

(SPRUC 2014 Young Scientist Award 受賞 研究報告)

高圧高温その場 X 線ラミノグラフィーで切り拓く 新しい超高压地球科学

愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター
野村 龍一

Abstract

地球内部の構造やダイナミクス、さらにはどのようにして地球が現在の姿になったのかを理解するためには、地球を構成する物質（ケイ酸塩や鉄合金）を地球深部に対応する超高压高温環境におき、その物理的・化学的性質を調べることが必要である。ダイヤモンドアンビル高圧発生装置によって地球中心までの超高压高温極限環境を静的圧縮下で実験室に再現できるようになった今、高圧試料から「何の」情報を引き出せるかといった測定の新しいアイデア・技術進化が地球科学に新たな知見を与えてくれる。本稿ではそのような一例として我々が現在開発を行っている、超高压その場での X 線ラミノグラフィーを用いた化学的 3D イメージング法について進展を紹介する。

1. はじめに

地球の内部はその中心から鉄合金でできたコア（深さ 2,900~6,400 km）、ケイ酸塩でできたマントル（深さ約 35~2,900 km）と地殻（地表までの深さ）からできている。マントルやコアといった地球深部は直接探査が困難で（ロシアのコラ半島超深度掘削坑が世界記録で深さ 12 km）、観測手段が地震波など間接的なものに限られている。地球内部は深くなるにつれて圧力、温度ともに増加し、マントル最下部では 136 GPa, 約 3,500°C、地球中心では 364 GPa, 約 5,000°C に達する（1 GPa はおよそ 1 万気圧）。このような地球内部の構造や進化、ダイナミクスを知るうえでは、実際の地球深部の圧力温度環境を実験室に再現し、地球を構成する物質の様々な物理的・化学的な性質を調べることが重要となる。

現在ではレーザー加熱式ダイヤモンドアンビル装置（図 1）を用いることで、地球中心までの圧力温度環境を実験室に再現できるまでになっている^[1]。ダイヤモンドアンビル装置では、向かい合う二つの尖ったダイヤモンドの間に微小な試料を挟み、圧力を封じ込めるためのガスケットとともに押し込み、圧力をかける。このようなジオメトリ上の制約の中で、様々な測定に関する試行錯誤や技術革新が常に地球科学に新しい知見をもたらしてきた。特に放射

光 X 線を利用することで「その場測定」の幅が広がり、飛躍的にサイエンスが発展してきた。

その中で我々は、はやぶさサンプルにも適用された化学的な X 線 3D イメージング法^[2]に着目し、高圧試料への適用を試みてきた。この手法では鉄の K 吸収端を挟む二つの X 線エネルギーを用いて試料の CT 撮像を行い、比較することで試料の密度分布のほか、鉱物種や組成（特に鉄濃度）といった化学的な情報も得られる。我々は以前、マントル物質の部分熔融液が鉄に富むこと^[3]を利用し、この手法を用いてマントル物質の融け始めの温度（ソリダス



図 1 ダイヤモンドアンビル装置 (DAC)。目的に合わせて様々な型の DAC が開発されている。右は本研究で開発したラミノグラフィー撮像用ダイヤモンドアンビル装置。対抗する 1 対のダイヤモンドアンビルの間に試料を挟み加圧する。白枠が組立後（実験時）の様子。

温度)を全マントル圧力下で決定した^[4]。これらの成果、地球科学的意義については本誌の過去の解説記事を参照されたい^[5]。

本稿ではその後の技術開発や、それによって展開されつつある新しい超高圧地球科学について紹介する。本研究はすべて大型放射光施設 SPring-8 のビームライン BL47XU で行われた。

2. 「高圧その場」化学的 3D イメージング

我々はまず、ダイヤモンドアンビル装置を用いた高圧その場でのイメージング手法開発を行った。従来、高圧その場での 3D イメージングには、X 線 CT 法がよく用いられてきた^[6]。しかしながら X 線 CT 法ではそのジオメトリ (図 2) から、(a) X 線が封圧ガasket を通過するため、ガasket 素材は X 線が透過するような軽元素に限られること、(b) X 線がサンプル室を横断するため、サンプル室の複雑化 (サンプル室周りにヒーターや電極を埋め込むこと) が難しいこと、といった技術面・応用面で様々な問題があった。これらは特に、鉄の K 吸収端近くの低い X 線エネルギーを用いる化学的イメージングではクリティカルな問題となる。そこで我々は新たに X 線ラミノグラフィーを用いた高圧その場イメージングの手法開発を行った^[7]。図 2 に示すように、ラミノグラフィーでは、入射 X 線に対して試料回転軸を傾けて画像を収集する。この手法では X 線が試料のほか、ダイヤモンドアンビル内のみを最短パスで通過するため、(a) 試料以外での X 線の吸収が最小限に抑えられること、(b) 試料周りが複雑化可能になること、など X 線 CT 法の弱点を克服できる。また、ダイヤモンドアンビル装置では圧力

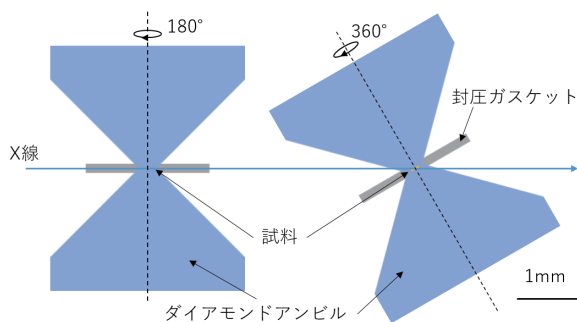


図 2 X 線コンピュータ断層撮影 (CT) 法 (左) と X 線ラミノグラフィー撮像法 (右) のジオメトリの違い。ラミノグラフィー法では入射 X 線に対して試料回転軸が傾いている。

を支える柱がどうしても 1 回転撮像中に影をつくるため、X 線ラミノグラフィーの方が質の高い断面像を再構築できる^[8]。我々は現在までに地球マントルの全域をカバーする圧力での高解像度 (ボクセルサイズ約 40 nm) イメージングに成功している。

3. 高圧「高温その場」化学的 3D イメージング

ラミノグラフィーを用いた高圧その場イメージング法を高温へ拡張するため、ファイバーレーザー、および抵抗加熱による高温実験系の導入を行った (図 3)。レーザー加熱では超高温が発生可能である一方、非常に大きい温度勾配が付随する。また、試料によって加熱に適したレーザーの波長が異なるため、試料以外にレーザー吸収材が必要となる場合もある。一方でジュール熱による抵抗加熱法は温度勾配が小さく、試料によらず高温が発生可能であると

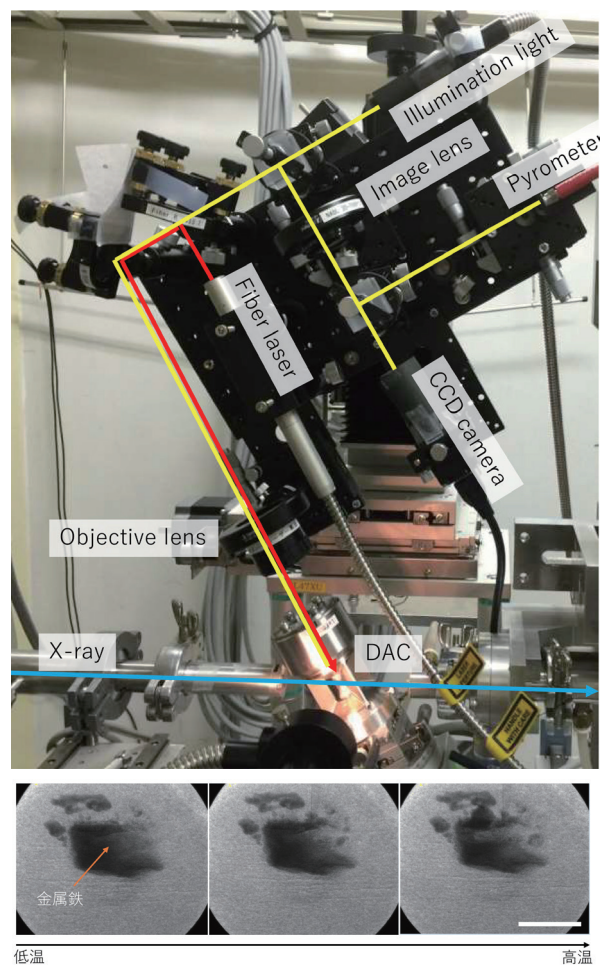


図 3 (上) レーザー加熱実験系 (2016A 時点) と (下) 金属鉄の融解実験の様子。スケールバーは 20 μm 。

いう長所がある一方で、レーザー加熱に比べると実験可能温度は低く、電極などの複雑なサンプル周りのセットアップが必要となる。そのため実際の実験では目的に応じて二つの加熱法を使い分けることが必要となる。

我々はBL47XUにレーザー加熱実験系を立ち上げた。図3に2016A時点でのレーザー加熱光学系とX線ラジオグラフィーによる圧力25.6 GPaでの鉄の融解実験の様子を示す。レーザー加熱によって鉄箔からバブルのようなものが生じているのが観察できる。レーザー加熱前後でX線ラミノグラフィー撮像を行うことにより、融解による3Dテクスチャの変化を追うことが可能である。鉄の融点は地球コアの形成や構造を知るうえで最も基本的で重要な情報であるが、現在までに様々な測定手法(表面スペクルパターン、X線回折、XANES)によって異なる結果が報告されている。イメージングと次節で説明するX線回折の複合測定によって、将来的にこれらの統一的な解釈が可能になるかもしれない。また、現在ではX線に透過なボロン添加ダイヤモンドヒーターを用いることで、350度視野を遮ることがない抵抗加熱実験も可能になってきている。

4. 動的物性(レオロジー)研究への応用

本プロジェクトで開発している化学的イメージングは参考文献[5]で扱った地球の形成や進化だけでなく、地球内部の動的物性(物質の塑性変形や流動)を知るうえでも強力な武器となる。物質の流動特性を理解するためには、試料の歪と応力をどれだけ精度よく決められるかが一つのカギとなる。応力はX線回折、歪は歪マーカのX線イメージングにより高圧その場で決定される。このような研究は今までにD-DIA装置^[9]や回転ドリッカマー装置^[10]を用いて、主に30 GPaまでの圧力で行われてきた。そこで本研究ではダイヤモンドアンビル装置をベースとした変形装置である回転式ダイヤモンドアンビル装置の技術開発を行った^[11]。新しくナノ多結晶ダイヤモンド^[12]をアンビル素材として用いることで、全マントルをカバーする圧力での変形実験に成功している。ダイヤモンドアンビル装置では加圧と回転による二つの変形が起こるため、3Dでの歪マーカのイメージングが必須となる(図4)。下部マントルの代表的な鉱物であるブリッジマナイトとフェロペリクレス混合物の予察的な変形実験では、化学

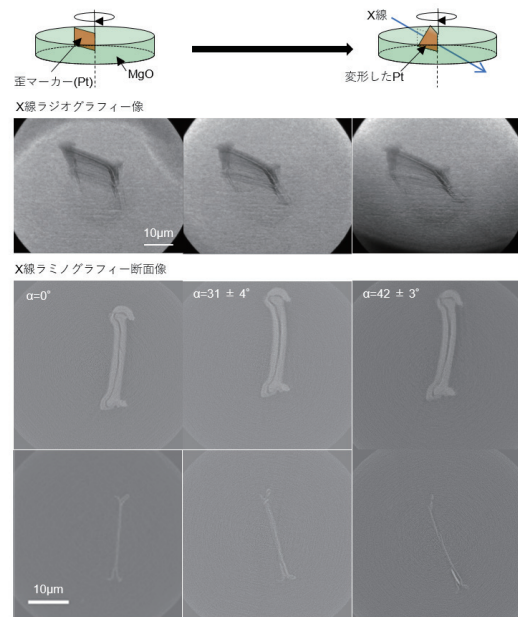


図4 ペリクレス(MgO)の約50 GPaでの変形実験の様子^[11]。上から変形実験の模式図、歪マーカ(白金)のラジオグラフィー像とラミノグラフィーによって再構築された断面像(代表例として加圧軸方向に11.91 μm離れた二枚の断面図が示されている。実際は約40 nm間隔で数百枚の連続した断面像がある)。左から右へ変形が進む。

的イメージングによって高圧その場でマントル鉱物の粒サイズや形を決定することに成功している。

さらにフラットパネル(C9730DK-10, 浜松ホトニクス)を持ち込み、ダイヤモンドに挟まれた試料のX線回折測定にも成功している。これらの技術を組み合わせることで、X線回折とX線3Dイメージングの複合測定系を完成させ、今後超高压高温条件での地球深部物質のレオロジー研究を推進させていきたい。

以上のように、本稿で紹介したX線ラミノグラフィー法を高圧地球科学の重要な諸問題に応用することで、地球の形成や化学進化^[5]、ダイナミクス^[11]に対し、新たな知見を得ることが期待できる。

謝辞

上杉健太郎博士(JASRI/SPring-8)を始めとした共同研究者の方々(本稿で引用した論文の共著者の方々)へ深く感謝を申し上げます。ラミノグラフィー用ダイヤモンドアンビル装置のデザイン・開発には株式会社シンテックの栗尾文子氏の貢献が大き

い。本研究は大型放射光施設 SPring-8 の BL47XU を用いた一連の課題 (2015A1640、2016A1114、2016B1176) を通じて行われた。X 線ラミノグラフィの画像再構築には、星野真人博士 (JASRI/SPring-8) が開発したプログラムを用いた。

参考文献

- [1] S. Tateno, K. Hirose, Y. Ohishi and Y. Tatsumi: *Science* **330** (2010) 359-361.
- [2] A. Tsuchiyama *et al.*: *GCA* **116** (2013) 5-16.
- [3] R. Nomura *et al.*: *Nature* **473** (2011) 199-202.
- [4] R. Nomura *et al.*: *Science* **343** (2014) 522-525.
- [5] 野村龍一: SPirng-8/SACLA 利用者情報 **20** (2015) 9-11.
- [6] たとえば、H. Liu *et al.*: *PNAS* **105** (2008) 13229-13234.
- [7] R. Nomura and K. Uesugi: *Rev. Sci. Instrum.* **87** (2016) 046105.
- [8] 星野真人、上杉健太朗、竹内晃久、鈴木芳生、八木直人: *放射光* **26** (2013) 257-267.
- [9] Y. Wang, W. B. Durham, I. C. Getting and D. J. Weidner: *Rev. Sci. Instrum.* **74** (2003) 3002-3011.
- [10] D. Yamazaki and S. I. Karato: *Rev. Sci. Instrum.* **72** (2001) 4207-4211.
- [11] R. Nomura *et al.*: *Rev. High Press. Sci. Technol.* (2015) 3B09.
- [12] T. Irifune, A. Kurio, S. Sakamoto, T. Inoue and H. Sumiya: *Nature* **421** (2003) 599-600.

野村 龍一 *NOMURA Ryuichi*

愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター
〒790-8577 愛媛県松山市文京町2-5
TEL : 089-927-8197
e-mail : nomura@sci.ehime-u.ac.jp