

2011B1356

BL20XU

**X 線マイクロ CT を用いた高温高压におけるかんらん石中の
Fe-Ni-S メルトの三次元微細構造観察
In situ Observation of 3-D Fine Texture of Fe-Ni-S Melt in Olivine under
High Pressure and Temperature Using X-ray Micro-CT**

浦川 啓^a, 寺崎 英紀^b, 上杉 健太郎^c
Satoru Urakawa^a, Hidenori Terasaki^b, Kentaro Uesugi^c

^a岡山大学, ^b大阪大学, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aOkayama University, ^bOsaka University, ^cJASRI

かんらん石中の Fe-Ni-S メルトの平衡組織の観察を目的として、トモグラフィ用高压プレスを用いた高温高压'その場'X 線 CT 測定を行った。高压プレスの揺動などの高温高压 CT 測定の本質に関わる課題の洗い出しと対策を行った。しかしながら、圧力媒体からの散乱 X 線の影響により透過像から再構成した CT イメージが不鮮明になったため、当初の目的とした高分解能の三次元組織を観察できなかった。

キーワード： X 線マイクロ CT, 高压, 惑星核, マントル

背景と研究目的：

核・マントル分離過程は惑星形成期における主要な分化過程である。地球などの大きな天体では集積に伴い形成されたマグマオーシャンの中で鉄合金メルトが重力分離して核を形成する。一方、半径数百 km 程度の微惑星や原始惑星ではマグマオーシャンが形成されないため、浸透 (パーコレーション) により固体マントルから核が分離した可能性が示されている。微惑星や原始惑星の内部構造の形成プロセスを解明するためには浸透による核マントル分離過程の詳細を検討する必要がある。

これまでのところ、高温高压から急冷回収された試料の研究から鉄合金メルトの浸透現象が起きる条件 (メルト分率や圧力など) が明らかにされてきた。例えば、Terasaki et al.^[1]によると 3 GPa 以下の圧力では 2 面角が 60° 以下となって鉄合金メルトは浸透により移動できるが、3 GPa 以上では 2 面角が 60° を超えて鉄合金メルトはメルトポケット中に孤立する。しかしながら、これらの研究では急冷回収試料の組織観察から主要な結論が得られている。鉄合金メルトと珪酸塩が共存する組織は急冷により形状が変化する^[2]ため、2 面角測定などに影響を与えることが予想される。そこで、本研究では、BL20XU において高温高压トモグラフィ測定を実施し、Fe-Ni-S 融体のかんらん石中における三次元分布を明らかにすることを目的に実験を行った。

実験：

実験は BL20XU においてトモグラフィ用 80 トンプレス^[3]を用いて、トロイダル型対向アンビルを使用して行った (図 1A)。圧力媒体には X 線透過性の高いボロン-エポキシを使用した。加熱はグラファイトヒーターで行い、圧力は hBN (六方晶窒化ホウ素) の状態方程式から見積もった。

測定試料はかんらん石と Fe-Ni-S 合金の混合物から合成した。かんらん石は $(\text{Mg}_{0.76}\text{Fe}_{0.24})_2\text{SiO}_4$ 組成の粉末で、Fe-Ni-S 合金は $\text{Fe}_{56}\text{Ni}_{6}\text{S}_{38}$ 組成を持つ Fe と Ni, FeS の粉末混合物である。これを岡山大学理学部においてマルチアンビル装置を用いて 2 GPa, 1400 K で 15 時間ほど保持することにより、かんらん石中に Fe-Ni-S メルトが平衡状態で分布する組織を持つ試料を作成した。BL20XU では同じ圧力温度条件で X 線 CT 測定を行った。あらかじめ組織平衡化した試料を使用することにより、限られたビームタイムで平衡状態の組織観察が可能となる。

マイクロ CT 測定には 37 keV の単色 X 線を用いた。X 線透過像は 1920×1440 画素の CMOS カメラ (浜松ホトニクス社製 ORCA-Flash2.8) で検出した。CMOS カメラのピクセルサイズは 1.04 μm である。露光時間は 200 ms で、プレスを 180° 回転させて 1800 枚の透過像を撮影した。また、

試料と hBN 圧力マーカーの X 線回折パターンを CMOS 型フラットパネル検出器（浜松ホトニクス社製 C7942）で収集した。

結果および考察：

BL20XU では X 線 CT において 1 μm 程度の高い空間分解能が期待できるため、詳細な鉄合金メルトの空間分布データが得られることを期待した。しかしながら、ステージの揺動と圧力媒体による小角散乱から、オリビン中の鉄合金メルトの平衡組織の微細観察という点では当初の目的とした成果を得るには至らなかった。

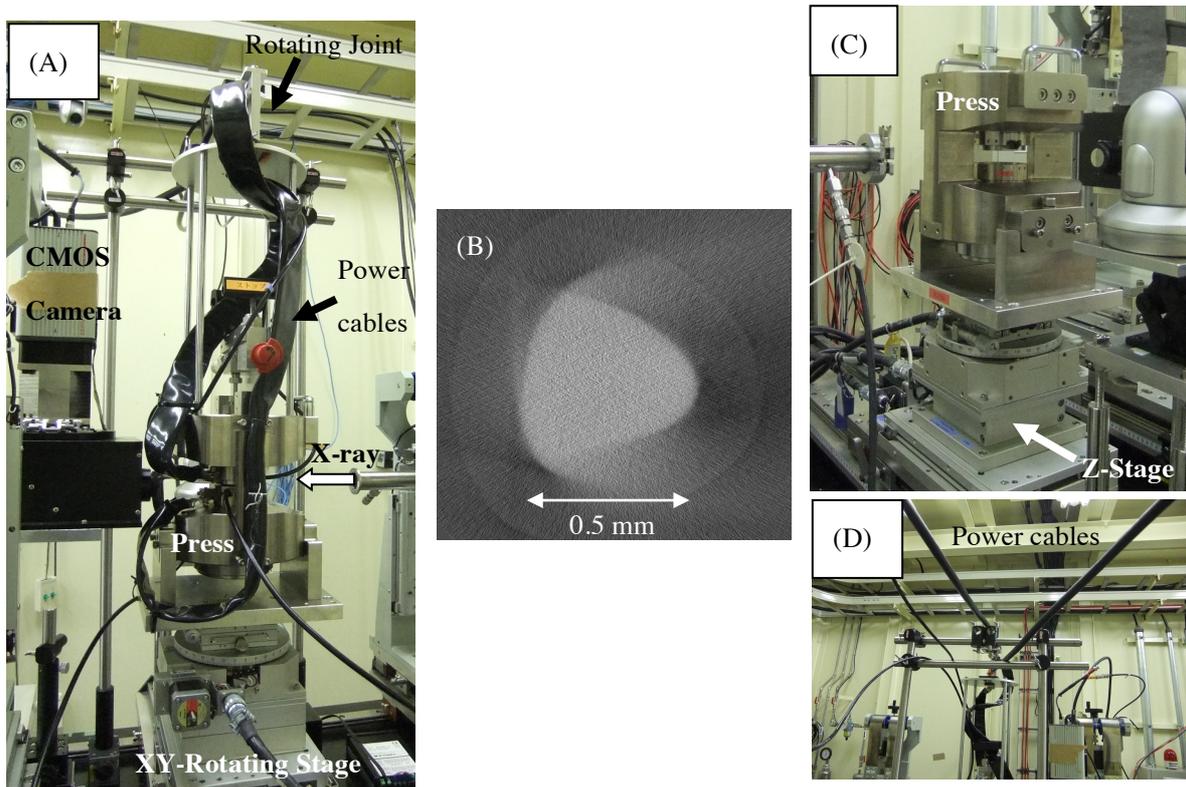


図 1. (A) BL20XU に設置されたトモグラフィ用高圧プレス。(B) プレスの揺動のため歪んだ断面 X 線 CT 像。(C) Z 軸ステージ。(D) 回転電極につながる電力ケーブルとその荷重を支える架台。

CT 測定中のステージの揺動は本質的な問題で、三次元イメージの再構築が不可能となる。ビームタイム中に一度、円筒試料の断面 X 線 CT 像が 3 回対称の形状に歪むという事象が観察された (図 1B)。揺動には二つの原因が考えられる。一つは、加熱用電力ケーブルからトモグラフィ用高圧プレスにかかる張力である。CT 測定中もプレス最上部に設置した回転電極を通して電力が供給される。電力ケーブルの自重によってプレスに力がかかる可能性がある。もう一つは、プレスを搭載したステージの強度不足である。トモグラフィ用高圧プレスの重量は 30 kg と比較的軽い、CT を撮るために XYZ ステージと回転ステージ、さらに軸芯出し用の XY ステージの上に載っている。このため重心が高くなっており、回転中に力がかかるとステージがたわんでしまう可能性がある。

プレスの揺動の問題は、剛性の小さい Z 軸ステージ (図 1C) を使用しないことと、電力ケーブルの重量が直接プレスに負荷されないようにすることで (図 1D)、正常な CT 測定が可能となった。

図 2 に示すようにトロイダル型対向アンビルの場合、試料の回りに大量の圧力媒体がある。X 線が透過する試料の厚さが 0.6 mm に対して、圧力媒体は 18 mm の厚さがある。加圧時には圧力

媒体は外側に流動するため、X線方向の圧力媒体はさらに厚くなる。圧力媒体のアモルファスボロンによるX線の散乱、特に小角散乱が透過X線に重畳される。このため、再構築した断面X線CT像においてBL20XUで期待される空間解像度を達成できないことになったと考えられる。図3にBL20XUで測定したかんらん石中のFe-Ni-S合金の分布状態を示す断面X線CT像を示す。プレスで加圧した場合(A)に比べ、通常のCT測定による断面像の解像度が高いことが明瞭にわかる。

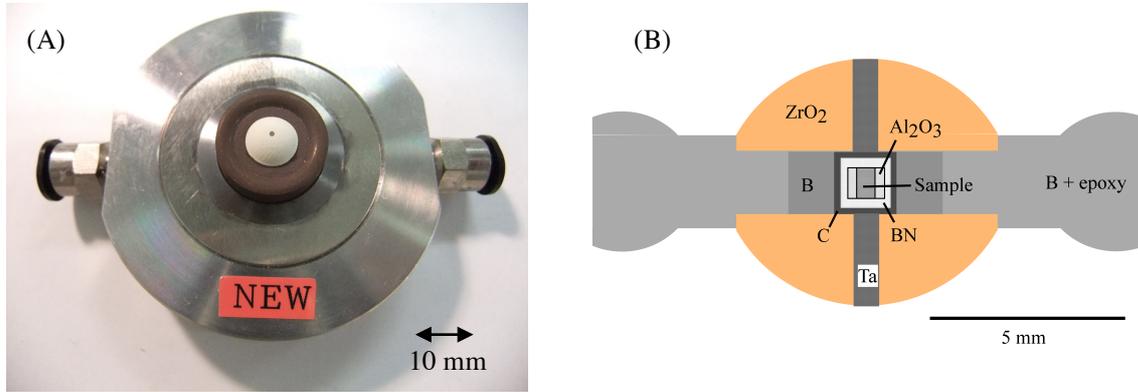


図2. (A) トロイダル型対向アンビルと圧力セル、(B) 圧力セルの断面図。

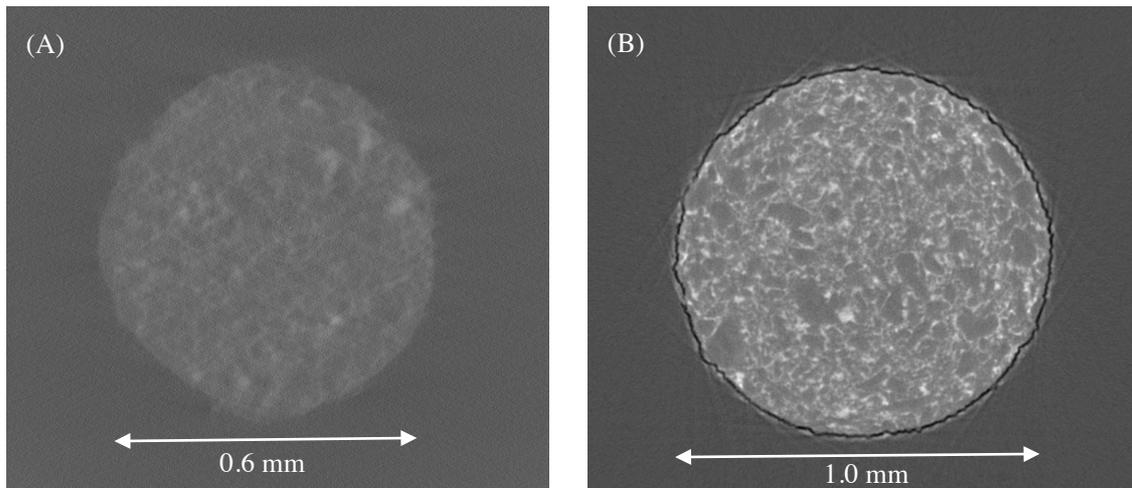


図3. X線CT像への圧力媒体の影響。(A) プレスを用いて測定した断面X線CT像(2 GPa, 1400 K)。解像度が低く、柱の影の影響(筋)が認められる。(B) 通常の測定法による急冷回収試料の断面X線CT像。いずれも、かんらん石とFe-Ni-S合金の混合物であり、BL20XUで測定した。

今後の課題：

圧力媒体の減量は散乱の効果を下げることにつながる。ボロン-エポキシ圧力媒体とポリカーボネートチューブを組み合わせることにより、X線方向のアモルファスボロンの厚さを半分にすることが可能となった。圧力媒体の散乱による解像度低下の対策の一つとして結像光学系の使用が考えられる。結像光学系は回折の影響を押さえて解像度を上げることが可能であることから^[4]、高压下のX線CTへの応用が期待される。

謝辞：

この研究は日本学術振興会科学研究費補助金 23340129 の助成を受けて行われた。

参考文献：

- [1] H. Terasaki et al., *Earth Planet. Sci. Let.*, **273**, 132-137 (2008).
- [2] H. Terasaki et al., *High Pressure Res.*, **28**, 327-334 (2008).
- [3] S. Urakawa et al., *J. Phys.: Conf. Ser.*, **215**, 012026 (2010).
- [4] 竹内晃久他, *放射光*, **16**, 44-48 (2003).

©JASRI

(Received: December 19, 2014; Early edition: March 25, 2015; Accepted: June 29, 2015;
Published: July 21, 2015)