

# D111 型ガイドブロックを用いた高温高压変形実験の立ち上げ

## A start-up study of deformation experiments at high-pressure and -temperature using D111-type guide-block

西原遊<sup>1,\*</sup>, 土居峻太<sup>1</sup>, 山崎大輔<sup>2</sup>, 辻野典秀<sup>2</sup>, 芳野極<sup>2</sup>, 久保友明<sup>3</sup>, 今村公裕<sup>4</sup>

<sup>1</sup>愛媛大学地球深部ダイナミクス研究センター, 〒790-8577 愛媛県松山市文京町 2-5

<sup>2</sup>岡山大学惑星物質研究所, 〒682-0193 鳥取県東伯郡三朝町山田 827

<sup>3</sup>九州大学理学研究院地球惑星科学部門, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744

<sup>4</sup>九州大学理学府地球惑星科学専攻, 〒819-0395 福岡市西区元岡 744

Yu NISHIHARA<sup>1,\*</sup>, Shunta DOI<sup>1</sup>, Daisuke YAMAZAKI<sup>2</sup>, Noriyoshi TSUJINO<sup>2</sup>, Takashi YOSHINO<sup>2</sup>, Tomoaki KUBO<sup>3</sup>, and Masahiro IMAMURA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>GRC, Ehime University, Matsuyama, Ehime, 790-8577, Japan

<sup>2</sup>Institute of Planetary Materials, Okayama University, Misasa, Tottori, 682-0193, Japan

<sup>3</sup>Department of Earth and Planetary Sciences, Kyushu University, Fukuoka, 819-0395, Japan

### 1 はじめに

地球内部での物質と熱の輸送を正確に理解するためには、高温高压下の物質の流動特性の知見が欠かせない。地球深部での物質の流動特性を解明することを目的として 21 世紀になって以降、D-DIA 装置 [1] や回転ドリッカー装置 [2] が開発され 3GPa を越える高压下の変形実験が技術的に確立された。現在は、これらと放射光 X 線と組み合わせて定量的な高温高压変形実験が盛んに行われている。最近になって、111 押し川井型マルチアンビル装置をもとにした高压変形実験装置 DT-Cup が、*Hunt et al. [3]* によって開発された。この装置では対向する 1 組の二段目アンビルを油圧により独立に駆動することによって、最高 18GPa の高压下でよく制御された変形実験を実現している。しかしながら、DT-Cup 装置では小型のガイドブロックを採用していることから発生荷重が限られ、地球下部マントルの条件 (圧力>23GPa) での変形実験の実現にはさらなる改良が必要である。

本課題では、2017 年 3 月に PF-AR, NE7A に「D111 型ガイドブロック」を導入・設置し、DT-Cup 装置を大型化した改良版にあたる D111 型装置のシステムを構築した。また、変形実験での重要な変数である差応力を高精度かつ効率的に測定するために、フラットパネルセンサーを用いた二次元 X 線回折測定システムも構築した。これらの新技術により、地球下部マントルに相当する高温高压条件下での定量的な変形実験の技術を確立することを目指した。

### 2 実験

D111 型ガイドブロックの模式図を図 1 に示す。このガイドブロックでの最高 D ラム荷重は上下各 314tonf である。これを既設の MAX-III プレスと組み合わせて用いることで、最高メインラム荷重 700tonf での変形実験が可能な「D111 型装置」を構成する。変形実験では、まず試料を含む圧力媒体にメインラム荷重を印加し高压力を発生させる。装置

は上下差動ラム油圧開放の状態を試料が等方圧縮されるようあらかじめ調整されている。目的圧力到達後に、圧力媒体に内蔵した発熱体により試料を加熱し、上下差動ラムを一定速度で前進させることにより高温高压下での試料の変形を行う。

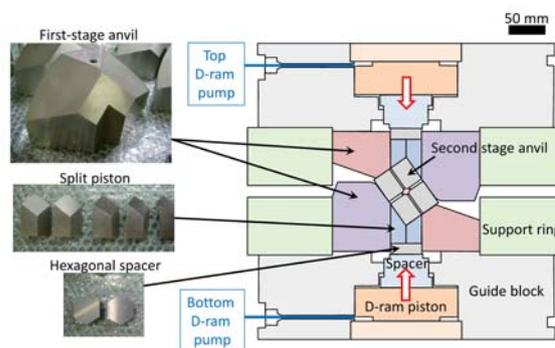


図 1 : D111 型ガイドブロックの模式図

図 2 に示すのは、D111 型装置を用いた高压変形実験その場観察システムである。50–60keV の単色 X 線を圧力媒体中の試料に照射しラジオグラフ像および二次元 X 線回折パターン収集する。ラジオグラフ像は YAG 蛍光体と CCD カメラを用いて撮影する。NE7A では従来、イメージングプレート (IP) を用いて二次元回折パターンを収集してきた。この場合、露光の終わった IP をハッチ外で読み取ることが測定のために必要であり、データ収集頻度を大きく制限していたうえ測定ごとの IP のゆがみの再現性が悪かった。本課題では IP に代えてフラットパネルセンサー (Dexela 2923) を用いることで、この問題の改善を試みた。

通常、二段目アンビルには超硬合金が用いられるが、受光側の二個のアンビルが回折 X 線を遮ってしまう。このため受光側二段目アンビルには、X 線を

透過する cBN 製アンビルまたは円錐形の掘り込みを施した超合金アンビルを用いた。

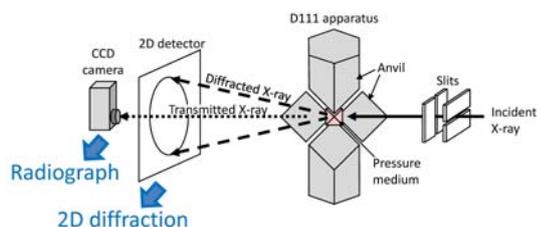


図 2 : D111 型装置を用いた高圧変形実験その場観察システムの概念図

### 3 結果

図 3 に変形実験における荷重と差動ラム変位の変化の一例を示す。この実験では、先端長 5mm のアンビルを用いてメインラム荷重 100tonf (試料圧力約 9GPa に相当) まで加圧し、試料温度 1200°C の下で差動ラム変位速度 2 および 6 $\mu\text{m}/\text{min}$  で変形を行った。よく制御された一定変位速度の変形が達成されていることがわかる。本課題では、このような変形を最高メインラム荷重 350tonf までの様々な条件で行うことに成功した。また、一連の実験での最高発生圧力は加熱前の室温下の値ながら、先端長 2mm のアンビルを用いた場合に 30GPa を超えている。1327°C の高温下で 25GPa の発生も確認されており、目標としていた地球下部マントル条件がほぼ達成されたといえる。

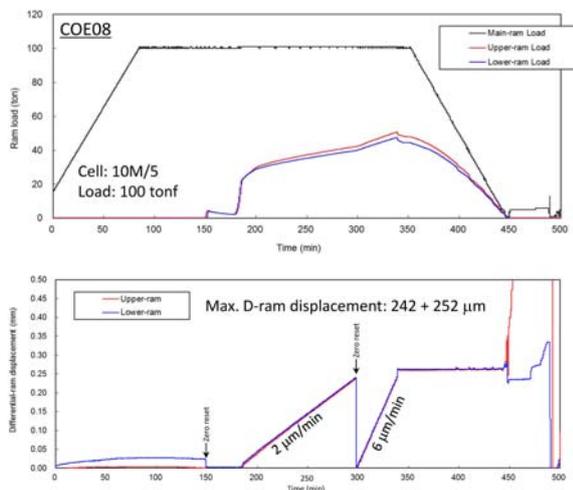


図 3 : 変形実験における荷重 (上図) と差動ラム変位 (下図) の時間変化。黒がメインラム、赤が上差動ラム、青が下差動ラムを表す。

図 4 に  $\text{SiO}_2$  の高圧多形コーサイトを試料とした実験におけるラジオグラフ像の例を示す。試料上下に配置された Pt 箔が歪マーカの役割を果たしており、ここから変形実験での歪の時間変化を決定することができた。図 4 の右図では、試料が 0.27 の一軸圧縮歪を受け大きく圧縮されている様子が確認できる。

図 5 は変形中の試料 (コーサイト) の二次元回折パターンの一例である。フラットパネルセンサーを用いて、合計 200s という現実的な露光時間で十分な強度を持つ回折パターンが得られることを確認した。フラットパネルセンサーは測定時に大きな移動を必要としないので、測定位置やセンサーのゆがみの再現性が高いことも確認された。

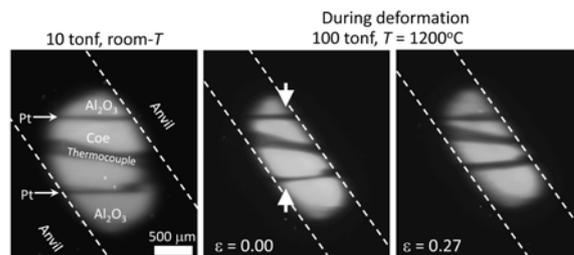


図 4 : 実験初期 (左) 変形中 (中央・右) の試料のラジオグラフ像

図 5 では受光側に cBN 製アンビルを用いており、回折角  $2\theta = 10^\circ$  までの回折ピークが方位角  $\Psi$  全体にわたって観察されている。また、円錐形の掘り込みを施した超合金アンビルを用いた場合は観察可能範囲が  $2\theta \sim 6^\circ$  以下に制限されるものの、同様に試料の回折ピークを観察することができた。受光側アンビルとしてはいずれの方法も実用的であることが確認できた。得られた回折パターンを解析することによって変形実験で重要な変数である試料中の差応力が精密に決定できる。

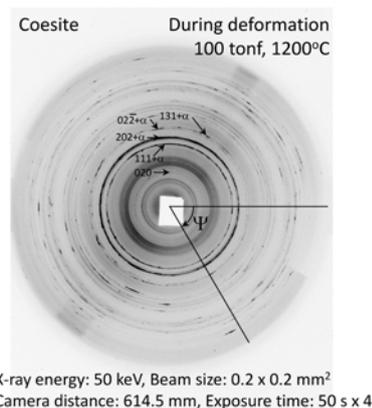


図 5 : 変形中の試料 (コーサイト) の二次元 X 線回折パターン

### 4 まとめと今後について

D111 型ガイドブロックは、導入当初に期待されたように順調に稼働している。これまでのところ発生温度、圧力は最高でそれぞれ 1300°C、30GPa を超えている。しかしながら 20GPa 以上の実験ではいずれかの段階 (加圧、加熱、変形、減圧) でほぼ毎回ブローアウトが発生し、アンビルの損耗率が高い。この点はセル構成やアンビル形状の最適化により改

善を図っていく必要がある。試料サイズが小さい高圧下ほどラジオグラフ像には解像度が求められる。本システムでは入射 X 線の水平方向の発散がラジオグラフ像の解像度を悪化させているため、撮像システムをより試料に近づけることが効果的である。今後、試料直後に配置する小型撮像システムを導入することによってこれが大幅に改善されると期待される。

#### 謝辞

実験および立ち上げ作業でご協力いただいた山本周平氏 (C&T ファクトリー)、鈴木昭夫准教授 (東北大学)、亀卦川卓美シニアフェロー、若林大佑特別助教、船守展正教授 (KEK) に感謝する。

#### 参考文献

- [1] Y. Wang *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **74**, 3002 (2003).
- [2] D. Yamazaki and S. Karato, *Rev. Sci. Instrum.* **72**, 4207 (2001).
- [3] S. Hunt *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **85**, 085103 (2014).

\* [yunishi@sci.ehime-u.ac.jp](mailto:yunishi@sci.ehime-u.ac.jp)