

巨大サイズの土壤薄片の作製法について

平山良治*

HIRAYAMA, Ryoji*: A Method of Preparing Large Thin Section of Soils

はじめに

国立科学博物館筑波実験植物園は、日本中部の植生を12の区画に再現しようとしている。これを土壤学的に見ると、土壤を生成する諸環境要因、気候、生物、母材、地形それに時間の因子のうち、生物特に植物を一種のパラメーターとして変えた土壤生成解析のための実験場であるといえる。しかし、植物によって土壤が変化するには、長年月がかかる。著者ら(1978)は、国立科学博物館附属自然教育園の詳細な土壤図作製時に、樹種・樹令ごとに林床下の土壤の表層構造に違いがあることを見いだした。表層の土壤構造を追求することが植物の土壤に対する役割を知るのに最良の方法であろう。それも、顕微鏡的視野で調べる必要がある。

土壤の薄片による顕微鏡的視野での研究は、Ross(1924)の研究が最初で、その後多くの研究がある。日本においては、戦後すぐの黒鳥らの研究(1958)、河井(1961)、松井(1966)の研究などがある。これらの研究は、鉍物用スライドガラスの大きさが主体であった。土壤薄片の作製技術は、脆弱な土壤を種々の固化剤で固め、切断研磨し、研究に供する。これには、高度かつ熟練した薄片作製技術が要求されるので、今日まであまり進歩はみられなかった。これらの技術を利用して、不均一な土壤を研究するには、多数の小さなものをみななければならない。しかし、サンプリング時に、土壤構造は壊される、特にA₀、A₁層はその傾向にある。よって大きな土壤固化技術が必要となる。Jongeriusら(1957, 1975)やWalshら(1968)に、より大きな土壤薄片を作る方法が報告された。

著者は、この大型の土壤薄片を手段として土壤生成要因としての植物の役割を解析するため、表層土壤の構造を調べた。それらの第一歩として、大型土壤薄片の作り方を報告する。

試料の調整

円筒 1000 ml のものか、150×100×3 cm のアルミ枠を使用し、自然の土壤構造を乱さず採取する。実験室に持ち帰り、離型剤を塗った土壤試料より多少大きなステンレスの深パットに入れ、ナイフ等で調整を行こなう。後、風乾するか、40°C 恒温器で乾燥する。

浸漬・固化方法

河井(1961)、松井(1966)、Altemüller(1962)、Jongeriusら(1963, 1973)によって固化剤は不飽和ポリエステル樹脂が、すぐれていることが報告されているので、これを使用する。大日本イソキ KK 製のポリライト FG104, TC 241 を試料により使いわけた。触媒はメチルエチルケト

* 国立科学博物館筑波実験植物園 Tsukuba Botanical Garden, National Science Museum, Ibaraki Prefecture.

ンパーオキサイド促進剤は6%ナフテン酸コバルトを用いた。希釈剤は、スチレンモノマーとアセトンを用いた。スチレンモノマーの場合、樹脂の8割程度、アセトンの場合、同量まで加えられた。スチレンモノマーとアセトンの使用区分は、腐植の量により、多い場合はスチレンモノマー、少ない場合はアセトンを使用した。

次に浸漬剤量比を示す。

○ ポリライト	100
○ スチレンモノマー	1~90
○ アセトン	0~100
○ 触媒 (メチルエチルケトンパーオキサイド)	0.2~0.4
○ 促進剤 (6%ナフテン酸コバルト)	0.1~0.2

夏と冬で多少触媒と促進剤の濃度を変えている。

浸 漬 装 置

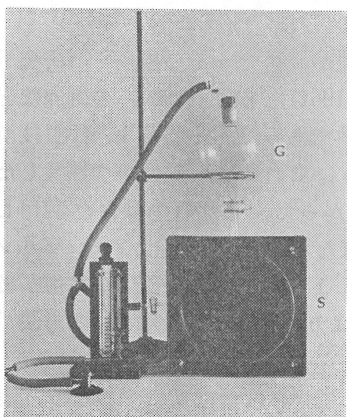


Fig. 1. The impregnation equipment consisting of a steel chamber (S) and a glass vacuum sphere (G). The chamber is connected to an electric vacuum pump and to a nitrogen gas cylinder.

浸漬装置は、Fig. 1 に示した装置を使用した。ステンレスバットに入ったサンプルをシリンダー内に入れ、フタをする。次に、シリンダー上部の分液ロートに上記の浸漬剤を入れ、真空ポンプで減圧にする。浸漬剤が突沸するので、約30分間は真空を調整しながら脱気を行こなう。脱気が終わったら20 mmHg程度に真空度を安定させ、浸漬剤を滴下する。この時直接サンプル上に滴下しないようにする。あまり真空にすると、希釈剤が気化したり、滴下した浸漬剤がサンプルと混ざった時再突沸を始め、結合の弱い土壤構造は破壊される。滴下時間は、通常3~4時間で終了するように調整する。

滴下の終わったら、加圧するために、分液ロートを取り、窒素ガスポンペにコックを切り換える。窒素ガス圧を利用して、3~4気圧の圧力をかけ、一昼夜放置する。翌日、浸漬剤に溶融した窒素ガスを除くため、微風のある恒温器等に入れる。一週間ぐらいで固化がはじまり、1ヶ月後に固化する。完全固化まで数ヶ月を要する。浸漬剤が大容量のため、反応熱が内にもりやすく、内部クラック、歪などを生じる。これを防ぐため、河井、松井の方法よりも長く固化時間をかけた。

一 次 切 断

上記の方法で固化したサンプルは、上下方向等の指示をダイヤモンドペン等で書き、求める断面の切断を行こなう。切断機は、一般的なダイヤモンドソウである。切断用冷却液は不水溶性のものをを使用した。(商品名: ジュエルカットA, シェル石油(株))ある種の粘土鉱物、それに吸収性のある有機物は、完全に含漬・固化したサンプルでも膨張することが知られているためである。この後の切断・研磨作業には、全てこのオイルを使用した。

一 次 研 磨

正確に面取りされたサンプルは、片面研磨を行こなう。これには、Fig. 2 の機械を使用した。Altemüller, や Jongerius らなどが使用している機械である。この機械は、ごく一般的な金属工作機械で、平面研削盤と呼ばれていて、日本では、岡本工作機械製作所、日興機械株式会社などが有名である。この機械の構造は、チャックと呼ばれる治具に削るものを取り付け、上部の砥石を回転しながら試料を削る、この時チャックを取り付けた台が左右前後に手動または自動で動き平面に削れる。砥石も上下に移動し任意の厚さで削れる。この様な方法で、サンプルの研削を湿式で行こなった。

高速で回転する研削砥石は、規格で厳密に規定されている (Table 1)。この他にダイヤモンドを使用したダイヤモンド砥石がある、サンプルによっては、非常に偉力を発揮するが、プラスチックが柔らかいと目づまりを起こしやすい、それに高価であるから、使用しなかった。砥石は、一般の切削工具と異なり、切片の自生作業により常に良好の研削を行なえるのが特徴であるが、選択を誤ると、目つぶれ、目こぼれ、目づまりをおこし切削出来なくなる。選択がむずかしい工具で、熟練を要する。土壌薄片を研磨する場合の選択の基準を竹中 (1971) を参照し以下に述べる。Table 1 の形状、縁形、寸法は、使用する機械によって決まってくる。砥粒は、酸化アルミナ砥粒 (A系砥粒) と炭化けい素砥粒 (C系砥粒) があり、無機質のものを研削する場合一般に C系砥粒を使用する。C系砥粒の中で、CとGCの差は、炭化けい素の含量で決められ、含量が95%程度をC、それ以上がGCである。精密研削には、GCの方がより良いとされるが、土壌薄片の場合、目に見える差は出なかった。粒度は、#220前後を精密研削として使用する。番数が上がれば、よりきれいな研

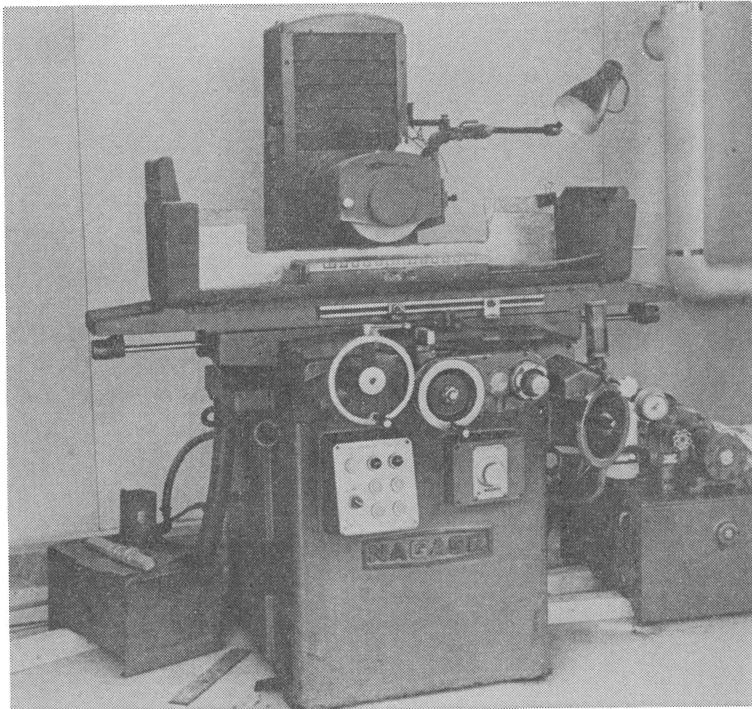


Fig. 2. Nagase's Semi-Automatic Surface Grinding Machine (SGW-4 manufactured by Nagase Tekko-sho, Japan).

Table 1. Grinding wheels in accordance with JIS (Japanese Industrial Standard).

形	状	縁形	寸法	と	粒	度	結合度	組織	結合剤	最高使用周速度
Shape	Face	Size	Kind of Abrasive	Grain Size	Grade	Structure	Kind of bond	Max. Speed		
1号	平形	A	外径×厚さ×穴径	H(HA)	10	220	E	0	V	1500
2号	リソグ形	B			12	280	F	1	B	2000
—	ダイヤスク形	C		75A	14	320	G	2	BF	2400
3号	片テーパー形	D		A系	16	400	H	3	R	2700
4号	両テーパー形	E			20	500	I	4	RF	3000
5号	片へこみ形	F		A	24	600	J	5	S	3600
6号	ストリートカップ形	N		WA	30	700	K	6	Mg	4800
7号	両へこみ形	M		C	36	800	L	7	E	6000
10号	ドビテール形	P		C系	46	1000	M	8		
11号	テーパーカップ形			G C	54	1200	N	9		
12号	さら形				60	1500	O	10		
13号	鋸用さら形				70	2000	P	11		
16号~19号	砲弾形				80	2500	Q	12		
20号~26号	逃付形				90	3000	R	13		
27号, 28号	オフセット形				100		S	14		
					120		T			
					150		U			
					180		V			
					220		W			
							X			
							Y			
							Z			

削面が得られるが、次に述べる結合度と組み合わせで考えなければならない。結合度は、E から Z までであるが、これは砥粒を保持固着している強さの程度を示す。つまり砥石の耐磨耗性の強弱をあらわす。工作物材料の性質と研削状態で種々変化をさせて使用するが、粒度が荒くても結合度が合っていれば、切刃の自生作用が良好に働き、切上り面の精度はあがる。粒度が細かくても結合度の選択が失敗すると削れない。組織は、砥石中に占める砥粒の割合である。結合剤は、一般的に上記2つのビドリファイドとレジノイドで、レジノイドがより高速に耐えうる。著者の機械の場合、砥石軸の回転数により、最高使用周速度が決定され、その速度に合うものは、ビドリファイドの砥石であった。以上砥石の一般的な説明をしたが、選択に関しては、最終的に熟練工の勘にたよっていることが多い。著者の使用した砥石はビドリファイドで、砥粒 GC, 粒度 220, 320, 600 結合度 E. H. K, 組織 8 のものを、サンプルの固化状態により使い分けた。

砥石は、機械に適合したフランジで固定し、工具を利用して砥石全体のバランスを規定の方法で取る。このバランスは、常にとる必要がある。精度が上がらないうえに危険でもある。取り付けた砥石は、ダイヤモンドドレッサーで、ドレッサーを行なう、これは、各作業の前に必ず行なう。

電磁チャックに、補助治具でサンプルを固定し研削を行なう。機械の運転状況は、サンプルによって変える。

二次切断

精密研削が終わったサンプルは #1,500 のカーボランダム等で手研磨を行う。研磨後、超音波洗浄機で、研磨剤をおとし、乾燥する。乾燥したサンプルは、ポリライトに触媒促進剤を多少多めにし、スライドガラスに接着する。接着の終わったサンプルは、ダイヤモンドソウで、切断する。この場合、たて型真空チャックを使用し、厚さ 500 μm に切断する。これ以上厚いと、プラスチックの歪で、スライドガラスが壊れることが多い。このたて型真空チャックは、特別注文で、著者のスライドガラス 150 \times 100 mm の大きさに合わせてある。

二次研磨

一次研磨の場合、正確な厚さは要求されなかったが、二次研磨の場合、サンプルが均一に 20 μm 程度の厚さになるよう仕上げなければならない。このためには、横型の真空チャックを使用す

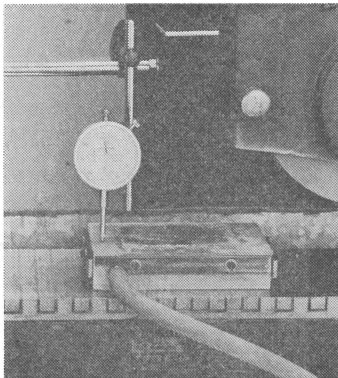


Fig. 3. Measuring of thickness of thin section by the dial gauge attached to the grinding machine.

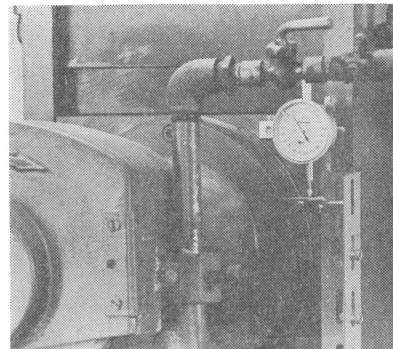


Fig. 4. The dial gauge indicating vertical position of grinding wheel.



Fig. 5. A thin section of soil (0-15 cm in depth) collected under the *Pinus densiflora* forest (ca. $\times 1$).

る。このチャックは、あらかじめ、砥石に対して平行になるよう研削を行っておく。さらに、砥石のドレッサー等も行っておく。チャックにサンプルを固定し、軽く切り込みを入れる。この時点で、Fig. 3 に示した方法で、ガラス面とサンプル面の距離を正確にダイヤルゲージで数点 1/1000 mm の単位で測定する。サンプルの厚さが算出できる。次に Fig. 4 に示したダイヤルゲージで、現在の砥石頭の位置を確認後、切込量を算出し、 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ の単位で切り込んでゆく。著者の機械は、最小切込み量は $5\mu\text{m}$ であるが、 $2\mu\text{m}$ のものもある。 $2\mu\text{m}$ の方がより精密に仕上げられる。残り $50\mu\text{m}$ の厚さになったら、サンプルを見ながら、切込みすぎないように $20\mu\text{m}$ 程度まで行う。

最終的に #1,500カーボラダムによって手研磨を行う。超音波洗浄器で洗浄後、乾燥する。

乾燥の終わったサンプルは、ポリライトでカバーガラスをかける。

各種のデーターをスライドに付ける。

Fig. 5 は、この方法によって作製した、ほぼ等倍の土壌薄片である。30年生のアカツ人工林下の土壌で、土壌構造が細かく発達している。

おわりに

巨大サイズの土壌薄片の作製を Jongerius らの方法に準拠して行ったが、いくつかの解決しなければならぬ問題点がでてきた。

まず、土壌の乾燥の問題である。A₀・A₁ 層を中心にしているが、サンプル中に動物の遺体があまり見られない。乾燥中にサンプルから出ていったと考えられる。出ていく時に多少土壌構造の破壊を伴っている。Jongerius によるとミミズなどの大型動物では、恒温器の中で乾燥すると、非常に動き回り小さな土壌ブロックは、ほとんど壊す。瞬間的にこれら動物の動きを封じ込める方法が必要である。その他に、脱水による収縮現象が起こる。一つのサンプル内でも、不均一に起こるために固化切断したものと、自然のものとは、相当に違いが出てくる。これらの問題を一度に解する方法はいまのところない。しかし Jongerius らの超低温凍結乾燥法は、注目に値する方法である。

樹脂を浸漬するために起こる問題がある。浸漬時に、結合の弱い未発達土壌構造は、物理的に壊される。樹脂による、有機物等の可溶化によって、黄濁化現象やモヤ現象を示したり土壌構造の結合剤の可溶による破壊を促進したりする。不飽和ポリエステル樹脂の固化時の収縮率は、5~10%程度である。均一にこの収縮が起これば問題は少なくないが土壌サンプル中、堅密な所は収縮が少なくなり疎な所は収縮が大きくなる。充填剤を加ええるとポリエステル樹脂の収縮率は、減少すると Jongerius らは報告している。土壌も一種の充填剤と考えると収縮率は数パーセント以下になり、サンプル中の不均一差も少なくなる。以上の問題点は、大半が固化剤である樹脂自身の性質に起因しているので固化剤は研究する余地がある。

土壌学の分野では全く馴染みがない機械であるが、150×100 mm のサンプルを均一に数十ミクロンの厚さで仕上げるには、平面研削盤は適している。研削盤で研削が難しいといわれているものに、難研削材料の研削と薄物の研削がある。固化した土壌サンプルは、樹脂という柔らかいものの中に石英等の硬い鉱物が入っている、この状態のものが難研削材料である。これを薄物に仕上げるのだから技術的に多くの問題をかかえている。これを解決するには、砥石の選択がある、多少でも切れ味が悪いと思ったら、別の砥石にどんどん変えていき、サンプルに合ったものをさがす。後は、機械を常に正常な状態にしておく。本報で使用した機械は、金属加工用なので大きすぎる。チャック面、250×150 mm 程度のものがあれば、もっと使いやすくなる。

最後に、使用している不飽和ポリエステル樹脂、スチレンモノマーなどの薬品類は、体に有害なものが多く、使用には換気等を良くする。

謝辞

本研究の実施にあたって、国立科学博物館筑波実験植物園黒川遺博士、筑波大学永塚鎮男助教授、農水省林業試験場八木久義技官、ならびに工業技術院機械技術研究所小沢則光技官に貴重な御助言いただいた。記して謝意を表する。

なお本研究の一部は、昭和57年度文部省科学研究費の助成による。

Summary

The impregnation method using unsaturated polyester resin was employed for preparing large thin section of soil.

The procedure for the impregnation was as follows:

1. Samples were dried at room temperature and 40°C maximum.
2. Samples were kept in a steel chamber which was connected with a glass vacuum sphere filled with a mixture of the polyester resin, the dilute (0-100%), the catalyst (0.2-0.4%), and the accelerator (0.1-0.2%).
3. The steel chamber was kept under the vacuum condition for 1-10 hr, according to the density of soil, until the mixture impregnated into the samples.
4. After impregnation of the mixture, the steel chamber was filled with high pressure nitrogen gas provided from a nitrogen gas cylinder.
5. The hardened samples were sawn with a diamond saw.
6. Saw off section was ground with a surface grinding machine.
7. The section was mounted onto a slide glass, the polished side of the section being faced to the slide glass.
8. Mounted section was sawn with a diamond saw 1.0-0.5 mm in thickness.
9. The thickness of mounted section was reduced to 30-40 μm with a surface grinding machine.
10. A cover glass was put on the polished thin section.

文 献

- Altemüller, H. J., 1962. Verbesserung der Einbettungs-und Schleiftechnik bei der Herstellung von Bodendünnschliften mit VESTOPAL. Ztschr. Pflanzenernährung, Düngung, Bodenkunde 99: 164-177.
- 平山良治, 山崎美津子, 坂上寛一, 浜田竜之介, 1978. 自然教育園の土壤図. 自然教育園報告 8: 39-59.
- Jongerius, A. and Hentzberger, G., 1963. The preparation of mammoth-sized thin sections. Soil Survey Papers 1: 1-37. Netherland Soil Survey Institute, Wageningen.
- , 1975. Methods in soil micromorphology. A technique for the preparation of large thin sections. Soil Survey Papers. 10: 1-48. Netherland Soil Survey Institute, Wageningen.
- 河井完二, 1961. 合成樹脂による土壤薄片作製について, ペドロジスト 5: 44-47.
- 黒島 忠, 松本久二, 1958. 顕微鏡観察による土壤の研究 (第1報), 土壤薄片の作製法とそれの土壤研究への応用について. 林野土壤調査報告 9: 1-12.
- 松井 健, 1966. 北海道の重粘性土壤の微細形態学的研究 I, 試料の固化方法について. 資源研集 67: 10-16.
- Ross, C. S., 1924. A method of preparing thin sections of friable rock. Journ. Science, Ser. 5: 483-485.
- 竹中規雄, 佐藤久弥, 1971. 研削砥石の使用法と選択. 1-180. 誠文堂新光社, 東京.
- Walsh, J. D. and J. Hollingsworth, 1968. Sampling and preparation of natural soil for quantitative dimensional fabric analysis. Division of Soil Mechanics (CSIRO), technical report 7: 1-10.