が無色を示す程度である。最終的に鏡面研磨まで行う場合にはやや厚めに調整する。

#### 鏡面研磨

(7) 二次研磨で使用した研磨剤の混入を防止するため、超音波洗浄を入念に行う。以下、研磨剤・DP の粒径を変更す

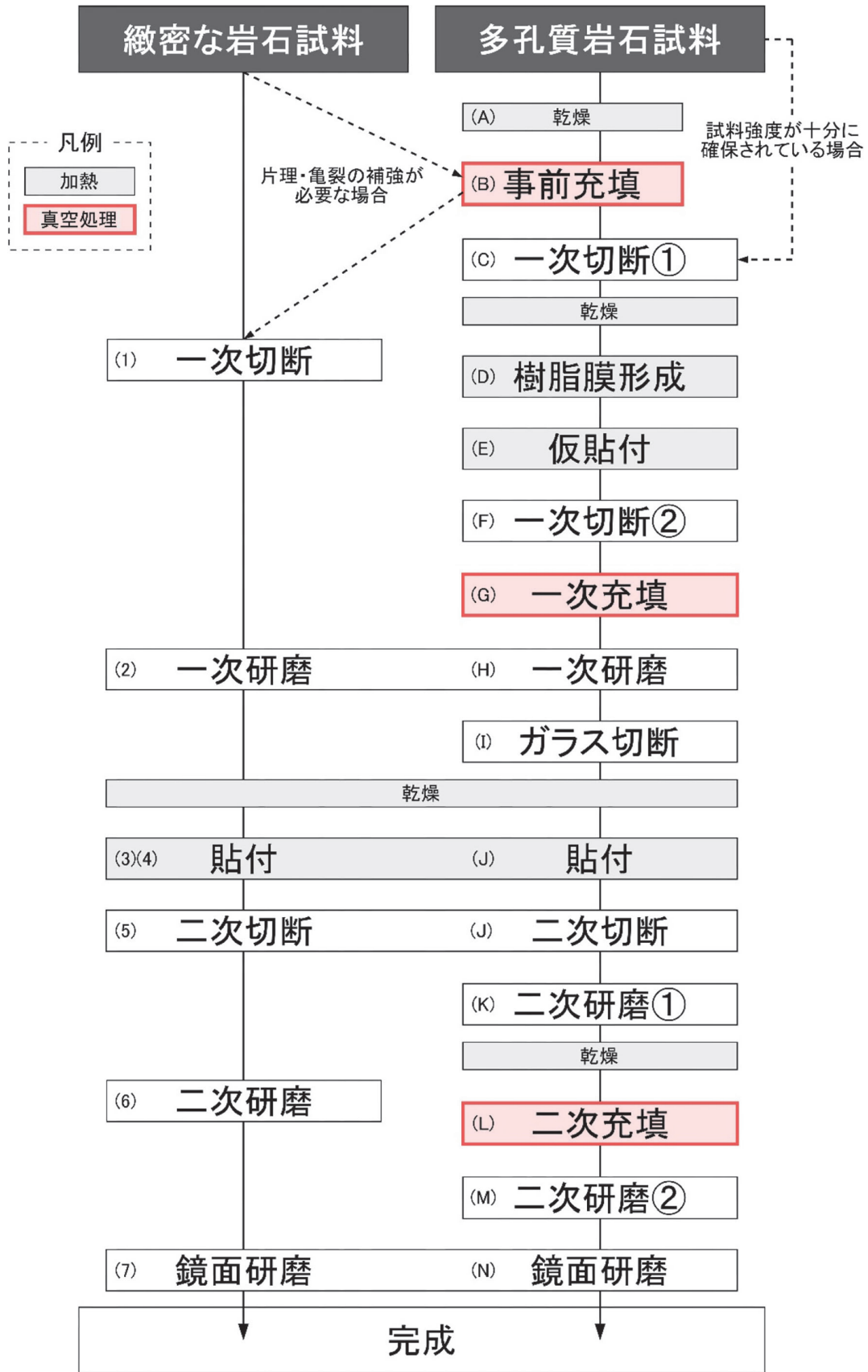


図 3. 岩石薄片試料の作製工程。真空処理による樹脂充填を行う工程を赤シンボルで示す。試料乾燥や樹脂硬化のための加熱中は待機時間が発生する。多数の試料を薄片に加工する場合は、5-10 個ごとの試料群を複数作り、いずれかの試料群の待機時間中に他の試料群の切断・研磨工程を行うことで、効率よく作業を進めることができる。

際にも必ず超音波洗浄を実施する。#3000 および #6000 の研磨剤を用いて、ガラス板上でそれぞれ5~10分程度研磨する。その後、卓上型自動研磨機に取り付け、3 $\mu$ mのDPを用いて研磨する。回転数は100rpmに設定し、荷重は5Nとする。研磨の進行状況は偏光顕微鏡下の反射光観察で確認し、石基ガラスや斑晶鉱物の表面に認められる微細な研磨傷が除去されるまで研磨を継続する。続いて、1 $\mu$ mのDPを用いて約30分間研磨を行い、試料表面を鏡面状態に仕上げる。

### 多孔質試料を対象とした岩石薄片試料作製

#### 多孔質試料の加工・解析にて発生する諸問題

軽石・スコリア等の多孔質試料、豆石等の凝集物などを岩石薄片に加工する際、空隙の存在に起因する問題が多数

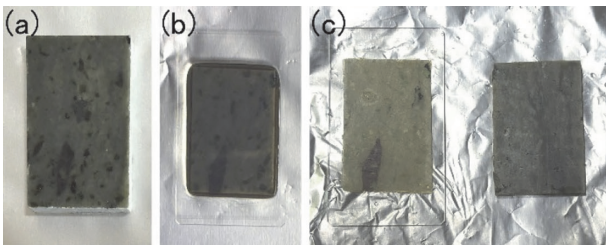


図4. 緻密な試料を対象とした加工例。幌満かんらん岩体のレゾライトを使用。(a) 試料をスラブに切り出す。(b) スライドガラスに収まる大きさに整形したチップを研磨し、スライドガラスに接着する。(c) 二次切断によって、余分な試料を切断・分離する。右側の試料は切断時に生じた余剰試料であり、作製した薄片試料とともに保管する。

発生する。まず、一次切断工程で試料が破損する可能性が高く、適切な大きさのチップに整形することが困難である。また、切断面は多様なサイズおよび形状の気泡がランダムに分布した3次元構造を横断するため、平滑な面を形成することができない。その結果、接着工程では、スライドガラスと試料が直接接触する領域が著しく限られる。塗布した樹脂は空隙へ容易に吸収されるため、スライドガラス・試料間に十分な量の樹脂が残らず、接着不良が生じやすい。また、混入した気泡の除去も困難である。さらに、二次研磨工程において岩石試料の一部がスライドガラスから剥離し、微小な欠損領域が多数形成される場合がある。空隙内に入り込んだ研磨剤は、超音波洗浄を行っても完全に除去することが困難である。このような研磨剤の残留は、各研磨工程で粒径の異なる研磨剤の混入を招き、精密な研磨を妨げるうえ、観察・解析時の障害にもなりうる。緻密な試料と比較して熱伝導率が低いことから、洗浄後に行う試料の乾燥にも時間を要する。

微細構造観察・解析を行う場合では、走査電子顕微鏡の反射電子像を用い、試料の石基ガラス(白色)と気泡を埋める樹脂(黒色)の輝度の違いを利用して各領域を区別する。気泡が十分に樹脂で充填されていない場合、気泡底部の石基ガラスが露出して白色に写り、画像解析時に石基領域として誤認識される場合がある。既存の画像処理アルゴリズムではこのような誤認識領域を判別・補正することは困難であり、観察者による目視確認および手動修正が必要となる。信頼性の高い定量解析をより迅速に行うため、試

#### (a) 緻密な岩石試料



#### (b) 多孔質岩石試料

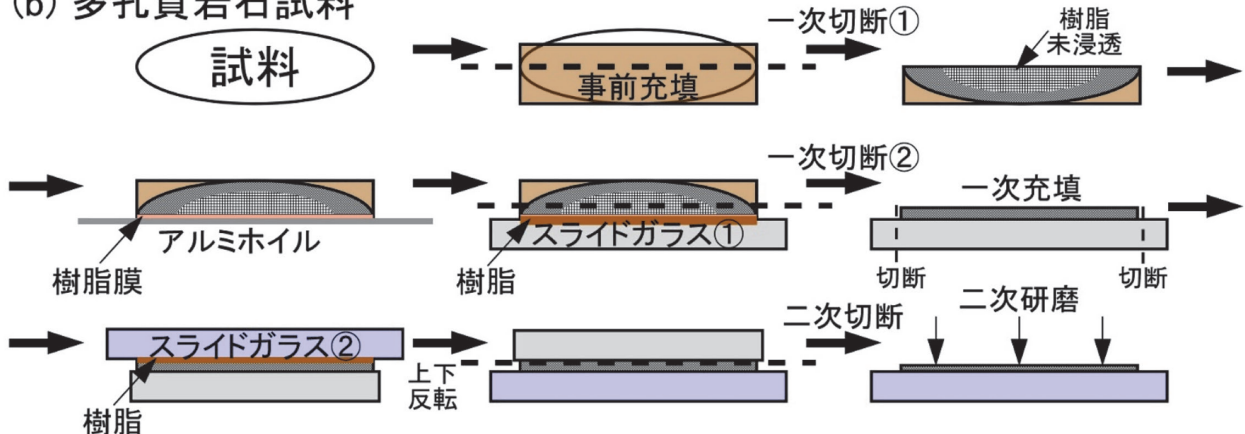


図5. 試料接着・研磨工程.

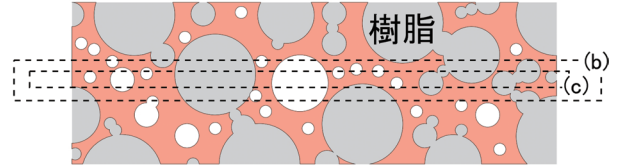
料中の空隙を精密に樹脂で充填することが不可欠である。

**試料作製工程の改良**

高発泡度で気泡壁が薄い軽石試料、変質が進んでいる試料、亀裂が入っている試料など構造的に脆弱な岩石試料を扱う際は、切断前に試料を樹脂で包埋し、強度を確保した上で切断する必要がある。直径1cm未満の比較的細粒な試料を扱う場合にも、樹脂中に包埋する(図6, 7a)ことで強度を補強するとともに、取り扱いに適したサイズ・形状を確保することができる。包埋時に真空下に置き、試料中の空隙内の空気と樹脂を置換することで、空隙や亀裂を埋めることができる(加藤・野村, 1988; 大和田ほか, 2013)。しかし、この手法では外部と連結していない気泡には樹脂が充填されない。また、試料中の空隙が互いに接続している場合であっても、経路が小さい、あるいは経路が複雑に屈曲しているなど、浸透率が低い場合には樹脂が十分に浸透しない。実際に、微細な気泡組織を有する軽石試料では、樹脂包埋後に切断した際、試料外縁部のみに樹脂が浸透し、内部には到達していない例が観察された(図6d)。よって、従来行われてきた樹脂包埋工程に加え、試料の切断・研磨工程でさらなる樹脂充填工程を取り入れる。まず、接着や研磨工程で生じる問題を防止することを目的とし、厚さ2mm程度まで研磨したチップに対する樹脂充填工程を追加する(図7b)。100 $\mu\text{m}$ 以上の径の気泡はこの過程で比較的容易に充填が可能である。軽石試料の場合、数10

$\mu\text{m}$ 程度の微小径の気泡が多数含まれている場合があり、これらの気泡は最終的に厚さ30 $\mu\text{m}$ にまで研磨することで、初めて試料面に露出することが多い。これらの気泡を十分に充填するため、二次研磨工程において試料を厚さ40~50 $\mu\text{m}$ 程度まで薄くした段階で、試料表面に対する樹

**(a) 事前充填**



**(b) 一次充填**



**(c) 二次充填**

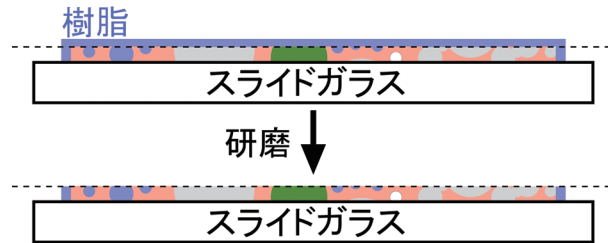
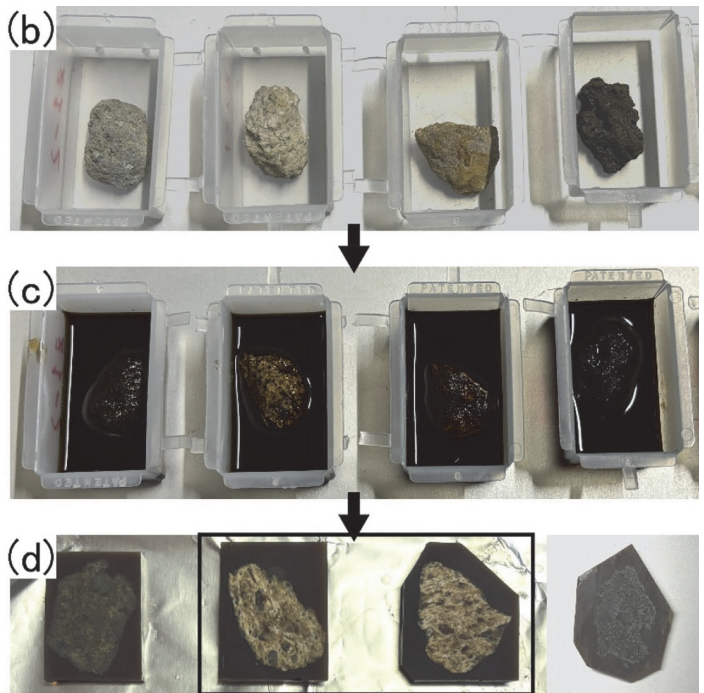
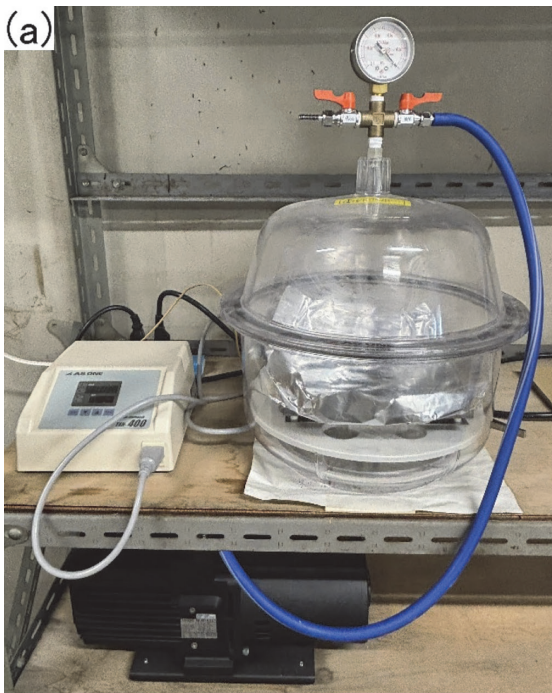


図7. 3回の樹脂充填工程.



樹脂の浸透が不十分

図6. 真空処理による空隙の樹脂充填。(a) 真空装置, 接続したダイヤフラム型真空ポンプによってチャンバー内を真空にする。付属するホットプレートによって、処理中に試料を最大80 $^{\circ}\text{C}$ の設定で加熱できる。(b) 試料をモールドに入れる。(c) 樹脂を注ぎ込み、真空処理を行う。(d) 樹脂の固結後、試料を切断する。中央の2試料には、樹脂が中央部にまで十分に浸透していない。

脂充填工程をさらに追加する(図7c)。本報告では、試料の一次切断前に行う樹脂包埋を「事前充填」、一次切断後のチップに対して行う樹脂充填を「一次充填」、二次研磨工程に行う樹脂充填を「二次充填」と定義する。空隙の充填には、高温条件下で低粘性となり、空隙内へ浸透しやすい性質を有するペトロポキシを用いた。

段階的な樹脂充填を含めた作製工程をより安定して行うため、両面研磨試料の作製時に用いる手法である「反転研磨」と呼ばれる工程を応用する。反転研磨とは、スライドガラスに接着した試料の反対面を研磨した後、別のスライドガラスに接着し、先に接着したスライドガラスを除去しつつ研磨することで、試料の両面を研磨する手法である。一次充填においては、薄い試料ほど空隙への樹脂充填が容易となる一方、試料単体の状態で数mmの厚さまで加工すると、研磨工程中に試料を破損する可能性が高い。また、薄い平板状の試料単体に樹脂を塗布した場合、上面から下面へと貫通する空隙を介して樹脂が流出する場合がある。これら二つの問題に対して、一次切断後のチップをスライドガラスに仮接着することにより、研磨時の試料強度を補強するとともに、樹脂の流出を抑制することが可能となる。仮接着に用いる試料面は、樹脂が十分に浸透していない場合が多いため、スライドガラスと接着可能な面を作製する工程を新たに導入した。ペトロポキシより粘性が高いボンドEを試料面に塗布し、高温条件下で速やかに硬化させることで、平滑な樹脂膜を形成させた。

なお、反転研磨手法は、接着時に大量の気泡が混入した場合やスライドガラスが破損した場合の修正手段としても有用である。

#### 多孔質試料を加工する際の工程

ここでは、多孔質岩石試料を対象とするために改良した岩石薄片試料作製手法について、その詳細な手順を記述する(図3.5b)。

#### 試料の選定・洗浄

軽石粒子などの礫サイズの試料を薄片に加工する際はあらかじめ篩掛けを行い、粒径ごとに分離する。篩のメッシュサイズは $\phi = -2.5 \sim -4.0$ まで0.5刻みとする。 $\phi$ スケールは堆積物の粒度を表す際に広く使用されている指標であり、粒径 $d$ (mm)から $\phi = -\log_2 d$ で表される。 $\phi = -3.5 \sim -4.0$ 程度の粒子はスライドガラスに収まりがよく、薄片作製に最適なサイズである。より大きな粒子を用いる場合には、スライドガラスに収めるための整形処理が必要となる。一方、 $\phi = -2.5 \sim -3.0$ 程度の粒子であれば、1枚のスライドガラス上に複数を配置することも可能であるが、1試料あたりに確保できる分析面積は小さくなる。

切断前には試料の外観を撮影することを推奨する。また、見かけ密度(発泡度)測定など非破壊測定を行う場合は、薄片作製に先立って実施する必要がある。

空隙の配列や引き延ばし方向を目視観察で確認できる場合は、適切な切断方向を検討する。ただし、顕著な引き延ばし構造を有する試料では、気泡数密度やサイズ分布の測定に十分な意義を見出しにくい場合がある。そのため、分析の目的に応じて適切な試料を選定する。

多くの場合、礫サイズの軽石粒子の表面には微細な火山灰粒子が付着している。この状態で樹脂充填を行うと、空隙内にこれらの微粒子が固定され、気泡組織の観察・解析を妨げる可能性がある。したがって、試料作製に先立ち、超音波洗浄によって細粒物を除去する。変質の進んだ試料や凝集物は破損するおそれがあるため、適切に判断する。

#### 事前充填

(A) 洗浄した試料を乾燥させる。切断前の試料については、ホットプレートの面による加熱乾燥よりも、オープンを用いた空間的な加熱乾燥が適している。乾燥条件の目安としては、60℃以上に設定したオープン内で約1日間静置する。乾燥が不十分な場合、樹脂の硬化が不完全となる可能性がある。

(B) 試料を角型モールドに入れ、ペトロポキシを流し込む(図6b, c)。この際、切断予定面と試料上面との中間程度まで試料が樹脂に浸漬されるよう調整する。樹脂充填処理はホットプレート付き真空装置を用いて実施する。装置内のホットプレートの温度を80℃に設定し、樹脂の粘性が低下したことを確認した上で減圧を始める。樹脂は-0.095 MPaより低い真空圧に達すると沸騰を起こすため、-0.090 MPa程度を目安に真空圧を安定させる。試料内部の空隙から空気が抜ける過程で、樹脂内には多量の気泡が発生する。気泡の生成が収束するまで3~5分程度、真空圧を一定に維持する。その後、大気を緩やかに導入することで、試料内部へ樹脂が吸引される。この際、急激な真空解除は、装置内への空気の急流により試料が飛散する恐れがあるほか、真空計の故障を引き起こす可能性もあるため避ける。上記の減圧、真空保持、大気導入の工程を1回の操作とし、これを3回程度繰り返した後、真空装置から試料を取り出す。樹脂の熱収縮による試料の変形を防ぐため、60℃のオープンに2~3日程度定置し、樹脂を低温で熱硬化させる。

#### 一次切断・仮接着

低発泡度の試料、あるいは高発泡度であっても構造的に十分な強度が認められる試料の場合、一次切断から作業を開始することも可能である。

(C) 精密カッターを用いて試料を切断する。特に気泡径の小さい試料では、事前充填を経ても樹脂が試料内部まで十分に浸透していない可能性がある。高回転数での切断は試料を破損する原因となるため、切断時の回転数は100 rpmに設定する。続いて、精密カッターを用いて試料を整形し、チップを作る(100-150 rpm程度)。試料を超音波洗浄後、ホットプレート上で十分に乾燥させる。

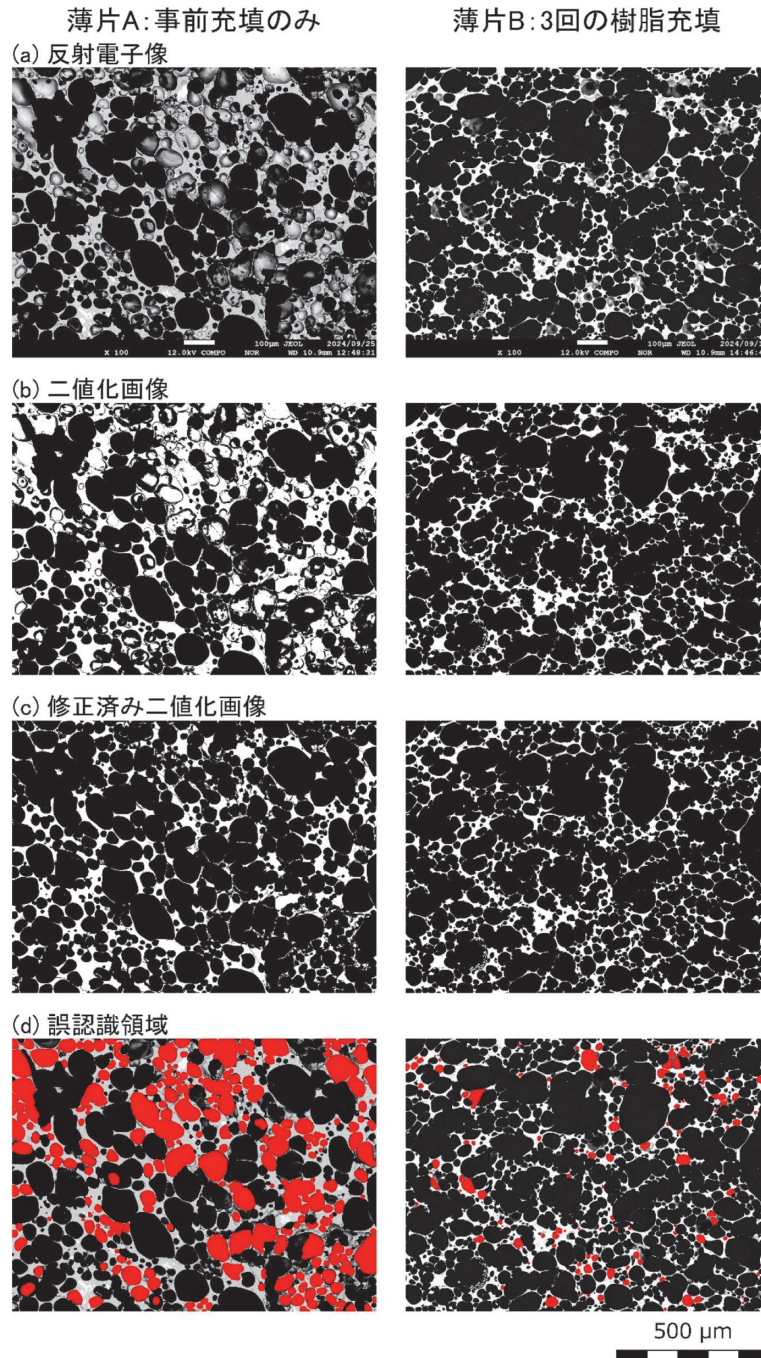


図 8. 樹脂充填工程の有無が画像解析に与える影響. 左は事前充填のみを実施して作製した薄片 A, 右は 3 回の樹脂充填工程全てを実施して作製した薄片 B. (a) FE-EPMA で撮影した反射電子像. (b) 二値化画像, 黒色領域が気泡, 白色領域が石基ガラスを示す. 樹脂で充填されていない気泡には底部が写りこみ, 石基ガラスとして誤認識されている. (c) 手動修正済みの二値化画像, 誤認識された気泡を黒く塗りつぶし, 気泡領域に修正した. (d) 誤認識領域.

(D) 切断面に樹脂を薄く塗布し, ホットプレート上に敷いたアルミホイルに押し付けて加熱することで, 薄い樹脂膜を形成させる. ペトロポキシを使用することも可能であるが, より粘性の高いボンド E セットの使用が適する. 速やかに硬化させるため, 120℃で加熱する.

(E) 試料をスライドガラスに仮接着する. ホットプレート

上にスライドガラスを配置し, 表面に樹脂を薄く広げて塗布した後, 樹脂膜を形成させた面を下向きにして試料を設置する. 120℃で加熱し, 樹脂を硬化させる.

#### 一次充填・一次研磨

(F) 精密カッターで試料を厚さ 2mm に切断する. 試料を超音波洗浄後, ホットプレート上で十分に乾燥させる.

(G) 切断面を上に向けて真空装置内の80℃のホットプレート上に配置し、試料表面にペトロボキシを塗布する。塗布量は、試料縁から樹脂が流出しない程度に調整する。その後、真空処理の操作を3回程度繰り返し、試料内部の空隙に樹脂を充填させる(図7b)。操作の過程で樹脂が不足する場合には、樹脂を追加で塗布する。その後、真空装置から取り出して120℃のホットプレート上に移動させ、樹脂を硬化させる。

(H) 切断面の研磨は、初めに#600, 800の研磨剤を用いて行い、試料表面を覆う余剰の樹脂を除去する。その後、#1500の研磨剤を使用してガラス板上で研磨を行い、切断面が平滑となるよう調整する。

(I) 試料の形状に合わせて、小型カッターで余分なスライドガラスを切断する。スライドガラスと共に試料が破断する可能性があるため、3mm幅以上の余白を残す。

(J) 以降は工程(3)~(5)に従い、試料の接着および二次切断工程を行う。仮接着したスライドガラスは二次切断時に除去する。

(K) 厚さ40 $\mu$ m程度まで試料を研磨する。試料を超音波洗浄後、ホットプレート上で十分に乾燥させる。

#### 二次研磨・二次充填

(L) 試料を真空装置内のホットプレート上に配置し、80℃に加熱する。爪楊枝の先端でペトロボキシを1滴取り、試料表面に薄く均一に広げる。樹脂を厚く塗布すると、硬化時の収縮により試料が破損する恐れがあるため、塗布量には十分注意する。真空引き操作を3回繰り返し、試料表面の空隙に樹脂を充填させる(図7c)。その後、真空装置から取り出して120℃のホットプレート上に移動させ、樹脂を硬化させる。

(M) #800の研磨剤を用い、元の試料表面が露出し始める程度にまで研磨する。試料表面の状態は光学顕微鏡の反射光観察によって確認することが可能であり、試料面が露出している場合は石基ガラスと樹脂の境界を識別できる。#1500の研磨剤に変更し、試料面を覆う樹脂を完全に除去する。樹脂塗布前の試料面が過剰に研磨されないように注意して調整を行う。

(N) 以降は工程(7)に従い、試料を鏡面研磨し、完成させる。

### 天然試料を対象とした組織解析精度の検証

一次充填および二次充填工程の追加が組織解析の結果に与える影響を検証した。対象としたのは、2021年8月に福徳岡ノ場海底火山で発生した噴火の噴出物のうち、西方へ漂流し、同年10月に北大東島へ漂着した軽石である。この軽石は気泡連結率(=粒子外部と連結した気泡体積/全気泡体積)が0.5未満の低い値を示すため(水野ほか, 2025)、切断・研磨前に事前充填を行っても樹脂が十分に浸透しない。発泡度や気泡の存在形態が類似の軽石粒子を用いて、事前充填のみを実施した薄片A、および3回の真空処理(事前充填・一次充填・二次充填)の全てを実施した薄片Bをそれぞれ作製し、FE-EPMA(JEOL I63 JXA-8530FPlus Field Emission Electron Probe Microanalyzer, 東京大学地震研究所所有)による観察で反射電子像を取得した。反射電子像(図8a)において、輝度の高い(白色)領域は軽石を構成する石基領域、輝度の低い(黒色)領域は樹脂で埋められた気泡領域として識別できる。微細構造を定量化するための画像解析を行う際、気泡の体積分率やサイズ分布を求めるため、輝度差を利用して画像の二値化処理を行い、気泡領域と石基領域を区分する(図8b)。このとき、十分に樹脂で埋められていない気泡は底部の石基ガラスが白色で写るため、石基領域として誤認識される。気泡領域の過小評価を防止するため、誤認識している領域を目視で確認し、手動で黒く塗りつぶすことにより、気泡領域への修正を行った(図8c)。塗りつぶした領域を赤く表示(図8d)して2つの薄片試料を比較すると、薄片Aではより広い領域で誤認識が生じていることが読み取れる。

誤認識領域を定量的に評価するため、画像解析ソフトウェアImageJ(Rasband, W.S., U.S. National Institutes of Health, Bethesda, MD; Abramoff et al., 2004; Schneider et al., 2012)を用い、発泡度および気泡サイズ分布を求めた(表3)。発泡度は解析面積に対する気泡面積の割合とする。一般に、気泡サイズ分布(Bubble Size Distribution)は単位体積のメルト中に含まれる指定サイズ以上の気泡の数密度について、気泡サイズに応じた変化を表すが、ここでは解析範囲内の各サイズ区間における気泡の個数としてヒストグラムで示す。気泡径は、形状を真円と仮定した場合の直径(実効気泡径)とし、各気泡の面積から算出した。解

表 3. 樹脂充填工程の空隙組織評価に対する影響

	解析領域	気泡領域 (mm <sup>2</sup> )		発泡度		誤認識率
	(mm <sup>2</sup> )	修正後	修正前	修正前 $\phi_r$	修正後 $\phi_c$	$1 - \phi_r/\phi_c$
薄片 A	1.08	0.85	0.28	0.53	0.79	0.33
薄片 B	1.08	0.87	0.031	0.78	0.81	0.04

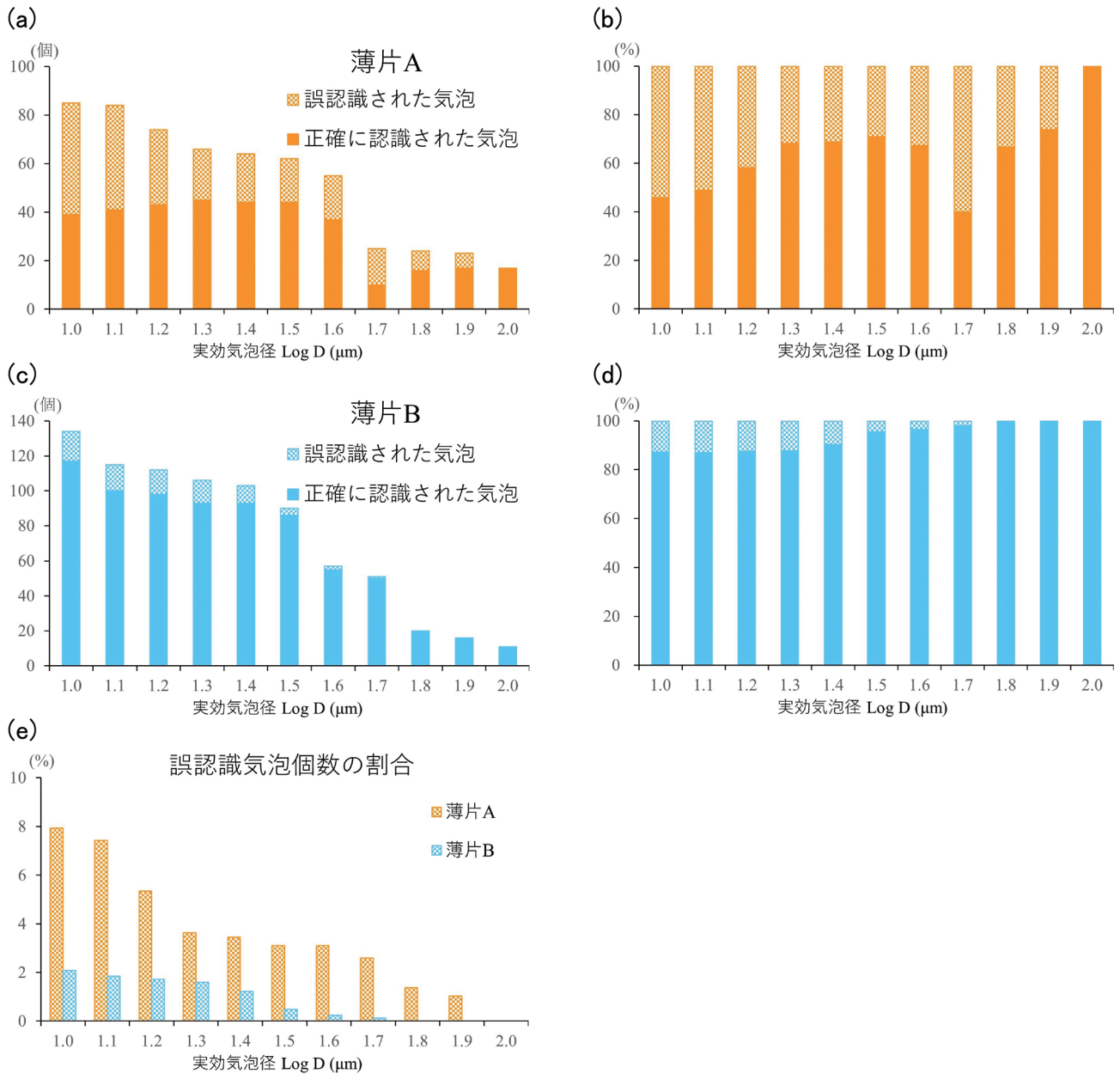


図 9. 誤認識領域の画像解析結果. (a) (c) 解析領域に含まれる気泡サイズの個数分布. 横軸は実効気泡径の常用対数, 縦軸は各サイズにおける個数を表す. (b) (d) 各サイズ区間の気泡個数に対する誤認識気泡の割合. (e) 誤認識気泡の個数による割合の比較.

析面積はいずれも  $1.08 (= 1.2 \times 0.9) \text{ mm}^2$  である. 誤認識領域を修正した二値化画像 (図 8c) では, 修正後発泡度 ( $\phi_c$ ) は薄片 A で 0.79, 薄片 B で 0.81 と類似した値を示した (表 3). 気泡サイズ分布も 2 つの薄片で類似した傾向を示す (図 9a, c). 誤認識領域は薄片 A では  $0.28 \text{ mm}^2$ , 薄片 B では  $0.031 \text{ mm}^2$  であり, 修正前発泡度 ( $\phi_r$ ) はそれぞれ 0.53, 0.78 であった. 薄片 A は修正を行わない場合に発泡度を大きく過小評価するが, 薄片 B では過小評価は軽微である. 誤認識率 (= 修正前気泡面積 / 修正後気泡面積) は, 薄片 A で 0.33, 薄片 B で 0.04 であった. 各気泡径における誤認識気泡数の割合 (図 9b, d) から, より小径の気泡ほど樹脂

が充填されにくい傾向が確認された. 実効気泡径  $10^{1.4} \mu\text{m}$  ( $\approx 25 \mu\text{m}$ ) 以下では, 薄片 A で 31~54%, 薄片 B では 10~13% が誤認識された. 誤認識気泡数の割合を比較すると, 薄片 B では誤認識気泡が大幅に減少し, その径もより微小なものに限られた (図 9e). これらの結果は, 接着・研磨工程における樹脂充填工程 (一次充填・二次充填) が微細気泡への樹脂の浸透を促進したことを示している. さらに, 画像解析時の気泡領域の認識精度を向上させ, 手動による修正作業を大幅に低減できたことを示している.

## ま と め

本報告では、多孔質試料の岩石薄片作製工程において、空隙への樹脂充填を目的とした真空処理工程を改良し、その有効性を検証した。従来の一次切断工程前に行う真空処理に加え、さらに2度の樹脂充填工程を追加したことで、微細組織の観察・解析により適した試料の作製を可能にした。独立気泡を多数含み、樹脂が浸透しにくい性質をもつ福徳岡ノ場海底火山2021年噴火噴出物の軽石粒子を対象とした検証では、追加の真空処理を施した試料において、画像解析時に石基ガラスとして誤認識された気泡の個数およびサイズが著しく減少し、多くの気泡が効果的に樹脂で充填されたことを確認できた。

本報告で解説した薄片作製工程は、東京大学地震研究所の設備を基に構築しているが、使用機材の多くは他機関でも一般的に利用されているため、本手法は広く適用可能であると考えられる。地質学・岩石学分野の学生・研究者が岩石薄片試料を作製する際の実践的なマニュアルとして活用され、研究の円滑な遂行に寄与することを期待する。

**謝 辞**：本報告で解説した岩石薄片試料の作製手法の基礎は、信州大学理学部の高橋康氏のご指導のもと習得した。多孔質岩石試料を扱う際の工程は、著者が修士課程および博士課程における研究を遂行する中での試行錯誤を通じて確立したものであり、その過程において外西奈津美氏および今野紗世氏には、多大なご支援と有益なご助言をいただいた。本報告に掲載した機材画像の一部は岡子田和典氏に撮影いただいた。また、画像解析による検証に用いた

福徳岡ノ場海底火山2021年噴火の軽石試料は国立科学博物館の谷健一郎氏にご提供いただいた。執筆直前に工程の整理・再検討を行った際には、岡子田和典氏、佐藤月彦氏にご提供いただいた試料を使用した。2名の匿名査読者からも大変有意義な指摘をいただいた。ここに記して、感謝の意を表する。

## 文 献

- Abramoff, M.D., Magalhaes, P.J., and Ram, S.J., 2004, Image Processing with ImageJ, *Biophotonics International*, volume 11, issue 7, p. 36-42, <https://dspace.library.uu.nl/handle/1874/204900>.
- Burnham Petrographics LLC, USER'S MANUAL Instructions for using Petropoxy 154, <https://www.burnhampetrographics.com/pdfs/InstrPetro.pdf> (参照：2025-12-10).
- 加藤祐三・野村隆土, 1988, 多孔質試料の薄片作製法, *岩鉱*, vol. 83, issue 10, p. 443-444, <https://doi.org/10.2465/ganko.83.443>.
- 松沢親悟, 2001, 資料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, *神奈川県温泉地学研究所報告*, vol. 32, p. 81-86.
- 水野 樹・前野 深・谷健一郎, 2025, 福徳岡ノ場2021年噴火噴出物の岩石組織に基づくマグマ上昇・噴出過程の検討, *日本火山学会講演予稿集*, B3-09.
- 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*, vol. 64, issue 7-8, p. 221-224, <https://doi.org/10.9795/bullgsj.64.221>.
- Schneider, C.A., Rasband, W.S., Eliceiri, K.W., 2012, NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis, *Nature Methods* 9, 671-675, <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
- 代永佑輔・吉川清盛・島田耕史, 2020, 東濃地科学センターにおける岩石薄片作製方法, *JAEA-Testing*, <https://doi.org/10.11484/jaea-testing-2020-002>.