



Title	氷薄片試料の化学的無歪加工法
Author(s)	竹井, 巖; 前野, 紀一
Citation	低温科学. 物理篇, 44, 177-181
Issue Date	1986-03-10
Doc URL	<a href="http://hdl.handle.net/2115/18528">http://hdl.handle.net/2115/18528</a>
Type	bulletin (article)
File Information	44_p177-181.pdf



[Instructions for use](#)

## 氷薄片試料の化学的無歪加工法\*

竹 井 巖

(低温科学研究所研究生)

前 野 紀 一

(低温科学研究所)

(昭和60年10月受理)

### I. ま え が き

氷の電気物性、熱物性、力学物性等を詳しく調べる際、しばしば氷の薄片試料が用いられる。これらの氷薄片試料を作成する際、バンドソーやマイクロームなどが用いられることが多いが、機械的な切断や研削は試料内部に力学的な歪や微小破壊を生じる。しかし、氷の正しい物性測定のための試料は歪や破壊部分を持たないことが望まれる。

力学的な歪や破壊を生じない加工法には熱的な方法と化学的な方法が考えられる。ここでは、われわれが電気測定用薄片試料を作成する時用いている化学的加工法について述べる。

### II. 化学的切断

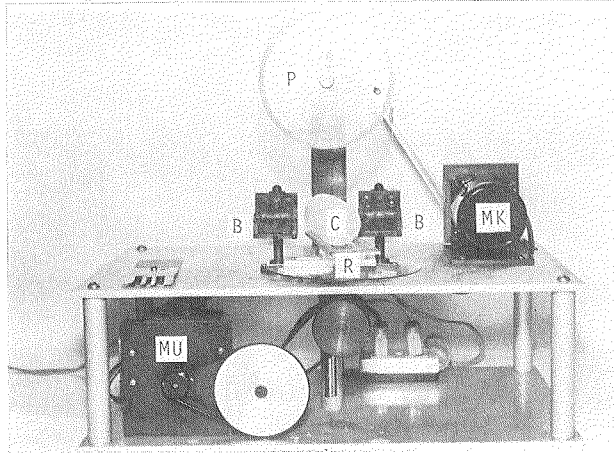
結晶に力学的歪を与えないで切断する化学加工法としては、腐食 (ething) 法または湿糸 (wet-thread) 法と呼ばれるものがある。これは、結晶を化学的に腐食すなわち溶解して切断する方法である。腐食液は、試料に軽く当てられた糸あるいは針金を介して供給される。氷結晶の化学的腐食液としては、酢酸メチルに2~5%のエタノールを混ぜたものが使用された例がある<sup>1)</sup>。本研究でも、腐食液としてはこれが使われた。

化学的切断は3つの段階に区分できる。まず腐食液を糸で結晶に運ぶ段階、次に運ばれた腐食液が糸のまわりの結晶を侵す段階、最後に結晶を溶かした腐食液を糸で運び去る段階である。いずれの段階でも、結晶は適当な速度で押し上げられ、常に糸に軽く接触している必要がある。

第1図は用いた装置の写真、第2図はその概略図である。クランク機構により、巻き取りプーリーが往復回転運動をする。糸は50番の絹糸(太さ約0.1 mm)を使用し、巻き取りプーリーから一方の腐食液槽を通過して、切断するための水平領域を通り、もう一方の腐食液槽を通過して巻き取りプーリーにもどる。糸のたるみを防ぐために、糸は小さなパネを介して巻き取りプーリーにつながっている。

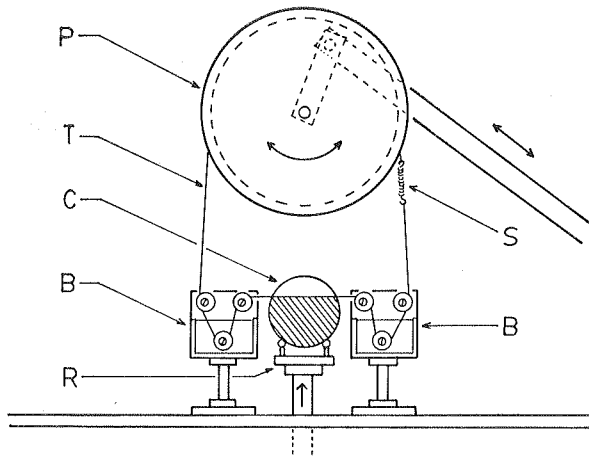
氷結晶は1 mm/minで上昇する試料台の上に置かれている。使用した結晶は円柱状であっ

\* 北海道大学低温科学研究所業績 第2782号



第1図 氷結晶切断装置

P: 巻き取りプーリー, B: 腐食液槽, C: 氷結晶, R: 試料台,  
MK: クランク作用用モーター, MU: 試料台上昇用モーター



第2図 氷結晶切断装置の概略図

P: 巻き取りプーリー, T: 網糸, B: 腐食液槽,  
C: 氷結晶, R: 試料台, S: バネ

たので、2本の平行な支持棒の間に載せることにより固定された。支持棒はシリコンゴムでおおわれている。切断に際してほとんど力がかからないので、この程度の支持で十分固定できる。得られた薄片をさらに切断する場合も、金属板に薄片を軽くはさんで試料台に置くことにより固定できる。

腐食液としては酢酸メチルにエタノールを少量混ぜたものを使用した。腐食液中のエタノールの量が多くなると、切断はすみやかに行なえるが切断面が荒れる傾向がある。エタノールの量としては2~3%が適当である。切断しろは約0.3 mmであった。糸が振れると、切断面にはすじ状の凹凸ができる。

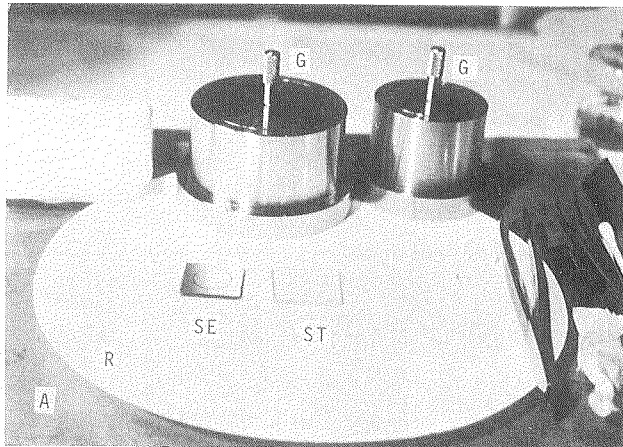
この切断法の利点は、力学的な歪や破壊を避けることができると、試料を無駄なく使

える点である。難点は、切断に要する時間が長いので大きな結晶の切断に適さないことと、使用する腐食液による試料表面の汚染である。

### III. 化学的研磨

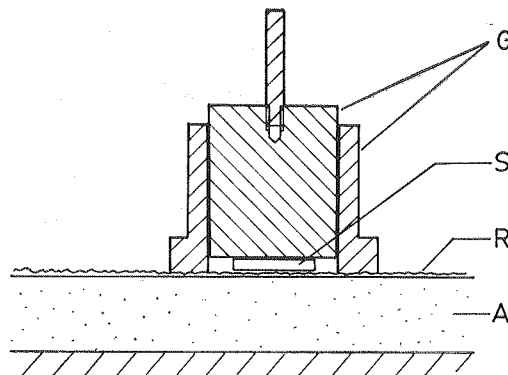
たとえば電氣的測定を行なうためには、平行性の良い薄片を得る必要がある。ここでは、エタノールで湿らせた濾紙の上で研磨を行なうことにより平行な面を作成する方法について述べる。

第3図は研磨器具の写真、第4図はその模式図である。用いた治具はステンレス円筒の中にステンレス円柱をはめあわせた構造を持っている。治具の底面は平面性の良い面となっている。氷薄片は円筒の内側に入れられ、円柱で押えられる。この試料を入れた治具を、濾紙の乾いた部分とエタノールで湿らされた部分とを速やかに往復させて研磨する。薄片の研磨面を頻



第3図 氷薄片研磨用器具

G: 治具, ST: 研磨された氷薄片, SE: 電極を装着した氷薄片, R: 濾紙, A: 研磨台(アクリル板)



第4図 氷薄片研磨の模式図

G: 治具, S: 氷薄片試料, R: 濾紙(部分的にエタノールで湿らせる), A: 研磨台(アクリル板)

繁に替え、濾紙も新しいものに代えて研磨をくり返す。濾紙の交換を怠ると、濾紙の乾いた部分に微少な氷粒子が再結晶することがあり、その氷粒子で試料表面を傷つけることがある。

試料表面に残った余分のエタノールは、適宜ルヘキサンで洗浄して取除く必要がある<sup>2)</sup>。このようにして研磨された薄片試料の平行性は、1.5 mmの厚さに対して0.01 mm以内に納まる。

#### IV. 氷薄片試料への電極の装着

氷の電気的測定のための電極としては、様々の材質、形態および試料への装着方法が試みられてきた。力学的に押しつける方法は接触性の不完全と試料に力を加えるという点が問題となる。凍結させるものは試料を融点近辺の温度にさらす危険があり、蒸着の場合は低温での処理が必要なので、試料は急激な温度変化を受けることになる。

上述した難点を避ける意味で、化学的な方法は利点がある。ここでは、酢酸メチルを用いて金属箔を張り付ける方法について述べる。金属箔を電極に用いたのは、測定中に温度を変化させた時生じる氷結晶と電極の膨張率の違いによる力学的歪をできるだけ小さくするためである。金属箔は0.01 mm厚さのスズ箔で、ポンチ等で適当な大きさに切り抜いたものである。

箔電極は、酢酸メチルを用いて試料に張り付けられた。酢酸メチルは氷をわずかに溶かすこと、および揮発性が高いことのため、試料表面をわずかに溶かして電極を密着させることが期待される。この方法による電極の装着では $-10^{\circ}\text{C}$ から $-150^{\circ}\text{C}$ の電気測定に際してはがれ等は認められなかった。

張り付けに際しての酢酸メチルの蒸発に伴ない熱的なストレスを受ける恐れがあるが、X線回折顕微鏡法で電極装置前後の転位の状態を調べたところ、新たな転位の発生は認められなかった。ただし、観察はc面薄片で、回折面は $(10\bar{1}0)$ で行なわれた。したがって、この電極装着法の利点は、試料を融点付近にさらすことなく電極を張り付けできることにあるといえる。

#### 謝 辞

本研究で製作した切断装置は、筆者の一人(N. M.)が北大名誉教授の故黒岩大助博士と共同で製作したものを原形とし、それに改造を加えたものである。本研究に用いた費用の一部は、文部省科学研究費補助金および国立極地研究所共同研究費から支弁された。

#### 文 献

- 1) Kawada, S. 1978 Dielectric anisotropy in ice Ih. *J. Phys. Soc. Japan*, **44**, 1881-1886.
- 2) Muguruma, J., Mae, S. and Higashi, A. 1966 Void formation by non-basal glide in ice single crystals. *Phil. Mag.* **13**, 625-629.

#### Summary

A chemical way of preparing an ice sample was developed in order to obtain a strain-free ice plate as follows: A thread wetted with methyl acetate containing 2~3% ethanol was used to cut an ice crystal and make a thin ice plate. The ice plate obtained was polished

on filter paper wetted with ethanol. Ethanol remaining on the ice plate was then washed off in a bath of *n*-hexane. For electrical measurements we were able to apply a chemical method to obtaining an ice sample by sticking tin foils (0.01 mm in thickness) on the ice plate with methyl acetate as electrodes.