

報 告

ガス圧式高温高压実験装置用内熱炉の開発

Internal furnace for the gas-medium high-pressure and high-temperature apparatus at the Geological Survey of Japan/AIST.

増田幸治*・井料兼一**・小椋 昭**
Koji Masuda*, Kenichi Iryo**, and Akira Ogura**

Key Words : *gas-medium apparatus, internal furnace, high-pressure, high-temperature*

はじめに

産業技術総合研究所に設置されているガス圧式高温高压変形実験装置用の内熱炉（ヒーター）について、開発の実際と内熱炉の性能テストの結果を報告する。ガス圧式高温高压変形実験装置は、高温高压の環境条件での岩石試料の変形を精密に計測するために使用されており、現在、種々のタイプのものが世界中で使用されている。摩擦の構成則や流動則などの、岩石の変形特性・レオロジーを研究するためには高压下でかつ高温下での実験的研究を進めていく必要がある。国内では高压ガスを使った実験装置の開発が外国に比べて遅れていたが、京都大学嶋本研究室でガス圧式試験機が開発され、国内でガス圧式試験機が製作できる体制が整い、ノウハウも蓄積された。産業技術総合研究所地質調査総合センター（Masuda et al., 2002）と東北大学では、京都大学につづく 2 号機、3 号機が製作され、現在、国内で 3 機のガス圧式試験機が稼動している。これらは、外国のガス圧式試験機に比べ、軸荷重・封圧・間隙圧などの制御性能においてすぐれている（例えば、Wibberley and Shimamoto (2003), 増田・新井 (2003)）。

圧力媒体に不活性ガスを使うガス圧式高温高压装置は、圧力媒体が流体であるため試料に加えられた差応力や試料の変形を正確に測定できるという利点と、液体媒体では実現不可能な高温（500℃以上）での実験が可能であるという特徴をもつ（Paterson, 1970 ; Tullis and Tullis, 1986 ; 増田・新井, 2004）。圧力容器内部で圧力（封圧）を加えた試料に対して、さらに、高温

状態を実現するための加熱機構としては、外熱式と内熱式がある。外熱式は圧力容器全体を熱する方式で温度上昇および下降に時間がかかること、圧力容器の材質が十分な強度を保持できる以上の高温にはできないこと（約 500℃まで）などの制約がある。一方、内熱式はヒーター（炉）そのものを圧力容器の中にセットする方式で、外熱式の制約をこえる高温状態を圧力容器内部の試料部に実現できる。現在では、多くの内熱式のガス圧装置が開発されている（Paterson, 1970, 1990）。産業技術総合研究所では高压ガス（アルゴンガス）を利用した試験機システムを導入した際、装置の内熱炉（ヒーター）を株式会社エス・イーと共同で開発した。

産業技術総合研究所の内熱炉の構造と特徴

ガス圧式高温高压変形実験装置の内熱炉開発にあたっては、(1)封圧が最高 200 MPa となる圧力容器内部で使用可能なこと、(2)このときの試料部の最高温度が約 800℃であること、(3)最大で直径 20 mm, 長さ 50 mm の試料サイズで均一な温度分布が得られること、という仕様を開発目標とした。最高温度の初期目標は、試料ジャケットに銅チューブを使用する予定であったので約 800℃に設定した。今後、ジャケットの材質を鉄などさらに高温まで使用できるものに代えていけるように、内熱炉を改良して、より高温状態の実現を狙いたい。

現在使用中の内熱炉を第 1 図に示す。内熱炉は外径 59 mm, 長さ 130 mm の金属性の円筒ケースの中に組み込まれていて、下部ヘッド（第 2 図）に取り付けられて試料アセンブリの一部を構成し、圧力容器の中に組み込まれる。ケース内部の一番内側に内径 26 mm, 厚さ 1.0 mm のセラミクスチューブがあり、セラミクスチューブに直径 1.0 mm のカンタル線を巻きつけた構造になっている（第 1 図 (a)）。ヒータ線をセラミクスチューブに固定するため、当初は種々の高温セメントを使用してみたが、ヒータ線が高温になるため時々接着剤そのものが変質したり導通（ショート）の原因となったりしたので、最終的には接着剤を使わないでヒータ線のみを巻きつける方式とした。ヒータ線とヒータケースの間の内部空間にはシリカウール系の断熱材がつめてある。ヒータ線は上下 2 つの部分が独立した 2-zone 方式で上下のコイルに対して、それぞれとりつけ用の足兼電極を通して圧力容器外部から電力を供給する。試料上端面と下端面の温度を熱電対でそれぞれ測定し、試料上端面の温度を測定する熱電対の出力、下端面の温度を測定する熱電対の出力をそれぞれ制御信号としたフィードバック機構によって上下それぞれのヒータ線に供給する電力をコントロールする。

ヒータケースと圧力容器の内壁の隙間（クリアラン

2005 年 8 月 26 日受付。

* 産業技術総合研究所 地質調査総合センター 地質情報研究部門

Institute of Geology and Geoinformation, Geological Survey of Japan, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Ibaraki 305-8567, Japan

** 株式会社エス・イー SE Co. Ltd.

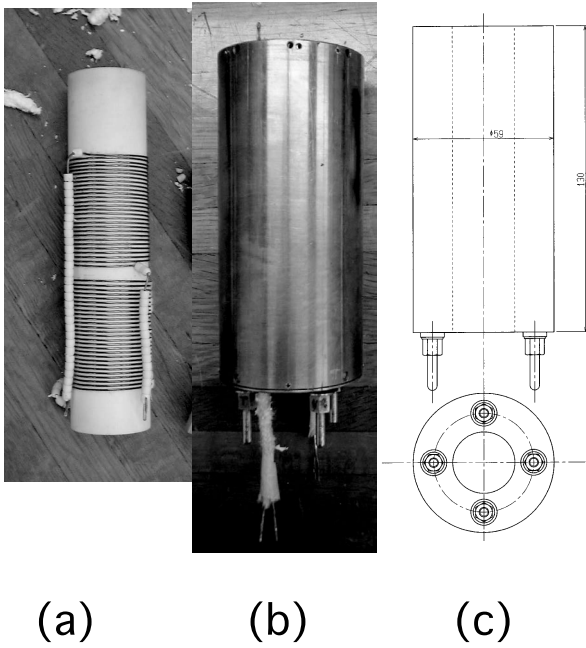


Fig. 1 Internal furnace for the gas-medium apparatus of the Geological Survey of Japan/AIST. (a) A ceramics tube and heater coils (two-zone furnace). (b) A heater case (photo). (c) A heater case (drawing).

ス)は約0.5 mmでヒータケース本体の外側がすぐ圧力容器内壁となっている。圧力容器の材料は高温になると塑性変形がおり、また引張強度が低下して危険である。したがって、この内熱炉は試料部を高温(最高約800°C)に熱すると同時に、圧力容器そのものにダメージを与えないようヒータケース外側部分は、高くても300°Cくらいまでにしなければならない。これらの制約のもとに断熱材のつめ方を工夫した。

圧力媒体が流体(特に気体)の場合、圧力媒体の対流で試料温度の不均一分布が生じてしまうことがよく知られている。Tullis and Tullis (1986)では、圧力媒体の対流によって発生してしまう温度勾配の対処方法として、(1)内熱炉と試料やピストン部の隙間を小さくする、(2)内熱炉上下端面でガスの流れをブロックして対流をおこしにくくする、(3)内熱炉と試料部の空間にセラミックファイバーや窒化ボロン粉末のような loose material を詰めて対流を防ぐ、の3項目が示されている。我々は、これらのうち(1)と(2)の方法を採用した。内熱炉内壁と試料部の隙間は、約2.5 mmとした。圧力媒体の対流を極力おさえるという目的には、この隙間は狭いほどよいが、試料の変形実験や摩擦すべり実

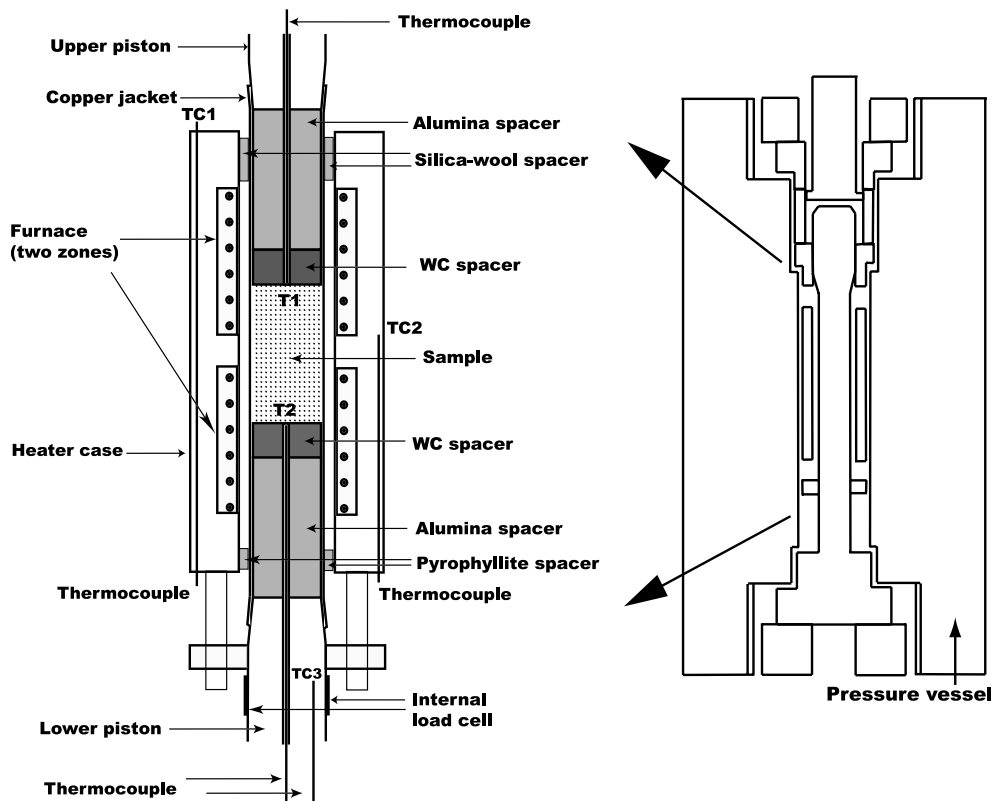


Fig. 2 Schematic illustration of the internal furnace and sample assembly. The whole assembly fits inside the pressure vessel. The system is designed to handle a cylindrical sample of max. 50 mm length and 20 mm diameter. A 0.25 mm thick annealed copper jacket isolates the specimen from the argon-gas confining medium. Tungsten carbide (WC) spacers minimize the temperature gradient across the sample. Alumina spacers prevent excess heat from escaping through the ends of the column. T1, T2, TC1, TC2, and TC3 are locations of the thermocouples. The gap between the upper furnace bore and the copper jacket is filled with insulating materials that serve to restrict convection of the argon gas.

験の際、試料部分が横方向に膨らむので、隙間がある程度あったほうがよい。試料が膨らんで内熱炉を内側から傷つけたり壊してしまう可能性があるからである。そこで、その両方の要求を満たす最適値としてこの値におちついた。第 2 図に示すように、内熱炉の上下両端面と試料・ピストン部分の隙間には、シリカウール系の断熱材やパイロフィライト製のスペーサをつめることによって、アルゴンガスの対流を極力防ぐことにした。開発の初期段階でこれらの措置をしなかった場合、対流によって長さ 50 mm の試料の上下両端面で 200℃ 以上もの温度勾配があった。

第 2 図は試料・ピストン部分の模式図である。試料の両端には厚さ 10 mm のタングステンカーバイト製のエンドキャップをはさんで、その両側のピストンはアルミナ製のセラミクスとし、熱伝導によって熱が外部に逃げるのを防いでいる。

内熱炉の性能テスト

試料部の温度を室温から 800℃ に上げ、その後 800℃ で一定に保ったときの、圧力容器内部の各部分で測定した温度分布とその時間変化を第 3 図 (a) に示す。封圧は 200 MPa で一定に保った。第 3 図 (a) の横軸は経過時間で、縦軸は温度である。ここで T1 と T2 はそれぞれ直径 20 mm、長さ 40 mm の試料の上端面と下端面の温度。TC1 は内熱炉ケースの上端面の温度、TC2 は内熱炉ケース中央部の外壁の温度、TC3 は下部ヘッドにとりつけた内部荷重計付近の温度である(第 2 図)。内熱炉ケース外壁部分と圧力容器内壁との隙間は 0.5 mm なので、圧力容器そのものにダメージを与えないためには、内熱炉ケース外壁部分の温度は

300℃ 以下に保つ必要がある。実際、高温下での実験を行う際にはこれらの温度出力をモニタして、もし、圧力容器にダメージを与えるような温度になった場合は、実験を中止する。TC3 の内部荷重計部分の温度も、歪ゲージ式内部荷重計の貼り付け部分や配線がダメージを受けない温度範囲に保つ必要がある。

第 3 図 (a) では、時間の経過とともに、各期間を a : 温度上昇 (上昇率大), b : 温度上昇 (上昇率小), c : 温度一定, d : 温度下降時期の 4 期間に分けた。a の温度上昇期では、温度の上昇率を 100℃/10 min に設定した。最初のうちは、試料の上端面の温度 (T1) と下端面の温度 (T2) は同じペースで上昇するが、ある時期から試料上端面の温度の方が、下端面の温度より高くなるようになって試料部に温度勾配ができてくる。そこで、期間 b では、温度の上昇率をゼロ (フィードバックの目標温度を一定にする) にしたり、温度上昇を段階的に行うことによって全体としてゆっくり温度を上げた。その結果、試料上下端面での温度勾配も解消した。温度一定期間 c では試料部の温度を 800℃ で一定に保った。第 3 図 (b) は第 3 図 (a) の温度一定期間 c の部分を拡大したものである。試料の上下端面の温度が 800℃ から最大±10℃ 以内 (ほとんどの期間は±5℃ 以内) の範囲で一定に保たれているのがわかる。この時、内熱炉のケース部分や内部荷重計部分の温度はヒータケース中央部外壁 (TC2) で約 230℃、ヒータケース上部 (TC1) とヒータより下部に設置した内部荷重計付近 (TC3) では、100℃ 以下になっている。このように今回開発した内熱炉では、封圧 200 MPa のもと、試料部分が 800℃ の時でも、圧力容器内部の他の部分は安全な温度範囲に保たれていることが示された。

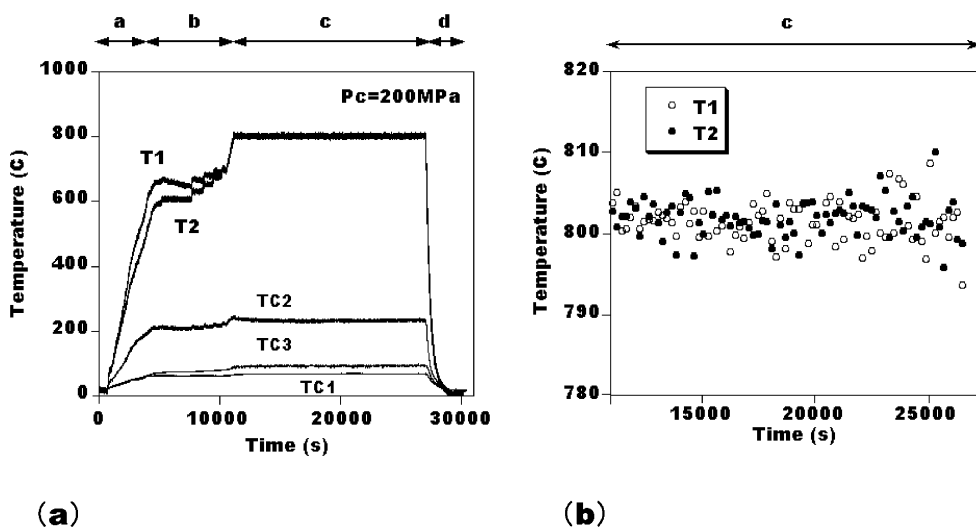


Fig. 3 (a) Temperatures measured inside and around the internal furnace as a function of time. (b) Fluctuation of temperatures at the top of the sample (T1) and at the bottom of the sample (T2) during the period c when we kept the temperature at 800℃ under the confining pressure of 200 MPa. Positions of the thermocouples (T1, T2, TC1, TC2, and TC3) are shown in Fig. 2.

おわりに

今後とも、摩擦の構成則や流動則などの、岩石の変形特性・レオロジーを研究するためには実験的研究を推進する必要がある。特に、地震発生帯に相当する地下深部での岩石の変形・破壊・摩擦機構を実験的に研究するためには、高圧でかつ高温下での実験研究が必要である。また、自然界で非常にゆっくりおこっている現象を実験室のタイムスケールで観察するためには、試料が融けてしまったり、その物理機構（変形機構）がかわってしまわない範囲で、実際の場合より温度を上げて変形速度をスピードアップさせることによって断層深部の変形を再現することが必要である（例えば Paterson, (1990)）。そのためにも高圧下で 500°C 以上の高温環境が実現できるガス圧式実験装置は貴重なツールである。今後とも、圧力媒体にわざわざ不活性ガスを使うことの最大のメリットを生かすように、内熱炉を改良し続けていくことが重要である。

謝 辞

産業技術総合研究所において、ガス圧式実験装置と内熱炉を実際に使用して実験してきた、新井崇史、高橋美紀、重松紀生、北村圭吾、溝口一生の各氏は、高温高圧下での岩石実験分野で貴重なデータを生産しつづけていると同時に、各氏の毎回の温度モニター結果は内熱炉の性能評価においても貴重なデータとなっている。これらのデータを参考に今回開発した内熱炉も常に改良しつづけることができる。

文 献

- Masuda, K., Fujimoto, K. and Arai, T., 2002, A new gas-medium, high-pressure and high-temperature deformation apparatus at AIST, Japan. *Earth Planets Space*, **54**, 1091-1094.
- 増田幸治・新井崇史, 2003, 断層深部の環境下での破壊—摩擦実験. *地学雑誌*, **112**, 953-960.
- 増田幸治・新井崇史, 2004, ガス圧式高温高圧変形実験装置を用いた破壊—摩擦実験. *構造地質*, no. 48, 25-30.
- Paterson, M.S., 1970, A high-pressure, high-temperature apparatus for rock deformation. *Int. Jour. Rock Mech. Min. Sci.*, **7**, 517-526.
- Paterson, M.S., 1990, Rock deformation experimentation. In Duda, A.G., Durham, W.B., Handin, J.W. and Wang, H.F., eds., *The Brittle-Ductile Transition in Rocks, The Heard Volume*, Geophysical Monograph 56, Amer. Geophys. Union, 187-194.
- Tullis, T. and Tullis, J., 1986, Experimental rock deformation techniques, In Hobbs, B.E. and Heard, H.C., eds., *Mineral and Rock Deformation : Laboratory Studies, The Paterson Volume*, Geophysical Monograph 36, Amer. Geophys. Union, 297-324.
- Wibberley, C.A.J. and Shimamoto, T., 2003, Internal structure and permeability of major strike-slip fault zones : the Median Tectonic Line in Mie Prefecture, Southwest Japan. *Jour. Struct. Geol.*, **25**, 59-78.