

ポスター | R3：高圧科学・地球深部

■ 2022年9月18日(日) 9:00 ~ 17:00 | 会場 B256 総合教育研究棟 B棟2F

**R3：高圧科学・地球深部**

現地ポスターコアタイム

12:15~14:15

9:00 ~ 17:00

[R3P-01] Density of sodium silicate melt at high pressure

\*鈴木 昭夫<sup>1</sup> (1. 東北大・院理)

---

9:00 ~ 17:00

[R3P-02] マントル遷移層条件での高温高圧中性子回折実験の開発

\*柿澤 翔<sup>1</sup>、佐野 亜沙美<sup>2</sup>、鍵 裕之<sup>3</sup>、森 悠一郎<sup>3</sup>、阿部 淳<sup>4</sup>、服部 高典<sup>2</sup> (1. JASRI、2. 原研、3. 東大院理、4. CROSS)

---

9:00 ~ 17:00

[R3P-03] 電子回折イメージングによる鉱物の局所歪計測と応力下その場観察への応用

\*伊神 洋平<sup>1</sup>、三宅 亮<sup>1</sup>、野村 龍一<sup>1</sup> (1. 京都大)

## Density of sodium silicate melt at high pressure

Akio SUZUKI\* (Tohoku Univ.)

The transportation of magmas is governed by the density difference between magmas and surrounding rocks. Because magmas are generated in the Earth's interior, the density of magmas under high pressures and temperatures is crucial to investigate the magmatic process.

Density of magmas (silicate melts) is calculated using the partial molar volumes of the oxide components at ambient pressure. Based on the measurement on the sound velocity in various silicate melts, the compressibilities of the oxide components have been proposed. It is possible to calculate the density of silicate melts under high pressure using the compressibilities. However, such a calculation is applicable to the limited pressure, because of the pressure dependence of the bulk modulus ( $dK/dP$ ) of the melt cannot be ignored under high pressure. Therefore, the data on the partial molar volumes of the oxide components in silicate melt are required to calculate the density of magmas under high pressure. The partial molar volumes are obtained from the density of melts. In this study, I measured the density of sodium silicate melt under high pressures by the sink/float method.

High pressure experiments were conducted using large volume presses installed at Tohoku University. A powder of sample and a crystal of density marker were loaded in a platinum container. Stepped-graphite heater is applied to reduce the temperature gradient in the sample container. Temperature was monitored using W97Re3-W75Re25 thermocouples. The sample was heated above the melting temperature at a heating rate of 100 K/min. After a desired duration, the sample was quenched to the room temperature by turning off the electric power supply. When the sample was recovered from the press, the upside was marked on the cell. The recovered sample was cut and ground to identify sinking or floating of the density marker. Experiments were conducted up to 6 GPa, and a compression curve of the sodium disilicate melt was determined. The detail of the results will be reported on site.

Keywords: density, silicate melt, magma, high pressure, buoyancy test

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

## マントル遷移層条件での高温高圧中性子回折実験の開発

柿澤翔\* (JASRI)、佐野亜沙美 (原研)、鍵裕之 (東大院理)  
森悠一郎 (東大院理)、阿部淳 (CROSS)、服部高典 (原研)

### Technical developments of high-pressure and high-temperature neutron diffraction experiment under mantle transition zone conditions

Sho Kakizawa\* (JASRI), Asami Sano-Furukawa (JAEA), Hiroyuki Kagi (UTokyo)

Yuichiro Mori (UTokyo), Jun Abe (CROSS), Takanori Hattori (JAEA)

#### はじめに

中性子は、原子核と相互作用し、その散乱能は原子番号に比例しないため、中性子構造解析では水素などの軽元素の観察や同位体の区別が可能である。また、 $O^{2-}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Si^{4+}$  のような等電子数イオンの区別が可能である。そのため、中性子回折は X 線回折とは相補的な特徴を持つ強力な結晶構造解析手法である。一方で、回折中性子強度は弱いため大容量の試料と大きな散乱開口角が必要である。

茨城県東海村にあるパルス中性子施設 J-PARC MLF の BL11 PLANET には大型の 6 軸プレス (圧姫) が設置されており、高温高圧下での中性子回折実験が可能になっている。現在は、6-6 加圧方式を用いた 10 GPa までの実験がルーチン的に行われている。我々はより高い圧力下での実験を行うため 6-8 加圧方式を用いた中性子回折実験技術の開発を行っており、これまで 14.7 GPa, 800 K におけるデータ測定に成功している (Mori et al., 2021)。一方で、減圧時においてブローアウトが頻繁に発生する問題があるため、それを抑制しながら、さらに高い圧力下での中性子回折実験を行うための技術開発を行った。

#### 実験方法

鉛直方向の散乱開口角を確保するためにこれまでは一辺 15 mm の二段目アンビルを使用していた。本研究では、ブローアウトを抑制するためにより大型の一辺 20 mm のアンビルに変更した。また、アンビルの大型化により大きな荷重が印加可

Keywords: neutron diffraction, high pressure, high temperature

\*Corresponding author: kakizawa@spring8.or.jp

能なため、より高い圧力を発生できることが期待される。また、一段目アンビルのトランケーションサイズ (TEL) を一辺 36 mm へと小さくしスリットを施すことで一段目アンビルのギャップを広くし、水平面内の散乱開口角を確保した。

二段目アンビルは、TEL4 mm とし、富士ダイス社製 MF10 および TMS05 を使用した。試料として MgO 粉末を用い、一軸あたり 2700 kN まで荷重を印加した。またアンビルサイズの変更による回折中性子強度への影響を調べるために、従来のアンビルを用いた実験も行った。発生圧力は MgO の状態方程式を用いて決定した (Tange et al., 2009)。

#### 実験結果

MF10 および TMS05 を用いた場合、荷重 2700 kN においてそれぞれ 22 および 26 GPa の発生を確認した。高温実験では、高温下での圧抜けが起こるものの、圧力低下は 1200 K において 2 GPa 程度の圧力低下にとどまり、室温および高温で共に最高圧力値を更新した。また、減圧時にブローアウトは発生しなかった。一方でアンビルの大型化によって回折中性子強度は荷重によらず半分程度になることが明らかになった。鉄水素化物を試料とした実験では 24 時間以上の露光時間が必要であることが予測される。

アンビルの大型化によってマントル遷移層に相当する圧力での中性子回折実験が可能になったが、信号強度が弱く長時間の測定が必要になる。そのため、今後はより短時間で測定可能な開発を行う必要がある。

# 電子回折イメージングによる鉱物の局所歪計測と 応力下その場観察への応用

伊神洋平・三宅亮・野村龍一（京都大学）

## Local strain measurement of minerals by electron diffraction imaging and application for in-situ indentation experiments

Yohei IGAMI\*, Akira MIYAKE, Ryuichi NOMURA (Kyoto Univ.)

鉱物の界面や微小結晶などには一般に歪みが生じ、相転移やそれに伴う組織形成にも影響すると考えられている。また、天然の鉱物中に残留した歪みは高压変成や天体衝突などを理解する手掛かりにもなりうる。鉱物中の歪み計測にはしばしばX線回折法や顕微レーザーラマン分光法、電子後方散乱回折法などが用いられるが、極めて局所的に生じた歪みを微細組織と関連して理解するにはより高い空間分解能が望まれる。また、高温高压環境などの再現実験で得られる試料から必要情報のみを選択的に引き出すためにも高空間分解能での計測は鉱物研究に重要になっていくと思われる。

空間分解能の高い透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた結晶歪みの評価方法には様々あるが、電子線ナノプローブ走査で電子回折パターンの空間変化を解析する方法[1]は微細組織と局所歪み計測が同時に得られるため鉱物組織に高い有効性が期待される。本研究では、TEM (JEOL, JEM-2100F) による電子線ナノプローブ走査と CCD カメラを用いて鉱物試料から回折マップデータを取得し、特に局所歪みに着目して解析した。

照射電子線は、実効ビーム径約 10 nm 程度に抑えつつ平行性の高い条件を調整した。これにより回折パターンはスポット状となり逆格子ベクトルの精密決定と対称性低下によるわずかな回折スポット出現の検出が容易となった。また、収束角の大きな条件に比べ電流量を抑えられるため試料ダメージが抑えられるようになり、少なくとも TEM 像で確認できるようなダメージや汚染は

形成しなかった。得られた電子回折マップデータセットからは任意形状の仮想対物しぼりによる回折コントラスト像を作成した。また、各回折パターンに対して最小二乗法により逆格子基底ベクトルを決定し、リファレンスパターンからの変化を微小歪みテンソルとして決定することで、微細組織と一対一対応する定量歪みマップを作成できた。

次に実験的研究への応用を図り、TEM 内ナノインデント実験が実施可能な専用ホルダー(Bruker, Hysitron PI95)を用い、特定の荷重をかけた状態の試料にも同様の手法を適用した[2]。今回はモデル物質として室温高压で相転移することが知られる Si を用いた[3]。荷重付加下での各実験において歪みマップを取得し(Fig. 1)、最高応力達成領域をさらに選択的に解析した。200  $\mu\text{N}$  付加実験では、Si の体積弾性率[3]をもとに最高達成静水圧(平均)応力で約 3 GPa に達していることが分かったものの、高压相転移はいずれの局所分析点(~10 nm 径)からも確認されなかった。

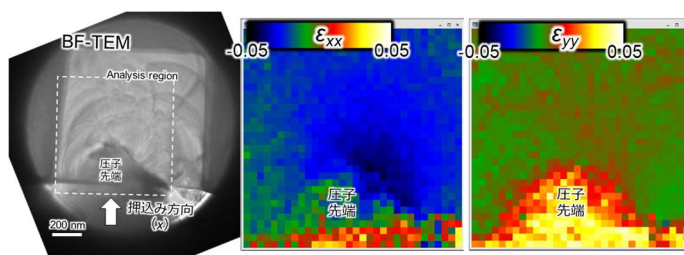


Figure 1. Strain maps of  $\epsilon_{xx}$  strain and  $\epsilon_{yy}$  strain in an indentation experiment (200  $\mu\text{N}$ ) obtained by diffraction imaging analysis. The x is direction of the indentation.

### 【引用文献】

- [1] Ophus et al. (2019) *Microsc. Microanal.* **25**, 563.
- [2] 三宅ほか (2021) 鉱物科学会
- [3] Hu et al. (1986) *Phys. Rev. B* **34** 4679

Key words: electron microscopy, strain analysis, in-situ experiment

\*Corresponding author: y-igami@kueps.kyoto-u.ac.jp