

— 報 告 —

高精度マイクロミル「GEOMILL326」による微小領域切削と極微量粉末回収法

坂井 三郎^{1a*}

GEOMILL326は、化石や岩石試料の顕微鏡レベルでのサンプリング方法である実体顕微鏡下での手作業、マイクロトームや旋盤では困難であった1/1000mm単位の正確な切削によるサンプリング技術を実現した。本技術は、主にサンゴ、貝、鍾乳石などの炭酸塩に認められるマイクロメートル単位の成長線に沿った安定同位体比分析に有効であるが、単結晶ダイヤモンドドリルビットを用いることにより金属の切削加工も可能である。また、切削により得られる微量の粉末状サンプル（～数十 μg ）の回収方法が問題であったが、高い回収率で所定の化学分析用容器に粉末状サンプルを回収する方法を開発した。今後、GEOMILL326は微量粉体回収装置とともに高いニーズが期待される。

キーワード：微小領域、切削、回収、GEOMILL326

2009年2月10日受領；2009年7月3日受理

1 独立行政法人海洋研究開発機構・地球内部変動研究センター

現在の所属

a：独立行政法人海洋研究開発機構・海洋・極限環境生物圏領域

代表執筆者：

坂井 三郎

独立行政法人海洋研究開発機構・海洋・極限環境生物圏領域

〒237-0061 横須賀市夏島町2-15

046-867-9784

saburos@jamstec.go.jp

著作権：独立行政法人海洋研究開発機構

— Report —

Micromilling and sample recovering techniques using high-precision micromill “GEOMILL326”

Saburo Sakai^{1a*}

Microtome, lathe, and hand-sampling under the microscope have been used for the microsampling methods of the fossils and rock samples. However, these methods were difficult to get samples on micrometer scale precisely. GEOMILL326 provides a computer controlled microsampling technology on 1/1000mm scale. GEOMILL326 is effective for the microsampling along the growth banding such as coral, bivalves, stalactites, and useful for cutting of the metal with a single crystal diamond drill bit. Moreover, an apparatus of collecting powder samples to the container for chemical analyses with high recovery rate was also developed.

Keywords : Micrometer-scale, Micromill, sample recovery, GEOMILL326

Received 10 February 2009 ; Accepted 3 July 2009

1 Institute of Research on Earth Evolution, Japan Agency for Marine-Earth Science and Technology

Present affiliation

a : Institute of Biogeosciences, Japan Agency for Marine-Earth Science and Technology

Corresponding author :

Saburo Sakai

Institute of Biogeosciences, Japan Agency for Marine-Earth Science and Technology

2-15 Natsushima-cho, Yokosuka 237-0061, Japan

+81-46-867-9784

saburos@jamstec.go.jp

Copyright by Japan Agency for Marine-Earth Science and Technology

1. はじめに

近年、化石や岩石を取り扱う地球科学の分野では、分析機器の高精度化および分析に用いる必要サンプルの微量化に伴って、マイクロメートルスケールの微小領域からのサンプリング技術のニーズが高まっている。これまでに用いられてきた微小領域からのサンプリング技術は、3つに大別できる(表1)。まず、(1) 歯科用等のマイクロドリルを用いて、肉眼および実体顕微鏡下で観察しながら粉末試料を採取する方法、次に、(2) 所定の試料を短冊状に整形した後、マイクロトームおよび旋盤式ミリングマシンを用いて一定間隔ごとに試料を採取する方法 (Gagan et al., 1994; 渡邊・大場, 1997; Wada, 1999; 鈴木ほか, 1999)、そして、(3) XYZ移動ステージ上に研磨試料を設置してCCDカメラ等の映像を介して、その上部に設置されたマイクロドリルで切削する方法 (Prezbindowski, 1979; Dettman & Lohmann, 1995; 坂井, 2005)、である。それぞれの方法に長所と短所があるが、サンプリング技術として最も分解能が高い方法は、上記(3)のマイクロミルによる技術である。特に、マイクロミルは、数マイクロメートル単位の制御による切削が可能であるため、研磨試料を準備すれば、例えばサンゴ年輪や耳石などの複雑な形状の成長線に沿った切削が可能である。

GEOMILL326は、坂井(2005)で確立されたマイクロミル(表1)による技術を用いることにより、表面研磨した堆積物、化石や岩石試料の任意の個所を1/1000mm単位で精度よく切削できる装置で、海洋研究開発機構、島根大学、合資会社いずもWebの産学連携によって誕生し、2008年4月から販売を開始した。これと並行して、切削により得られる微量の粉末状サン

プル(～数十 μg)の回収方法が問題であったが、高い回収率で所定の化学分析用容器に粉末状サンプルを回収する装置を開発した。本論では、高精度マイクロミルシステム「GEOMILL326」の概要、切削例、および切削により得られる極微量粉末の回収法について、これまでに蓄積した技術を紹介する。

2. GEOMILL326の概要

GEOMILL326は、3軸(XYZ軸)のステッピングモータ駆動の可動式台座と可動式台座の上方に位置するよう固定して設置された回転切削ドリルから構成される(図1; 特開2006-334703号)。可動式台座の上方に、1mm以下の顕微鏡レベルの対象物を観察するためのズームレンズを備えたCOMSカメラを搭載し、パソコン上でのリアルタイム観察ができる。試料は、おもに表面研磨した化石や岩石が対象であるが、金属の切削加工も可能である。Excel VBAをベースにした専用ソフトを利用して、CMOSカメラから得た切削部位の画像上の座標点を、可動式台座の座標点へと変換し、台座を稼働することにより、表面研磨したサンゴ骨格や貝殻等の成長線、および、あらゆる地質試料(堆積物、化石、岩石)の特定部位の1/1000mm単位での自動切削を実現している(特許第4203860号)。従来品(New Wave Research社製Micromill)と大きく異なる点は、回転切削ドリルの設置角度が調節可能なことである。従来品では、回転切削ドリルが研磨試料の表面に対して垂直方向に固定されていたため、切削対象の鉛直方向の微細な構造の切削は、ドリルビットの先端形状が制限要素となっていた。GEOMILL326では、回転切削ドリルの設置角度調節機構を設けることで、この問題点

方法の種類	デンタルドリル(手動)	マイクロトーム・旋盤型ミリング	マイクロミル
概要	歯科用等のマイクロドリルを用いて、肉眼および実体顕微鏡下で観察しながら粉末試料を採取	短冊状の試料を整形したのち、マイクロトーム(顕微鏡で観察するための試料を薄く切る機械)および旋盤型ミリングマシンを用いて一定間隔ごとに試料を採取	XYZ移動ステージ上に研磨試料を設置し、CCDカメラ等の映像を介して、その上部に設置されたマイクロドリルで任意箇所を切削
分解能	数mm	数100 μm ～50 μm	<50 μm
利点	特殊な装置を必要ないので簡便	試料を一定間隔で切削できるので定量性が高い。短冊状試料をあらかじめ氷結めにして、切削した試料の飛散を防ぐ方法もある。	研磨試料を準備すれば、あらゆる切削対象から試料を得ることが出来る
欠点	手の器用さによるので個人差あり	短冊状に試料を整形する必要があるため、不規則な形状の切削対象には不向き	数 μm 単位で正確に切削できるが、粉末化するため、その試料回収が困難な場合がある
対象試料	岩石から化石までさまざまな地質試料	サンゴ・シャコガイなど	岩石から化石まで様々な地質試料。特に貝やサンゴ・シャコガイ等の成長線解析に最適
参考文献	-	Gagan et al., 1994; 鈴木ほか, 1999; Wada, 1999; 渡邊・大場, 1997	Prezbindowski, 1979; Dettman and Lohmann, 1995; 坂井, 2005

Table 1. Comparison with the three microsampling techniques.

を解決した。また、マイクロソフト社製エクセルに付属しているVBAをベースにした専用ソフトを用いているため、高い簡便性と低価格化を実現した。さらに、GEOMILL326は、従来の現場設置型の旋盤や微細加工機などの常識から一歩抜け出し、持ち運び可能なコンパクト設計を実現している。

3. 切削例

切削対象として、これまでにサンゴ、二枚貝などの炭酸塩生物骨格や鍾乳石などの数十 μm 単位での成長線に沿った切削、有孔虫殻を代表とする微化石の特定部位の切削、堆積物中のラミナ単位の切削、岩石中の特定鉱物の切削を実施してきた。また、金属微細加工や切削加工の分野からの要望により、単結晶ダイヤモンドドリルビットによる金属切削も可能になっている。切削例の詳細については、GEOMILL326のウェブサイト (<http://g326.com/>) をご覧頂きたい。

4. サンプル回収技術

GEOMILL326による微小領域の切削で得られる粉末試料は、通常～数十 μg であるため、手作業で所定の化学分析用の容器に粉末試料を回収するには、静電気の影響やスキルの個人差などのため安定して回収することは難しい。これを受けて、高い回収率で安定して回収可能な微量粉体回収装置を開発した（特開2008-

298657号）。約10 μg ～110 μg の炭酸塩粉末を回収した結果、本装置による回収法は回収ロスが認められるものの90%以上の回収率が安定して得られている。現在は、次のステップとして、10 μg 以下の粉末試料も含めた、さらに高い回収率で回収可能な極微量粉体回収装置を開発中である。

5. おわりに

海洋研究開発機構における「平成19年度実用化展開促進プログラム」のサポートをベースに、2008年4月8日にプレスリリースと同時に、本装置（製品名：GEOMILL326）は販売を開始された（販売元：（資）いずもWeb）。これまでにGEOMILL326の情報は、各新聞（日本海事新聞、日本経済新聞、日刊工業新聞、朝日新聞中国版）に掲載され、ウェブサイトの開設 (<http://g326.com/>)、各種展示会への出展（テクノオーシャン2008、産学官連携推進会議）、日本地質学会誌および日本古生物学会紙への掲載を通して、多数の問い合わせがきている。また、金属微細加工や金属切削の分野からの要望により、金属切削にあわせたドリルビットとソフトウェアを開発した結果、高精度な金属切削が可能になりつつある。GEOMILL326は、微量粉体回収装置とともに、地球科学分野はもとより金属微細加工や金属切削などの様々な分野でのニーズが期待される。

引用文献

- Dettman, D.L. and K.C. Lohmann(1995), Microsampling carbonates for stable isotope and minor element analysis: physical separation of samples on a 20 micrometer scale, *Jour. Sed. Res.* A85, 566-569.
- Gagan, M.K., A.R. Chivas and P.J. Isdale(1994), High-resolution isotopic records from corals using ocean temperature and mass-spawning chronometers, *Earth Planet. Sci. Lett.*, 121, 549-558.
- Prezbindowski, D.(1979), Microsampling technique for stable isotopic analyses of carbonates, *Jour. Sed. Petrol.*, 50, 643-644.
- 坂井三郎 (2005), 第四系浅海性炭酸塩堆積物の酸素・炭素同位体比を用いた古海洋研究の可能性, 2005年地球化学会要旨.
- 坂井三郎, 高安克己, デイビッド・デットマン, 特許第4203860号, マイクロミリングシステムの制御方法.
- 坂井三郎, 高安克己, デイビッド・デットマン, 特開2006-334703号, マイクロミル
- 坂井三郎, 特開2008-298657号, 微小粉体回収装置.



Fig. 1. High-precision micromilling system GEOMILL326. 1) Main power switch, 2) Power switch of LED light for CMOS-system, 3) LED light intensity control, 4-5) Micro motor speed control of micro drill, 6) Power switch of micro motor, 7) switch of drill rotation direction, 8) Computer for stepping-motor control of XYZ-stages and display of CMOS image. 9) Grip for carry, 10) Micro drill, 11) Zoom lens, 12) CMOS camera, 13) LED light, 14) Stepping-motor drive stages for XYZ axis, 15) Sample table.

鈴木淳, 谷本陽一, 川端穂高 (1999), サンゴ年輪記録 :
過去数百年間の古海洋学的研究の復元, *地球化学*,
33, 23-44.

渡邊剛, 大場忠道 (1997), 冷凍マイクロトーム法によ
る現生シャコガイ殻の酸素同位体比分析より推
定される詳細な水温変化, *地球化学*, 32, 87-95.
