

建設・改造ビームラインを使って

AR-NE7A における単色 X 線を用いた変形実験

白石 令, 大谷栄治

東北大学理学研究科地学専攻

1. はじめに

地震や火山、造山運動といった地表での活動的な現象が見られるのは、地球内部でマントル対流が起きているからである。また、全マントル規模での物質の循環や化学進化の鍵を握るのもマントル対流である。このマントル対流をミクロな視点から見ると、構成する岩石・鉱物の塑性流動で説明される。従って、地表から深部にわたるまでの様々な地学現象を解明するためには、構成鉱物のレオロジー特性（塑性流動特性）を調べる必要がある。

レオロジー特性は、試料にかかる応力とひずみ速度の関係を求めることによって理解される。応力とひずみ速度の測定に加えて、地球内部を再現するために高い圧力と高い温度を発生させる必要がある。2 GPa を越える高圧力条件における応力とひずみ速度の測定には、現在のところ、放射光を用いるのが最も有力とされている [1,2]。応力は、結晶の格子面間が弾性変形していると仮定し、格子面間のひずみ（格子ひずみ）を二次元 X 線回折パターンより求め、格子ひずみと弾性定数より導出する。ひずみ速度は、サンプルの長さ変化を X 線透過像より測定する。これら応力とひずみ速度の測定には十分に強い単色 X 線が必要で、新設 AR-NE7A ビームラインはそれを可能としている。

ここでは、AR-NE7A における単色 X 線を用いた応力とひずみの測定方法について説明するとともに、新しく導入した変形試験装置を用いた鉱物の変形実験の一例を紹介したい。

2. ビームラインの移設

単色光を用いた変形実験は、14C2 ビームラインにて予備的な実験が行われてきた。既設の高圧発生装置 MAX-III に、東北大、大谷栄治教授が導入した DIA 型の変形実験用ガイドブロックを組み込むことによって実験を行っている。2009 年 7 月より超高圧ビームラインが BL-14C2 から AR-NE7A へ移設し、現在は AR-NE7A で実験を行っている。移設に伴い、改善された点は、単色光の強度が増した点、ハッチのスペースが広くなり変形実験とその他の実験の切り替え作業がスムーズに行えるようになったことの二点である。

これまで BL-14C2 で使用していたモノクロメーター、Si(220) が、移設に伴い変更され (AR-NE7A では、Si(111))、光の強度が大幅に増した。Fig. 1 に、両ビームラインで取得した標準試料 CeO_2 の一次元 X 線回折パターンを示す。この強度増加によって、X 線回折線の取得時間がそれまでの 20 分から 3 分へ短縮することができた。変形実験にお

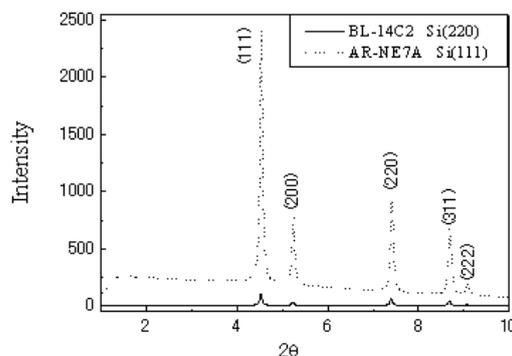


Figure 1 X-ray diffraction patterns for CeO_2 obtained at BL-14C2 (bold line) and AR-NE7A (dotted line). Intensity corresponds to one minute exposure.

いて、応力測定は可能な限り連続的に行うのが好ましく、この時間短縮によって、より質の高いデータが得られるようになった。理想的には、断続的に応力測定を行うことが望ましく、さらに時間短縮を狙うためには、測定システムの変更など、例えば二次元 X 線回折線の取得方法をこれまでのイメージングプレートを用いる方法から CCD を用いる方法への移行などが必要と考えられる。

AR-NE7A では、DIA 型変形試験装置、パリ・エジンバラプレス、さらにパーマキュービックプレスなど、様々なモジュールのプレスをそれぞれのユーザーが持ち込み、実験が行われている。これらのプレスを、よりスムーズに交換できるよう、交換用テーブルが設置された。これにより、ユーザー交代時に行う準備・調整作業行程の大幅な時間短縮がはかれるようになった。

3. 応力とひずみ量の測定

エネルギー 50 keV の単色 X 線を試料に照射し、その透過像と回折線を取得する。試料の変形量であるひずみ量は、試料の X 線透過像を YAG 結晶と CCD カメラを用いて撮影することによって得られる。撮影した X 線透過像より変形中の試料の長さを観測し、ひずみ速度を求める。応力測定は、イメージングプレートを用いて取得した X 線回折パターンのピークのシフト量、つまりデバイ環のひずみ量より計算される。透過像と回折パターンを取得するための露光時間は、それぞれ 10~30 秒、3~5 分で行っており、透過像と回折パターンを交互に取得し時分割データを得ている。

得られた二次元 X 線回折パターンを azimuth 角 (ϕ) 10 度ごとに分割し一次元の回折パターンを得て、d 値を導出したのち、下記 (1) 式より指数 (hkl) ごとの格子ひずみ

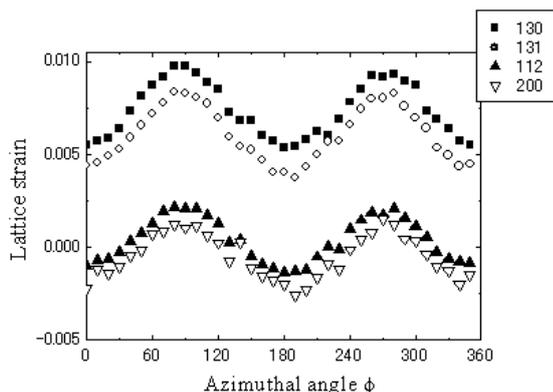


Figure 2 An example of the azimuthal dependence of lattice strain in deformed fayalite (130), (131), (112), and (200) reflections.

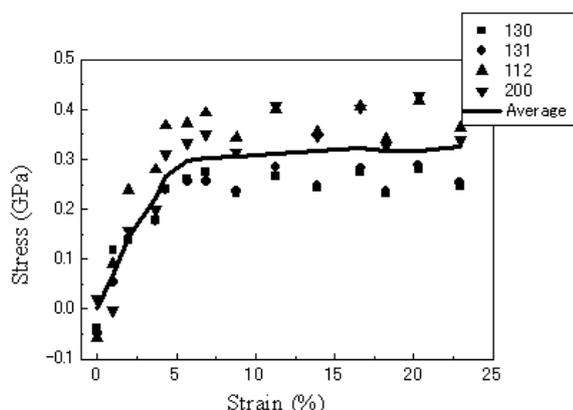


Figure 3 Representative stress-strain curves of the deformed fayalite at a confining pressure of 3.3 GPa at 1073K.

$\epsilon_i(hkl)$ を求める [3]。変形したファイヤライトの格子ひずみの一例を Fig. 2 に示す。試料は一軸方向に圧縮変形されており、azimuth 角が 90 度、270 度が圧縮軸方向に相当する。格子ひずみは、圧縮軸方向に最大値をとっているのが確認できる。

$$\epsilon(\phi, hkl) = \epsilon_p - \epsilon_i(hkl)(1-3\sin^2\phi) \quad (1)$$

格子間は応力によって弾性変形しているものとみなし、既知の弾性定数 [4] と求めた格子ひずみにより応力が導出される。そのようにして求めた応力と試料のひずみの関係を示す、応力ひずみ曲線の代表例を Fig. 3 に示す。ひずみ量が 5~10% 程度で応力が一定となり、定常状態で試料が変形している。また、使用する指数により示す応力が 0.2~3 GPa 程度異なるため、ここでは、これらの平均値をサンプルにかかる応力と解釈している。AR-NE7A での現状では、応力とひずみの時分割データを取得するにあたっての個々のデータ間隔は、時間にして 10 分前後、ひずみ量にすると数%程度である。変形中の応力状態は、試料の温度に敏感で、また相転移や粒成長が起こると応力は急激に変化すると考えられる。そのような変化を見逃さず、実験データを正しく解釈するためには、データの取得間隔をさらに狭くすることが必要である。

4. ファヤライトの変形実験

マントルを構成する主要な鉱物オリビンの鉄端成分であるファヤライトを出発物質として変形実験を行った。圧力の測定は Au の状態方程式 [5] を用い、W3%Re-W25%Re 熱電対で温度を測定した。実験条件は、圧力が 2~4 GPa、温度が 500~800°C である。試料の変形は、変形装置の上下ピストンを一定速度で進ませ、一軸圧縮することで行われた。ひずみ速度に換算すると、 10^{-6} ~ 10^{-4} s⁻¹ 程度であり、この種の変形実験では一般的なものである。このようにして多数回行われた変形実験より、ファヤライトの流動則を実験的に求めることに成功した。応力指数の値や組織観察などから、この条件においてファヤライトは、拡散クリープで変形した可能性が高いことがわかった。また、鉄成分を多く含むファヤライトは、Mg 成分に富むマントルに実存するオリビンよりも非常に柔らかい性質をもつことが明らかになった [6]。

5. おわりに

日本における放射光を用いた超高压下での変形実験は、AR-NE7A ビームラインにて、始まったばかりである。特に、測定システムなどで、まだ改善すべき点は多く残っているが、変形装置そのもののポテンシャルは高く、今後、多くの有意義な変形実験が行われていくと確信している。改善すべき点としては、前述のとおり、X線回折パターンの取得時間、取得間隔を短縮し、応力データを可能な限り連続的に取得できるようにすることがあげられる。また、現状で、AR-NE7A での変形実験の最高発生圧力は、7 GPa で、地球内部の深さに換算して考えると、約 200 km 弱で上部マントルと呼ばれる層に対応する。そこで、下部マントルや核といった、さらに深部の情報を得るためには、試料部周りの材質やサイズに関して、さらなる工夫が必要になる。7 GPa の圧力を発生するために必要な荷重は 100 ton あまりで、プレスの最大荷重は 700 ton であるので、今後、さらに大きな容積、高い圧力の発生が可能と期待される。

最後に、実験を行うにあたり多大なるサポートをくださった、物構研の亀卦川卓美博士、東北大学の鈴木昭夫博士、小池佑太氏、九州大学の久保友明博士、土井菜保子氏、岡山大学の下宿彰博士に、心から感謝申し上げます。

引用文献

[1] J.H. Chen, D. Weidner, and M. Vaughan, *Phys. Earth Planet. Inter.* **143**, 347 (2004).
 [2] T. Uchida, Y.B. Wang, M.L. Rivers, and S.R. Sutton, *Earth Planet. Sci. Lett.* **226**, 117 (2004).
 [3] A.K. Singh, *J. Appl. Phys.* **73**, 4278 (1993).
 [4] E.K. Graham, J.A. Schwab, S.M. Sopkin, and H. Takei, *Phys. Chem. Mineral.* **16**, 186 (1988).
 [5] O.L. Anderson, D.G. Isaak, and S. Yamamoto, *J. Appl. Phys.* **65**, 1534 (1989).
 [6] R. Shiraishi, E. Ohtani, T. Kubo, N. Doi, A. Suzuki, A. Shimojuku, T. Kato and T. Kikegawa, in preparation.