

原著論文

固体圧変形試験機 MK65S の設計と性能：内部摩擦の評価

The design and performance of the solid-medium deformation apparatus MK65S : Evaluation of the internal friction

清水以知子*・道林克禎**・渡辺悠太**・増田俊明**・熊澤峰夫**
Ichiko Shimizu*, Katsuyosi Michibayasi**, Yuta Watanabe**,
Toshiaki Masuda** and Mineo Kumazawa**

Abstract : The high-pressure (P) and high-temperature (T) deformation apparatus MK65S was developed in 1965 at the Nagoya University (now moved to the Shizuoka University). MK65S is one of the earliest solid-medium apparatus in the world, which enable us to deform a sample in very low strain rates ($\sim 10^{-7} \text{ sec}^{-1}$) at the P - T conditions (over 1000°C and 1 GPa) corresponding to the lower crust and the upper mantle. It is equipped with a couple of two concentric opposing pistons plunging into a cylindrical pressure vessel. The couple of outer pistons provides the confining pressure, and the couple of inner pistons leads to the axial strain to a cylindrical rock sample set at the center of the pressure medium. This architecture is similar to the well-known Griggs-type apparatus, though Mineo Kumazawa designed this apparatus independently to David T. Griggs. The most unique feature of MK65S is its pressure measurement system. To measure the axial stress and the confining pressure, pairs of external load cells are set above and below the sample assembly. We made step tests to evaluate the friction between the sample-inner piston and the solid pressure medium. By correcting the effects of internal friction, stress-strain curves of serpentine was accurately determined.

Key words : solid-medium apparatus, deformation experiments, differential stress, stress-strain curves, internal friction.

はじめに

日本における初の固体圧式 3 軸変形装置 MK65S は、1965 年に名古屋大学理学部において、著者のひとり、熊澤峰夫によって開発された。David T. Griggs が二重ピストンをもつ固体圧式変形試験機を初めて発表したのが 1967 年の論文であり、この時点で 2 年間の実験を積み重ねていたので (Griggs, 1967), 両者はほとんど同時期に完成していたことになる。その後に Griggs らが製作した試験機 (Green et al., 1970) は、今日にいたるまで世界の固体圧試験機の標準モデルとなっている (Tullis and Tullis, 1986)。一方、同じ二

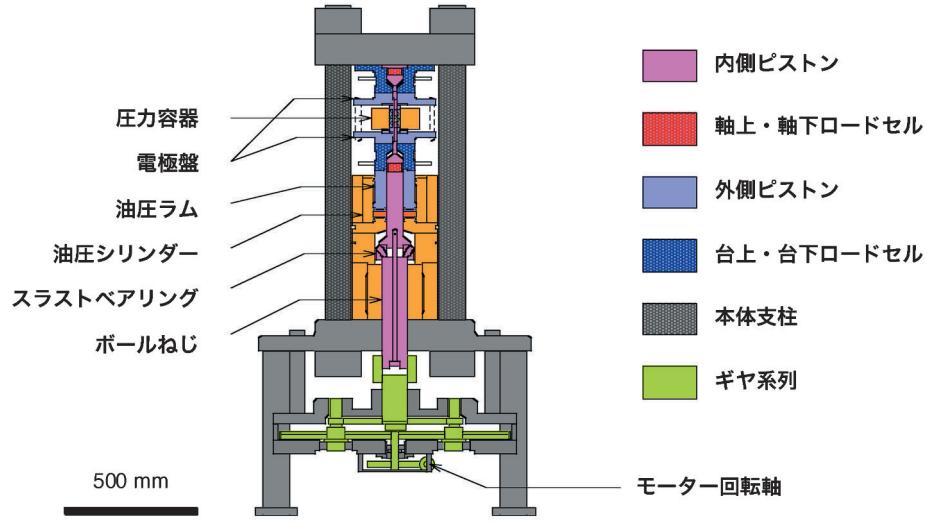
重ピストン構造を基本としつつも、MK65S は日本で独自に設計された装置であり、その開発過程については本特集号の熊澤・清水 (2006) に詳しく述べられている。

1960 年代の初頭、岩石力学の分野では油圧式 3 軸試験機によって、石灰岩などの脆性-延性挙動が次々と明らかにされていた (Heard, 1960; Griggs et al., 1960)。また岩石のクリープ挙動を知るためにボールネジ・ギアによる載荷システムが導入され、低速度の変形実験も行なわれた (Heard, 1963)。しかし、地殻流動やマントル対流を再現するためには、さらに高温高圧条件の達成が必要であった。圧媒体に固体を用いるキュービックアンビル装置によても高温高圧下の石英の変形実験 (Carter et al., 1964) が行なわれたが、この装置では差応力や歪速度を制御することは困難であった。これに対し、同じ固体圧媒体を用いながらも、Griggs や熊澤のピストンシリンダー型変形試験機は、

2005 年 11 月 12 日受付、2006 年 2 月 10 日受理

* 東京大学大学院理学系研究科地球惑星科学専攻
Department of Earth and Planetary Science, University of Tokyo, Tokyo 113-0033, Japan

** 静岡大学理学部生物地球科学教室
Institute of Geoscience, Shizuoka University, Shizuoka 422-8259, Japan



第1図 固体圧式変形試験機 MK65S の全体構成。

封圧ピストンと軸圧ピストンを独立に駆動できる点で優れていた。

MK65Sについての第一報は、熊澤の渡米（1967–1970）を挟んで、1971年に邦文（飯田ほか、1971）で書かれたが、欧米の雑誌への成果報告（Masuda and Fujimura, 1981）が遅く、また装置そのものについての詳しい記述がなかったことから、国外では全くその存在を知られていないと言ってよい。MK65Sは名古屋大学および、その後移設された静岡大学において、多くの研究者や学生に使用されてきたが、1990年代後半になるとほとんど実験が行なわれることなく、半ば放置された状態になっていた。そこで、著者のひとりである道林を中心として装置の整備改修を計画し、2004年度、周辺機器（計測系・加熱系・モーター制御系）を一新した形で再度立ち上げるに至った。本稿では、MK65Sの構造や機能を紹介するとともに、その性能について、新たに得られた知見を報告する。

固体圧式変形試験機とは

円柱型サンプルを用いる3軸変形試験機は、試料側面から封圧を伝達する圧媒体の種類により、油圧（液圧）式試験機、ガス圧式試験機、そして固体圧式試験機に大別される。油圧式試験機は500 MPa以上の高圧が出せるが、油の変質などを避けるため実験温度は500°C程度に制限されるため、岩石鉱物の流動変形の実験には十分でない。不活性ガスを圧媒体とするガス圧試験機は800°C以上の高温条件（Paterson試験機では最高1600 K）を達成することができ、得られる力学データの信頼度は最も高いが、安全上の理由から通常300 MPaまで（国内では高圧ガスの安全規制から200 MPaまで）の圧力条件に制限して運転される（本

特集号、増田ほか（2006）参照）。200–300 MPaの封圧があれば、岩石中の微小な亀裂の進展とそれによる脆性破壊は防ぐことができる。しかし、石英やカンラン石などの珪酸塩鉱物の高温クリープの流動則はH₂Oなどのフュガシティーに依存するので、地殻深部やマントルのレオロジーを精密に決定するにはリアルな温度圧力条件での実験が不可欠である。相転移に及ぼす差応力の影響（de Ronde et al., 2004）や、脱水反応と変形の関わり（Jung et al., 2004）を解明するためにも、広い温度圧力領域をカバーすることが必要となる。また、岩石-流体系や岩石-メルト系の変形実験では、状態方程式で規定される液相組成や固液2面角を実際の温度圧力条件で再現することが条件となる。この点、固体圧式試験機は、比較的安全に、下部地殻からマントル最上部に匹敵する高温高圧条件を達成できる利点がある。

高圧発生装置という観点から見ると、固体圧式試験機はピストンシリンダー型装置（Boyd and England, 1960）の中心部に、さらにもう一つ可動ピストンを備えたものということができる。ピストンシリンダー型装置の発生圧力は、圧力容器の強度から5 GPaぐらいが上限となる。変形実験では内側ピストンの強度や圧媒体特性などにも制約されるため、これまでの最高圧力は3 GPa程度となっている（Green and Borch, 1989；Tingle et al., 1993；安東ほか、2006）。

本実験装置の特徴

MK65Sはマントル対流と結晶方位の選択配向の関係を調べることを第一の目的として開発された（熊澤・清水、2006）。1950–60年代には応力場の再結晶によって、どのような選択配向が形成されるかが議論に

なっていた (MacDonald, 1960; Kamb, 1959, 1961a, b; Kumazawa, 1961)。MK65S の開発はこうした理論研究の延長線上にあり、マントルのカンラン石の選択配向を実験室で再現することが当初の課題であった。したがって、試料は多結晶体を扱うのに十分な大きさであることが必要となる。当時は結晶方位を決めるのも光学顕微鏡によるしかなかったため、個々の結晶粒子は $100\text{ }\mu\text{m}$ 程度の粒径があることが望ましい。そこで円柱試料の直径は 10 mm と設定された。これは同時期に Griggs (1967) が開発した装置の試料径 (3.2 mm) より格段に大きく、当時の M.S. Paterson のガス圧試験機の試料径 (Rayleigh and Paterson, 1965) と同サイズであった。その後に開発された Griggs 型の試験機でも試料径は 6 mm 程度までである (Green et al., 1970; Tullis and Tullis, 1986)。MK 65S は大きな試料を扱うために、装置全体が標準的な Griggs 型試験機よりもかなり大型になっている。

MK65S では封圧を与える外側ピストンと軸圧を担う内側ピストンを独立に動かすために、2重ラム構造をもつ油圧シリンダーを用いている。外側の油圧ラムは手動の油圧ポンプで駆動され、外側ピストンに変位を与える。内側ピストンはモーター・ギヤシステムにより制御される(第1図)。これら的基本構造は標準的な Griggs 型試験機の構造(たとえば Tullis and Tullis (1986) の Fig. 6 を参照)と共通するが、Griggs 型試験機ではギヤや油圧ラムを試料の上位に置き、上から加圧するのに対して、本装置では下から加圧する構造となっている。

固体圧式変形試験機では、圧媒体と試料や内側ピストンとの摩擦が大きいため、差応力の測定精度が低いことが最大の難点である。欧米の Griggs 試験機をもちいた研究では、差応力測定精度向上のための努力は専ら熔融塩を使うなど試料アセンブリの改良に注がれてきた (Green and Borch, 1989; Borch and Green, 1989; Gleason and Tullis, 1993; Tingle et al., 1993)。MK65S の開発に際しても摩擦の問題は十分認識されていた (熊澤・清水, 2006) が、それ故に、軸圧と封圧測定用に合計 4 個のロードセル(荷重変換機)を用いるなど、当初から応力計測に最大限に配慮した設計となっている。これらの機能については後に詳しく述べる。

各部の構造と機能

1. 基本構成

本装置はモホ面付近の 1 GPa , 1200°C 程度の温度圧力条件を目標として設計された。本体は 4 本の支柱によって、 200 トン ($\sim 2,000\text{ kN}$) の荷重を支えている(第1図)。封圧は油圧シリンダーに手動ポンプで油を送り込むことにより発生させている。油圧系統(油圧

シリンダー、ポンプおよび配管)の容量は $1,000\text{ kgf/cm}^2$ ($\sim 100\text{ MPa}$) で油圧ラムは最大 170 トン の出力をもち、発生できる圧力の上限値は 1.5 GPa 程度である。油圧ラムの力と試料を軸方向に圧縮する内側ピストンの力はすべて、上下の円形基盤にかかる構造となっている。

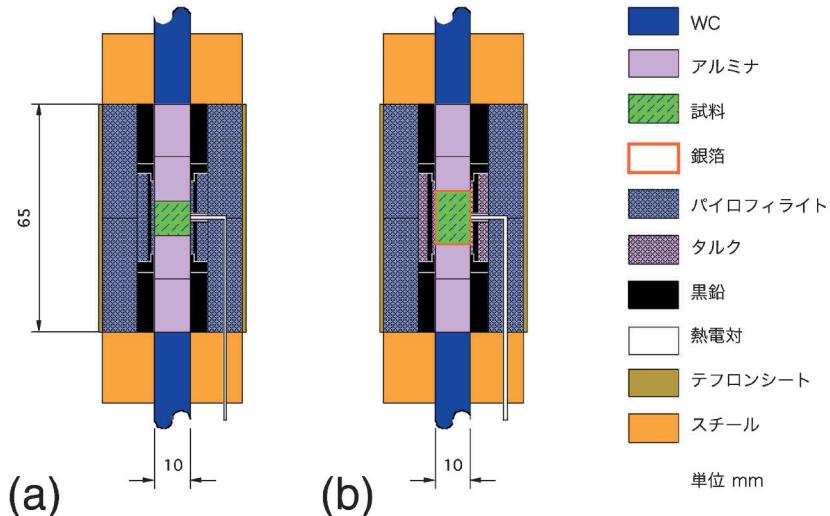
本装置では内側ピストンを駆動するため、電動モーターの回転をギア(歯車)系列で減速し、ボールねじとスラストベアリングで回転運動を鉛直運動に変換している。モーター・ギアシステムは非常に遅い速度範囲まで扱えて、数日以上の変形実験でも安定して行なうことができる利点がある。速度の切り替えは当初、歯車の切り替えで行なわれた。設定範囲は $4 \times 10^{-2} \sim 2 \times 10^{-8}\text{ mm/sec}$ で、歪速度にして 10^{-7} sec^{-1} オーダーの超低速変形まで可能としていた(熊澤・清水(2006)の第5図)。1988年の静岡大学への移設を前にして、電動モーターはパソコン制御のパルスモーターに更新された。これに伴い、ギアチェンジが不要となったので、ギアボックスはとりはずされ、本体の脚部も若干短くなるよう切断された(熊澤・清水(2006)の第2図と本稿第1図を比較のこと)。今回の改修ではさらに制御系を更新し、内側ピストンの速度と位置をパソコン上から任意に指定できるプログラムを LabVIEW(日本ナショナルインスツルメンツ株式会社)によって作成した。さらに、パルスモーターにエンコーダーを付加し、フィードバック回路を作成した。この回路はモーターへの負荷が大きいときに、パルス信号の指示と実際のモーター回転のずれを監視するのに役立つ。

2. 圧力容器

本装置では試料の標準サイズを直径 $10\text{ mm}\phi$ と大きくしたため、圧力容器の内径も $40\text{ mm}\phi$ と、Griggs 型試験機で使われている圧力容器内径($17.5 \sim 25.4\text{ mm}\phi$)よりかなり大きくとられている。圧力容器はテーパー押し嵌めによる 2 重円筒構造をもつ(熊澤・清水(2006)の第3図)。鉄鋼材料は高温になると強度が低下するので、効率よく圧力容器を水冷する必要がある。多くのピストンシリンダー型高圧装置では、圧力容器の外側に冷却水を循環させているが、大きい試料を扱う MK65S ではヒーターの発熱量も大きく、特に耐熱強度が問題となる内側円筒に十分な冷却を要する。そのために、その側面に近い外側円筒に 8 本の小孔を鉛直に貫通させ、水が上下に蛇行しながら循環するように水路が作られている。

3. 試料アセンブリ

本装置で用いられている試料アセンブリの例を第2図に示す。試料を軸方向に押すピストンには、圧縮強度の高い超硬合金(タンゲステンカーバイド, WC)と焼結アルミナを用いる。試料の加熱は黒鉛の電気抵抗による発熱を用いている。MK65S では直径 $10\text{ mm}\phi$,



第2図 試料アセンブリの例. (a) ステップ試験に用いたアセンブリ. 試料は瑪瑙. (b) 変形試験に用いたアセンブリ. 試料は蛇紋岩.

長さ 25 mmまでの円筒試料を扱えるように設計されているが、高温クリープの実験では、多くの場合、10–15 mmの試料が用いられてきた。試料長が大きいとヒーターも長くなり壊れやすくなること、また試料内部の温度勾配の影響が大きくなることがその理由である。測温は通常、試料の中心付近に熱電対をあてて行なっているが、Tsukahara et al. (1976) は試料長さが 10 mmのとき、試料の中心部と縁辺部で約 50°C の温度差を報告している。固体圧装置における試料内部の温度勾配はアセンブリの材質などにも依存するため、今後より詳しい検討が必要である。

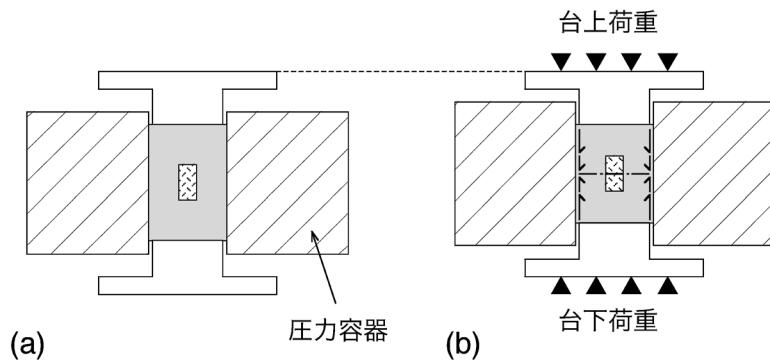
圧媒体には等方的な圧力を発生して試料の側面から束縛力を与えるとともに、黒鉛ヒーターと圧力容器を電気的・熱的に絶縁する役割がある。固体圧変形試験機では通常、比較的柔らかい固体であるパイロフィライトやタルク、NaClなどが用いられている (Tullis and Tullis, 1986)。圧媒体の降伏応力はこの順に小さくなる (Edmond and Paterson, 1971)。MK65Sではアセンブリ部品が大きいので、旋盤加工で整形しやすい天然のタルクやパイロフィライトが用いられてきた (飯田ほか, 1971; Tsukahara et al., 1976; Masuda and Fujimura, 1981)。ただし、タルクは約 800°C、パイロフィライトは 550°C 付近から徐々に脱水反応を起こし硬化することに留意する必要がある。脱水反応による水の放出の影響をさけるためには比較的柔らかい多孔質セラミクスを用いることも考えられる。圧媒体の外側は、圧力容器内壁との摩擦を小さくするためにテフロンシート (摩擦係数 0.04) をまいてている。試料・内側ピストンと接する内側スリーブには、摩擦を軽減するために熔融ガラスも用いられた (飯田ほか, 1971)。Griggs型試験機では現在 NaCl のアセンブリがもっともよく用いられており、内側スリーブにはア

ルカリハライド混合物による熔融塩も使用されている (Green and Borch, 1989; Gleason and Tullis, 1993)。本装置でも今後、NaCl を含む様々なアセンブリ材料を試していく必要がある。

MK65S と Griggs 型試験機では、アセンブリの構成要素はほとんど同じだが、その組み方が異なり、ここに熊澤と Griggs の基本的な発想の違いが表われている。既に述べたように、固体圧装置の最大の問題は、圧力計測における摩擦の影響が大きいことにある。そこで Griggs 型試験機では、柔らかい材料でアセンブリ全体をまず均質に押して、所定の圧力になった後に内側ピストンを貫通させて軸圧をかけるようにした。したがって内側ピストンが試料に当たった時点 (ヒットポイント) から変形実験が始まることになる。一方、MK65S では内側ピストンはあらかじめ試料に接触させている。これは油圧式やガス圧式 3 軸試験機と同じであり、むしろ自然な発想といえるかもしれない。しかし所定の圧力に達するまでは変形が生じないよう、静水圧状態を保ちながら封圧と軸圧を同時にあげていく必要がある。そのため次節以降で述べるように、可能なかぎり応力を精密に計測できるよう工夫している。

4. 圧力計測系

本装置では内側および外側ピストンにかかる力を、上下それぞれ 1 対のロードセルで測定している (第 1 図)。以後、簡単のため内側ピストンにつけられた軸圧測定用のロードセルを「軸上」「軸下」、外側ピストンにつけられた封圧測定用のロードセルを「台上」「台下」と呼ぶ。これらのロードセルは鉄鋼部材に歪ゲージを貼付けたものである。本体支柱にも歪ゲージを貼り、全体を押し上げる力を測定している。これを「柱」と呼ぶ。今回、各ロードセルの計測データをリアルタ



第3図 内側ピストンを使用しないときの圧力と摩擦力. (a) 加圧前. (b) 加圧中. 中央部（一点鎖線）の上下圧縮力は「台上」（または「台下」）の力と上半分（または下半分）の摩擦力を足し合わせたものになる。

イムにモニター表示し、パソコンへ収録するプログラムをLabVIEWで新たに構築した。AD変換された封圧データの分解能は0.8 MPa、信号ノイズの幅は±3 MPa程度であり、軸圧データの分解能は約6 MPa、ノイズ幅は±6 MPa程度である。なお、封圧は手動ポンプ付近に取り付けたブルドン管の油圧表示からも見積ることができる。

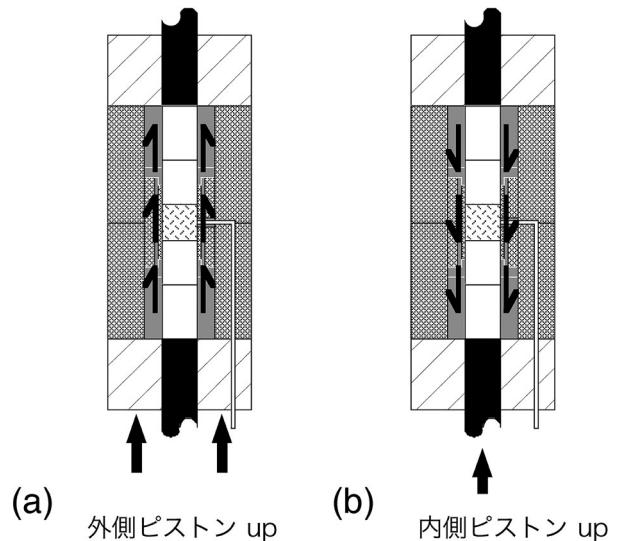
まず内側ピストンを貫通しない場合について考えてみよう(第3図)。このようなアセンブリは静的なアニーリング試験に用いられる(Tsukahara et al., 1976; Masuda and Fujimura, 1981)。本装置では圧力容器は上下に固定していないので、「台上」と「台下」ロードセルにかかる力は釣り合って等しくなる。仮に圧媒体が液体のように流動的であるとすると、「台上」または「台下」の計測値を試料アセンブリの断面積で割れば、封圧が求まることになる。しかし、現実の固体圧媒体では圧力容器内壁に摩擦力が働くので、「台上」「台下」ロードセルの値は中心断面(第3図bの一点鎖線)における圧縮力とは厳密には一致しない。また、圧媒体の剪断強度のため、中心断面にかかる圧縮応力と試料の側面にかかる封圧(すなわち半径方向の応力)も等しくはならない(Edmond and Paterson, 1971)。ここでは、「台上」「台下」の計測値をそのまま断面積で割って得た値を公称封圧と呼ぶ。試料に対する真の封圧は、圧力容器内壁における摩擦や圧媒体の剪断強度に依存する補正係数を公称封圧にかけあわせることによって求められる。

変形実験(第4図)の際には、圧媒体(黒鉛ヒーターを含む)と試料・ピストンの間に摩擦が生じるので、「軸上」「軸下」ロードセルで測定される力[N]は、試料中心部にかかる軸力[N]と、試料および内側ピストンを側面からずり上げる(またはずり下げる)摩擦力[N]を合算したものとなる。すなわち、

$$\text{軸上の力} = \text{軸力} + \text{上部の摩擦力} \quad (1)$$

$$\text{軸下の力} = \text{軸力} - \text{下部の摩擦力} \quad (2)$$

ここで軸力は圧縮を正、摩擦力は内側ピストンを上に



第4図 軸部(試料・内側ピストン)と圧媒体の摩擦. (a) 加圧時の応答. (b) 軸圧縮に対する応答.

ずり上げる力を正にとってある。MK65Sでは試料アセンブリは上下対称に組まれており(第2図)、ロードセルも試料に対して上下対称に配されている(第1図)ので、上部の摩擦力と下部の摩擦力はほぼ等しいと考えられる。ただし、試料変形は下側ピストンからの片押しであるため、試料の圧縮とともに試料の中心は上方へとずれていくので、上下の対称性が満たされているのは厳密には変形の初期のみということになる。また幾何学的に上下対称であっても、圧媒体と試料・内側ピストン側面の相対変位(滑り)や変位速度には勾配ができるので、上下の摩擦力に差が生じるかもしれない。ここではこれらの点についての補正是行なわず、(1)式と(2)式の平均値を試料断面積[m²]で割ったものを、試料中心部における軸方向の圧縮応力、すなわち軸圧[Pa]とみなす:

$$\begin{aligned} \text{軸圧} &= (\text{軸上の力} + \text{軸下の力}) \\ &\div 2 \div \text{試料断面積} \end{aligned} \quad (3)$$

全摩擦力は次式で与えられる:

$$\text{摩擦力} = \text{軸上の力} - \text{軸下の力} \quad (4)$$

一方、「台上」「台下」ロードセルには上記の摩擦力と大きさが同じで反対向きの力がそれぞれ加わることになる。したがって、この場合の公称封圧は「台上」「台下」の平均値から(5)式で求められる。また、両者の差は摩擦力を表わす：

$$\text{公称封圧} = (\text{台上の力} + \text{台下の力}) \quad (5)$$

$$\div 2 \div \text{圧媒体断面積} \quad (5)$$

$$\text{摩擦力} = \text{台下の力} - \text{台上の力} \quad (6)$$

5. 温度制御系

試料の加熱には、商用電源(200 V, 30 A)の電圧を可変トランスで下げ、さらに大容量のトランス(電流最大1,000 A, 電力容量5 kW)を介して低電圧大電流にして用いている。標準的なアセンブリでは試料温度が800°Cのとき、加熱電流は約400 A、電力は1.6 kW余り(従って電圧は4V程度)であった。電流は電極盤(第1図)を通じて試料アセンブリの黒鉛ヒーターに流される。装置本体を絶縁するため、ベークライト板や雲母板、テフロンテープを適宜使用している。

熱電対からの電圧信号は力学データと同様にLabVIEWシステムによってパソコンに取り込まれ、モニター表示される。現在のシステムで、同時に2つの熱電対による温度測定が可能である。測温系から加熱系へはリースイッチによるON-OFF制御フィードバック回路が組まれている。これは温度を一定範囲内に保つ回路と、上限値～下限値範囲からはずれた時に主電源を落とす安全回路となる。

内部摩擦の評価

1. 圧力校正

今回の改修では業者に依頼して歪ゲージをすべて貼り直し、各ロードセルの力の校正を個別に行なった。「台上」「台下」ロードセルは中空円筒状であり、封圧を担う電極盤などの部品も単純な形状ではないため、均等にロードセルの上から荷重をかけて校正したときと、実際に圧力容器を装着したときでは異なる応力状態になる可能性がある。そこで「台上」「台下」についてはさらに、第3図の状態で圧力容器の中にフッ化アンモニウム(NH₄F)粉末をつめて(試料は封入せずに)圧力校正を行なった。フッ化アンモニウムは常温で、圧力0.36 GPaと1.15 GPaにおいて1次相転移を起こす。このとき大きな体積減少があるので、加圧過程で圧力のログデータに長時間変化しない状態(フラット)が現れ、圧力定点が求まる。

フッ化アンモニウムの融点は(大気圧下で)40°Cであるが、校正を行なったのは夏場で室温は34°Cに達していたので融点換算温度は0.98ときわめて高く、したがって流動性に富み静水圧状態に近かったと考えられる。また、この物質は潮解性をもつため実験後は水

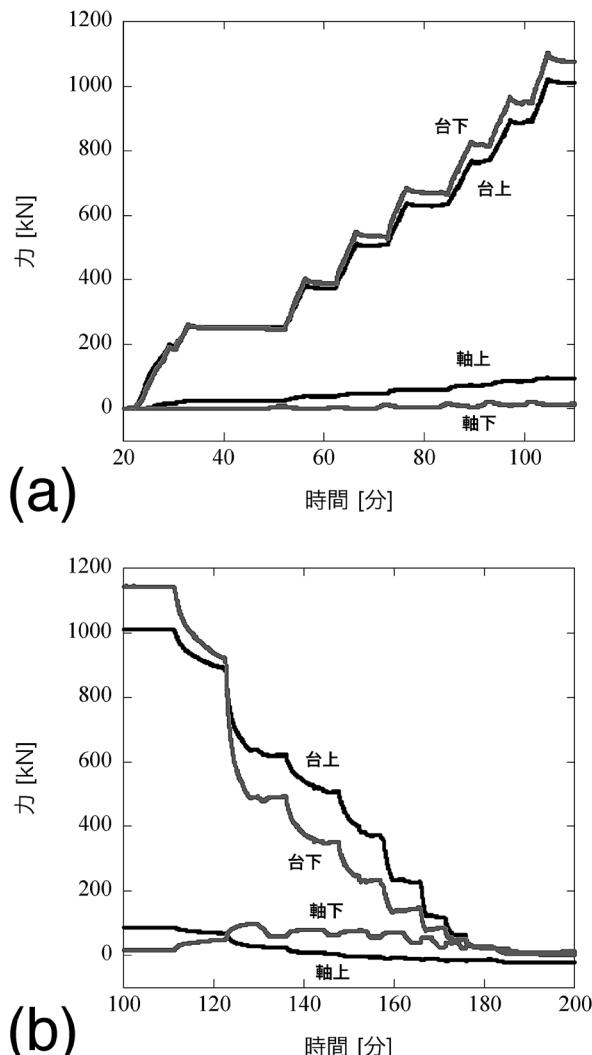
分をかなり含んだ状態にあり、圧力容器との摩擦も小さかったと推測される。ただし、高圧下でピストンの隙間からフッ化アンモニウムがはみ出すのを防ぐため、外周にテフロンをまいたパイロフィライトの円盤(厚さ10 mm以下)で上下に蓋をして校正を行なっており、この部分ではいくらか摩擦が効いていたと思われる。

測定の結果、ロードセルの計測値から換算した圧力は、相転移圧よりも10%ほど低い値を示した。摩擦抵抗は圧力計測値を大きくする方向に働くが、逆のセンスの結果が得られたことから、摩擦よりも応力の不均一などの影響の方が大きかったと結論される。変形実験に用いているパイロフィライトやタルクなどの圧媒体材料はフッ化アンモニウムよりも大きな降伏応力や摩擦係数をもつと考えられるので、今後は実際のアセンブリに近い条件で圧力校正を行ない、補正係数を見積ることが必要である。なお、本体「柱」の計測値についてはまだ十分な精度で議論できていないため、以下の節では省略する。

2. ステップ試験

高温高圧変形試験では通常、まず圧力(封圧と軸圧)を所定の値まであげたあとに試料温度をあげ、軸変形を与える。加圧中は変形が生じないように封圧と軸圧を同時にあげていく。しかし今回は試料アセンブリの内部摩擦の変化をみるために、封圧と軸圧を交互にあげていくステップ試験を行なった(実験番号T06, T07)。試料アセンブリは第2図aに示したものを使っている。T06では室温で加圧ステップ試験を行なった後、封圧と軸圧を交互に下げていく減圧試験を行なった。T07では室温の加圧ステップ試験の後、温度を550°Cまで上昇させた。加圧ステップ試験ではT06, T07とも同様の結果を得たが、T06では計測系のトラブルにより一部データに欠損が生じたため、T07における各ロードセルの計測値を第5図aに示す。第5図bにはT06の減圧ステップ試験の結果を示す。

加圧試験(第5図a)では「軸上」が「軸下」の力を上回り、逆に「台上」の力は「台下」の力を下回る。減圧試験(第5図b)ではある時点で「軸上」と「軸下」、「台上」と「台下」の力が交叉して逆転する。(4)式と(6)式によると、原理的には軸圧ロードセルの上下の計測値の差と封圧ロードセルの上下の差は一致しなければならないが、実際には両者の間に有意な違いがみられた。実験T06とT07では同じような加圧プロセスをとったにもかかわらず、加圧が終わった時点(第5図aの終わりとbの始め)の「台上」「台下」計測値の再現性が悪いことから、上記の違いは主に「台上」「台下」計測値に起因するものと考えられる。前述のように、「台上」「台下」ロードセルの計測値は応力場の不均一性や圧力容器内壁における摩擦、および圧媒体の剪断強度の影響を受ける。「台上」「台下」計測



第5図 常温のステップ試験における各ロードセル計測値の变化 (a) 加圧時. 実験番号 T07. (b) 減圧時. 実験番号 T06.

値に対するそれらの影響が仮に 10% 程度であっても、両者を引き算して得られる摩擦力には相対的に大きなバイアスを生じうる。したがって摩擦力は、「台上」「台下」ロードセルから計算するよりも、「軸上」「軸下」ロードセルから計算した方が、より正確に求まると考えられる。

第6図 a, b には加圧時の「軸上」「軸下」の値をそのまま試料断面積で割って、圧力に換算したときの「みかけの軸圧」変化を示す。第7図 a, b には同様に、減圧時の「みかけの軸圧」を示す。(5)式に従って、「台上」と「台下」の平均値から求めた加圧中の封圧変化も同時に示している。封圧を 50~100 MPa 上げると「みかけの軸下」圧力は大きく減少し、「みかけの軸上」圧力は逆に上昇した。加圧を止めると上下の軸圧もそのままの値を保持した。内側ピストンをあげると「軸上」「軸下」とも上昇したが、とくに「軸下」の応答が

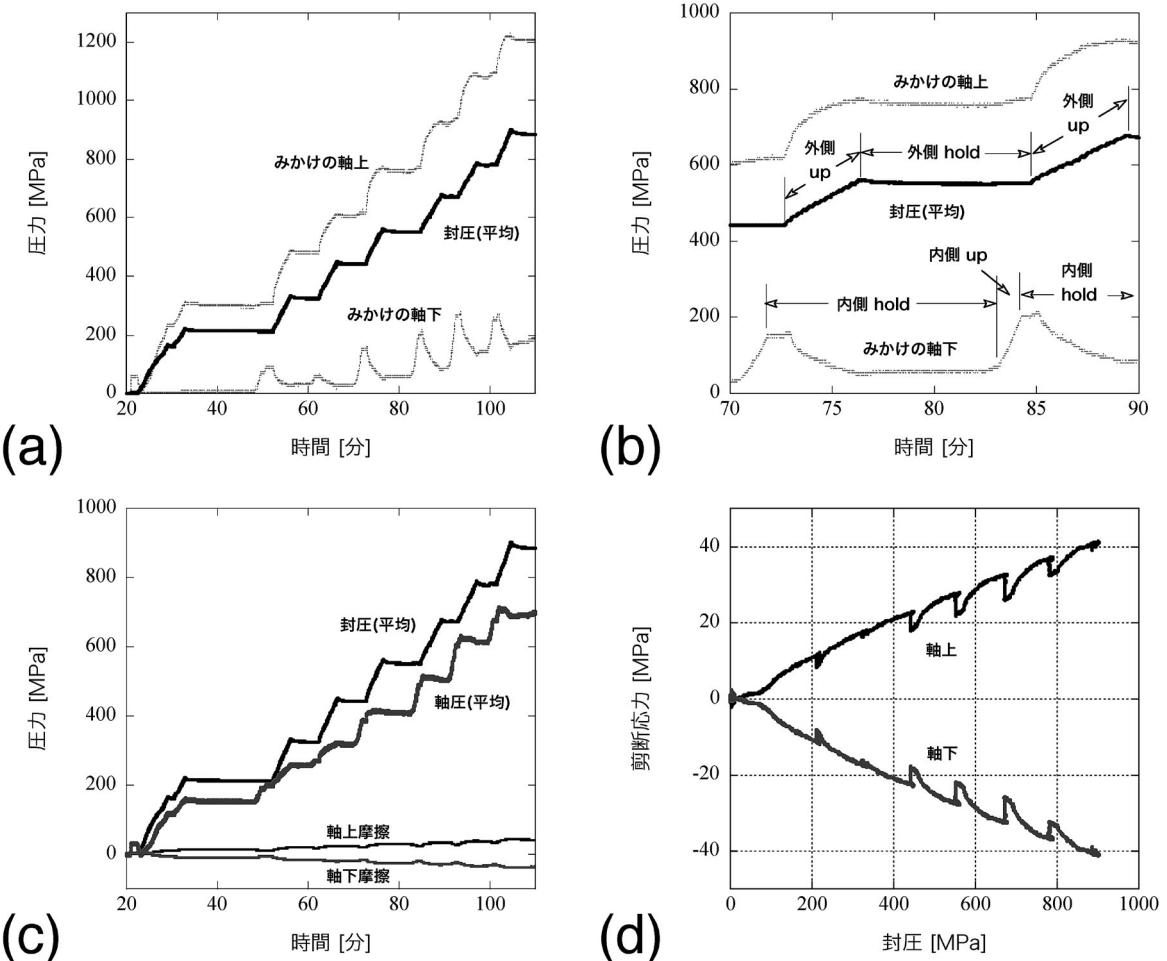
大きかった。加圧中このステップを繰り返すことで、「軸上」で測った圧力と「軸下」で測った圧力の差は大きく開いていった。実験 T06 では加圧後 12 時間放置したが、圧力は一定値に保持され圧力差は緩和しなかった。減圧時には、「軸下」の圧力が上昇、「軸上」の圧力が減少に転じた。これらの挙動は、圧媒体と試料・内側ピストンの摩擦(第4図)でよく説明できる。そこで(3)-(4)式によって摩擦力を補正した結果を第6図 c と第7図 c に示す。

摩擦は試料やピストンの各部で発生するが、特に高圧のアセンブリ内でその値が大きいと考えられる。そこで圧媒体の内側部分のみで摩擦が発生するとして、次式の値を軸部における平均的な剪断応力 [Pa] とみなした：

$$\begin{aligned} \text{剪断応力} &= (\text{軸上の力} - \text{軸下の力}) \\ &\div 2 \div \text{軸部側面積} \end{aligned} \quad (7)$$

その結果も第6図 c と第7図 c に示してある。図で「軸上」「軸下」と記されているのはそれぞれ「軸上」「軸下」ロードセルにかかる剪断応力で、前者は(7)式で表わされるものであり、後者は符号だけ異なる。剪断応力は加圧とともに増加するが、最大でも 40 MPa 程度であった。

摩擦挙動の速度依存性については、外側ピストンの変位および変位速度を計測していないため正確なことはわからないが、外側および内側ピストンの動きを停止させても（すなわち滑り速度が有限の値からゼロに変化しても）剪断応力が変わらない（第6図 b, 第7図 b）ことから、顕著な滑り速度強化/滑り速度弱化はなかったと推定される。しかし封圧に対する剪断応力の応答は、クーロン則のように封圧のみの関数として表されるのではなく、封圧および軸圧の履歴に依存する。加圧時の剪断応力（第6図 d）は、可逆的に戻る部分と非可逆的な変化（包絡線の部分）に分けられる。可逆的な変化は内側ピストンを上げたときに起こることから、圧媒体と内側ピストンの相対変位に依存することがわかる。これは軸部と圧媒体の粘着力を表すものと考えられる。非可逆的な変化は辺りが起きたときにに対応すると考えられる。実際、実験後に回収したアセンブリでは黒鉛とアルミナピストンの接触部が鏡面光沢を呈しており、この部分で摩擦辺りが起きていたことがわかる。加圧時の包絡線は原点と封圧（すなわち内側ピストン側面にかかる垂直応力）800 MPa、剪断応力 40 MPa の点を通る直線とほぼみなせるので、みかけの摩擦係数は平均 0.05 と見積られる。黒鉛の摩擦係数は 0.04 であり、パイロフィライトはそれより 1 衍大きいので、実測値は両者の中間にあるが黒鉛の値により近いということになる。減圧時の挙動（第7図 d）も上記の粘着力と摩擦抵抗によって理解できる。剪断応力のセンスが途中で逆転することから、剪断応力が封圧のみならず、圧媒体-内側ピストンの相対変



第6図 ステップ試験(T07)における加圧中の圧力変化。(a)「台上」「台下」の平均値から求めた封圧と、みかけの軸圧変化。(b)同、拡大図。(c)摩擦力を補正して求めた軸圧と、軸部の剪断応力。(d)軸部の剪断応力と封圧の関係。

位に依存することは明瞭である。

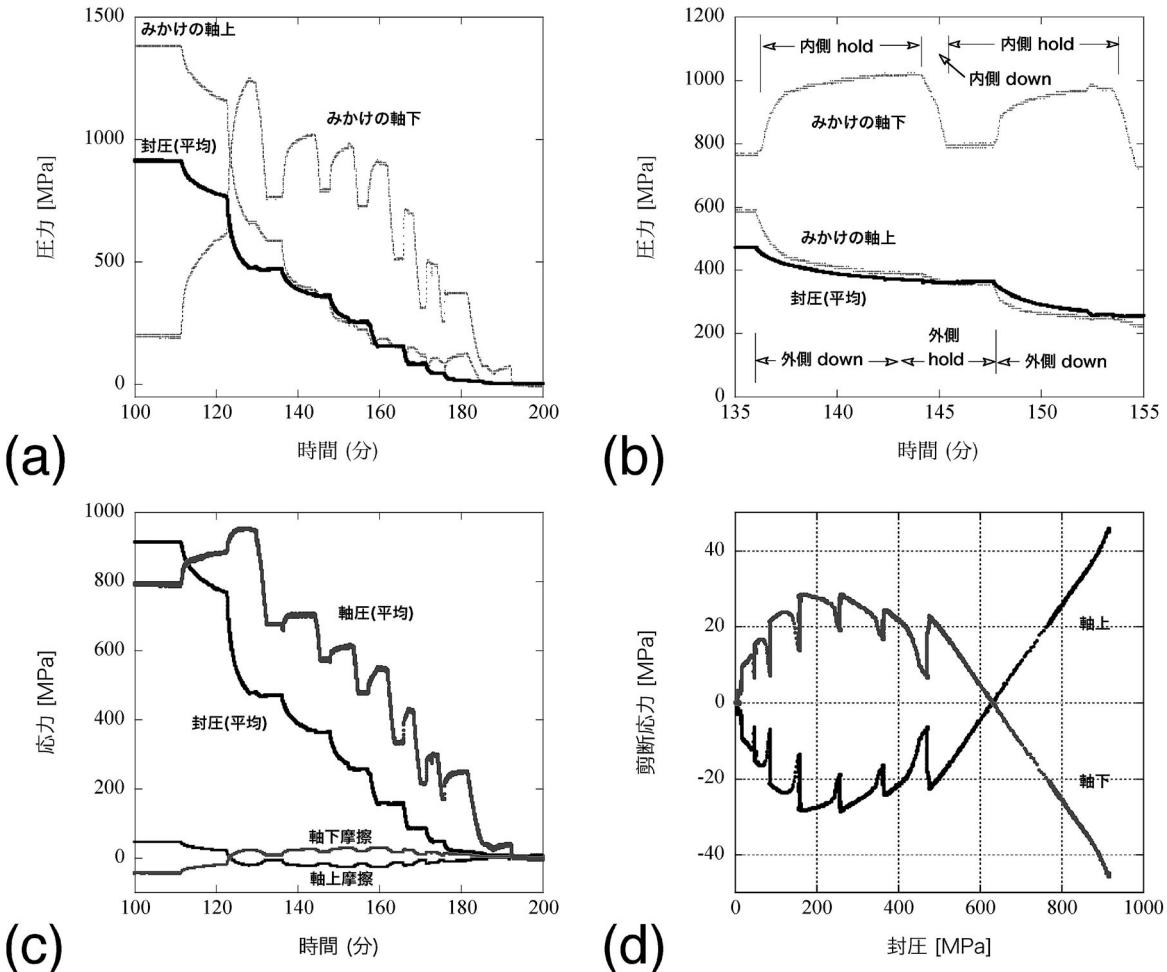
次に、封圧 800 MPa まで加圧した後、温度を上昇させたときの圧力変化を第8図に示す。高温にすると封圧、軸圧とも上昇するが、軸圧の方がより温度変化が大きかった。これは軸部の方が高温になること、および内側ピストンを構成するアルミナや WC の方がバイロフィライトのような圧媒体材料よりヤング率が大きいため、熱膨張で発生する応力が大きくなることが原因と考えられる。第8図には軸部をずり上げる剪断応力も示している。軸部と圧媒体との間の摩擦力は高温にするとやや緩和される。

3. 応力-歪曲線

最後に高温高圧変形実験の例を示す。実験は大江山超塩基性岩体（京都府）中のアンチゴライト蛇紋岩を用いた。アンチゴライトは 650°C 付近で Mg カンラン石とタルクに脱水分解する。試料や実験結果の詳細とその地球科学的意義については、今後さらに実験を重ねて別の機会に報告する。ここでは変形実験における力学データ取得の方法に絞って記述する。

実験に用いたアセンブリ（第2図 b）は、ステップ試験に用いたものと類似しているが、試料のまわりのスリーブにはタルクを用いている。また、試料は 0.05 mm 厚の銀箔で覆っている。実験はまず室温で、封圧と軸圧を同時に 600 MPa まで上げたあと、温度を 700°C まで上昇させた（第9図）。温度上昇によって特に軸圧が上がる所以、封圧が軸圧と等しくなるように調整しながら、最終的に実験圧力 800 MPa まで加圧した。このあと脱水反応を進行させる目的で 700°C のまま約 1 時間アニーリングし、定速変形試験（変位速度 $0.5 \times 10^{-3} \text{ mm sec}^{-1}$ ）を行なった。

加圧および加熱過程における「軸上」「軸下」ロードセルの挙動は、ステップ試験の項で述べたものと基本的に同じで、「軸上」が見かけ上「軸下」より高い値で推移した。しかし定歪速度試験では内側ピストンに働くひきずり力（第4図 b）により「軸下」が急上昇し、ついには「軸下」が「軸上」を逆転した。加圧中および変形実験中の内側ピストンにかかる剪断応力の変化を第10図に示す。前節のステップ試験の結果（第6図

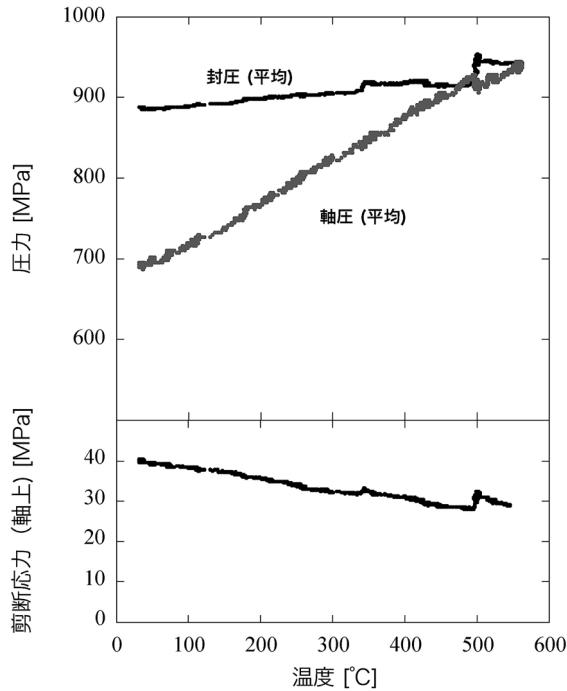


第7図 ステップ試験 (T06) における減圧中の圧力変化. (a)「台上」「台下」の平均値から求めた封圧と、みかけの軸圧変化. (b) 同、拡大図. (c) 摩擦力を補正して求めた軸圧と、軸部の剪断応力. (d) 軸部の剪断応力と封圧の関係.

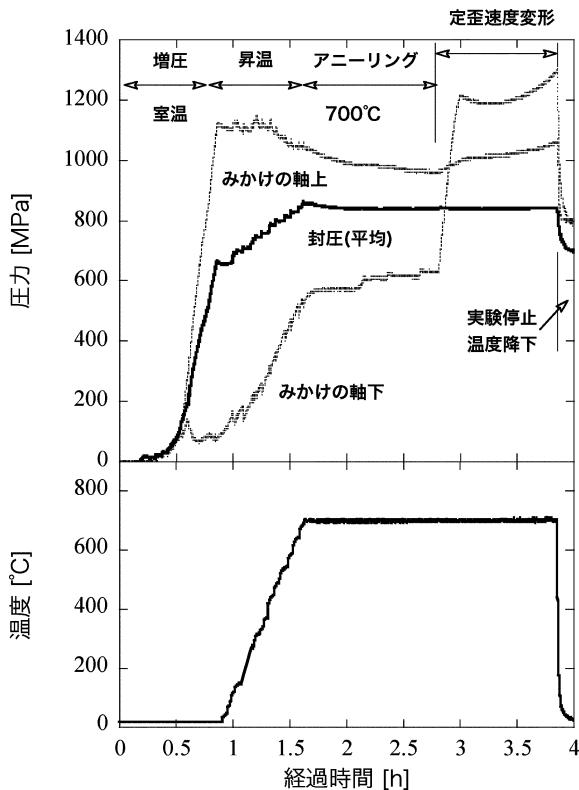
d) と比べると、内側スリープの材質と銀箔の有無に違いはあるが、最大の剪断応力は 40 MPa 程度ではほぼ同程度であった。しかし今回は、封圧 100 MPa 付近までは殆ど剪断応力が上がらず、その後に剪断応力がほぼ一定の割合で上がりつづけた。その傾きはおよそ 0.08 である。

変形開始後の応力-歪曲線を第 11 図 a に示す。ここでは(3)式で求めた軸圧から(5)式で求めた封圧を差し引いて差応力を求めている。一般に変形とともに試料断面積が増大するが、これについての補正是行なっていない。圧力校正の項で述べたように、今回の「台上」「台下」の校正值は圧力容器内壁の摩擦を殆ど含んでいないので、差応力は全体に過小評価されている可能性がある。歪速度はパルスマーターで設定した変位速度を試料長 15 mm で割って $0.33 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ となるので、これに変形時間を乗じて歪を求めていた。アンチゴライトの脱水反応温度以下の 500°C で、アニーリングを行なわずに変形させた実験結果についても同様に示してある。500°C の実験では歪とともに差応力が

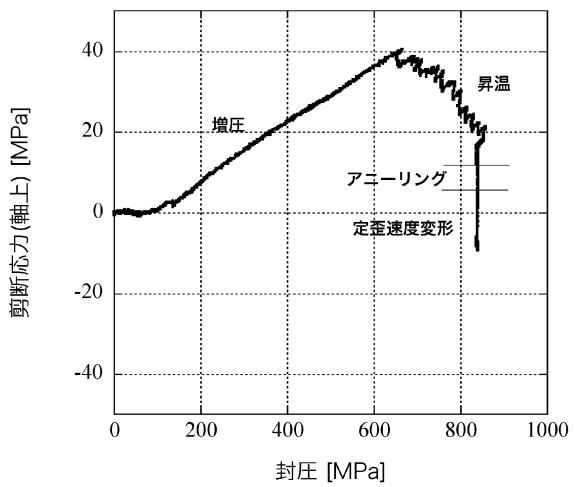
一定の割合で上昇し続けた。800 MPa を超えて上昇がややにぶりはじめたが降伏には至らなかった。歪の値には装置の弾性変形による寄与も含まれており、鉱物の弹性定数 (10^5 MPa 以上) から見積られる弹性歪 (1% 以下) よりかなり大きくなっている。700°C の実験では 300 MPa 以下で降伏し、定常クリープに移行したが、歪がさらに増大すると若干の歪硬化がみられた。これは脱水反応生成物の増加に関係するのかもしれない。いずれの実験においても変形開始時は軸部をずり上げる剪断応力 (第 4 図 a) が残っているが、700°C の実験の方が昇温・アニーリング中の摩擦力の緩和 (第 10 図) により、変形開始時の剪断応力が小さくなっている (第 11 図 b)。内側ピストンを一定速度で上げるとずり下げる力 (第 4 図 b) が大きくなるが、700°C の実験では試料の降伏後、剪断応力はほぼ一定値になった。降伏点までの変化は圧媒体と軸部の粘着力を表わし、降伏後の値は実際に辺りが起きたことによる摩擦抵抗を表わすものと解釈される。



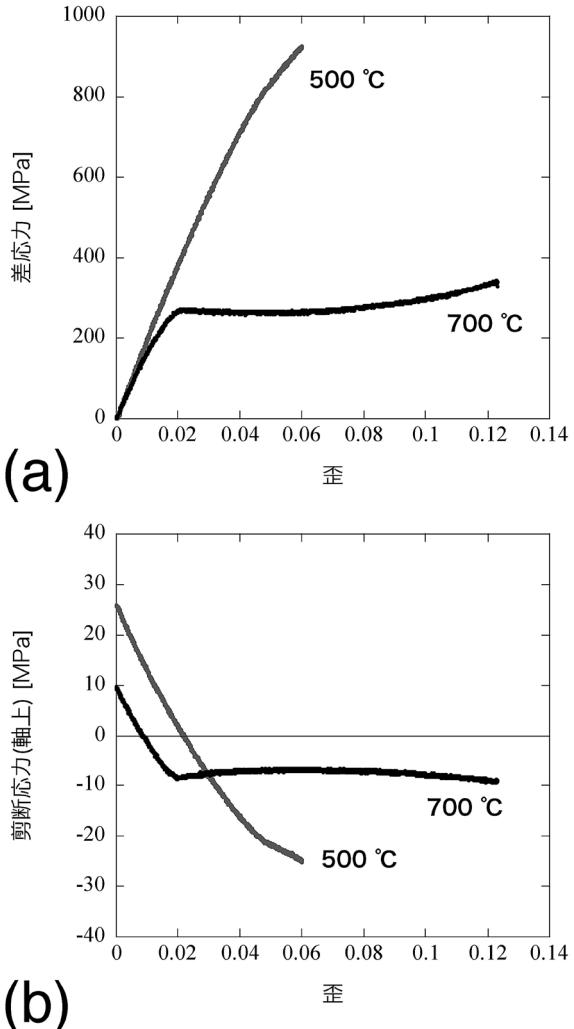
第8図 加熱による封圧、軸圧、および軸部の剪断応力の変化。500°Cにおける小さなピークは若干外側ピストンを押し上げたことによる。



第9図 アンチゴライト蛇紋岩（大江山岩体）の高温高圧変形実験における圧力と温度ログ。実験番号 Atg2. 詳しくは本文参照。



第10図 アンチゴライト蛇紋岩の加圧・昇温・変形過程における軸部の剪断応力の変化。「軸上」ロードセルにかかる力を示す。



第11図 封圧 800 MPa, 歪速度 $0.33 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$, 温度 500°C (Atg1) と 700°C (Atg2) におけるアンチゴライト蛇紋岩の応力-歪曲線 (a) と、変形実験中の軸部にかかる剪断応力の変化 (b)。

おわりに

MK65S は世界で最も早い時期に開発された固体圧変形試験機の一つであるが、応力測定のために最適化された設計において、他に例のない試験機ということができる。これまでの Griggs 型試験機による研究では、変形実験前後の力学データから軸摩擦を推定していた (Green and Borch, 1989; Gleason and Tullis, 1993; Tingle et al., 1993) が、MK65S では変形実験中の摩擦力の変化も実測できることが大きな利点である。しかし開発当時のペンレコーダーではこの性能を十分生かすことはできなかった。今回、パソコンによる制御計測系を導入することにより、はじめて固体圧装置の内部摩擦の状態を詳しく捉えることができた。圧力校正や温度勾配の補正にはまだ課題が残るが、今後、試料アセンブリの改良を行ないつつ、地殻・マントルのレオロジーをより高い精度と信頼性で決定できるようにしたい。

本実験装置のカバーする地殻下部からマントル最上部までの温度圧力領域は、陸域や沈み込みプレート境界における地震発生域でもある。最近、高ボアソン比異常や比抵抗異常、低周波微動などの地球物理学的観測によって、震源域における物質科学、とりわけ H_2O 流体のはたす役割が注目されている (笠原, 2003)。震源過程の実像を明らかにするためには、脆性-延性挙動と岩石組織の変化、そして弾性波速度など観測にかかる物性の関係を調べることがますます重要となってくる。MK65S は試料や圧力容器内径が大きく、各種の計測用リード線を挿入することも比較的容易なため、高温高圧下で岩石を変形させながら物性測定を行なうなど、様々な実験計画に用いることができるだろう。

謝 辞

信州大学塚原弘昭教授と宇宙研藤村彰夫教授には有益な査読意見をいただいた。本変形試験機の解体修理の際には名古屋大学装置開発室の増田忠志氏、鈴木和司氏のご協力を仰いだ。本稿執筆にあたって、嶋本利彦教授の試験機設計セミナーおよび講義資料がたいへん参考になった。本研究は日本学術振興会科学研究費補助金基盤研究 (A) (平成 14-16 年度、課題番号 114204047, 代表: 大槻憲四郎), 基盤研究 (B) (平成 16-17 年度、課題番号 16340150, 代表: 清水以知子), および平成 16-17 年度地震研究所共同研究費によって助成された。

文 献

- 安東淳一・竹下 徹・松原一成・早坂康隆, 2006, 広島大学設置改良型 Griggs 装置の基本性能評価. 構造地質, no. 49, 27-39.
- Borch, R. S. and Green, H. W., 1989, Deformation of peridotite at high pressure in a new molten salt cell : comparison of traditional and homogeneous temperatures treatments. *Phys. Earth Planet. Inter.*, **55**, 269-276.
- Boyd, F. R. and England, J. L., 1960, Apparatus for phase equilibrium measurements at pressures up to 50 kilobars and temperatures up-to 1750°C. *Jour. Geophys. Res.*, **65**, 741-748.
- Carter, N. L., Christie, J. M. and Griggs, D. T., 1964, Experimental deformation and recrystallization of quartz. *Jour. Geol.*, **72**, 687-733.
- de Ronde, A. A., Heilbronner, R., Stunitz, H. and Tullis, J., 2004, Spatial correlation of deformation in experimentally deformed plagioclase-olivine aggregates. *Tectonophysics*, **389**, 93-109.
- Edmond, J. M. and Paterson, M. S., 1971, Strength of solid pressure media and implications for high pressure apparatus. *Contrib. Mineral. Petrol.*, **30**, 141-160.
- Gleason, G. C. and Tullis, J., 1993, Improving flow laws and piezometers for quartz and feldspar aggregates. *Geophys. Res. Lett.*, **20**, 2111-2114.
- Green, H. W. and Borch, R. S., 1989, A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressure. *Eur. Jour. Mineral.*, **1**, 213-219.
- Green, H. W., Griggs, D. T. and Christie, J. M., 1970, Syntectonic and annealing recrystallization of fine-grained quartz aggregates. In Pualitsch, P., ed., *Experimental and natural rock deformation : Laboratory studies*, Springer-Verlag, Berlin, 272-335.
- Griggs, D. T., 1967, Hydrolytic weakening of quartz and other silicates. *Geophys. Jour. Roy. Astron. Soc.*, **14**, 19-31.
- Griggs, D. T., Turner, F. J. and Heard, H. C., 1960, Deformation of rocks at 500°C to 800°C. *Geol. Soc. Amer. Mem.*, **79**, 39-104.
- Heard, H. C., 1960, Transition from brittle to ductile flow in Solnhofen limestone as a function of temperature, confining pressure, and interstitial fluid pressure. *Geol. Soc. Amer. Mem.*, **79**, 193-226.
- Heard, H., 1963, Effect of large changes in strain

- rate in the experimental deformation of Yule marble. *Jour. Geol.*, **71**, 162–195.
- 飯田汲事・塚原弘昭・熊澤峰夫・小林洋二・鈴木功・笠原順三, 1971, 高温高圧下における岩石の超低速度変形. 材料, **20**, 179–184.
- Jung, H., Green, H. W., II and Dobrzhinetskaya, L. F., 2004, Intermediate-depth earthquake faulting by dehydration embrittlement with negative volume change. *Nature*, **428**, 545–549.
- Kamb, W. B., 1959., Theory of preferred crystal orientation developed by crystallization under stress. *Jour. Geol.*, **67**, 153–170.
- Kamb, W. B., 1961 a, The thermodynamic theory of nonhydrostatically stressed solids. *Jour. Geophys. Res.*, **66**, 259–271.
- Kamb, W. B., 1961 b, Author's reply to Discussions of the paper 'the thermodynamic theory of nonhydrostatically stressed solids'. *Jour. Geophys. Res.*, **66**, 3985–3988.
- 笠原順三, 2003, 沈み込み帶の地震発生と水の挙動. 笠原順三・鳥海光弘・河村雄行編, 地震発生と水, 東京大学出版会, 210–239.
- Kumazawa, M., 1961, A note on the thermodynamic theory of nonhydrostatically stressed solids. *Jour. Geophys. Res.*, **66**, 3981–3984.
- 熊澤峰夫・清水以知子, 2006, 日本における固体圧変形実験装置の開発と研究の系譜. 構造地質, no. 49, 5–14.
- MacDonald, J. F., 1960, Orientation of anisotropic minerals in a stress field. *Geol. Soc. Amer. Mem.*, **79**, 1–8.
- 増田幸治・井料兼一・小椋 昭, 2006, ガス圧式高温高圧実験装置用内熱炉の開発. 構造地質, no. 49, 73–76.
- Masuda, T. and Fujimura, A., 1981, Microstructural development of fine-grained quartz aggregates by syntectonic recrystallization. *Tectonophysics*, **72**, 105–128.
- Raleigh, C. B. and Paterson, M. S., 1965, Experimental deformation of serpentinite and its tectonic implications. *Jour. Geophys. Res.*, **70**, 3965–3985.
- Tingle, T. N., Green, H. W., Young, T. E., and Kocynski, T. A., 1993, Improvements to Griggs-type apparatus for mechanical testing at high pressure and temperatures. *Pure Appl. Geophys.*, **141**, 523–543.
- Tsukahara, H., Yamazaki, T. and Ohno, I., 1976., Preferred lattice orientation produced by deformation in natural olivine aggregate and synthetic fayalite under stress. *Jour. Geol. Soc. Japan*, **82**, 713–727.
- Tullis, T. E. and Tullis, J., 1986, Experimental rock deformation technique. In Hobbs, B. E. and Heard, H. C., eds., *Mineral and rock deformation : Laboratory studies*, Amer. Geophys. Union, Washington D. C., Geophysical Monograph, **36**, 297–324.