

Poster presentation | R3: High-pressure science and deep Earth's material

📅 Thu. Sep 16, 2021 9:30 AM - 6:30 PM JST | Thu. Sep 16, 2021 12:30 AM - 9:30 AM UTC | 🏠 ePoster Session

R3: High-pressure science and deep Earth's material

[現地ポスターコアタイム]

12:30~14:00

17:00~18:30

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-01] Measurements of local stress using TEM in-situ observation

*Akira MIYAKE¹, Yohei Igami¹, Toru Matsumoto¹, Satoko Motai³, Ryuichi Nomura² (1. Kyoto Univ. Sci., 2. Kyoto Univ., 3. Yamagata Univ.)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-02] Re-evaluation of phase transitions in bismuth

*Shigeaki Ono¹ (1. JAMSTEC)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-03] Pressure-induced phase transitions of tridymite by Raman spectroscopy

*Masami Kanzaki¹ (1. Okayama U. IPM)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-04] Carbon isotope fractionation during the formation of Diamond from Stearic acid under HP-HT condition

*Hideaki Kawamura¹, Hiroaki Ohfuji¹, Madhusoodhan Satish-Kumar², Akio Suzuki¹ (1. Tohoku Univ. Sci., 2. Niigata Univ. Sci.)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-05] Phase boundary between diaspore and δ -AlOOH

*Akio Suzuki¹ (1. Tohoku Univ.)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-06] In-situ IR measurements of bridgmanite single crystal at high pressure using DAC

*Noriyoshi Tsujino¹ (1. Okayama Univ., IPM)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-07] Water contents of magma as functions of pressure and temperature at the uppermost lower mantle

*OKUMURA KOTA¹, Toru INOUE¹, Sho KAKIZAWA¹, Masamichi NODA¹, Takaaki KAWAZOE¹, Tomoko SATO¹, Toru SHINMEI², Tetsuo IRIFUNE² (1. Hiroshima Univ. Adv. Sci. Eng., 2. Ehime Uni. GRC)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-08] Partial molar volume of Fe₂O₃ in magma at high pressure

Rintaro Ban¹, *Akio Suzuki¹, Tatsuya Sakamaki¹ (1. Tohoku Univ.)

9:30 AM - 6:30 PM JST | 12:30 AM - 9:30 AM UTC

[R3P-09] Refractive index measurement of SiO₂ glass at high pressure

*Takeshi Sakai¹, Hideto Mimori¹ (1. Ehime Univ., GRC)

透過型電子顕微鏡内その場圧縮観察における 電子回折を用いた局所応力測定

三宅亮・伊神洋平・松本徹（京大・理），甕聡子（山形大），
野村龍一（京大・白眉）

Measurements of local stress using electron diffraction in in-situ TEM indentation experiments

Akira Miyake, Yohei Igami, Toru Matsumoto (Kyoto Univ.), Satoko Motai (Yamagata Univ.),
and Ryuichi Nomura (Kyoto Univ.)

【はじめに】

材料科学の分野では、透過型電子顕微鏡内で変位または荷重をかけることによる材料の圧縮試験や破壊実験が多く行われている。しかし、これらの多くは、実験装置が制御する荷重と試料の大きさ（面積）より応力を計算していることがほとんどである。そこで、本研究では、電子回折図形から格子の圧縮率を決定し、それをもとに微小領域での応力を求めることを目的としておこなった。

【手法】

試料として、シリコンおよびダイヤモンドの単結晶を用いた。集束イオンビーム加工装置（Thermo Fisher Scientific 社製 Helios NanoLab G3 CX）を用いて、晶帯軸がほぼ[01-1]、圧縮面が(001)、圧縮方向が[001]になるような厚さ約 100 nm のシリコン薄膜試料と、太さが約 100 nm のシリコンピラー試料およびダイヤモンドピラー試料を作製した。作製した試料に対して、透過型電子顕微鏡内でのその場圧縮実験を荷重制御により行った。圧縮実験は、電界放射型透過型電子顕微鏡（JEOL 社製 JEM-2100F）内で試料に対してダイヤモンド圧子を押し込むことが可能な専用ホルダ（Bruker 社製 Hysitron PI95 TEM PicoIndenter）を使用して行った。実験は、40 ~ 500 μN の荷重で行った。

電子回折図形は、圧縮実験の前後と、圧縮実験中に取得し、実験終了後に Digital Micrograph (AMETEK Gatan 社製) と ReciPro (Seto, <http://pmsl.planet.sci.kobe-u.ac.jp/~seto/>) を用いて解析を行った。また、得られた圧縮率からの応力（圧力）の推定は、Pandya et al.

Keywords: electron microscope, in-situ experiment, nano-deformation

*Corresponding author: miya@kueps.kyoto-u.ac.jp

(2012)を用いた。

【結果と考察】

シリコン薄膜試料を用いた実験では、圧縮方向の(001)の面間隔が縮んでいることがわかった。一方、圧縮方向と垂直な方向である[110]方向は、ほとんど変化がないことがわかった。電子線入射方向の変化については、今回は情報を得ることはできなかった。線膨張係数からの換算で、荷重 40 μN の実験では圧縮方向に約 1.7 GPa、100 μN では約 2.4 GPa、200 μN では約 3.7 GPa の応力を得ることができた。電子線入射方向については結晶格子が伸びている可能性もあるが、今回はほぼ無視できると仮定すると、体積膨張率からの換算では荷重 200 μN で 1.1 GPa の応力がでたことになる。また、インデント（圧子）が接していると思われる場所から、圧縮方向に沿っていくつかの異なる領域で応力を見積もったところ、圧子から離れるに従い応力が徐々に減衰していることがわかった。

ダイヤモンドピラーを用いた荷重 100 μN の圧縮実験では、圧縮方向に約 30 GPa の応力を得ることができた。一方、圧縮方向と垂直な方向には、ほとんど変化がないことがわかった。

今後の課題として、圧子の先端の形状およびどこに接しているかを明らかにするなど挙げられる。

【引用文献】

Wang et al., (2015) Scripta Materialia, 98, 40;
Pandya et al. (2012) J. Phys.: Conf. Ser. 377
012097

ビスマス相転移境界の再評価

小野 重明 (海洋研究開発機構)

Re-evaluation of phase transitions in bismuth

Shigeaki Ono* (JASTEC)

We investigated the phase transitions in bismuth at high pressures and high temperatures using the multi-anvil press and the synchrotron X-ray diffraction technique. The stability of each phase was identified by observing the powdered X-ray diffraction data. The transition pressure between Bi-III and Bi-V determined in our study was 7.6 GPa at room temperature, which was in general agreement with that observed in previous high-pressure experiments.

量子ビームを利用した高圧実験では、装置で発生する圧力は、比較的正確に見積もることができる。一方、量子ビームの併用が困難な研究手法が多々あることや、量子ビームの利用機会が限られていることなどの理由から、今後も精力的に室内実験研究が行われることが予想される。そこで問題となるのは、室内実験における圧力情報の正確さであろう。地球内部科学においては、圧力は深度の情報に対応するからであり、緻密な研究を進める上では、きわめて正確な実験圧力条件を知ることが不可欠である。そこで本研究においては、室内実験で頻繁に利用されるビスマスの圧力校正用相転移反応について、相転移圧力の再決定を行い、従来から使われている相転移圧力データとの比較を行った。

高圧実験では、マルチアンビル型装置を用い、放射光X線回折実験を行った。実験はKEKのPFAR-NE7Aビームラインを利用した。実験方法は、これまで我々のグループが行ってきた方法とほぼ同様の手法を用いた。実験の温度圧力履歴は、室温で加圧し、目標圧力に到達した後、加熱を行った。その過程で、試料の粉末X線回折データを取得し、安定相の同定を行った。

Fig. 1には、実験から得られた相転移境界を示した。過去の研究の中では、室温での相転移圧力は、7~8.2GPaのばらつきがあるが、本研究では、7.6GPaと見積もられた[1]。よく利用されている相転移圧力である7.7GPaより、若干低い圧力である。しばしば、室温条件での相転移実験では、相転移カイネティクスの影響で、熱力学的な相境界が正確に決定で

きず、カイネティクスに支配された相境界を報告してしまう事例が起こっている。我々の研究の特徴は、高温条件での実験データも利用することにより、相転移カイネティクスの影響を小さくすることができる点である。以上のような理由から、高圧実験で圧力定点として利用されているビスマスのIII-V相転移圧力は、7.6GPaを提案する。

References

- [1] S. Ono (2018) High-pressure phase transition of bismuth, *High Pressure Research*, 38:4, 414-421, DOI: 10.1080/08957959.2018.1541456

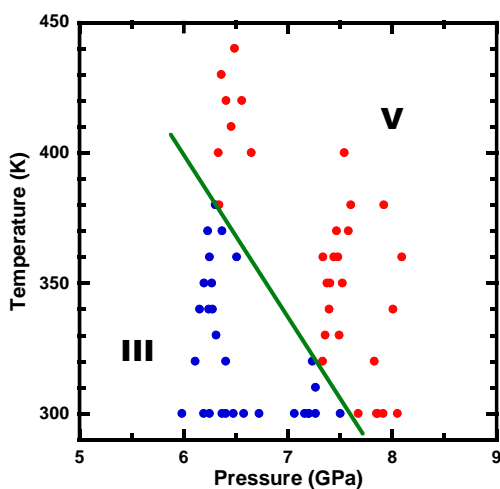


Fig. 1. Experimental results and phase boundary between Bi-III and Bi-V.

Keywords: Bismuth, Phase transition, High pressure

*Corresponding author: sono@jamstec.go.jp

ラマン分光法によるトリディマイトの圧力誘起相転移研究

神崎正美 (岡大・惑星研)

Pressure-induced transitions of tridymite by Raman spectroscopy

Masami Kanzaki* (IPM, Okayama U.)

The pressure-induced phase transitions of tridymite (MC, MX-1, PO-10) were investigated by in-situ Raman spectroscopy. Starting from MC, the phase transition to PO-10 was observed at about 0.3 GPa, and new Raman peaks appeared at 1.5 GPa. The similar transitions were observed for MX-1 and PO-10, and PO-10 was always recovered. This observation suggests that the rare PO-10 in the meteorite may have been altered by shock events from the more common MC.

諸言：トリディマイトには多数の多形があるが、従来隕石からはMCだけが報告されてきた。しかし、最近になってPO-10と思われる多形も報告されるようになってきた。PO-10がMCとは異なる温度履歴により生じた可能性があるが、圧力による転移の可能性もある。貫井・中澤(鉱物学雑誌特別号2,1980)はMCからPO-10への転移を0.5 GPaで報告している。ただ彼らの報告では転移は可逆となっており、PO-10は常圧には回収できない。本研究はこの報告の追試、実験圧力の拡大、他の多形についても調べることを目的で行なった。

実験方法：MCについては合成方法の異なる2種の結晶を、MX-1はMCを粉碎したもの、PO-10については火山岩から得た天然結晶を使った。それぞれ試料をDACを使って室温で加圧した。メタノール・エタノール混合液を圧力媒体とした。顕微ラマン分光法を使って相の同定を行なった。

結果と議論：MCから出発した場合、0.3 GPa付近でMCのラマンピークが消え、PO-10のピークが現れた。その後、425 cm⁻¹のピークが圧力とともに強度を増していった。1.5 GPaにおいて、多数のピークが低波数側に現れた(Fig. 1)。このラマンスペクトルは既存のシリカ高压相等のものとは一致しないので、新しい高压相と考えられる。この相は最高実験圧の8.7 GPaまで観察された。減圧時にはこの高压相が0.8 GPa付近まで観察され、徐々にPO-10へ変わっていった。しかしMCへは戻らず、回収されたのはPO-10であった。MX-1もまずPO-10へ転移して、その後はMCと同じ振る舞いをして、PO-10が回収された。

PO-10から始めた場合には、0.2 GPaでMC同様に425 cm⁻¹付近のピークの強度が増し始めた。1.6 GPa付近で低周波数領域で似た変化が生じ、高压相に転移したと思われる。減圧時にはPO-10に戻った。

PO-10の回収については貫井・中澤(1980)と異なる結果が得られた。その理由は不明であるが、PO-10が圧力によってMCから生じ得ることが示された。隕石中のPO-10はこのルートで生じた可能性がある。高压相については構造を含めてさらに調べる予定である。

Keywords: tridymite, Raman spectroscopy, pressure-induced phase transition

*Corresponding author: mkanzaki@okayama-u.ac.jp

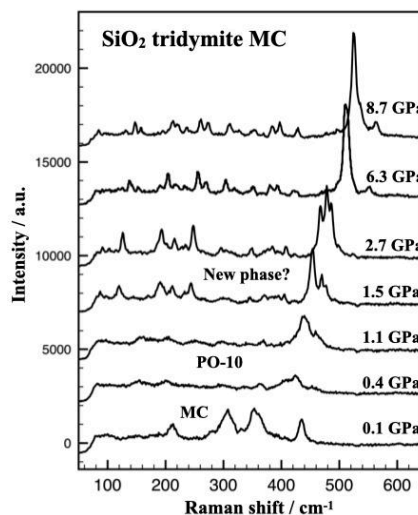


Figure 1. Selected in-situ high-pressure Raman spectra starting from tridymite MC at 24 °C

ステアリン酸からのダイヤモンド生成に伴う 炭素同位体分別効果 ~C-H-O 流体の炭素同位体組成決定へ向けた予察的検討~

川村英彰*¹, 大藤弘明¹, M Satish-Kumar², 鈴木昭夫¹ (¹東北大, ²新潟大)

Carbon isotope fractionation during the formation of Diamond from Stearic acid under HP-HT condition

Hideaki Kawamura*, Hiroaki Ohfuji, M Satish-Kumar, Akio Suzuki (¹Tohoku Univ., ²Niigata Univ.)

We performed a series of high-pressure and high-temperature experiments using multi-anvil apparatus to investigate carbon isotope fractionation between solid carbon (Diamond / Graphite) and C-H-O fluid (mainly composed of CH₄ and H₂O) fluid as decomposition products of Stearic acid. We aim to indirectly estimate the carbon isotope fractionation by measuring the carbon isotopic composition of solid carbon produced during the decomposition of stearic acid.

1. はじめに

ダイヤモンド・炭酸塩鉱物・流体 (C-H-O 流体と呼ばれる CH₄ などを含む流体) の 3 種類の物質は地球表層から深部への炭素の運搬において重要な役割を担う可能性があり、過去に様々な議論がなされてきた。特にダイヤモンドは私たちが実際に手に取れる形として、形成当時の地球深部環境に関する情報を多分に保持すると考えられるため、その形成場や形成プロセスを解明することは極めて重要であると言える。天然ダイヤモンドの記載研究に着目すると、そのバルク炭素同位体組成 $\delta^{13}\text{C}$ はマントル起源の炭素の同位体組成である -5‰ 付近から -30‰ 程度まで大きく変動することが報告されている (Cartigny et al., 2005, Cartigny et al., 2010)。これは異なる同位体組成を持つ炭酸塩鉱物 (無機源) や C-H-O 流体 (有機源) がマントルの炭素に混合している結果を示唆するものであるが、混合によって生じたダイヤモンドが多様な同位体組成を示すその詳細なメカニズムは明らかになっていない。

そこで本研究では、沈み込み帯に沿った地球深部環境下における炭酸塩鉱物-C-H-O 流体の相互作用を、炭素同位体をトレーサーに用いた高温高压実験によって検討することを目指す。今回はその前段階として、実験の出発物質であるステアリン酸 (C-H-O 流体

の発生源) が高温高压下で分解した際の炭素同位体分別効果に関する結果を報告する。

2. 実験手法

ステアリン酸 (C₁₈H₃₆O₂) は高温高压下で主に C-H-O 流体と固体炭素に分解し (Yamaoka et al., 2004), 固体炭素は温度圧力条件によってダイヤモンドもしくはグラファイトとして回収されることが報告されている。(Kawamura and Ohfuji, 2020)。

高压実験には 1500 t マルチアンビル装置を使用し、ペレット状にしたステアリンを Pt カプセル中に封入した。圧力温度条件は 10 GPa および 17 GPa, 800°C および 1600°C で実施した。回収試料の同位体分析は新潟大学にて同位体比質量分析計を用いて実施した。

3. 結果と考察

実験前のステアリン酸試料の $\delta^{13}\text{C}$ は約 -28‰ であった。炭酸塩の $\delta^{13}\text{C}$ が約 0‰ であることを考慮すると、炭酸塩が無機源の ^{13}C に富み、流体が有機源の ^{12}C に富むような実験を想定した場合、有意な差である。出発物質のステアリン酸と実験回収試料の固体炭素の同位体組成分析結果から、ステアリン酸の分解時に生成した流体の同位体組成を間接的に見積もることを目指す。今後これらの結果を基に、C-H-O 流体-炭酸塩系での高温高压実験のトレーサーとして炭素同位体の導入を実現することが期待される。

Keywords: Diamond, High pressure, C-H-O fluid, Carbon isotope, Carbonate

*Corresponding author: kawamura.hideaki.q7@dc.tohoku.ac.jp

Phase boundary between diaspore and δ -AlOOH

鈴木昭夫(東北大院理)

Phase boundary between diaspore and δ -AlOOH

Akio SUZUKI (Tohoku Univ.)

Phase boundary between diaspore and δ -AlOOH was investigated using in situ X-ray powder diffraction technique and a large volume press. Experiments were carried out using a Kawai-type multi-anvil apparatus (MAX-III) installed at the AR-NE7A station at KEK (High Energy Accelerator Research Organization) in Japan. X-ray diffraction data were collected using a pure-Ge solid-state detector by the energy-dispersive method. Tungsten carbide cubes with 22mm edges were used. The size of the truncated corners was 3 mm. Semi-sintered zirconium oxide was used as the pressure-transmitting medium. A cylindrical heater was manufactured using the BN Composite EC (Denka, Co. Ltd.). The sample temperature was monitored using a W97Re3-W75Re25 thermocouple. The starting material was a mixture of diaspore, δ -AlOOH and NaCl. δ -AlOOH was synthesized at 18 GPa and 1000 K for 30 min from natural diaspore from Turkey. Pressure was determined using an equation of state of NaCl. Time-resolved X-ray diffraction measurement confirmed the stable phase at the experimental conditions. This study shows that the phase boundary between diaspore and δ -AlOOH locates around 15 GPa. The detail is mentioned in the on-site presentation.

Keywords: aluminum oxyhydroxide, high pressure, AlOOH, phase boundary, hydrous phase

*Corresponding author: akio.suzuki.c5@tohoku.ac.jp

ダイヤモンドアンビルセルを用いたブリッジマナイト単結晶の高圧その場 IR 観察

辻野典秀 (岡山大学惑星研)

In-situ IR measurements of bridgmanite single crystal at high pressure using DAC

Noriyoshi Tsujino* (IPM, Okayama Univ.)

In this study, in-situ IR measurements of bridgmanite single crystal were conducted up to 20 GPa. Wavenumber of OH bands of $\sim 3390\text{ cm}^{-1}$ is decreasing with increasing pressure.

1. はじめに

無水鉱物中に水は OH 基として取り込まれ、極微量でも鉱物物性に大きな影響を与える。この物性の変化は鉱物中の水素位置と密接に関係すると考えられ、無水鉱物中の水素位置に関する研究が行われている。しかしながら、その多くは大気圧下の水素位置を基に議論され、高圧条件下における無水鉱物中の水素位置の変化に言及した例は限られている。そこで、本研究では高圧下でブリッジマナイト単結晶の IR その場観察を行い、IR スペクトルの圧力変化を観察することを試みた。

2. 実験手法

その場 IR 測定には高圧発生装置としてダイヤモンドアンビルセル(DAC)を用いた。試料には合成した(Mg,Fe)SiO₃-ブリッジマナイト単結晶を用いた。ブリッジマナイト単結晶の c 軸が赤外光に対して平行方向となるように試料室内に設置した。圧力媒体には赤外光に対して透明な KBr を用いた。圧力測定にはルビー蛍光法[1]を用い、圧力条件は 0.6~20 GPa の範囲である。

3. 結果

加減圧過程でのブリッジマナイトの IR スペクトルを Fig. 1 に示す。、 $\sim 3390\text{ cm}^{-1}$ の OH バンドは圧力とともに大きく低波数側へシフトすることが観察された。また、この圧力依存性は含水ウォズレアイトの同程度波数のものと同程度であることが明らかとなった。また、今回観察された OH バンドは b 軸にそろっていることが単結晶の IR 測定から明らかとなった。

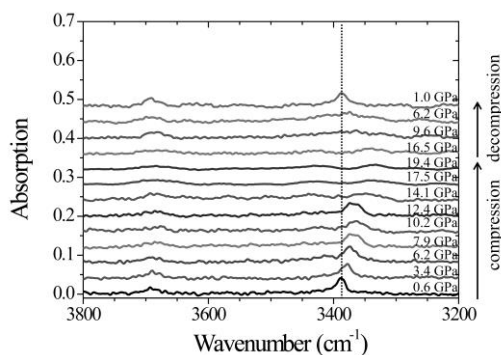


Figure 1. Pressure dependence of IR spectra of hydrous bridgmanite using DAC

Keywords: bridgmanite, in-situ IR measurement, high pressure

Reference: [1] Mao et al.: J. Geophys. Res., (1986).

*Corresponding author : tsujino@okayama-u.ac.jp

下部マントル最上部におけるマグマ中の含水量の 温度・圧力依存性の解明

奥村晃太*、井上徹、柿澤翔、野田昌道、川添貴章、佐藤友子
(広島大・院先進理工)、新名亨、入船徹男(愛媛大・GRC)

Water contents of magma as functions of
pressure and temperature at the uppermost lower mantle_
Kota OKUMURA*, Toru INOUE, Sho KAKIZAWA, Masamichi NODA, Takaaki KAWAZOE,
Tomoko SATO (Advanced Science and Engineering, Hiroshima Univ.),
Toru SHINMEI, Tetsuo IRIFUNE (GRC, Ehime Univ.)

近年の地震学的観測から、660 km 地震波速度不連続面直下に低地震波速度領域の存在が明らかにされており (Schmandt et al. 2014)、高圧含水鉱物の脱水溶融の可能性が指摘されている。ではこの領域で含水マグマが存在するとすれば、その含水量はどの程度になるであろうか。本研究ではこの疑問に答えるべく、下部マントル最上部条件下で生成されるマグマ中の含水量を実験的に明らかにした。

高温高圧実験は愛媛大学GRC及び広島大学超高压研究室設置の川井型高压発生装置 (ORANGE-3000及びMAPLE-600) を使用して行った。下部マントル最上部条件を再現するため圧力は25 GPaに固定、温度は1200~1700°Cの範囲で実験を行った。出発物質にはpyrolite組成に水を加えたものを採用し、SiO₂、Al₂O₃、Fe₂SiO₄、CaSiO₃、MgO、Mg(OH)₂の混合粉末を用いた。試料の含水量は8.3 wt%と14.8 wt%の2種類を用意した。分析には、EPMAを用いてマグマ及び共存する各固相の化学組成を明らかにした(ただしH₂Oは除く)。そしてその分析結果から、マスバランス計算により溶融度及びマグマ中の含水量を算出した。

Key words: Water content in magma, Phase diagram, Uppermost lower mantle

Corresponding author: m214267@hiroshima-u.ac.jp

図1に求められた溶融度から見積もったマグマ中の含水量、すなわち含水リキダスラインを示す。例えば下部マントル最上部の温度を1650°Cとすると、マグマ中の含水量は約23 wt%と推定できる。Sakamaki(2017)ではマグマの密度の立場から、この領域で重力的に安定であるためには含水量が8 wt%以下であるべきと報告している。したがってこの領域で含水マグマが重力的に安定に存在することは困難であると考えられる。

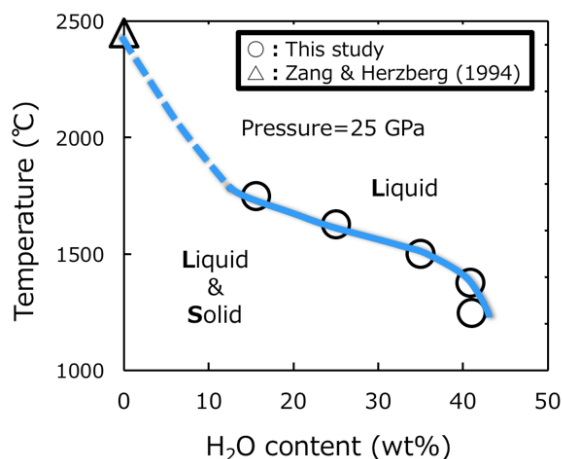


Fig 1: Hydrous liquidus line in pyrolite-H₂O pseudo-binary system at 25GPa

マグマ内に存在する Fe_2O_3 の高圧下での部分モル体積

坂凜太郎, 鈴木昭夫*, 坂巻竜也 (東北大学・理)

Partial molar volume of Fe_2O_3 in magma at high pressure

Rintaro BAN, Akio SUZUKI*, Tatsuya SAKAMAKI (Tohoku Univ.)

Understanding of the magma behavior is essential for discussing igneous activities not only on the surface but also in the interior of the Earth. Based on geophysical observations, the presence of magma is proposed in the deep mantle. Previous studies indicate the existence of high concentration of Fe_2O_3 in the lower mantle. Although the knowledge of the behavior of Fe_2O_3 in the magma has become essential for discussing in the deep mantle, i.e., at high pressure and temperature, there is no data on it. In this study, we report partial molar volume of Fe_2O_3 in silicate melts calculated from the density of Fe_2O_3 -bearing silicate melt measured by sink-float method.

Keywords: partial molar volume, magma, sink-float method

*Corresponding author: akio.suzuki.c5@tohoku.ac.jp

高圧下における SiO₂ ガラスの屈折率測定

境毅*, 三守秀門 (愛媛大・地球深部研)

Refractive index measurement of SiO₂ glass under high pressure

Takeshi Sakai*, Hideto Mimori (GRC, Ehime Univ.)

Refractive index of SiO₂ glass was successfully measured up to 70 GPa using optical interferometric signals in the diamond anvil cell. The refractive index of SiO₂ glass increases linearly with density up to 20 GPa. At pressures above 20 GPa, however, it begins to deviate from the linear relationship and becomes consistent with that of Stishovite. This trend corresponds to the change in the coordination number of Si in SiO₂ glass from 4 to 6. It shows that refractive index measurements under high pressure can provide insight into the structural changes of SiO₂ glass under high pressure.

1. はじめに

核 - マントル境界のようなマントル深部でもマグマが存在する可能性が議論されており、高圧下におけるマグマ (ケイ酸塩メルト) の物性を知ることはマントルダイナミクスを考える上で重要である。SiO₂ はケイ酸塩メルトの主成分であり、その構造に対し支配的役割を担う。そのため SiO₂ ガラスをモデル物質とした構造や密度に関する研究が数多くなされてきた。しかし、それらの多くは放射光 X 線を用いた回折法 (e. g., Kono et al., 2020) や吸収法 (Petitgirard et al., 2017) によるものが多い。そこで我々は密度と密接な関係のある屈折率に着目し、屈折率から高圧下における非晶質物質の構造変化について知見を得ることを目的として、SiO₂ ガラスの高圧下屈折率測定を試みた。

2. 手法

高圧発生にはダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた。DAC に可視光を照射すると上下アンビル間で光学的干渉が起こる。この干渉スペクトルは試料厚みと屈折率によって記述されるため、試料厚みが分かれば屈折率を決定することができる。干渉スペクトルを利用した高圧下での屈折率測定には、Cavity 法と標準試料法の 2 つの方法を用いた。Cavity 法は、我々が新たに開発した手

法で、DAC のキュレット面に集束イオンビーム加工装置 (FIB) を用いて窪み (cavity) を作り、この cavity のある場所とない場所の 2 ヶ所で干渉スペクトルを測定し、干渉の条件式を連立方程式として解くことで屈折率を求める方法である。標準試料法では、キュレット面の中心に対して対照的な位置に標準試料と測定試料の 2 つの試料をそれぞれ封入する。標準試料から試料厚みを決定し、光学干渉スペクトルから屈折率を得る方法である。標準試料には高圧下における屈折率が既知である H₂O (Dewaele et al., 2003) を用いた。

3. 結果と考察

Cavity 法で 60 GPa まで、標準試料法で 70 GPa までの屈折率測定に成功した。屈折率は約 40 GPa まで急速に上昇した後、それ以上の圧力では上昇傾向が緩慢になるという特徴が観察された。各圧力での SiO₂ ガラスの密度を状態方程式 (Petitgirard et al., 2017) から見積もると、比較的低下下では屈折率は密度に対して線形関係にあり Quartz や Coesite と整合的だが、20 GPa 以上で線形関係からずれ始め Stishovite の屈折率と合う方向に変化した。この密度 - 屈折率関係の傾向の変化は、高圧下における Si の配位数変化 (4→6) に対応すると考えられる。

Keywords: Refractive index, Diamond anvil cell, SiO₂ glass, coordination number

Corresponding author: sakai@sci.ehime-u.ac.jp