

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 6 月 9 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26610171

研究課題名(和文)内熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いた地球惑星物質科学の展開

研究課題名(英文)Development of internally-heated diamond-anvil cell in the field of Earth and planetary materials science

研究代表者

三部 賢治 (Mibe, Kenji)

東京大学・地震研究所・助教

研究者番号：10372426

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：地球惑星内部の構造やダイナミクス、マグマの生成や地球内部進化等を理解するため、内熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いて高温高压実験を行った。内熱式ダイヤモンドアンビルセルとは、サンプルと共にダイヤモンドの間に組み込んだ金属箔ヒーターに電圧をかけて加熱する実験法である。サンプルの温度は、加熱したサンプル及びヒーターからの熱放射のスペクトルから決定される。本研究では内熱式抵抗加熱に加えてレーザー加熱を併用し、サンプル部の温度勾配をより小さくするシステムを整備した。

研究成果の概要(英文)：In order to understand the properties of materials in the Earth and planetary interior, the experimental system for the internally-heated diamond-anvil cell was newly developed. The sample in the diamond-anvil cell was mainly heated by the electrical resistive heating of a metal foil. In addition to the resistive heating, the continuous laser was simultaneously used for heating in order to reduce the temperature gradient within the samples under high pressure and temperature conditions. With this laser in pulsed wave mode, on the other hand, the heaters and other experimental parts can be prepared by cutting metal foils. The temperature of the sample can be determined by the spectral analysis of the thermal radiation emanating from the sample. This system will be used for clarifying the properties of the various kinds of materials in the Earth and planetary interior.

研究分野：地球惑星内部物質科学

キーワード：high-pressure high-temperature

## 1. 研究開始当初の背景

地球惑星内部物質の相関係やその固体・液体状態の物性を調べることは、地球及び惑星内部の構造やダイナミクス、マグマの生成や地球内部進化等を理解する上で必要不可欠である。近年、焼結ダイヤモンドアンビルを用いた川井型マルチアンビル(例えば 山崎, 2011)やレーザー加熱式のダイヤモンドアンビル等の高温高压発生手法の発展により、ポストペロプスカイト相の発見( Murakami et al., 2004 Science; Oganov & Ono, 2004 nature)や、下部マントル条件下の鉄を含む鉱物( Badro et al., 2004 Science; Li et al., 2004 PNAS)やメルト( Nomura et al., 2011 nature)中のスピン転移に関する研究等、地球深部を理解する上で極めて重要なことがら次々と明らかにされつつある。しかしながら現在までのところ、川井型マルチアンビルでは発生圧力上限が下部マントル最下部やコアには達しておらず、一方、レーザー加熱式のダイヤモンドアンビルセルは温度勾配や温度測定の誤差が大きといった問題があり、どちらの装置も万能というわけではない。

そこで本研究では、「内熱式ダイヤモンドアンビルセル(例えば Zha & Bassett, 2003 Rev. Sci. Instr.)」という上記2種類の装置の利点を併せ持つタイプの高温高压発生装置を用い、装置の改良を加えた上でこれを地球惑星内部物質の研究に応用し、世界の高温高压実験業界に第3の流れを作ることを目指す。

## 2. 研究の目的

地球惑星内部の構造やダイナミクス、マグマの生成や地球内部進化等を理解するため、内熱式ダイヤモンドアンビルセルを用いて高温高压実験を行う。内熱式ダイヤモンドアンビルセルとは、サンプルと供にダイヤの間に組み込んだ金属箔ヒーターに電圧をかけて加熱する実験法であり、レーザー加熱式よりも長時間均質にサンプルを加熱することが可能であるという利点をもつ。実際の地球内部物質の実験に先立ち、これまでの内熱式による研究よりもサンプル部分の温度勾配を小さくすることや、さらに高压を発生するなどのための改良を行い、また、この装置をメルトの研究にも使用できるような試料部の構成を新たに開発することを目指す。その後、地球内部のさまざまな固体及び液体サンプルについて、相境界や物理化学的性質を調べる実験を開始する。また、地球内部で水が存在する状況下でのマグマの生成や地球内部物質の化学分化などを理解するために、含水ペリドタイト系の第2臨界点近傍の水流体、シリケイトメルト、超臨界流体マグマの化学組成を決定する実験を平行して行う。こちらのデータは、将来的に内熱式ダイヤモンドアンビルセルでの実験がすすんだ場合に、地球内部の物質の分化などを総合的に理解する

ときに役立つデータとなる。

## 3. 研究の方法

### (1) 内熱式ダイヤモンドアンビルセルによる実験

内熱式によるダイヤモンドアンビルセルでは、サンプルと供に金属箔製のヒーターを一对のダイヤモンドアンビル内にセットし、そのヒーターに電圧をかけることにより抵抗加熱する手法である。加熱用電源としては、直流安定化電源を用いる。サンプルとヒーターは高温になると、その温度に応じて熱放射を発する。この熱放射スペクトルを分光学的に観測することにより、温度測定が可能である。

ステージ上に置かれたダイヤモンドアンビルセル内のサンプルとヒーターからの熱放射は、超焦点対物レンズ、各種光学系、光ファイバーを通過し、分光器へと導かれる。分光器では約 400~800nm までの領域のスペクトルを CCD に取り込み、このスペクトルデータはパソコンに送られる。パソコン上ではソフトウェアにより黒体放射を仮定してフィッティングされ、温度が決められる。

圧力はサンプルと供にセットしたルビーからの蛍光線、あるいはアンビルのダイヤモンドからのラマンスペクトル等の圧力変化から決めることが可能である。圧力測定に使用するためのレーザーラマン分光システムはすでに本申請者の研究室に設置されているものを用いている。このラマン分光システムと本研究で新たに設置された分光システムは、防振台上に設置されたステージ上にダイヤモンドアンビルセル本体を載せてそのステージがレール上を動くことにより、2つの光学システム間をスムーズに移動することが可能となっている。そこで、高温高压でサンプルからのラマンスペクトルを取り、すぐその直前直後には熱放射スペクトルを取ってサンプルの温度を決定する、といった使い方が可能である。

### (2) 含水ペリドタイト系の第2臨界点近傍流体相の化学組成につて

上部マントルに水が存在する場合、温度圧力の上昇にしたがい、水に溶解するシリケイト成分量が増加する。それと同時に、シリケイトメルト中に溶解する水の量も増加する。その結果、水を主成分とする流体と含水シリケイトメルトが共存する場合、第2臨界点で2つの相は完全に混和し、その臨界点以上の温度圧力条件下では、1つの相である超臨界流体マグマとなる。本研究では Mibe et al., (2007) の急冷回収試料の化学分析を行い、第2臨界点近傍での水流体、シリケイトメルト、超臨界流体マグマの化学組成を EPMA のブロードビームにより決定した。

## 4. 研究成果

### (1) 内熱式ダイヤモンドアンビルセルによ

る実験について

本研究では、測温システムに加え、近赤外線ファイバーレーザーを1台購入した。このレーザーの発振波長は約 1070nm であり、最大出力は 50 ワットである。このレーザーは、パルス発振と連続発振の両方のモードの出力が可能である。パルスレーザーモードにして使用すると金属箔を切断することが可能であり、ダイヤモンドアンビル実験で使用するヒーターやガスケットの作製が可能である。この加工には、サンプルステージは X, Y, Z の 3 軸方向の直線移動に加え、回転ステージも取り付けられているため、金属箔を直線や円弧など任意の形状に切断することができるシステムを、比較的安価に達成されたものとなっている。一方、連続発振モードにして使用すると、ダイヤモンドアンビルセル内のサンプルをレーザー加熱することも可能である。本研究は内熱式の抵抗加熱を行うことがメインの課題ではあるが、この内熱加熱方式では最高温度が 2000 程度と限られるため、それ以上の温度が必要な場合は補足的にレーザー加熱も併用できるシステムとなっているのである。また、2000 以下の実験においても、内熱抵抗加熱とレーザー加熱を併用することにより、サンプル部の温度勾配をより小さくすることが可能となることが期待される。

温度圧力の測定や、実験に必要なパーツの作製環境が整った後、対物レンズ下に温度校正用の光源を設置し、放射温度計のキャリブレーションを行った(図)。これにより、実験に必要な全ての準備が整ったこととなる。



図．超焦点対物レンズ下に設置された光源を用いて熱放射温度計の校正が行われる。

今回整備されたこの研究環境を用いて、今後地球内部のさまざまな固体及び液体サンプルについて、相境界や物理化学的性質を調べる実験を行っていきたい。

(2) 含水ペリドタイト系の第2臨界点近傍流体相の化学組成につて  
含水ペリドタイト系の第2臨界点に近い3GPa

付近において、含水シリケートメルトの化学組成はコマチアイトマグマに近く、一方この含水メルトと共存する水流体の化学組成は高マグネシア安山岩に近いということが明らかになった。第2臨界点よりも高压である4GPaでは、化学組成はコマチアイト的な1相の超臨界流体マグマであった。世界各地の様々な時代の様々なテクトニックセッティングにおいて、コマチアイト的な超マフィック火成岩と高マグネシア安山岩的な火成岩がほぼ同時期に同じ場所に噴出している例がいくつも報告されている。本研究により、このような共存した超マフィック火成岩と高マグネシア安山岩は、高压下においてメルト・フルイドの不混和現象により同時に生成した可能性があることが示唆される。この成果は南アフリカ共和国で開催された万国鉱物学会議において発表された(学会発表)。

<引用文献>

山崎大輔, 焼結ダイヤモンドアンビルを組み込んだ川井型高压装置による圧力発生, 高压力の科学と技術, Vol. 21 (2011) No. 4, 272-277, 2011

Murakami, M., K. Hirose, K. Kawamura, N. Sata, and Y. Ohishi, Post-perovskite phase transition in  $MgSiO_3$ , Science, Vol. 304, 855-858, 2004

Oganov, A. R., and S. Ono, Theoretical and experimental evidence for a post-perovskite phase of  $MgSiO_3$  in Earth's D" layer, nature, 430, 445-448, 2004.

Badro, J., J. P. Rueff, G. Vanko, G. Monaco, G. Fiquet, and F. Guyot, Electronic transitions in perovskite: possible nonconvecting layers in the lower mantle, Science., Jul 16;305(5682):383-6, 2004

Li J, V. V. Struzhkin, H-K. Mao, J. Shu, R. J. Hemley, Y. Fei, B. Mysen, P. Dera, V. Prakapenka, and G. Shen, Electronic spin state of iron in lower mantle perovskite. Proc. Natl. Acad. Sci. USA, Vol. 101, 14027-14030, 2004

Nomura, R., H. Ozawa, S. Tateno, K. Hirose, J. Hernlund, S. Muto, H. Ishii, and N. Hiraoka, Spin crossover and iron-rich silicate melt in the Earth's deep mantle, 473, 199-202, 2011

Zha, C-Z., and W. A. Bassett, Internal resistive heating in diamond anvil cell for in situ x-ray diffraction and Raman scattering, Rev. Sci. Instr. Vol. 74, No. 3, 1255-1262, 2003

Mibe K., M. Kanzaki, T. Kawamoto, K. N. Matsukage, Y. Fei, and S. Ono, Second critical endpoint in the peridotite-H<sub>2</sub>O system, J. Geophys. Res., 112, B03201, doi:10.1029/2005JB004125, 2007

## 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)

[学会発表](計 2件)

Mibe K., and Y. Kono, Elastic Wave Velocity of Antigorite up to 5 GPa and 500 °C, 25th annual Goldschmidt conference, 2015年08月19日, Prague, Czech Republic

Mibe, K., and T. Kawamoto, Chemical Compositions of Coexisting Aqueous Fluid and Silicate Melt in the Vicinity of Second Critical Endpoint in the System Peridotite-H<sub>2</sub>O and Their Bearing on the Possible Origin of Komatiite and Boninite by Liquid- Fluid Immiscibility, 21st General Meeting of the International Mineralogical Association, 2014年09月02日, Gauteng, South Africa

## 6. 研究組織

(1)研究代表者

三部 賢治 (MIBE, Kenji)

東京大学・地震研究所・助教

研究者番号: 10372426