

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 5月21日現在

機関番号：13801

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2008～2011

課題番号：20340137

研究課題名（和文）計装化圧子圧入法による岩石の力学的不均質性のマッピング

研究課題名（英文）Mapping of mechanical hardness in rocks with depth-sensing nanoindentation technique

研究代表者

増田 俊明（MASUDA TOSHIAKI）

静岡大学・理学部・教授

研究者番号：30126164

研究成果の概要（和文）：1つの岩石にも力学的に硬い部分と軟らかい部分が分布している。本研究では超微小硬度計を利用して、非常に狭い部分での硬さを的確に測り、それを岩石表面の広い範囲で繰り返し行うことで、どこが硬いか、どこが軟らかいかの分布（硬さのマッピング）を調べる技術を提案した。超微小硬度計をアクティブ防振台の上に設置して、不規則振動による実験の失敗の確率を激減させた。また、測定項目としてループエネルギーを圧痕深さの有効性を強調した。

研究成果の概要（英文）：Rocks consist of parts with various mechanical hardnesses. I propose in this study a technique of mechanical mapping to reveal a distribution of harder parts and softer parts within a well-polished surface of rocks with a depth-sensing nano-indentation tester. Introduction of an active damper to nano-indentation technique is very effective to reduce irregularity for measuring the depth of indentation due to tremor. I emphasise in this study that the loop energy and the depth of indentation are the most fundamental data for further analysis of mechanical mapping.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	5,000,000	1,500,000	6,500,000
2009年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2010年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2011年度	2,100,000	630,000	2,730,000
総計	11,500,000	3,450,000	14,950,000

研究分野：構造岩石学

科研費の分科・細目：地球惑星科学、地質学

キーワード：超微小硬度計、鉱物、ループエネルギー、圧痕、定荷重変位、点接触変形、不均質性、アクティブ防振台

## 1. 研究開始当初の背景

岩石・鉱物の化学組成を研究する分野では、化学組成のマッピングはすでにEPMAを利用することにより普通に行われている。一方、岩石・鉱物の力学を研究する分野では、

まだ力学的性質をマッピングする方法論すらも確立されていない状況であった。申請者はこの研究により、力学的性質をどのようにマッピングすれば良いのかを検討しようとした。

## 2. 研究の目的

研究の目的は次の3つである。

(1) 硬さマッピングの方法(技術)を高度化し、実用化すること。

高解像度の硬さマッピングを行うためには、圧痕間の距離を短くして測定する必要がある。

(2) 力学的不均質性の原因に関する定量的な検討を始めること。

硬さの分布が応力場をどのように反映しているのか、がポイントである。

(3) 力学的不均質性が原因となって生じる(と思われる)現象についての検討を始めること。

例えば、剪断帯がどのようなメカニズムで形成されるのか?あるいは、地震発生の素過程へのアプリケーションは可能か?

## 3. 研究の方法

超微小硬度計を利用して、岩石表面に圧痕を形成し、その形状や圧痕形成に必要なエネルギーの計測を行うことにより1つの点での硬さの定量化をする。一つ一つの点での計測を、広い範囲で系統的に行い、表面全体の硬さマッピングを行う。

(1) アクティブ防振台の導入

これにより、計測中に起こる不規則な振動(例えば廊下を誰かが歩くことによる振動、エレベーターの作動による振動、ドアを閉めるときの振動など)による失敗計測を大幅に減らそうとした。

(2) 何を計測すれば硬さの分布をしっかりと表現できるのかについて検討を行う。すなわち、これまでのビッカース硬度の測定は、圧痕壁面の湾曲情報を取り入れていないことによる不確定要素を含んでいるので、研究開始時には最適とは思わなかった。そこで、ビッカース硬度に変わる信頼できる硬さの指標についての検討をする必要があった。

## 4. 研究成果

(1) 圧痕の距離を短くするために、アクティブ防振台を導入し、超微小硬度計をその上にセットした。これにより、計測中に起こる不規則な振動(例えば廊下を誰かが歩くことによる振動、エレベーターの作動による振動、ドアを閉めるときの振動など)による失敗計測を大幅に減らすことができ、実験の安定性が増した。

(2) 何を計測すれば良いか、という基本的な問題に答えを出せた。すなわち、ループエネルギーと圧痕の深さが最適な計測対象であることがわかった(図1)。他の計測対象、例えばオリバとファーによる弾性率の測定法については、荷重を加えたときの装置そのものの変位がしっかりわからないので、大きな誤差を含んでいることが判明した。ビッカース硬度よりもマイヤー硬度の方が起こっている現象を表現するのにふさわしい指標であることも明らかになった。

(3) 精密な計測を行った結果、圧痕の深さは1秒間に3回程度、1~2ナノメートル程度振動していることがわかった(図2)。この原因は未だに不明である。さらに、変位データに不規則なドリフトが発生することも確認した。ドリフトの最大値は0.6nm/秒程度である。これについても原因はまだわからない。これらの不確かさを考慮し、どの程度の精度で計測ができるか、についてはほぼ把握した。

(4) モース硬度1~9の鉱物等で、ループエネルギーと圧痕の深さのデータが、システムティックに配列していることが判った(図3)。図3の左側に硬い鉱物のデータがプロットできたが、モースの硬度の順番と一部入れ違う鉱物もあった。

(5) 同じ荷重(30mN~100mN)で実験を行った場合に各鉱物のループエネルギーと圧痕の深さのデータは、ほぼ直線上に乗ることがわかった(図4)。

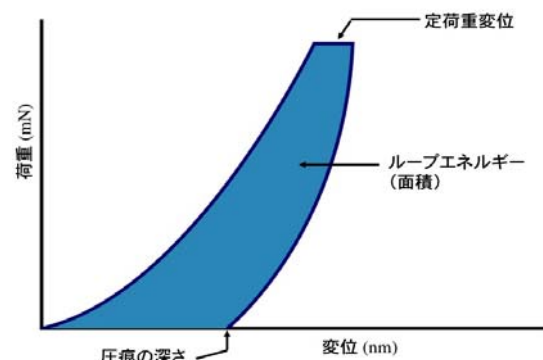


図1. 測定対象

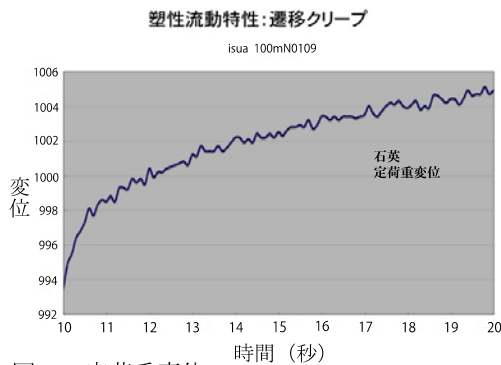


図2. 定荷重変位

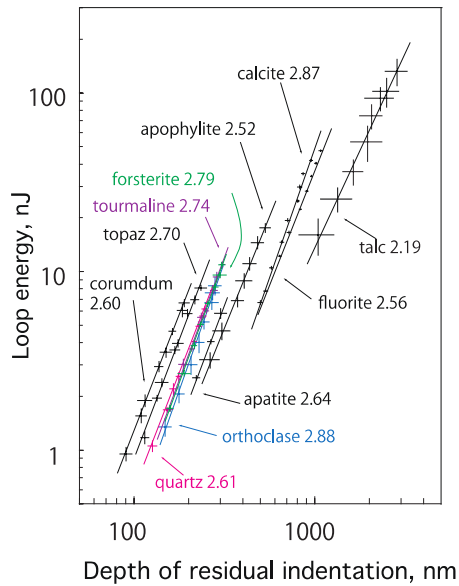


図3. 圧痕の深さ - ループエネルギー  
同一鉱物を直線で結んだもの。

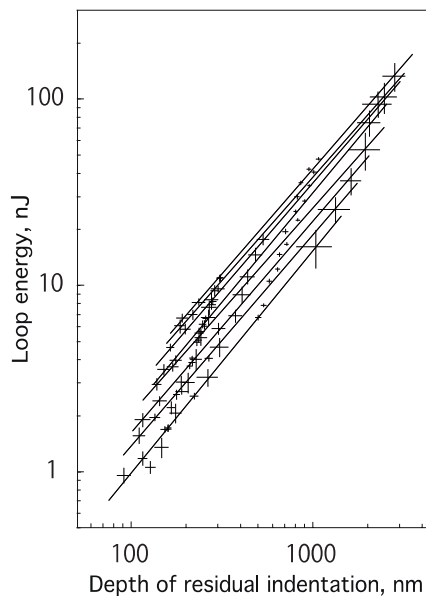


図4. 圧痕の深さ - ループエネルギー  
同一荷重を直線で結んだもの。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計4件)

- ① Masuda, T., Miyake, T., Enami, M., 2011. Ultra-high residual compressive stress (>2 GPa) in a very small volume (<1  $\mu\text{m}^3$ ) of indented quartz. *American Mineralogist*. 査読有り、Vol. 96、pp. 283-287.
- ② Masuda, T., Miyake, T., Kimura, N., Okamoto, A., 2011. Application of the microboudin method to palaeodifferential stress analysis of deformed impure marbles from Syros, Greece: Implications for grain-size and calcite-twin palaeopiezometers. *Journal of Structural Geology*. 査読有り、Vol. 33、pp. 20-31.
- ③ Kimura, N., Nakayama, S., Tsukimura, K., Miwa, S., Okamoto, A., Masuda, T., 2010. Determination of amphibole fracture strength for quantitative palaeostress analysis using microboudinage structures. *Journal of Structural Geology*. 査読有り、Vol. 32、pp. 136-150.
- ④ Masuda, T., Nakayama, S., Kimura, N., and Okamoto, A. 2008. Magnitude of  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ , and  $\sigma_3$  at mid-crustal levels in an orogenic belt: Microboudin method applied to an impure metachert from Turkey. *Tectonophysics*. 査読あり、Vol. 460、pp. 230-236.

[学会発表] (計13件)

- ① 増田俊明・松村太郎次郎・大森康智. 深成岩貫入岩体の周囲の応力場: 接触変成面構造パターンの多様性. 日本地質学会第118年学術大会・日本鉱物科学会2011年年会合同学術大会. 2011年9月11日. 茨城大学.
- ② 大森康智・増田俊明. 超微小硬度計を用いた変成岩中の力学的不均一性の測定. 日本地質学会第118年学術大会・日本鉱物科学会 2011年年会合同学術大会. 2011年9月11日 茨城大学.
- ③ 森谷祐介・大森康智・増田俊明. 石英表面における点接触部の高速圧力溶解. 日本地球惑星科学連合2011年大会. 2011年5月24日. 千葉県幕張メッセ国際会議場.
- ④ 増田俊明・尾吹萌・桑谷立・大森康智・木村希生・岡本敦・鳥海光弘. Klamath Mountainで発見した角閃石の paracrystalline microboudinage 構造: 差応力-歪曲線の復元. 日本地質学会富山大会. 2010年9月18日.

富山大学.

⑤ 増田俊明・尾吹萌・桑谷立・大森康智・木村希生・岡本敦・鳥海光弘. 角閃石のパラクリスタラインマイクロブーディンの発見. 日本地質学会富山大会. 2010年9月18日. 富山大学.

⑥大森康智・木村希生・岡本敦・増田俊明. 西アルプスの紅簾石片岩のマイクロブーディン構造を用いた応力歪解析. 日本地質学会岡山大会. 2009年9月6日. 岡山理科大学.

⑦増田俊明・櫻井涼子・三宅智也・山之内未来・大森康智・針金由美子・岡本敦. 圧痕形成に於ける平行四辺形の法則の提唱. 日本地質学会岡山大会. 2009年9月6日. 岡山理科大学.

⑧増田俊明・三宅智也・木村希生・岡本敦. 差応力値の比較: マイクロブーディン法-方解石双晶法-再結晶粒径法. 日本地質学会秋田大会. 2008年9月21日. 秋田大学.

⑨大森康智・増田俊明. 超微小硬度計による岩石微細構造の力学的不均質性の解明: 測定精度の評価. 日本地質学会秋田大会. 2008年9月21日. 秋田大学.

⑩井元恒・道林克禎・増田俊明. 高温高压実験による石英の結晶成長過程の研究: 結晶方位異方性の効果. 日本地質学会秋田大会. 2008年9月21日. 秋田大学.

⑪増田俊明・伊計秀明・大森康智・釘宮康郎・遅れ破壊によるナノメートルスケールの断層の出現. 日本地球科惑星連合2008年大会. 2008年5月26日. 千葉県幕張メッセ.

⑫井元恒・道林克禎・増田俊明. 石英の結晶成長過程における結晶方位異方性の効果. 日本地球科惑星連合2008年大会. 2008年5月26日. 千葉県幕張メッセ.

⑬吉田康宏・勝間田明男・岩切一宏・國友孝洋・熊澤峰夫・増田俊明. 静岡県森町から送信されているアクロス信号の解析 - 伝達関数の特徴 -. 日本地球科惑星連合2008年大会. 2008年5月26日. 千葉県幕張メッセ.

[図書] (計1件)

増田俊明, 朝倉書店, はじめての応力, 2010, 168.

[その他]

ホームページ等

<http://www.sci.shizuoka.ac.jp/~geo/staff/Masuda/Masuda.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

増田 俊明 (MASUDA TOSHIAKI)

静岡大学・理学部・教授

研究者番号: 30126164

### (2) 研究分担者

なし

### (3) 連携研究者

榎並 正樹 (ENAMI MASAKI)

名古屋大学・大学院環境学研究科・教授

研究者番号: 20168793