

研究種目：若手研究（A）

研究期間：2006～2008

課題番号：18686072

研究課題名（和文）流体包有物の新展開 ―デクレピテーション応力評価法―

研究課題名（英文）Novel application of fluid inclusions decrepitation for stress estimation

研究代表者

関根 孝太郎（SEKINE KOTARO）

東北大学・流体科学研究所・助教

研究者番号：70361194

研究成果の概要：

流体包有物の破壊現象であるデクレピテーションについて、その応力依存性を実験的に評価した。その結果、デクレピテーションにより生じたき裂の進展挙動から、デクレピテーションが生じた時に鉱物に作用している応力場を類推できる知見を得た。また、外力を作用させた石英薄片を偏光顕微鏡で観察すると、光弾性効果によりレタレーションの変化が生じる。このレタレーション変化により鉱物内の応力分布を評価できる可能性が明らかとなった。

交付額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	5,600,000	1,680,000	7,280,000
2007年度	4,100,000	1,230,000	5,330,000
2008年度	2,500,000	750,000	3,250,000
年度			
年度			
総計	12,200,000	3,660,000	15,860,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・地球・資源システム工学

キーワード：応用地質

## 1. 研究開始当初の背景

岩石中にはほぼ普遍的に、流体を含む数～数十マイクロ程度の空隙が内包されている。これは流体包有物と称され、捕獲された流体の密度や組成分析から鉱物が晶出した温度や鉱物の成長時に周囲に存在していた流体の組成を把握する手段として広く応用されてきた。流体包有物の温度測定では、顕微鏡下にて包有物を加熱し、液相と気相が一相になる温度、すなわち均質化温度を測定するが、さらに昇温し続けると包有物内の水圧の上昇により、包有物に引張破壊が生じる。これは、一般にデクレピテーションと呼ばれてい

る。デクレピテーションは、実験室における流体包有物の加熱実験により観察される他、包有物の捕獲後に大きな温度・地殻応力場の変化が生じるような変成岩中の流体包有物中にも見いだされる。そのため、包有物が経験した温度・地殻応力場の変化を類推する目的で、包有物のデクレピテーション実験が行われ、主要な造岩鉱物についてデクレピテーションに要する包有物内圧の大きさやデクレピテーションの組織的な特徴が明らかにされた。しかしながら、このようなデクレピテーション実験の多くは、大気圧条件下や静水圧圧縮条件下のような、等方的な外力条件

下で実施されており、包有物がおかれている異方的な応力環境がデクレピテーションに与える影響については、十分評価されていなかった。

一方で、現位置地殻応力測定の有効な一手法として水圧破砕法が知られている。水圧破砕法では、円筒形の坑井内部の一區間をパッカーにて密閉し、設けられた加圧区間に送水することで、き裂を初生・進展させる。地殻応力の主軸はき裂の進展方向から、またその大きさは送水による坑井内水圧の変化から求めることができる。

水圧破砕法と流体包有物のデクレピテーションでは、加圧区間の外形の違いにより、水圧によって壁面に誘起される応力場にこそ違いはあるが、き裂の進展方向は包有物の周辺の鉱物内に生じている引張応力によって支配されるため、き裂の進展方向によって包有物まわりの微小領域における応力の主軸方向を決定可能である。また、デクレピテーションを発生させるために要する水圧は、包有物の温度測定によって決定可能である。したがって、流体包有物のデクレピテーションを利用することで、上記の2つの計測値から鉱物中の微小領域に生じている応力場を比較的容易に決定できる可能性がある。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、デクレピテーションの応力依存性を評価することである。これにより、これまでに評価することの出来なかった鉱物粒子サイズの微小領域における応力を評価できる手法の礎を築くことにある。応用として、天然下で発生したデクレピテーションからの応力情報の抽出や岩石コアサンプルを用いた地殻応力評価に発展することを視座する。

## 3. 研究の方法

デクレピテーションの応力依存性を実験的に評価するため、既知の応力場にある包有物のデクレピテーションをその場観察する。与えた包有物まわりの応力場と生じたき裂の進展方向およびデクレピテーションが発生した時の包有物内水圧に着目する。

上述の実験を行うためには、岩石薄片の側方より任意の外力を与えつつ、薄片を加熱することができる載荷ユニット付き加熱ステージが必要である。最大荷重 2kgf、最高温度 500°C の仕様を満足する顕微鏡加熱ステージは、存在しないことから、本研究において設計・製作した。載荷ユニットの動作については、光弾性実験により確認した。温度については、人工流体包有物の均質化温度により校正した。

デクレピテーション実験の試料には Minas Gerais 産の水晶を用いた。同水晶には、均質

化温度が 140°C 程度で大きさ 10~20 $\mu\text{m}$  の低塩濃度流体包有物が多く含まれている。c 軸に直交および平行な面を有する厚さ 100~200 $\mu\text{m}$  程度の両面琢磨薄片を一边が 5.2mm 四方となるよう整形したものを試験片とした。載荷ユニットによって、試験片表面に平行な方向におよそ 15MPa の一軸圧縮応力を負荷し、昇温速度 15°C/min にて加熱し、デクレピテーションを発生させた。

## 4. 研究成果

研究初年度において、外形 5.2 x 5.2 mm 厚さ 200  $\mu\text{m}$  の岩石薄片の側面に任意の外力を与えながら、500°C まで加熱可能な載荷ユニット付き加熱ステージの作成を行った (図 1)。ばね弾性を利用した載荷ユニットにより加圧されている岩石薄片を熱セルからの熱伝導によって加熱する。加熱には、リンカム社製加熱冷却ステージの熱セルを流用した。互いに直交した載荷ユニットにより直交する 2 方向から任意の圧縮力を作用させることができる。荷重の大きさは、ステージ内に設置されたトランスデューサーによって把握することが可能であり、表示器によって値を読み取る。熱セルの温度調整はリンカム社製加熱冷却ステージコントローラーで制御する。200 $\mu\text{m}$  程度の石英薄片をステージにセットし、荷重を 2kgf まで負荷しても、石英薄片は破壊しなかった。

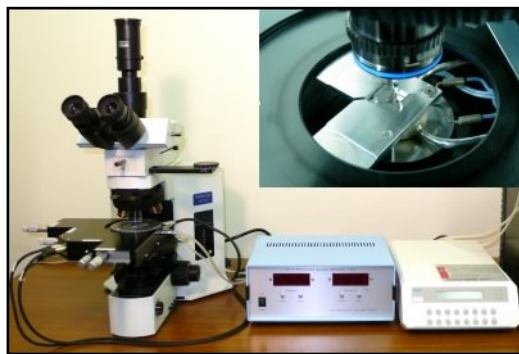


図 1. 載荷ユニット付き加熱顕微鏡ステージ (挿図: 同ステージ内部)

載荷ユニットにより外力を作用させた石英薄片を偏光顕微鏡により観察すると、石英の光弾性効果によって、干渉色の変化が生じる。そのため干渉色変化の 2 次元分布により、石英薄片中の応力分布を可視化することができる。そこで、石英試験片の中心部における光弾性効果によるレタデーション変化をベレックコンペンセーターにより測定した。これに基に光弾性定数を用いて応力値を求め、載荷ユニットによって作用させた外力との相関を求めた。図 2 は、横軸に載荷ユニットによって与えた応力の大きさ、縦軸に光弾性

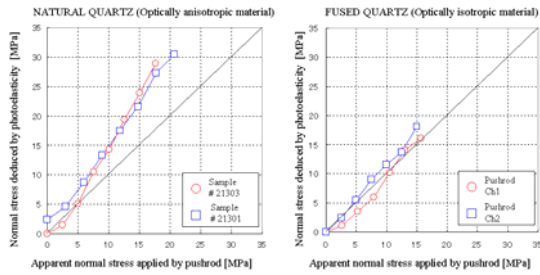


図 2. 光弾性効果から求めた応力と裁荷ユニットにより与えた応力との比較. 左: 石英, 右: 熔融石英ガラス

効果によるレタデーション変化から求めた応力の大きさをそれぞれ示している. 同図左は,  $c$  軸に直交する面でカットした石英薄片, 右は熔融石英ガラスについての結果である. これらの図から分かるように, 両者には, 比較的良好な線形関係が見られ, 熔融石英ガラスについては, ほぼ両者の値が等しいことが分かる. したがって, 製作した裁荷ユニットによって, 薄片に既知の圧縮応力を作用させることができることが分かる. なお, 石英の場合については, 縦軸と横軸の値が一致していないが, これは, 薄片の法線方向が  $c$  軸と完全に一致していない事による効果であると考えられる.

図 3 は, デクレピテーション実験における包有物内圧の変化を示している. 石英試験片に含まれる包有物の塩濃度は,  $2.9 \sim 4.8\text{wt.}\% \text{NaCl eq}$ , 均質化温度は,  $120 \sim 160^\circ\text{C}$  であり, デクレピテーションは  $180^\circ\text{C}$  付近, 内圧がおおよそ  $100\text{MPa}$  程度に達すると発生しはじめる (図 3).

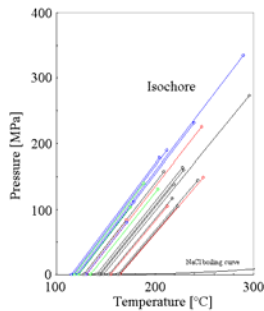


図 3. 包有物加熱時の内圧変化

デクレピテーションのその場観察により, デクレピテーション引張き裂は, 包有物外形の曲率の大きい部分から初生することが分かる. デクレピテーションによりき裂が初生後, き裂が薄片表面に達しない場合, さらに加熱によって, き裂は安定して成長する. 包有物内の流体が, き裂先端まで浸入していることから, き裂の進展はサブクリティカルき裂進展をしていることが予想される. 加熱時では, 生じたき裂の開口幅が大きく, 鏡下においてき裂を認識できるが, 実験後, 常温下では, き裂が閉じ認識しづらくなる. 図 4 は, 異なる結晶面方位を持つ石英薄片におけるデクレピテーションを示している. 左は,  $c$  軸に直交する薄片, 右は,  $c$  軸に平行な薄片

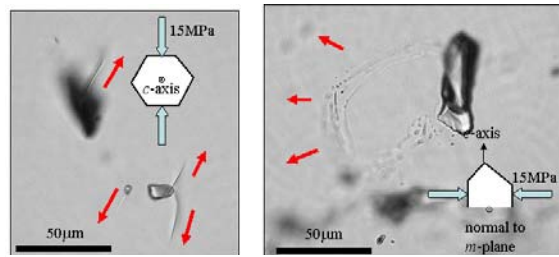


図 4. デクレピテーションき裂の進展 (左:  $c$  軸に直交する薄片を  $m$  面に直交する方向から一軸裁荷した場合, 右:  $m$  面に平行な薄片を  $m$  面に直交する方向から一軸裁荷した場合)

である. 挿図は, 結晶方位に対する外力の方向を示している. き裂は, 最大主応力方向へ進展する. き裂の初生位置が最大主応力方向から異なる場合では, 屈曲したき裂進展がしばしば観察される. 一方で, き裂面の方位は石英の結晶学的特徴によって支配され,  $m$  面と平行になる傾向を有する.

石英の破壊靱性値  $K_{IC}$  は, 結晶方位依存性を示すことが知られている. 表 1 は, 岩佐ら (材料, 1981) により求められた常温下での石英の破壊靱性値である.

表 1. 常温における石英の破壊靱性値

Plane	Direction	$K_{IC}$ [MN/m <sup>3/2</sup> ]
(0001) ( $c$ -plane)	[1210]	$1.15 \pm 0.03$
(0110) ( $m$ -plane)	[2110]	$0.97 \pm 0.02$
(0111) ( $z$ -plane)	[2110]	$0.86 \pm 0.03$
(1120) ( $a$ -plane)	[1100]	$0.85 \pm 0.02$
(1121) ( $s$ -plane)	[1100]	$0.94 \pm 0.05$
Fused silica (Wiederhorn, 1969)		0.79

$m$  面の破壊靱性値は,  $a$  面や  $z$  面のそれに比べて大きい. 一方で, 石英の線膨張係数は  $m$  面方向に大きいことが知られている. したがって, 石英における包有物のデクレピテーションは, 熱膨張の異方性を反映しているものと考えられる.

次に, 包有物内圧の上昇に伴う包有物まわりの応力場を把握する目的で, 加熱時における包有物まわりのレタデーション変化を観察した. 光弾性効果による干渉色の変化量は, 鉱物の結晶方位に対する観察する光線の入射方向や, 作用する外力の方向によって変化する. すなわち光学的に異方的な鉱物はガラス等の等方性材料と異なり, 光弾性定数にテンソル成分を持つ. したがって観察する条件によっては, 光弾性効果の観察が困難である場合がある. そこで, 光弾性効果が最も観察しやすいと考えられる  $c$  軸に直交する石英薄片について, 包有物を均質化温度以上に加熱

し、内圧が 70MPa 程度まで上昇した包有物周辺の干渉色変化を観察した。裁荷ユニットの校正実験において、15MPa 程度の外力によって、10nm 程度のレタデーション変化が発生し、顕著な干渉色の変化が生じるにも関わらず、包有物の内圧上昇によっては、同様の干渉色変化が観察されなかった。光弾性定数が温度により変化する、また、熱セルへの通電に伴う磁場の発生等、様々な原因が考えられるが、包有物の内圧上昇が干渉色変化を誘起しないことについては、研究期間内では明らかとすることができなかつた。しかしながら、本手法は鉱物の応力場分布を比較的容易に可視化できる方法であり、レタデーションを精度良く測定できれば、包有物がデクレピテーションに至るまでの応力場分布の変化を評価できると考えられる。

試験片に用いた石英薄片について、フッ化水素アンモニウム水溶液によるエッチング処理、およびカソードルミネッセンス観察による組織観察を行った。両者とも、デクレピテーションと強い相関を示すような組織が観察されなかったことから、結晶内部の欠陥が、デクレピテーションに与える影響は低いと結論できる。

#### 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 1 件)

- ① Kotaro Sekine and Kazuo Hayashi, Residual stress measurements on a quartz vein: A constraint on paleostress magnitude, Journal of Geophysical Research, Vol.114, No.B01404, 2009. 1. 17, 査読有り

[学会発表] (計 6 件)

- ① Kotaro Sekine and Kazuo Hayashi, Determination of residual stress in a quartz vein using x-ray diffraction technique, 6th International Workshop on WATERDYNAMICS, 2009.3.5, Sendai International Center, Japan.
- ② Kotaro Sekine and Kazuo Hayashi, Residual stress analysis on a rock using X-ray diffraction method, The 8th International Symposium on Advanced Fluid Information and 5th International Symposium on Transdisciplinary Fluid Integration, 2008. 12.20, Tohoku University, Japan.
- ③ 関根孝太郎, 林一夫, 石英中の流体包有物のデクレピテーション, 日本地熱学会平成 20 年学術講演会, 2008.11.1, 金沢大学.
- ④ Kotaro Sekine and Kazuo Hayashi, Reconstruction of paleostress state

associated with fossil fluid flow based on residual stress data, 日本地球惑星科学連合 2008 年大会, 2008.5.25, Makuhari Messe International Conference Hall, Japan.

- ⑤ Kotaro Sekine and Kazuo Hayashi, A bi-axial loading testers equipped heating microscope stage: investigation on stress controlled decrepitation crack, Abstract of European Current Research on Fluid Inclusions (ECROFI-XIX), 2007.7.17, University of Bern, Switzerland.
- ⑥ 関根孝太郎, 林一夫, 流体包有物のデクレピテーションを利用した応力測定法の開発計画, 日本地熱学会平成 18 年学術講演会講演要旨集, 2006. 11.21, 羽鳥湖高原交流促進センター.

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

関根 孝太郎 (SEKINE KOTARO)  
東北大学・流体科学研究所・助教  
研究者番号：70361194