原著論文

広島大学設置改良 Griggs 型変形実験装置の基本性能評価

Evaluation of fundamental performance of a modified Griggs type apparatus installed at Hiroshima University

安東淳一*・竹下 徹**・松原一成*・早坂康隆* Jun-ichi Ando*, Toru Takeshita**, Kazunari Matsubara* and Yasutaka Hayasaka*

Abstract: Deformation experiments using triaxial solid-medium deformation rigs such as a Griggs-type apparatus have been important in order to quantitatively understand plastic behavior of the Earth's constituent minerals and rocks. A modified Griggs-type apparatus has been recently built at the Hiroshima University. In this paper, we briefly describe configuration of this deformation apparatus and evaluate its fundamental performance, using NaCl and glass sample cells, which have been developed by ourselves. We conclude that this deformation apparatus using the NaCl cell has a good potential to produce precise mechanical data under the following circumstances. The upper limit of confining pressure in the NaCl cell at room temperature is inferred to be ca. 3 GPa, which is slightly higher than that in glass cell. We calibrated confining pressure of both cells at high temperature as a function of applied load up to 750 kN. The results show that confining pressure in the glass cell reaches almost 100% of the ideal pressure calculated as (load)/(basal area of the piston), whereas that in the NaCl cell decreases with increasing applied load and reduced to 72% of the ideal pressure at 750 kN. Hydrostatic condition can be generated in the NaCl cell at temperatures as low as 500°C. However, the NaCl cell becomes unstable over 800°C. A sample in the glass cell is non-hydrostatically stressed at low temperature, but stress state becomes hydrostatic over 700°C due to softening of the glass. The glass cell is very stable up to 1300°C. Therefore, the NaCl and glass cells can be useful for deformation experiments at temperature lower than 800°C and higher than 700°C, respectively. Temperature gradient along the graphite heater is large, and is expressed as Tg = $0.09 \times T$, where Tg and T represent temperature gradient (°C/mm) and temperature at the center of heater (°C), respectively. In order to minimize the temperature gradient of sample, new devices such as metallic capsule and/or step heater must be installed in the present sample cell. Using the NaCl cell, we conducted a constant displacement rate test of serpentinite at P=0.9 GPa, T=600 °C, and at a preset displacement rate of inner-piston of $600\,\mu\text{m/hr}$. The experimental stress-time curve is good enough for a dynamic base line, hit point and steady state creep to be well-defined. Based on the results, it can be inferred that the flow strength of the sample is ca. 570 MPa at the strain rate of 3.1×10^{-5} /s.

Key words : Modified Griggs-type apparatus, confining pressure calibration, temperature gradient, constant displacement rate test

2005年9月28日受付,2006年2月14日受理

^{*} 広島大学大学院理学研究科地球惑星システム学専攻 Department of Earth and Planetary Systems Science, Graduate School of Science, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima, 739-8526, Japan

^{*}北海道大学大学院理学研究科地球惑星科学専攻

Department of Earth and Planetary Sciences, Graduate School of Science, Hokkaido University, Sapporo, 060-0810, Japan

はじめに

代表的な固体圧式3軸変形試験機である Griggs 型 変形実験装置は、試料を塑性変形させる為に必要な高 い圧力(封圧)と温度を容易に発生させる事が可能で ある.一般に、実験はシリンダー(圧力容器)やピス トンの材料強度の問題で2GPa以下の圧力で行われ ている. この発生圧力条件に関しては,現在では, DIA 型高圧発生装置を改良した変形実験装置と放射 光を併用する方法で、10 GPa 程度の超高圧下でのマ ントル構成鉱物の変形実験が可能となっている (Nishiyama et al., 2005). しかし, 日常的に実験を繰り返 して行える事や,より大きな歪量を達成できる事,ま た, 試料体積を多く取れる点などを考慮すると, 固体 圧式3軸変形試験機は今後とも、地殻やマントルを構 成する鉱物や岩石のレオロジーの研究で必要不可欠な 実験装置であり続けるであろう(例えば, Jung et al. (2004)).

固体圧式3軸変形試験機の欠点として, 試料及びピ ストンと固体圧力媒体間に発生する摩擦抵抗によっ て, 試料に発生する差応力値を精確に測定できない事 が指摘されている. これは, 応力測定の為に用いる ロードセルをシリンダーの外部に設置せざるをえない 為に生じる問題である.この問題を解決する為に,試 料の回りの圧力媒体に実験温度条件下でかなり軟化、 あるいは, 融解する NaCl などのアルカリハライドを 使用する事で、上記の摩擦抵抗を低くし、差応力値の 測定精度を上げる試みがなされた(例えば, Green and Borch (1989); Borch and Green (1989); Gleason and Tullis (1993)).液体の場合,試料と圧力媒 体間の摩擦抵抗は非常に低いので、差応力値の測定精 度はかなり向上する.しかし、試料セル全体に熔融塩 を使用する事は出来ないので、依然として差応力測定 には問題が残る. 一方, Jung and Karato (2001) と Karato and Jung (2003) は、試料そのものであるオ リビンの転位密度から差応力値を求める事で、差応力 測定の精度の向上を試みている.オリビンは,塑性変 形中に発生する転位密度と差応力との関係が良く調べ られている代表的な地質差応力計である(例えば, Kohlstedt et al. (1976)). この方法は現時点におい て, 摩擦抵抗の問題を解決できる唯一の方法と考えら れるが、転位密度の不均質性や転位密度計の精度の問 題、また、実験中の差応力値の変化を測定できないと いった問題を含んでいる. この様に固体圧式3軸変形 試験機を使用する際には、試料に発生する差応力値を 精確に見積もる事は容易ではない.

一方,試料と圧力媒体間に摩擦抵抗を生じないガス 圧装置は,通常,地殻中部程度までの圧力(500 MPa, 深さ 15 km 相当)を発生させる事しかできない.従っ て,固体圧式 3 軸変形試験機はロードセルによる応力 測定に問題を有するものの,地殻やマントルでの構成 鉱物や岩石のレオロジー研究においては不可欠な実験 装置である.

本論では、2000年3月に科学研究費基盤研究(A) (課題名:岩石変形学に基づく地震(高速変形)の準備 過程の解明.研究代表者:竹下徹)により、広島大学 大学院理学研究科地球惑星システム学専攻に導入され た固体圧式3軸変形試験機(住友重機械工業社製)と、 開発した試料セルに対して、発生圧力、温度勾配、定 歪速度試験の3項目の評価を目的に行った実験の結果 をまとめる.

装置概要

本実験装置の原型は、Griggs 型変形実験装置であ る.Griggs 型変形実験装置の基本構成は、ピストンシ リンダー型高圧発生装置に内部ピストンを組み込み、 モーターと複数の歯車(ギア)によって微小速度で内 部ピストンを駆動させ試料に軸荷重を加え、差応力を 発生させる事にある.本実験装置はこの構成を参考と しつつ、いくつかの変更を加えて開発された.以下に 装置の概要をまとめる.

本装置は、(1) ピストンシリンダー型高圧発生部、(2) 微小変位制御システム、(3) 加熱制御システムから構成 されている. ピストンシリンダー型高圧発生部は、手 動ポンプによって最大 400 kgf/cm² までの油圧をプレ ス本体のジャッキ中に発生させる事が出来る. この最 大油圧は約 200 トンの荷重に相当し、シリンダー内径 は 23.0 mm であるので、理想的には最大 4.7 GPa の高 圧力が発生する事になる.本装置では、(1) の油圧 ジャッキと(2) の駆動装置をそれぞれシリンダーの上 下に配する事で、オリジナルな Griggs 型変形実験装 置の様な 2 重油圧ラムを使用しないシンプルな構成に なっている. Fig. 1 に装置全体の模式図を示す.

上記した様な理想的な高い圧力が発生した場合で も、シリンダーが破損しない為に、本装置のシリン ダーには特筆すべき点がある.本装置のシリンダーは 単純な円筒形ではなく、その両端部において内から外 に口径が徐々に大きくなる形態を有している(Fig.1 c). 最外部での口径は 83.6 mm である. この形態は単 純な円筒形のシリンダーに比べて、シリンダー内壁に 発生する応力を小さくする事ができる。特に、円筒形 部分の両端 (Fig. 1 c の B 部) においては, 単純な円筒 形のシリンダーに比べて発生応力を70%以上も減少 させる事ができる. Griggs 型変形実験装置では、シリ ンダーを上方から締め付ける事で耐圧限界を上げてい るものもあるが、本実験装置ではこのシリンダーの形 態によって、シリンダーの締め付けを行う事なく耐圧 限界を上げており、その結果、油圧ラムの機構が単純 となっている.





Fig. 1 Schematic diagram of a modified Griggs type deformation apparatus installed at Hiroshima University (Courtesy of Sumitomo Heavy Industries, Ltd). (a) and (b) show the front and side views of the apparatus. The frame of the apparatus is not drawn in (b) which is looked from the left side of (a). (c) shows a close up view of *piston-cylinder-inner piston* assembly. A and B in (b) and (c) represent a couple of wedge plates in an inner piston driving equipment and positions of cylinder, respectively. See text for detailed explanations.

本装置と Griggs 型変形実験装置の構造で最も大き く異なる部分は、(2)の微小変位制御システムである。 この部分の主体は、くさび式ピストン駆動装置である (Fig.1のA部). この装置は、非常に緩い勾配(約 4°)をつけた2枚のくさび(ウエッジ)を重ねた構造 をもつ. 下ウエッジをサーボモーターにより水平方向 に変位させる事で、一定水平位置に固定されている上 ウエッジを垂直方向に変位させる. この垂直変位によ り、上ウエッジ上に配置されているピストンが上方へ と駆動され、試料に対する軸荷重を与える. この方式 の採用により、ピストンの動作が極めて一様になると 同時に、オリジナルな Griggs 型変形実験装置のギア 駆動系に比べて高い剛性が得られている。ピストンの 変位はサーボモーターによって駆動され、時速1µm から時速1cm (10⁻⁷ mm/sec~10⁻³ mm/sec のオー ダー)でコンピューター制御する事が可能である. Griggs 型変形実験装置は、高静水圧を発生させるピ

ストンシリンダー型装置と上記のモーター駆動の軸圧 発生装置を組み合わせたものである.ここでは、高静 水圧(封圧)を発生させるピストン(外部ピストン) と、試料に対して軸圧を加えるピストン(内部ピスト ン)を、それぞれ"上アンビル"(シリンダー内の圧力 媒体は、上下のアンビルで封じ込められる)と"イン ナーピストン"と呼んで区別する.

インナーピストンの変位の測定にはレーザーセン サーを用いており(Fig.1b),その変位分解能は0.03 µmである.微小変位制御システムのうち後述する ロードセルよりも上部を構成する部分(インナーピス トン突き上げロッド,インナーピストン及び上アンビ ル)は,大きな弾性率を持つ鋼材と超硬合金(タング ステンカーバイト)とアルミナ(Al₂O₃)で作成されて いるので,インナーピストンの変位を試料の変位とみ なす事ができる.

インナーピストンの変位によって発生する軸荷重 は、ロードセルによって測定する(Figs.1a,b).この 測定値はコンピューターに送信され、リアルタイムで モニターできる.本装置では、インナーピストンの上 昇速度(サーボモータの回転数)を一定に保持させ、 その時の荷重の変化をモニターする定歪速度試験と、 ロードセルでモニターされる軸荷重を一定に保つ様に インナーピストンの上昇速度を制御するクリープ試験 を行う事が可能である.

加熱制御システムは、電源装置と電源装置の電流・ 電圧・抵抗値と試料セルの温度をモニターするコン ピューターで構成されている. 試料の加熱は、試料セ ルに組み込んだ円筒形グラファイト(以下,グラファ イトヒーター)の抵抗発熱を利用する.電源装置に よって、このグラファイトヒーターに流れる電流を制 御し、目的の温度を達成する.本電源装置は、最大 500 Aの直流及び交流電流を発生できる.実験には直流電 流を使用している.

試料セル詳説

変形実験に使用している試料セルを Fig. 2 に示す. 試料は円柱状で,代表的なサイズは,直径約7.0 mm, 長さ約7.0 mm である. グラファイトヒーターの周囲 には,試料の発熱効率を高める為,また,グラファイ トヒーター内の温度勾配を小さくする目的で熱伝導率 の低いジルコニアの円筒を配置させている. 円筒形ジ ルコニアの有無により加熱に要する電力と発生温度と の関係はどう変化するか,結果を Fig. 3 に示す.両者 を比較すると,高温になるほど発熱効率の差が大きく なり,1,000 W 時では約100℃もの違いがジルコニア の有無によって生じる.

圧力媒体には以下の4つの材料を使用している (Fig. 2). 1) パイロフィライト (Al₂Si₄O₁₀(OH)₂), 2) タルク $(Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2)$, 3) NaCl, 4) ガラス (IWAKITE-32GLASS) である. パイロフィライト圧力 媒体は、上アンビルによる荷重がタルク及び NaCl の 圧力媒体に均等に作用する役目をする. しかし, 加圧 中のパイロフィライト圧力媒体の変形は、この圧力媒 体を貫通している熱電対に伸張応力を加え、熱電対の 切断を引き起こす. これを防ぐ為に、ステンレス管に よって熱電対を保護している. 更に, 加圧中に熱電対 は90°に屈曲している場所で剪断力を受け切断されや すい. その為に, 試料セルの側方からアルミナ棒をは め込んで補強している. また, 高温時に試料をできる だけ静水圧に近い状態にする目的で、試料の回りに NaCl 圧力媒体を配置させた.更に、NaCl の代わりに ガラスを用いたセルも開発した.以下では、NaCl及 びガラスを用いた試料セルを, それぞれ NaCl セルと ガラスセルと記載する.パイロフィライトは高温状態 になると脱水分解反応を生じ、水を排出する. この水 が NaCl 圧力媒体の融点を下げ、安定な圧力発生を難 しくする.従って、パイロフィライトは900℃で1時 間加熱処理をした物を使用している.

グラファイトヒーターを発熱させる為の電流は、シ リンダーから円筒形ジルコニアの上の銅リングを経て グラファイトヒーターへ、そしてハイスリング(或い は Fe リング)へと流れる. 温度の計測は、試料部分に ホットジャンクションを持つ Pt-Pt10% Rh 熱電対を 用いて行う. 熱電対は、試料セル内と上アンビル以降 ではそれぞれ、アルミナ2穴管とフッ素樹脂チューブ を用いて保護されている.

試料を塑性変形させる軸荷重は、下アンビル内に組 み込まれた超硬製のインナーピストンによって加えら れる. 試料セル内では、マイクロピストンによる軸荷 重が、アルミナ、或いは、超硬製のピストンに伝えら れ試料を変形させる. このアルミナピストンは空隙率



Fig. 2 Cross section of a cell assembly designed for deformation experiment.



Fig. 3 Relationships between electric power and temperature generated at center of the graphite heaters with and without a zirconia sleeve at applied load of 500 kN. The size of graphite heaters in both cells are the same; $\phi = 9.5-9.0$ and 18 mm in thickness and length, respectively.

0.5%の緻密な焼結体である. 試料の上部に配置して いるアルミナピストンと試料間に NaCl 或いはガラス を配置させる事で,加圧段階において,試料に大きな 軸荷重がかからない様にしている.

以上の試料セルは、シリンダーにセットする前に組 み立てる. その後、試料セルの外周を約10µm 厚の鉛 箔で覆い,更に,シリンダーの内壁に二硫化モリブデンを含有する潤滑ペーストを塗布する.これにより, 試料セルとシリンダー内壁との摩擦抵抗を少しでも低下させ,上アンビルによる荷重が効果的に試料セルに 働く様にする.

以下に、本変形実験装置の基本的な性能と、上記の 試料セルの評価を目的に行った実験の結果を、発生圧 力、温度勾配、定歪速度試験の順でまとめる。

実験結果と性能評価

1. 発生圧力の評価

ピストンシリンダー型高圧発生装置部の発生圧力較 正実験の結果をまとめる. ピストンシリンダー型高圧 発生装置は、プレス本体のジャッキの油圧を手動ポン プによって制御し、上アンビルをシリンダー内に押し 込む事で試料に圧力を加える機構を持つ. 圧力媒体が ガス圧装置の様に気体の場合には、上アンビルとシリ ンダー内壁との間には摩擦が発生せず、また、十分に 流動的であるので、油圧から求められる荷重をF (N)、ピストンの底面積 S (m²) とすると、試料に発生 する圧力 P (Pa) は

P = F/S

で計算する事が出来る.しかし,固体圧力媒体を使用 した場合には,上アンビルとシリンダー内壁との摩擦 および固体圧力媒体とシリンダー内壁との摩擦や,固 体圧力媒体の大きな圧縮強度の問題により式(1)は成 立しない.従って,荷重と発生圧力の関係を較正曲線 として求めておく必要がある.本章では,室温条件と 高温条件で行った圧力較正実験の結果をまとめる.

(1)

1.1 室温条件での圧力較正

試料セル内の試料位置にビスマス(Bi)小片をセットし,Biを通る電気回路を形成し,ピストンシリン ダー型高圧発生装置の外部でBiの電気抵抗を測定した.室温においてBiは2.55 GPaと2.77 GPaの圧力 で,その構造をⅠ-ⅡおよびⅡ-Ⅲへと変化させる.こ の圧力誘起相転移時にBiの電気抵抗値はそれぞれ減 少及び増加する.この電気抵抗値の変化を測定する事 で圧力較正を行った.

Fig. 4 に荷重に対する Bi の電気抵抗値の変化の1 例を示す. Fig. 4 a で示されている各荷重における電 気抵抗値は, 1 分から3 分の間に5 秒間隔で連続測定 した値の平均値である.荷重が1,135 kN までは,荷重 を増加させた瞬間に Bi の電気抵抗値がわずかに増加 する事を反映して,平均値は単調に増加している.一 般に,相転移圧を越えても相転移圧近くの圧力条件で は,相転移カイネティクスの問題により電気抵抗値の 時間変化は非常にわずかである.従って,荷重を増加 させた瞬間に Bi の電気抵抗値が増加する場合には, 各荷重における電気抵抗値の平均値からでは相転移現 象の発生を正しく判断できない. そこで, 各荷重にお ける電気抵抗値の時間変化率を求め (Fig. 4b), 電気 抵抗値の増減を判断し相転移荷重を把握した. Fig. 4



Fig. 4 Change of (a) normalized electric resistance (R/ R_0) and (b) average rate of change of electric resistance of Bi with increasing applied load at room temperature. R_0 is electric resistance at room pressure. Pressure induced phase transformations of Bi occur at 1.55 GPa and 1.77 GPa, where its electric resistance decreases and increases, respectively.

4.0 3.0 3.0 2.0 1.0 1.0 Glass cell 0 0 500 1000 1500 Applied load (kN)

Fig. 5 Pressure calibration curves at room temperature for NaCl and glass cells. Solid line represents ideal pressure calculated as (load)/(basal area of the upper anvil).

b には, その様にして求めた相転移荷重をも示している.

NaCl セルとガラスセルに対して、それぞれ圧力較 正実験を行った.各セルに対して3回と2回の実験を 行い, 2.55 GPa と 2.77 GPa に対応する荷重を決定し, その平均値を求めた. Fig.5はこの様にして求めた圧 力較正曲線である.この図には,式(1)で求めた理想的 な圧力と荷重の関係を示す較正直線も図示されてい る. この結果から、NaCl セルでは、荷重 1.083±26 kN で 2.55 GPa, 1286±34 kN で 2.77 GPa の圧力が発生す る事が分かった.一方、ガラスセルの場合は、NaCl セ ルよりも大きな荷重 (1,220±10kN) によって、やっと 2.55 GPa の圧力が発生する.また,1,300 kN の荷重を 加えても、BiのⅡ-Ⅲ相転移を確認する事が出来な かった.この事は、NaClに比べてガラスの圧縮強度が 大きく, ガラスの圧力媒体が荷重方向の主応力(σ₁)を 支えてしまい、それに直交する方向の主応力である封 $E(P_c = \sigma_2 = \sigma_3)$ が有効に発生していない可能性を示 唆している.

Fig. 6 は、荷重の変化に伴う上アンビルと下アンビ ル間の距離の変化(上アンビルがシリンダー内に入る 量の事で、上アンビルの移動量をリニアゲージで測定 した値.以下では"ストロークの変化"と表現する) を表している.NaClセルとガラスセルのストローク の変化を比較すると、荷重が約250 kNまではほぼ同 じ量の変化を示すが、それ以上の荷重になると、ガラ スセルの方がわずかに大きな変化量を示す.セルを回 収し、セル下部に配置させている Fe リングの表面を



Fig. 6 Displacement of the upper anvil with increasing applied load. The displacement was measured using a stroke gauge, which has a high resolution of measurement around $0.5\,\mu$ m.

観察すると、NaCl とガラスに接する部分に強く押さ れた圧痕が残っている.この圧痕は、ガラスの方がよ り深く押し込まれた円形の溝となっている.これは、 圧縮強度のより大きなガラスが、上方からの荷重に よって強く Fe リングを変形させた事を表している. この Fe リングが変形する事によって、ガラスセルの ストロークの変化の方が大きくなっていると考えられ る.この結果は、ガラスセルの場合に封圧 Pc が有効に 発生していないという上記の考えを支持するものであ る.この事は、次節の"高温条件での圧力較正"で明 確になる.

NaCl セルは、荷重が約 1,000 kN を越えると急激に 圧力の発生効率が悪くなり、発生圧力に上限が生じる 様である(Fig. 5). その最大発生圧力は、約 3.0 GPa と見積もる事ができる. この原因は、荷重によって固 体圧力媒体が圧縮され続けるうちに、固体圧力媒体間 の空隙の減少と加工硬化によって圧縮強度が大きくな り、荷重を圧力媒体が支えてしまう効果が増大する為 と考えられる. この事は、ガラスセルにも生じている と考えられる.

NaCl セルとガラスセルで大きく発生圧力に差が認 められる事は、ガラスの圧縮強度の大きさを反映して いると考えられる.しかし、最も大きく発生圧力に影 響を与えている圧力媒体は、試料セル中で最も多くの 部分を占めているタルクと考えられる.また、ジルコ ニア断熱材(圧縮強さ:780 kg/cm²)は、圧力媒体中 で小さな体積分率を占めるにすぎないが、非常に圧縮 強度が大きいので、その影響も無視できないと思われ る.今後、より大きな圧力を発生させる為には、タル クとジルコニア断熱材の部分を減らし、Green and Borch (1989)、Borch and Green (1989)、Gleason and Tullis (1993)の試料セルと同様に NaCl の占め る割合を増やす必要がある.しかし、ジルコニア断熱 材のサイズの変更は発熱効率の悪化と関係するので、 サイズの変更は注意が必要である.

1.2 高温条件での圧力較正

高温条件では試料セルを構成する物質がより流動的 になる為に、室温条件とは異なった圧力が発生する. 従って、高温下での圧力較正曲線を求めておく事が高 温条件で行う変形実験には必要となる.本節では、荷 重 500 kN と 750 kN で行った NaCl セルとガラスセル の圧力較正実験に関してまとめる.

高温下での圧力較正実験は、本変形実験装置の特徴 を利用して行った.本変形実験装置では、インナーピ ストンに加わる荷重をインナーピストンの下方にセッ トされているロードセルによって測定する(Figs.1, 7).ロードセルで測定される軸荷重は、インナーピス トンに生じる軸応力 *o*₁ と封圧 P_cに起因する上向きの 摩擦力で決まる(Fig.7).実際の変形実験過程では、



Fig. 7 Schematic diagram showing position of a load cell and stress state in sample cell.

まず、荷重(以下、"上荷重"と表現する)を上アンビ ルに加えシリンダー内に押し込む事で試料を目的の圧 力に加圧する(実験過程の説明は、定歪速度試験の節 を参照).この加圧過程において、ロードセルで測定さ れる軸荷重は上荷重に対してほぼ線形に増加する (Fig. 8).次に、上荷重を一定に保持した状態で加熱 すると、固体圧力媒体が塑性変形し静水圧状態($\sigma_1 = \sigma_2 = \sigma_3$)に近づく.更に、高温になる事で Pc に起因す る摩擦力も低下するので、ロードセルで測定される軸 応力はより σ_1 近づく.この事を利用して、高温下で測 定されるロードセルの軸荷重から圧力媒体中に発生し ている圧力を見積もった.実験に使用しているイン ナーピストンの底面の直径は 7.0 mm である.

高温条件での圧力較正実験では、試料セル中に試料 をセットせずに、Fig.2に示されている試料の上面ま でインナーピストンを伸ばしたものを使用した.ガラ スセルと NaCl セルに対する上荷重 500 kN と 750 kN の結果を Fig.9 と Fig. 10 に示す.ガラスセルを用い た場合、最低でも 1,300℃ の高温まで安定に実験を行 う事が可能である.一方、NaCl セルの場合、800℃以 上の温度条件では、熱電対が断線しやすいなど試料セ ルが不安定な状態になる事が多い.これは、NaCl の 低い融点と、次章で述べる様に、現在のグラファイト ヒーターでは中心と端の部分の温度差がやや大きい為 に、グラファイトヒーター内部の NaCl 圧力媒体が複 雑な応力状態になる事に起因していると考えられる. その為に、ガラスセルに対しては 1,300℃まで、NaCl セルに対しては700℃と800℃までのロードセルの荷 重の変化を測定した.測定の過程は、試料セルに目的 の上荷重を加えた状態で目的の温度に加熱し、ロード セルの軸荷重がほぼ一定になるまでその温度を保持 し、その後、次の目的の温度に上昇させる事を繰り返 した.

ガラスセルの場合,500 kN と750 kN の両上荷重と もに、500℃から700℃に加熱した際に軸応力が大き く減少する (Fig. 9). この事は、加熱前の段階では、 マイクロピストンの直上に位置するガラスの大きな圧 縮強度の為に、Pc に比べて σ_1 がかなり大きな状態に あった事を示している.また、このガラスの常圧下で の軟化点は 821℃(IWAKITE-32GLASSの技術資料に よる)であるが、この圧力領域では、500℃から700℃ の間の温度で急激に強度を減少させて $\sigma_1 = P_c$ の状態 に近づいた事が分かる.700℃以上の温度では、より 静水圧状態に近づく為に軸応力はわずかに減少を続け るが、これらの軸応力から求めた発生圧力はほとんど 同じ値を示す.従って、700℃で軸荷重が一定値に達 した際の値を発生圧力と定義する事にした.

NaCl セルの軸応力の変化を Fig. 10 に示す. NaCl セルの特徴は、温度を上昇させると軸応力がわずかに 増加し、その後、徐々に減少し一定の値に収束する事 である. この様な軸応力の変化は、NaCl 圧力媒体の 熱膨張による発生圧力の微増と、その後、試料セル内 の相対的な低温部にある圧力媒体の塑性変形によって



Fig. 8 Relationship between applied load by hydraulic pumping to the upper anvil and axial load measured by load cell. Axial load increases with increasing applied load, which is divided into three regions of the linear relationship with different slopes : 0-70 kN, 70-200 kN and 200–750 kN of the applied load. This could be caused by yielding of NaCl at 70 kN at room temperature and softening of NaCl at 200 kN at 400°C, respectively.

静水圧状態により近づく為に軸応力が微減している事 で説明できる.ガラスセルの様に温度の上昇とともに 軸応力が減少しないのは,NaClは500℃の条件です でに降伏しており,静水圧に近い状態に達している為



Fig. 9 Changes of apparent pressure calculated from axial load in the glass cell with increasing temperature at the applied load of (a) 500 kN and (b) 750 kN. Solid line represents the ideal pressure.



Fig. 10 Changes of apparent pressure calculated from axial load in the NaCl cell with increasing temperature at the applied load of (a) 500 kN and (b) 750 kN. The ideal pressure is indicated in each diagram.

と考えられる. 各温度における軸応力の収束値は,上 荷重が 500 kN ではわずかに増加し,750 kN ではほぼ 一定である. 上荷重が 500 kN の時に温度を上昇させ ると軸応力が増加するのは,NaCl の熱膨張によって 生じる圧力がこの時の発生圧力よりもやや大きい為と 考えられる. ガラスセルと同様に,各温度における軸 応力の収束値から求めた発生圧力はほとんど同じ値を 示すので,700℃における軸応力の収束値を発生圧力 と定義した.

上記の様にして求めたガラスセルと NaCl セルに関 する高温条件での発生圧力の結果を Fig. 11 に示す. この図には、Fig. 9 と Fig. 10 に示している実験結果 の他に、各セルと各上荷重に対してそれぞれ Fig. 9 と Fig. 10 と同一の実験を 1 回行い、その平均値をまと めている.上荷重 500 kN と 750 kN に対して NaCl セ ルとガラスセルでは、それぞれ 0.9±0.0 GPa と $1.3\pm$ 0.0 GPa, 1.2 ± 0.2 GPa と 1.8 ± 0.0 GPa の封圧が発生す る事が分かった.これらの圧力は、式(1)で求められる 理想的な圧力に対して、NaCl セルでは 72%-75%、ガ ラスセルではほぼ 100% の値となっている.

高温条件での発生圧力の結果から以下の事が分かった. NaCl セルは 500 ℃という比較的低温条件から試料を静水圧状態に保持する事が可能である. しかし, 800 ℃を越えると試料セル状態が不安定になり,長時間の変形実験が困難となる. NaCl の圧力約 1 GPa における融点は約 1,000 ℃ (Akella et al., 1969) なので, NaCl セルは融点の 80% 程度の温度条件までの実験に適している. 一方,ガラスセルは,低温条件では試料は非静水圧状態におかれるが,ガラスが軟化する 700 ℃以上の温度ではほぼ静水圧状態となり, 1,300 ℃



Fig. 11 Pressure calibration curves at high temperature for the NaCl and glass cells. Solid line represents the ideal pressure.

という高温条件でも長時間安定した実験が行え,また,圧力の発生効率もよい.

2. 温度勾配

Griggs 型変形実験装置の様なピストンシリンダー 型装置や川井型高圧発生装置などの加熱システムに は、円筒形のヒーターが用いられる.本変形実験装置 ではグラファイトの円筒形ヒーターを使用している が、この様な円筒形ヒーターを用いた加熱システムで は、ヒーターの長軸方向に沿って、中心から端に向 かって低温になる様な大きな温度勾配が生じる事が知 られている (例えば, Ito and Takahashi (1989)). 超 高圧実験の場合, ヒーターの長軸は長くても5mm 程 度までであり、中心部に比べて端の部分では10%か ら30% ほど温度が低い程度である(例えば、入舩 (1992)). しかし、本変形実験装置のヒーターの長さ は、高圧実験の物と比べて18mmと長く、また、ヒー ターの断面も外径と内径がそれぞれ 9.5 mm と 9.0 mm と大きい. その為に, ヒーターの中心部と端の温 度差はかなり大きくなると考えられる. 鉱物の変形特 性の様な熱活性化過程現象を明らかにする実験では, ヒーターの温度勾配を知っておく事が非常に重要とな る.

温度勾配の測定には、高温まで安定に実験を行える ガラスセルを用いた.2対の Pt-Pt10%Rh 熱電対を用 いてグラファイトヒーターの中心部と端の温度を測定 した.1対の熱電対は、Fig.2に示している様にグラ ファイトヒーターの中心の位置に挿入した.また、こ の熱電対に対して180°対面で7mm上方の位置にも う1対の熱電対を挿入し、グラファイトヒーターの端 の温度を測定した.どちらの熱電対も、試料セルの水 平断面の中心部にホットジャンクションが位置する様 にしている.

上荷重 200 kN と 500 kN における温度測定の結果 を Fig. 12 に示す.本実験セルのグラファイトヒー ターは、その中心部と端でかなり大きな温度差を持 ち、温度の上昇によってその温度差が拡大する事が分 かる.また、上荷重が 200 kN と 500 kN では、結果に 大きな違いは認められない.

回収試料のグラファイトヒーターに残されている2 対の熱電対の位置から、500 kNの荷重における中心 部と端の距離が約 6.0 mm である事が分かる. グラ ファイトヒーター内の長軸方向の温度が、中心からの 距離に比例して減少するとして平均的な温度勾配を求 めると、中心温度の上昇に伴って温度勾配はほぼ直線 的に増加する事が分かる. グラファイトヒーターの中 心温度を T (℃) とした時の、温度勾配 Tg (℃/mm) は、以下の近似式で表す事が出来る.

 Tg=0.09×T
 (2)

 現在のところ、本装置を用いた変形実験では、長さ約



Fig. 12 Temperature difference between the center (Tcenter) and end (Tend) of graphite heater measured with Pt-Pt10%Rh thermocouples. Cross and open circle indicate temperatures at 200 kN and 500 kN, respectively.

5.0 mm と約 7.0 mm の円柱状の試料を使用している. このサイズの試料の場合,600℃と言った比較的低温 の条件でさえ,変形実験の開始段階において,試料の 中心部と端の温度差は約 125℃から 150℃ と見積もら れる. 試料の長さを短くすれば温度差を小さくする事 が出来るが,あまり短い試料を実験に用いると試料に 発生する差応力が場所によって異なるといった問題が 生じる.従って,この温度勾配の問題を解決する為に は,試料を熱伝導率の良い白金や Ni 等の金属カプセ ルに封入したり (例えば, Liebermann and Wang (1992)), ヒーターの肉厚を中心部で厚くする様な工 夫 (例えば, Kushiro (1975); Rubie et al. (1993)) が必要になる.

3. 定歪速度試験

本装置を用いた変形実験に関する性能を,蛇紋岩を 試料として行った定歪速度試験のデータを基に考察す る.実験には NaCl セルを用い(Fig. 2),直径約 5.0 mm,長さ約 5.0 mmの円柱状の蛇紋岩を試料とした. この蛇紋岩を構成する鉱物は主にリザダイトであり, 少量のクロム鉄鉱も含有されている.上荷重 500 kN, 温度 600℃,及び,インナーピストンの変位速度時速 600 µmの条件のもとで実験を行った.上荷重 500 kN は 0.9 GPaの圧力に対応する(Fig. 11).600℃の温度 条件では,試料に生じる温度勾配は約 53℃/mmであ るので,この試料の中心と端では約 130℃の温度差が 生じる事になる.この温度差を小さくする目的で,試 料を Ni カプセルに封入して実験を行った.高圧力条 件下でのリザダイトの詳細な相図がない為に,Ulmer



Fig. 13 Schematic diagram showing typical pressurization and heating processes for experiments. Solid and dashed lines represent applied load and temperature, respectively.

and Trommsdorff (1995)のアンチゴライトの相図に 対応させると、本実験の圧力温度条件は、アンチゴラ イトがフォルステライトとタルクに脱水分解する反応 曲線の極近傍ではあるが、アンチゴライトの安定領域 にプロットされる.

変形実験の加圧加熱過程を Fig. 13 に示す.室温で 200 kNの上荷重まで加圧し、この上荷重を保持した 状態で 400℃まで加熱を行う.これにより、加圧中に おける試料の脆性破壊を防ぐ事が可能である.その 後、目的の圧力まで加圧する.この時点で回収した試 料は、脆性変形も塑性変形の跡も認められない.500 kNの上荷重に達した後に、目的の温度に加熱し、そ の後、目的の速度でインナーピストンを駆動させ試料 を変形させた.

以上の実験過程を経て得た実験結果を Fig. 14 に示 す. Fig. 14a はロードセルで測定された軸荷重の時間 変化を表しており, Fig. 14b は同じ時間帯におけるイ ンナーピストンの変位速度の変化を表している. Fig. 14 a 中のポイント A は,変位速度がほぼ一定に到達 した点である (Fig. 14b). 軸荷重の時間変化は3つの 領域に分ける事ができる (Fig. 14a). 領域 I では, 軸 荷重は時間の経過と伴にほぼ線形に増加している.イ ンナーピストンは一定速度で試料セル内に進入してい るので、インナーピストンに発生している封圧 Pcを 受ける面積も一定の割合で増加する. すなわち,時間 の経過と伴にマイクロピストンの動きに対する側方か らの摩擦力が増大する事になる.また、インナーピス トンが試料セル内に進入する事で、わずかではあるが 試料セル内の体積が増大し、圧力が一定の割合で増加 すると考えられる.従って、領域Iで認められる軸荷 重の変化は、インナーピストンに対する摩擦力と圧力 が一定の速度で増加する為に生じていると考えられ る.もし、試料とインナーピストンが、試料の変形を 伴わずにただ一定の速度で動き続けたとすると、軸荷 重は領域 I で認められる時間変化を継続するはずであ る.この軸荷重の時間変化を動的基準線(Dynamic



Fig. 14 Mechanical data of deformation of serpentinite obtained by constant displacement rate test at conditions of P=0.9 GPa, $T=600^{\circ}C$ and preset inner-piston displacement rate of $600 \mu m/hr$. (a) Axial load of sample versus time. Point A indicates the time when the inner-piston started to keep constant displacement rate. (b) Measured values of displacement rate of the inner-piston versus time. Preset displacement rate is shown by straight line. (c) Differential stress versus time curve. The sample probably started to deform at steady state condition only after point B.

baseline) として Fig. 14a に表している.

軸荷重の時間変化が動的基準線から逸脱した点を ヒットポイント(Hit point)と表している.このヒッ トポイントは、試料が試料の上部に配置しているアル ミナピストンに接触し、試料に差応力が発生した点と 考えられる.ヒットポイント以後では、インナーピス トンの変位速度がわずかに減少を続けている(Fig. 14 b).これは、試料の弾性歪の増大に伴い発生応力が大 きくなり、インナーピストンの一定変位速度の制御が 困難になった為に生じた現象だと考えられる.

ヒットポイントの直前には、軸荷重は大きな変化を 示さないが、インナーピストンの変位速度のみが大き くゆらいだ点が認められる (Fig. 14b). このゆらぎの 直前から、インナーピストンの変位速度が遅くなって いる. 従って、この点が本当のヒットポイントであり、 変位速度のゆらぎはヒットにともなった試料セル内の 圧力媒体の急激な強度変化を示しているとも考えられ るが、詳細は不明である.

領域Ⅲにおける軸荷重の時間変化は動的基準線とほ ぼ平行である (Fig. 14 a). これは, 試料に発生してい る差応力が一定の状態で, インナーピストンの試料セ ル内への進入のみに起因する摩擦力と圧力が増大した 事を表している. すなわち, この領域では試料は定常 クリープ状態で変形していたと考えられる. 従って, 軸荷重の時間変化が動的基準線とほぼ平行になった点 を試料の降伏点 (Yield point) と表記した. 降伏点以 後では, 急激にインナーピストンの変位速度が上昇し ている (Fig. 14 b).

以上の事を考えると,領域Iにおいて動的基準線が 明確に規定でき,領域Ⅲにおいて軸荷重の変化が動的 基準線に平行になる様な定常クリープ状態が達成され た場合,領域Ⅱでの軸荷重の変化量は,試料に発生す る差応力のみに対応している事になる.固体圧式3軸 変形試験機の欠点として,試料及びピストンと固体圧 力媒体間に発生する摩擦抵抗によって,試料に発生す る差応力値を正確に測定できない事が指摘されている が,今回の様なデーター処理を行う事によって,正確 な差応力値が求められると考えられる.

領域 I において動的基準線を仮定して、その動的基 準線と軸荷重との差を試料に発生している差応力と し, 試料の変形に要する差応力の時間変化を求めた (Fig. 14 c). 定歪速度試験の場合,降伏点以後の経過 時間と歪速度の積が試料の歪量となるので、実験の結 果は歪量-応力曲線として表現される事が一般的であ る.しかし,現時点での本試料セルでは以下の様な問 題の為にこの変換を行う事ができない。本実験の降伏 点以後のインナーピストンの変位速度を Fig. 14 b か ら求めると時速約 564µm である. また, 降伏点と実 験終了時(Quench 点)までの時間は 129 分であるの で、試料の歪量は1,213 µm となるはずである.しか し、回収試料の歪量の実測値は約 630 µm である. こ の差の原因として、試料セルの構成が考えられる. 試 料と試料上部に配置させているアルミナピストンの間 には、加圧時における試料の脆性変形を避ける為に長 さ約 5,000 µm の NaCl が配置してある (Fig. 2). 変形 実験の回収試料を観察すると、試料とアルミナピスト ンの間には NaCl の膜が存在しており、変形実験中に 試料とアルミナピストンが直接には接していない事が 分かる. この事を考慮すると,降伏点以後のある時点

までは、試料と共に、試料の強度と同じ程度まで加工 硬化した NaCl が変形を続けていたと考えられる. こ の NaCl の歪が、 歪量の計算値と実測値の差となって いると考えられる. Fig. 14c の領域Ⅲにおいて、差応 力が増加している点(ポイント B)が存在するが、こ の点以後に試料のみが定常クリープ状態で変形したと 考えると、 歪量の計算値と実測値がほぼ一致する. す なわち、ポイント B 以後の時間帯の力学データーが試 料の定常クリープ状態を反映したものと考えられる.

この様に、本実験装置と開発した試料セルを用いる と、定歪速度試験における軸荷重の時間変化から試料 の定常クリープ変形の力学データーを取得できる事が 分かった.

以上の結果から、600℃における試料の定常クリー プ状態の力学データーを整理すると、ポイントB以降 のインナーピストンの平均変位速度(時速約 564 µm) から試料の変位速度(歪速度では、3.1×10⁻⁵/s)が求 まり、この時の試料の流動応力は約570 MPaとなる (Fig. 14 c). 蛇紋岩の変形実験は Raleigh and Paterson (1965) や Rutter and Brodie (1988) に始まるが, 本実験装置を用いるとこれらの先駆的な研究よりも高 圧条件下での変形実験を行うことが可能である. 今 後,より高圧下で変形実験を行う事で,蛇紋岩,及び, 沈み込む海洋スラブの強度に対する力学データーを提 示できると考えられる.また,蛇紋岩の脱水反応を伴 う変形現象は、沈み込むスラブ中で発生している稍深 発地震の発生メカニズムに関係していると考えられて いる (例えば, Jung et al. (2004)). 特に, この稍深 発地震は脱水反応が負の Clausius-Clapeyron 勾配を もつ領域で発生する為に、少なくとも3GPa程度の圧 力条件の下での変形実験が欠かせない. この圧力条件 の発生は、従来の変形実験装置では非常に困難である が、本実験装置では十分に可能である.

今後の課題は、ガラスセルを用いた1,000℃以上の 高温条件下での実験において、NaCl セルと同じ様に 明瞭な動的基準線、ヒットポイント、及び、定常ク リープ状態を示す力学データが取得可能か確認する 事、或いは、その様なガラスセルへの改善を行う事で ある.

まとめ

広島大学大学院理学研究科地球惑星システム学専攻 に導入された固体圧式3軸変形試験機の基本性能を, 開発した試料セル(NaClセルとガラスセル)の特徴 と共に評価した.その結果,以下の事が分かった. (1) Biの相転移を利用した圧力較正実験に基づくと, 室温下でのNaClセルの発生圧力の上限は約3.0GPa であると推定される.また,ガラスセルの発生圧力の 上限もほぼ同じ程度と考えられる. (2) NaCl セルは 500℃ という比較的低温条件から, 試料を静水圧状態に保持する事が可能である.しか し,800℃を越えると試料セル状態が不安定になり, 長時間の変形実験が困難となる.一方,ガラスセルは 低温条件では試料は非静水圧状態におかれるが,ガラ スが軟化する700℃以上の温度ではほぼ静水圧状態と なり,1,300℃ という高温条件でも長時間安定した実 験が行える.従って,NaCl セルとガラスセルは,それ ぞれ800℃以下と700℃以上の変形実験に適している と考えられる.

(3) 高温条件での圧力の発生効率は、ガラスセルの場合ほぼ 100% であるのに対し、NaCl セルは、上荷重が 500 kN と 750 kN でそれぞれ約 75% (P=0.9 GPa)、及び、約 72% (P=1.2 GPa) と低い.

(4) グラファイトヒーターは、その中心部と端で大き な温度差を持ち、温度の上昇によってその温度差が拡 大する. グラファイトヒーターの中心温度を T (℃) とした時に生じる温度勾配 Tg (℃/mm)は、以下の 近似式で表す事が出来る.

 $Tg=0.09\times T$

(5) NaCl セルを用い, 圧力 0.9 GPa, 温度 600℃, 及 び, インナーピストンの変位速度時速 600 µm の条件 で蛇紋岩の変形実験を行った. その結果, 明瞭な動的 基準線, ヒットポイント, 及び, 試料の定常クリープ 状態を示す力学データを得る事ができた. この力学 データーは, 本実験装置と NaCl セルを用いると定歪 速度試験が有効に行える事を示している. この力学 データーから, 試料の歪速度 3.1×10⁻⁵/s における塑 性強度は約 570 MPa と求められる.

謝 辞

愛媛大学の入舩徹男教授と千葉大学の金川久一教授 には、本装置を用いた実験に際して多面に渡り支援を して頂いた.愛媛大学の井上徹助教授には、圧力較正 実験に関する有効な助言を頂いた.広島大学特殊加工 技術開発室のスタッフの方々には、試料セルのパーツ や加工冶具の作成を始め、装置に関する様々なサポー トをして頂いた.住友重機械工業株式会社には図面の 公表を許可して頂いた.また、本論にまとめた実験結 果は、近勢貴司氏、佐藤雄介氏、蜷川勝之氏、森 雄 太氏、町田翔平氏の卒業論文と修士論文研究による貢 献が大きい.東京大学の清水以知子博士と静岡大学の 増田俊明教授には有益な査読を行っていただき、変形 実験装置に関する理解と知識が深まった.以上の方々 に厚く感謝の意を表します.

文 献

Akella, J., Vaidya, S.N. and Kennedy, G.C., 1969.

Melting of sodium chloride at pressures to 65 kbar. *Phys. Rev.*, **185**, 1135–1140.

- Borch, R.S. and Green II, H.W., 1989. Deformation of peridotite at high pressure in a new molten salt cell : comparison of traditional and homologous temperature treatments. *Phys. Earth Planet. Inter.*, 55, 269–276.
- Gleason, G. and Tullis, J., 1993. Improving flow laws and piezometers for quartz and feldspar aggregates. *Geohy. Res. Lett.*, **20**, 2111–2114.
- Green II, H. W. and Borch, R. S., 1989. A new molten salt cell for precise stress measurements at high pressure. *Eur. Jour. Mineral.*, **1**, 212–219.
- 入舩徹男, 1992. 超高圧下での鉱物合成. 鉱物学雑誌, 21, 131-140.
- Ito, E. and Takahashi, E., 1989. Postspinel transformations in the system Mg₂SiO₄-Fe₂SiO₄ and some geophysical implications. *Jour. Geophys, Res.*, 94, 10637–10646.
- Jung, H., Green II, H. W. and Dobrzhinetskaya, L. F., 2004. Intermediate-depth earthquake faulting by dehydration embrittlement with negative volume change. *Nature*, **428**, 545–549.
- Jung, H. and Karato, S., 2001. Effects of water on dynamically recrystallized grain-size of olivine. *Jour. Struct. Geol.*, **23**, 1337-1344.
- Karato, S. and Jung, H., 2003. Effect of pressure on high-temperature dislocation creep in olivine. *Phil. Mag.*, 83, 401–414.
- Kohlstedt, D. L., Goetze, C. and Durham, W. B., 1976. Experimental deformation of single crystal olivine with application to flow in the mantle. *In* Sterns, R.G.J., ed., *The Physics and chemistry of*

minerals and rocks, John Wiley, New York, 35–49.

- Kushiro, I., 1975. A new furnace assembly with a small temperature gradient in solid-media, highpressure. *Carnegie Inst. Washington Yearb.*, 75, 832–833.
- Liebermann, R. C. and Wang, Y., 1992. Characterization of sample environment in a uniaxial splitsphere apparatus. In Syono, Y. and Manghnani, M.H., eds., High-pressure research : Application to Earth and planetary sciences, AGU, Washington, D.C., 19–31.
- Nishiyama, N., Wang, Y., Uchida, T., Irifune, T., Rivers, M.L. and Sutton, S.R., 2005. Pressure and strain dependence of the strength of sintered polycrystalline Mg₂SiO₄ ringwoodite. *Geophy. Res. Lett.*, **32**, doi: 101029/2001GL 022141.
- Raleigh, C. B. and Paterson, M. S., 1965. Experimental deformation of serpentinite and its tectonic implications. *Jour. Geophys, Res.*, 70, 3965–3985.
- Rubie, D. C., Karato, S., Yan, H. and O'Neill, H. St. C., 1993. Low differential stress and controlled chemical environment in multianvil high-pressure experiments. *Phys. Chem. Minerals.*, 20, 315–322.
- Rutter, E. H. and Brodie, K. H., 1988. Experimental "syntectonic" dehydration of serpentinite under conditions of controlled pore water pressure. *Jour. Geophys, Res.*, **93**, 4907–4932.
- Ulmer, P. and Trommsdorff, V., 1995. Serpentine stability to mantle depths and subduction-related magmatism. *Science*, **268**, 858–861.