

D111 型装置を用いた高温高压変形実験：固体地球深部の流動変形の理解を目指して

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

¹愛媛大学地球深部ダイナミクス研究センター, ²岡山大学惑星物質研究所, ³九州大学大学院理学研究院,

⁴九州大学大学院理学府

High-Pressure and -Temperature Deformation Experiments using D111-type apparatus: Towards Understanding of Rheology of Deep Earth Materials

Yu NISHIHARA¹, Noriyoshi TSUJINO², Tomoaki KUBO³, Daisuke YAMAZAKI², Shunta DOI¹,

Masahiro IMAMURA⁴, Takashi YOSHINO²

¹Geodynamics Research Center, Ehime University, ²Institute for Planetary Materials, Okayama University

³Faculty of Science, Kyushu University, ⁴Graduate School of Science, Kyushu University

Abstract

DT-Cup 装置を大型化した高压変形実験装置である D111 型装置が KEK, PF-AR, NE7A に導入された。この装置では、従来難しかった最高約 30 GPa の高压下でのよく制御された変形実験が可能であり、放射光 X 線と組み合わせることで同時に歪と応力の測定も可能である。この装置を使って、オリビン - スピネル相転移と変形の相互作用、ブリッジマナイトとポストスピネルのレオロジー、六方最密構造鉄のレオロジーなどの地球深部物質の流動変形の性質が調べられている。

1. はじめに

地球のマントルは大部分が固体岩石であるが、1000°C を超える高い温度のため地質学的な長い時間の中では流体として振舞っている (Fig. 1)。そのような地球深部での固体の変形と流動の性質の理解には、地球深部に相当する高温高压下で実際に地球の物質を変形する実験的研究が重要な役割を担っている。高压力下の変形実験には固体圧またはガス圧の変形試験機が用いられてきたが、20 世紀から用いられてきた試験機のうちで比較的高い圧力下の実験が可能で Griggs 型固体圧試験機での発生圧力は約 3 GPa に限られていた。これは地球マントルの最上部に相当する深さ約 100 km までしか再現することができないことを意味する。21 世紀に入って以降、地球のより深部での物性を探るための高压変形実験装置が相次いで開発された (D-DIA 装置 [1], 回転ドリッカマー装置 [2], DT-Cup 装置 [3])。これらの装置によってより高压下での固体の変

形と流動の性質を実験的に調べることが出来るようになってきたものの、試料の大きさや形状が限定される問題から精密な実験が可能な圧力条件は 10 数 GPa 程度に限られていた。これでは、体積の上で地球の半分以上を占める下部マントル (深さ 660 km 以上) の物質の詳しい性質について調べることが困難である。

このような状況のなか、我々は新学術領域研究「核—マントルの相互作用と共進化—統合的地球深部科学の創成—」の一環として、2017 年 3 月に高エネルギー加速器研究機構, PF-AR, ビームライン NE7A に D111 型装置のシステムを構築した。そして、この実験システムを用いてマントル遷移層, 下部マントル, 内核といった地球深部の物質の物質のレオロジー (変形と流動の性質) を明らかにしつつある。本論文では、D111 型装置を用いて進められている地球深部物質のレオロジーの研究の現状を紹介する。なお本論文の内容は西原ほか [4] を再構成したものであり、掲載にあたっては著作権者の日本高圧力学会の許諾を得ている。

2. D111 型装置を用いた高温高压変形実験

D111 型装置の写真と概念図を Fig. 2 に示す。上下に分割されるガイドブロック (guide block) には上下それぞれに差動ラム (D-ram) が内蔵されており、これは油圧により駆動することができる。一段目アンビル (first-stage anvil) は 3 個ずつ組み合わされ上下ガイドブロック内に設置されているが、その中心部に六角柱型の空間が設けられ、この空間に 3 本のピストン (piston) がはめ込まれて

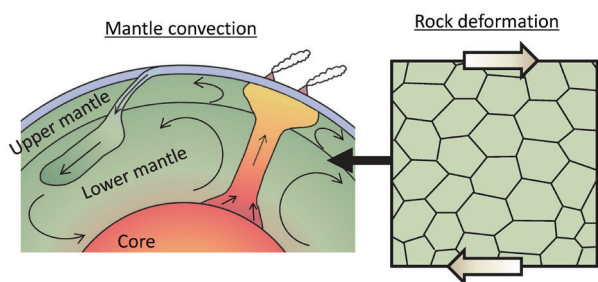


Figure 1 Schematic illustration of mantle convection and rock deformation in the Earth's interior.

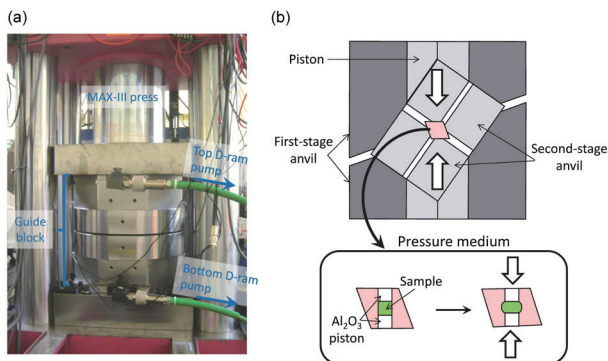


Figure 2 (a) A photograph of D111-type apparatus installed at KEK. (b) A schematic cross section of pressure medium and anvils in D111-type guide block (modified after ref. [4]).

いる [5]。ガイドブロック全体の中心部には、8個の立方体二段目アンビル (second-stage anvil) と八面体形状の圧力媒体 (pressure medium) を組み合わせたアセンブリをそのまま設置し実験を行う。(Mg,Co)Oなどのセラミックス半焼結体の圧力媒体内部には、中心部に試料を、試料上下には硬い Al_2O_3 ピストンを配置する。以上のような設計により、メインラム荷重を印加し圧力媒体およびその内部の試料に圧力をかけた状態で差動ラムを前進 (または後退) させ、ピストンと上下二段目アンビルを通じて圧力媒体ひいてはその内部の試料を変形することができる。このようなタイプの変形実験装置はもともと Hunt *et al.* [3] によって開発されたもので、D111型装置はそれを大型化したものにあたる。なお、装置名の「D111」は、変形を意味する Deformation の頭文字と圧縮・変形方向が「111方向」であることに由来している。

ガイドブロックの最高差動ラム荷重は上下各 314 tf である。これを PF-AR のビームライン NE7A に設置されている 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 700 tf での実験が可能で「D111型装置」が構成される。Hunt *et al.* [3] の装置では差動ラム荷重とメインラム荷重が最高でそれぞれ 62, 413 tf しかなかったため、実験可能な圧力が最高 18 GPa にとどまっていた。大型化された D111型装置では発生可能な荷重が大きく拡大されており、最高約 30 GPa の高圧下での変形実験を実現できる。これは従来困難だった地球下部マントルの条件 (圧力 >23 GPa) での変形実験が可能になることを意味する。

高温高圧変形その場観察実験では、まず試料を含む圧力媒体にメインラム荷重を印加し高圧力を発生させる。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圧下の試料の圧縮変形を行う。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を Fig. 3 に示す。50–60 keV の単色 X 線を圧力媒体中の試料に照射しラジオグラフィ像および二次元 X 線回折パターンを収集する。ラジオグラフィ像は YAG または GAGG 蛍光体と CCD または CMOS カメラを用い、二次元 X 線回折パターンはフラ

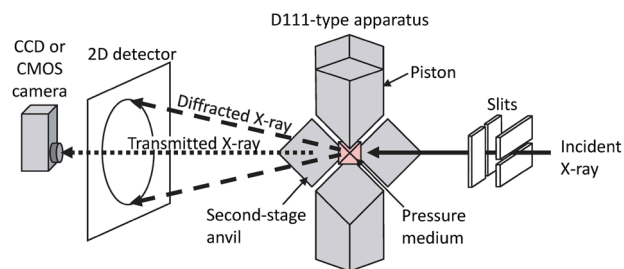


Figure 3 A schematic illustration of experimental system at a beamline NE7A, PF-AR, KEK (modified after ref. [4]).

ットパネルセンサーを用いて撮影する。通常は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、cBN などの X 線を透過する材料でできたアンビルまたは円錐形の掘り込みを施した超硬合金アンビルを用いて、その場での二次元 X 線回折測定を可能にしている。このようにして得られたラジオグラフィ像から試料の歪を、また二次元回折パターンから圧力と差応力を決定する。

3. オリビン・スピネル相転移と変形の相互作用

固体地球で駆動するプレートテクトニクス型のマントル対流を理解する一つの鍵が、マントル遷移層 (深さ約 400–700 km, 圧力約 14–23 GPa) を通過する沈み込んだ海洋プレート (遷移層スラブ) の挙動である。遷移層スラブ

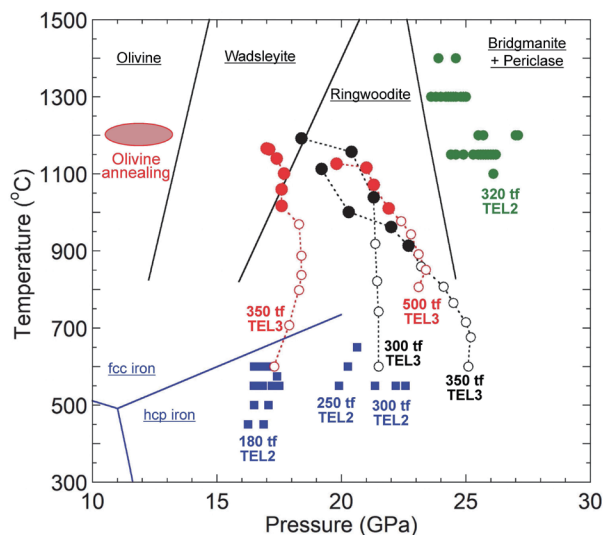


Figure 4 Pressure and temperature conditions of experiments using D111-type apparatus at KEK (modified after ref. [4]). Green circles are deformation conditions of bridgmanite and post-spinel. Blue squares and lines are deformation conditions of hcp iron and phase boundaries in iron [10], respectively. Red and black circles are pressure-temperature paths in four series of the olivine-ringwoodite transformation experiments in shear with and without annealing prior to the transformation, respectively (solid symbols indicate ringwoodite appeared). Black lines are phase boundaries in Mg_2SiO_4 [11–14]. TEL denotes truncation edge length of the second-stage anvils in mm.

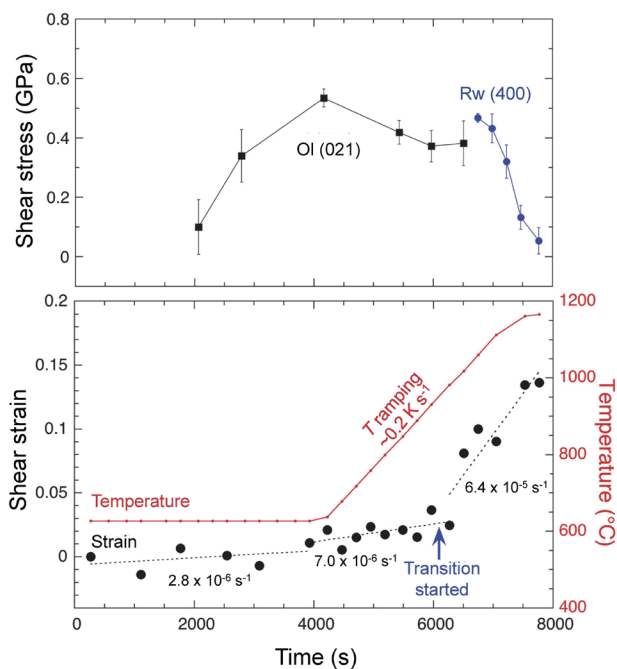


Figure 5 Changes of stress and strain during the olivine–ringwoodite transformation in shear at ~18 GPa with increasing temperature (modified after ref. [4]). The pistons were advanced with a constant rate of 200 $\mu\text{m h}^{-1}$.

は硬い下部マントルから抵抗を受けて深発地震を起こすとともに大変形して折れ曲がる場合が多い。それには遷移層で起こるオリビン–スピネル（ウォズレアイトおよびリングウッドイト）相転移が深く関与しているとされている。特にスラブの低温下では相転移が過剰圧状態で非平衡に進行するため細粒化が起こりやすく、それが大きな変形強度の低下を引き起こすことが指摘されている（例えば [6]）。その実証には非平衡相転移と塑性流動が相互作用する現象を解明する必要があるが、D111 型装置の開発によりその直接的な実験研究が可能になった。

オリビンの焼結多結晶体を出発物質として、圧力 15–25 GPa で 600°C から 1200°C 付近へ昇温させながら剪断変形実験を行い、オリビン–リングウッドイト相転移の進行と変形挙動をその場観察した (Fig. 4)。圧力 18 GPa 付近で得られた結果を Fig. 5 に示す。上下差動ラムの変位速度は一定にしているが剪断歪速度は一定ではなく、相転移の開始に同期して顕著に上昇している。そのときの差応力は昇温の効果もあるが、特に相転移の進行とともに顕著に低下している。この相転移にともなう試料の変形強度の大きな低下は、より過剰圧の大きい圧力 22 GPa 付近でより顕著であった。このようにマントル遷移層圧力下で相転移と変形の相互作用をその場観察できている。将来的には、相転移にともなう時間変化する岩石のレオロジーをより高い時間・空間分解能でその場観察することを目指したい。

4. ブリッジマナイトとポストスピネルのレオロジー

地球下部マントルは約 70 vol.% を占めるブリッジマナイト¹⁾ (以下 Brg) と約 20 vol.% を占めるフェロペリクレ

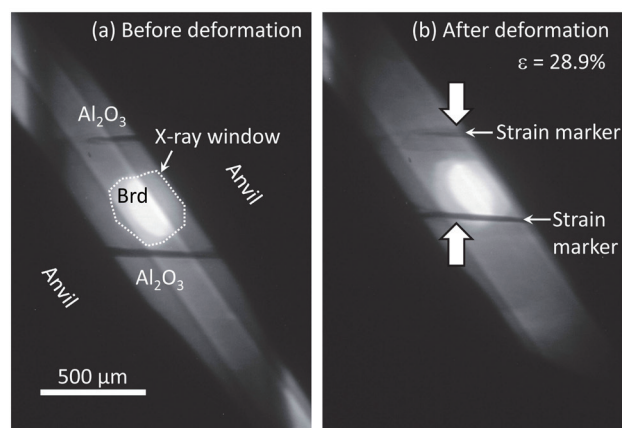


Figure 6 The X-ray radiographs at ~24–27 GPa taken (a) before and (b) after deformation (modified after ref. [4]). The maximum strain reached about 30%.

ース²⁾ (以下 Fp) から主に構成されている (パイロライトモデル)。下部マントルは上部マントル・遷移層に比べて高粘性率であるだけでなく、下部マントル中の粘性率は深さとともに大きく上下することが地球物理学的観測から報告されている。この深さに伴う粘性率変化を理解するためには Brg 単相の粘性率の知見が重要である。Brg 単相の粘性率を明らかにするため、Brg 多結晶焼結体を用いて高温高压一軸変形実験中のその場応力–歪測定を行った。変形条件は温度 1200–1400°C、圧力 ~24–27 GPa、歪速度 2.5×10^{-6} – $4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ である (Fig. 4)。Fig. 6 に示すように、最大歪量は約 30% に達した。一回の変形実験中に歪速度および温度を変えた測定により応力依存性・温度依存性を精密に決定した。その結果、Brg 単相の応力指数は 3 と求まり、本研究の実験条件では高温型べき乗則 (転位) クリープが支配的であることが明らかとなった。このメカニズムが支配的であることは温度依存性の結果からも支持される。また、同様な一軸変形実験に基づいた報告のあるマントル遷移層主要鉱物のウォズレアイト・リングウッドイトと比べて、Brg 単相は高粘性率を持つことが明らかになった。

Brg は Fp に比べ圧倒的に高い粘性率を持つことから、塑性変形の進行とともに硬い Brg に代わって軟らかい Fp が下部マントルの粘性率を支配するようになり下部マントル全体の粘性率の低下が起きる可能性が指摘されている。この可能性を検証するため、Brg : Fp のモル比が 1 : 1、体積比が約 2 : 1 となる混合物 (ポストスピネル) を用いた高温高压剪断変形実験を行った。回転ドリッカー装置を用いて剪断変形実験を行なった先行研究 [7] では、一定歪速度の変形において歪量 γ が約 0.3 以上で Brg にかかる応力の明らかな低下が報告されている。その一方で、我々の実験では最大歪量 γ が約 1 に達しても Brg の明らかな応力低下は観察されない。今後さらに実験を行うことで、どのような条件下でどちらの鉱物が粘性率を支配するのかを明らかにしたい。

¹⁾ ペロフスカイト構造で (Mg,Fe)SiO₃ の化学組成を持つ鉱物

²⁾ 岩塩構造で (Mg,Fe)O の化学組成を持つ鉱物

5. 六方最密構造 (hcp) 鉄のレオロジー

地球の中心に位置する固体金属の内核には特異な地震波異方性が存在する。これは内核における何らかの物質移動現象によって生み出されていると考えられる。そして、この物質移動現象がどのような駆動力によるかは、内核冷却速度と内核粘性率の値に依存している [8]。このため内核を構成する hcp 鉄の流動変形の力学的性質を決定し内核の物質輸送の実態に迫ることを目指している。

鉄の焼結多結晶を用いて、一定歪速度における一軸圧縮変形実験を行った。変形の条件は温度 450–600°C、圧力 16.3–22.6 GPa、歪速度 1.5×10^{-6} – $8.8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ である (Fig. 4)。変形中の応力の変化を様々な条件で測定し (Fig. 7)、定常流動応力が決定された。結果から総合的に判断すると、約 500°C 以上の高温とそれ以下の低温ではそれぞれ異なる変形機構が卓越していることが示唆される。高温機構は応力指数がおよそ 4 程度であり、格子拡散が律速する高温型べき乗則クリープであると考えられる。一方で、低温機構は転位芯拡散が律速する低温型べき乗則クリープであると考えられ、また約 400°C 以下では顕著なべき乗則の崩壊を伴っている。内核条件でべき乗則クリープが支配的変形機構であると仮定し、融点規格化に基づいた見積もりを行うと、内核条件での hcp 鉄の粘性率は約 $10^{18} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上の高い値を持つことが示唆される。

6. おわりに

最高圧力 27 GPa、最高温度 1400°C での定量的な応力・歪測定をともなった変形実験が D111 型装置を用いて実現されている。これにより従来の装置では調べることが困難だった高温高圧下の地球深部物質のレオロジーが明らかにされつつある。今後の技術開発によってさらに高い圧力下の変形実験が実現され、D'' 層の地震波速度異方性の成因 (例えば [9]) をはじめとするマントル深部のレオロジーに関連した問題が解き明かされることが期待される。

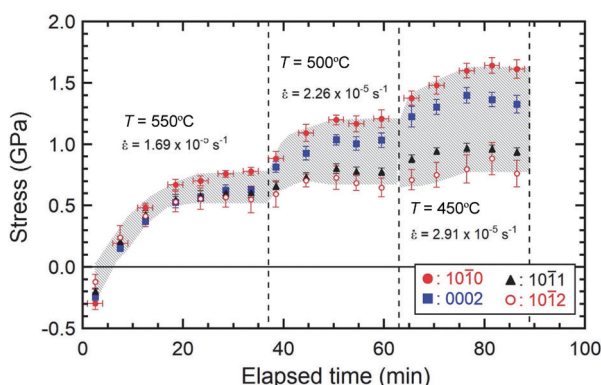


Figure 7 Plots of stress versus elapsed time in the deformation experiments of hcp iron at temperature of 550, 500, and 450°C and pressure of 16.5–16.3 GPa with strain rates in a range of 1.7 – $2.9 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (modified after ref. [4]). Stress values were determined from the four diffraction peaks of hcp iron (1010, 0002, 1011, and 1012).

7. 謝辞

D111 型装置の製作および立ち上げ作業でご協力いただいた Simon Hunt 博士 (University of Manchester), David Dobson 教授 (University College London), 大内智博准教授 (愛媛大学), 山本周平氏 (C&T ファクトリー), 鈴木昭夫准教授 (東北大学), 亀卦川卓美博士, 若林大佑助教, 船守展正教授 (KEK), Fang Xu 博士 (Sorbonne Université) に深く感謝します。本稿で紹介した研究でご支援をいただいた松影香子教授 (帝京科学大学), 坪川祐美子助教 (九州大学), Andrew Thomson 講師 (University College London), 森悠一郎氏 (東京大学) に謝意を表します。この研究における実験は、KEK 放射光実験課題 2016G016, 2016G598, 2017PF-02, 2017PF-07, 2018G024, 2018G059, 2018G591 によって行われました。この研究は科学研究費補助金、新学術領域研究 (15H05827), 基盤研究 (B) (15H03749), 基盤研究 (A) (19H00723), 基盤研究 (S) (18H05232) を受けて行われました。

引用文献

- [1] Y. Wang, W.B. Durham, I.C. Getting, and D.J. Weidner, *Rev. Sci. Instrum.* **74**, 3002 (2003).
- [2] D. Yamazaki and S. Karato, *Rev. Sci. Instrum.* **72**, 4207 (2001).
- [3] S.A. Hunt, D.J. Weidner, R.J. McCormack, M.L. Whitaker, E. Bailey, L. Li, M.T. Vaughan, and D.P. Dobson, *Rev. Sci. Instrum.* **85**, 085103 (2014).
- [4] 西原遊, 辻野典秀, 久保友明, 山崎大輔, 土居峻太, 今村公裕, 芳野極, *高圧力の科学と技術* **30**, 78 (2020).
- [5] S.A. Hunt and D.P. Dobson, *Rev. Sci. Instrum.* **88**, 126106 (2017).
- [6] T. Kubo, S. Kaneshima, Y. Torii, and S. Yoshioka, *Earth Planet. Sci. Lett.* **278**, 12 (2009).
- [7] J. Girard, G. Amulele, R. Farla, A. Mohiuddin, and S. Karato, *Nature* **351**, 144 (2016).
- [8] M. Lasbleis and R. Deguen, *Phys. Earth Planet. Inter.* **247**, 80 (2015).
- [9] A. Tommasi, A. Goryaeva, P. Carrez, P. Cordier, and D. Mainprice, *Earth Planet. Sci. Lett.* **492**, 35 (2018).
- [10] F.P. Bundy, *J. Appl. Phys.* **36**, 616 (1965).
- [11] H. Morishima, T. Kato, M. Suto, E. Ohtani, S. Urakawa, W. Utsumi, O. Shimomura, and T. Kikegawa, *Science* **265**, 1202 (1994).
- [12] A. Suzuki, E. Ohtani, H. Morishima, T. Kubo, Y. Kanbe, T. Kondo, T. Okada, H. Terasaki, T. Kato, and T. Kikegawa, *Geophys. Res. Lett.* **27**, 803 (2000).
- [13] T. Irifune, N. Nishiyama, K. Kuroda, T. Inoue, M. Isshiki, W. Utsumi, K. Funakoshi, S. Urakawa, T. Uchida, T. Katsura, and O. Ohtaka, *Science* **279**, 1698 (1998).
- [14] T. Tsuchiya, *J. Geophys. Res.* **108**, 10.1029/2003JB002446 (2003).

(原稿受付日: 2020 年 8 月 31 日)

著者紹介

西原遊 Yu NISHIHARA



愛媛大学地球深部ダイナミクス研究
センター 准教授
〒 790-8577 愛媛県松山市文京町 2-5
TEL: 089-927-8150
e-mail: yunishi@sci.chime-u.ac.jp

略歴：2003年東京工業大学大学院理工学研究科博士課程修了 博士（理学），2003-2004年Yale大学ポスドク研究員，2004年日本学術振興会特別研究員PD（東京大学物性研究所），2004-2008年東京工業大学大学院理工学研究科地球惑星科学専攻助手（21世紀COE）・助教（21世紀COE），2008-2013年愛媛大学上級研究員センター上級研究員，2013年より現職。
最近の研究：地球深部の輸送特性の実験的研究，熱電対起電力の圧力効果。

辻野典秀 Noriyoshi TSUJINO
岡山大学惑星物質研究所 助教
e-mail: tsujino@okayama-u.ac.jp

久保友明 Tomoaki KUBO
九州大学大学院理学研究院 教授
e-mail: kubotomo@geo.kyushu-u.ac.jp

山崎大輔 Daisuke YAMAZAKI
岡山大学惑星物質研究所 准教授
e-mail: dy@misasa.okayama-u.ac.jp

土居峻太 Shunta DOI
愛媛大学地球深部ダイナミクス研究センター 修士課程
(研究当時)

今村公裕 Masahiro IMAMURA
九州大学大学院理学府 博士課程 (研究当時)

芳野極 Takashi YOSHINO
岡山大学惑星物質研究所 教授
e-mail: tyoshino@misasa.okayama-u.ac.jp