

テフロンシートに埋めたジルコンの研磨条件の検討

山田隆二・星野秀洋

Reexamination of the grind and polish procedure for Fission-track method

Ryuji YAMADA and Hidehiro HOSHINO

1. はじめに

フィッション・トラック熟年代測定 (FT) 法を用いて、FT 年代や FT 長分布を得るためには、試料の鉱物分離から始まり、試料調整、中性子線照射、顕微鏡下での測定と、長時間の準備工程が必要であり、それとともに多くの薬品類、消耗品を使用する (例えば, Tagami et al., 1988 など)。この準備工程を短縮、簡素化することは、試料を採取してから結果を得るまでの時間を短縮させるだけでなく、使用する物品の量を減らし、経済性、安全性の面でも重要である。

一般に 4 π 面を確保するために、テフロンシートにジルコン粒子を埋め、シートごとに研磨を行っている。その際、ジルコン粒子は c 軸に対して平行に割れやすい性質があるので、ジルコン粒子をテフロンシートに埋める際に c 軸を揃えて並べるなど、研磨紙または研磨剤の粒径の違いによって研磨工程を分けている。そのため作業手順が難しく、複雑で、時間がかかっている。

そこで本報告では、研磨条件の最適化と行うことで、研磨工程の作業量を減らすことと時間の短縮を検討する。

2. 実験

研磨機は、ビューラー社のメタザープ 2000 研磨機シリーズの 8 インチ単式卓上型 (図 1) を使用し、テフロンシートの試料ホルダーとしてフリーラップ装置 (自動研磨装置: 図 1) を使用した。この研磨機と自動研磨装置の組み合わせの特徴としては、研磨ディスクが回転するだけでなく、試料ホルダーも

同時に回転することである。テフロンシートは、縦横 1.5cm 厚さ 0.5cm のアクリル板に両面テープで張り付けられる。このアクリル板を直径 9.5cm 厚さ 0.5cm のアクリル円盤に 4 個接着し固定した。アクリル円盤とフリーラップ装置の試料ホルダーは、両面粘着シート (コクヨ、くっつきシート) で張付けた (図 1)。これにより 4 個のテフロンシートを同時に研磨でき、4 個のテフロンシート間の削れ速度の差をなくし、かつ試料ホルダーから両面粘着シートとアクリル版のホルダーを外してそのまま超音波洗浄ができるようになった。このアクリル円盤の面積では多くのシートを貼ることもできるが、今回は 4 枚にとどめた。

研磨剤は同じくビューラー社製で、扱いの容易な懸濁液タイプのダイヤモンド研磨剤を使用した。このダイヤモンド研磨剤にはダイヤモンドの結晶が単結晶のものと多結晶のものの 2 種類があり、研磨実験において、粒径 9, 6, 3 μ m の研磨剤は研磨速度が速い多結晶の粒子、粒径 1 μ m は研磨速度が遅い単結晶の粒子をそれぞれ使用した。研磨剤の懸濁液は水性のものと油性のものがあり、金属研磨用の油性ではなく、一般的な水性のものを使用した。

研磨用バフはダイヤモンド研磨剤を使用するため、ケバが少なく、十分な強度を持つように、しっかり織られていることが重要なので、メタルメッシュのバフと、繊維質のバフであるポリエステルで粗く編まれたバフ (以下、粗編みバフ)、シルクで編まれたバフ (以下、中編みバフ)、化学繊維で綿状に編まれたバフ (以下、極細綿編みバフ) の 4 種類を使用した (図 2)。研磨用バフは金属板に貼付けられ、金属

板と研磨ディスクとは磁力で付いている。バフの交換時には、ディスクは交換せず、金属板のみはがし、水流でディスクを洗浄した後、新たな金属板を貼る。

研磨実験用のジルコン粒子は、セラミック原料として市販されているジルコンサンドを使用した。ジルコンサンドは、分離済みの天然ジルコン粒子で、自形に近く、安価で手に入り、研磨の際に不都合な点はなかった。

試料への荷重は、ホルダーが約 340g、その上のおもりが 1kg、合計約 1.3kg とした。1.5kg のおもりでは試料ホルダー自身の回転が止まってしまう場合がある。研磨ディスクの回転数は 200 回/min にした。また最初に研磨ディスクに撒く研磨剤（ダイヤモンド結晶と懸濁液）の量は約 5g とし、潤滑剤の水は 3 分間に霧吹きで 1 吹き（約 0.7g）とした。

研磨したときの削れ具合を定量的に表すため、研磨速度を顕微鏡下でジルコン粒子の表面に見られる深さ約 1 μ m 程度の空孔を探して、その空孔が研磨で無くなるまでの時間の違いで表した。

3. 結果と考察

●メタルメッシュのバフ

メタルメッシュのバフだけでジルコン粒子の研磨をした結果、どのジルコン粒子の表面にも約 3～10 μ m 程度の深い研磨痕がつき、中には割れてしまうものもあった。この結果から、メタルは硬すぎて、ジルコン粒子の研磨に不適切であることがわかった。

●繊維質のバフ

粒径 9 μ m のダイヤモンド研磨剤と中編みバフの組み合わせで研磨実験をおこなったところ、ジルコン粒子は割れず、1 分以内に 1 μ m 程度の空孔が割れたのに対し、同じ研磨剤と粗編みバフの組み合わせでは、ジルコン粒子に研磨痕がつくのに 30 分以上もかかった。このことから研磨剤の粒径とバフの組み合わせによって、よく削れる場合と削れない場合があることがわかった。

そこで 4 種類の研磨剤と 3 種類の繊維質のバフのすべての組み合わせについて研磨速度を調べた結果、

表 1 のようになった。粗編みバフでは、どの粒径に対しても時間がかかりすぎる。中編みバフは、9 μ m、6 μ m との組み合わせでは研磨に問題はないが、3 μ m、1 μ m では時間がかかりすぎる。極細綿編みバフは全ての粒径との組み合わせで問題なく研磨できた。研磨速度に関しては、研磨ができた組み合わせについて、9 μ m、6 μ m とともにバフの編み方が粗い方が速い傾向がある。研磨痕の最大深度は、各粒径で異なり、粒径が大きいほど深くなる。9 μ m で約 2 μ m、6 μ m で約 1 μ m、3 μ m で約 0.5 μ m であった。最大深度は、バフとの組み合わせによって変わらなかった。

●研磨工程の検討

これらの研磨実験の結果から、先に述べた研磨条件で新たな研磨手順を検討する。研磨は以下の条件で行う。

- ・ 4 π 面を確保するため 6 μ m 以上削る。
- ・ 研磨剤は粗→細の順で用い、後段では前段の傷を消す。
- ・ 各段の間では超音波洗浄により研磨剤を除く。
- ・ 年代用試料では、3 μ m までの研磨の後、フリーラップ装置を外して結晶面に c 軸垂直の研磨痕を残す。
- ・ トラック長用試料では、3 μ m までの研磨で終わる。

年代測定用試料では、結晶面に対して平行に研磨されていることを確認するため、c 軸垂直の研磨痕を意図的に残して、結晶表面のエッチング状況を確認することを想定している。この場合、マウント作成時に結晶の c 軸を揃えて並べる必要がある。

トラック長測定用試料では、結晶表面の状況確認を厳密に行うことよりも、より多くの試料を処理することが優先されるので、マウント作成及び研磨時に結晶 c 軸を意識する必要はない。また、3 μ m の研磨痕（幅は最大 0.5 μ m）がエッチング後の FT の観察に支障をきたすことはなかったため、3 μ m までの研磨で完了する。もしこの研磨痕が観察の支障になる場合は、1 μ m での研磨を追加すればよい。

これらの条件の下、以下のような研磨手順が考えられる。

- (A) 9 μm →洗浄→6 μm →洗浄→3 μm →洗浄
- (B) 9 μm →洗浄→3 μm →洗浄
- (C) 6 μm →洗浄→3 μm →洗浄
- (D) 3 μm →洗浄

年代測定用試料ではさらに c 軸垂直の研磨痕を付ける工程が加わる。各手順の所要時間を表 2 に示す。超音波洗浄は、複数回行うのであれば、各 3 分間程度でも良いと思われる。バフの交換、ディスクの洗浄の所要時間は 1-3 分程度なので、試料を超音波洗浄している間に行える。

今回の研磨装置等を使用した場合、(B) の手順の所要時間が最も短いですが、手順による差はそれほど大きくはない。これは、研磨剤とバフの組み合わせが良く、研磨工程自体の効率が良くなっているため、洗浄工程が全体の所要時間を左右するからである。従って、研磨剤とバフの組み合わせによって、十分な研磨速度が得られるのであれば、初めから最終工程の粒径を用いるのがよい。十分な研磨速度が得られない場合には、研磨が速い粒径と 2 工程として、できる限り研磨剤は交換しない方がよいであろう。

4. まとめ

自動研磨装置を備えた研磨装置を使用して、粒子

を損傷することなく、少ない作業で短時間の研磨を行う手順を検討した。

研磨剤とバフとの組み合わせでは、研磨剤の粒径に対してバフの編みが粗い程研磨効率は高いが、編みが粗すぎると研磨効率は極端に落ちる、という傾向が見られた。従って、各粒径に対して最適な編み目のバフを選択することが重要である。

適した研磨剤とバフの組み合わせでは、研磨効率が高くなるため、研磨工程全体の所要時間を左右するのは研磨剤の交換時の洗浄工程である。従って、十分な研磨速度が得られるのであれば、できる限り研磨剤の交換回数を減らすような手順を行うと良い。

参考文献

Tagami, T., Lal, N., Sorkhabi, R.B., Ito, H. and Nishimura, S. (1988) Fission track dating using external detector method: A laboratory procedure, *Mem. Fac. Sci., Kyoto Univ.*, 53, 14-50.

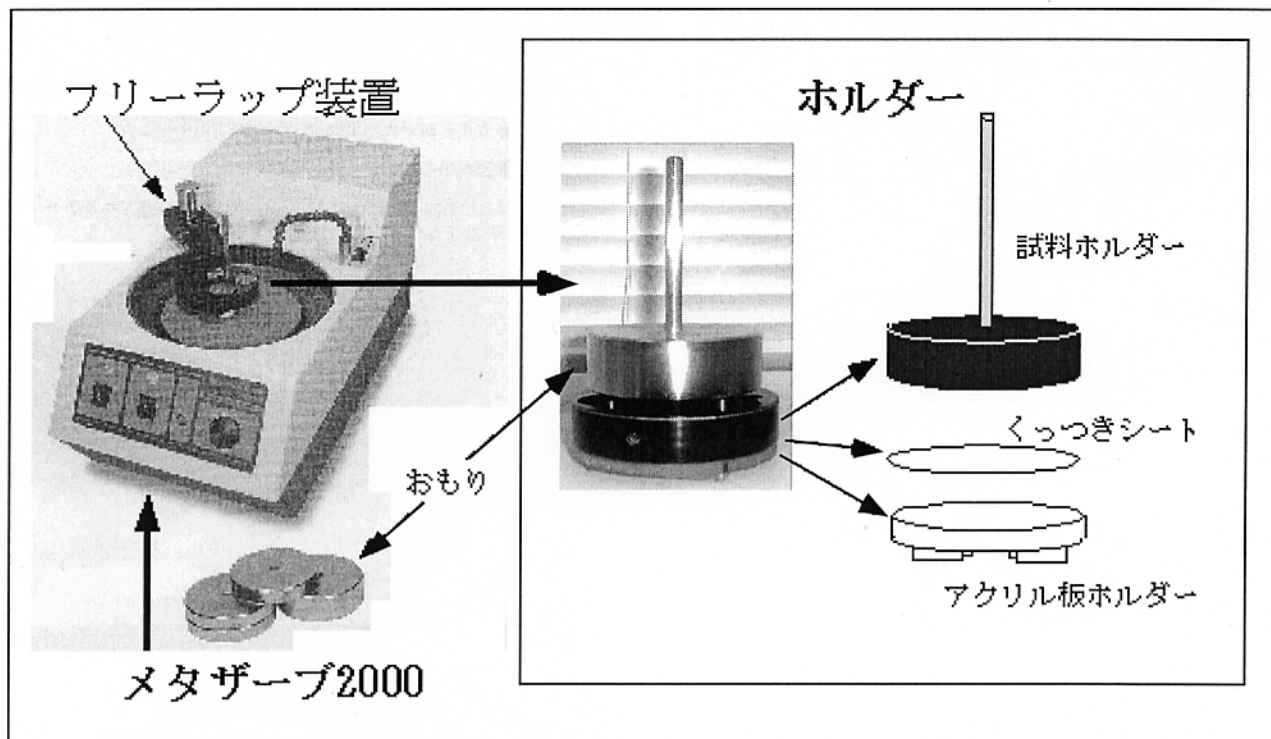


図 1. 左図はメタゾーブ 2000 研磨機とフリーラップ装置の写真. 右図はホルダー写真で, 洗浄の際にはくっつきシートから取り外し洗浄する.

表 1. 研磨剤と繊維質のバフの組み合わせによる研磨結果.

	粒径 9 μm	6 μm	3 μm	1 μm
粗編みバフ	×	×	×	×
中編みバフ	1分以内	3分	×	×
極細綿編みバフ	3分	3~4分	3~5分	8~10分
研磨痕の最大深度	約 2 μm	約 1 μm	約 0.5 μm	n. d.

表内の時間は 1 μm 程度の深さの空孔が削れるまでの時間. ×はジルコンに研磨痕を付けるのに長時間かかった組み合わせ. 各粒径に対する研磨痕の最大深度は, バフの種類による差は小さい.

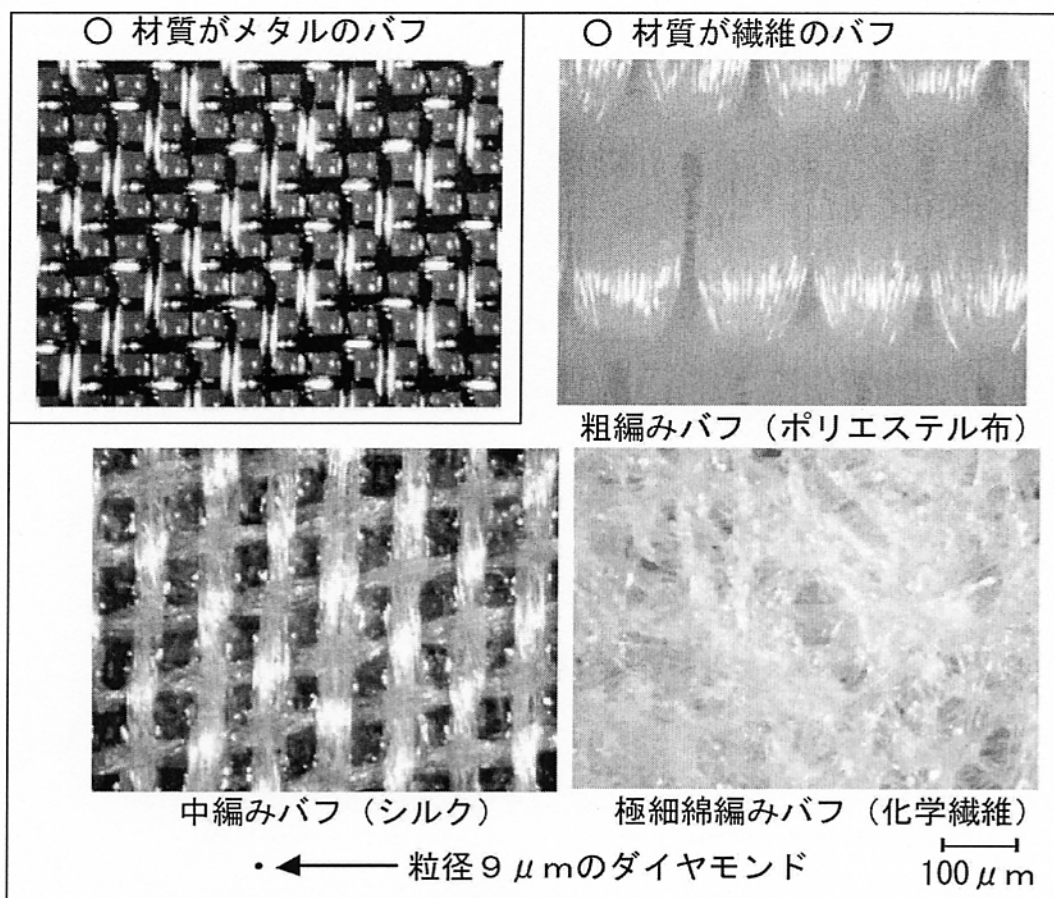


図 2. メタルメッシュのバフと 3 種類の繊維質のバフ

表 2. 研磨の手順と所要時間

	パターン (A)	パターン (B)	パターン (C)	パターン (D)
9μm 研磨	6μm × (t9) =6 分	6μm × (t9) =6 分		
超音波洗浄	6 分 [10 分]	6 分 [10 分]		
6μm 研磨	(d9) × (t6) =6 分		6μm × (t6) =18 分	
超音波洗浄	6 分 [10 分]		6 分 [10 分]	
3μm 研磨	(d6) × (t3) =5 分	(d9) × (t3) =10 分	(d6) × (t3) =5 分	6μm × (t3) =30 分
超音波洗浄	6 分 [10 分]	6 分 [10 分]	6 分 [10 分]	6 分 [10 分]
合計研磨時間	35 分 [47 分]	28 分 [36 分]	35 分 [43 分]	36 分 [40 分]

3μm 研磨完了までの所要時間を算出した。年代測定用にはさらに c 軸垂直の研磨痕を得るための工程が加わる。計算式左辺の (d9), (d6) は 9, 6μm の研磨剤で削ったときの研磨痕の深さで, (d9)=2μm, (d6)=1μm. (t9), (t6), (t3) はそれぞれの研磨剤で 1μm を削る時間で, (t9)=1 分, (t6)=3 分, (t3)=5 分。超音波洗浄は 3 分間 2 回行うとした。[]内は超音波洗浄を 5 分間 2 回行った場合。