

雰囲気制御高温加熱ステージの開発とカンラン石固相球化その場観察

In situ Observation of Solid State Crystal Rounding at High Temperature

佐伯 和人 [1]

Kazuto Saiki [1]

[1] 秋田大・工学資源・研究施設

[1] Research Inst. Materials and Resources, Akita Univ.

パラサイト隕石中のカンラン石や変性岩中の包含鉱物など、界面の形状によるケミカルポテンシャルの差によって球化したと思われる岩石組織は多い。固相のままでも進行する球化の機構を解明するために、顕微鏡下で高温試料を観察できる加熱ステージを製作した。市販のものと異なり、酸化還元雰囲気制御ができ、劣化したヒーター線を簡単に交換できる。また高温発光試料を観察するために半導体レーザーによる照明も試みた。この装置を用いてカンラン石破片の縁の高温下での変化をその場観察したところ、1300℃、5時間で縁辺部が10~20μm後退し、角の球化も連続的に観測された。

「はじめに」

小惑星の核・マントル境界が起源ではないかとされる隕石にパラサイトがあり、鉄ニッケル合金にカンラン石粒が混合した組織を持つ。パラサイト中のカンラン石には角ばったものと丸くなったものがある。もともと衝撃等により角レキ化したカンラン石が、後の高温環境下で、曲率の大きな界面と平らな界面とのケミカルポテンシャルの差を駆動力として界面付近で拡散が起き、丸いカンラン石へ変化したのではないかと考えられている。これは変性岩中の球状包含鉱物の成因ともなりうる。Saiki et al. 1997ではカンラン石の球化速度から小惑星の熱史を明らかにしようと、ピストンシリンダーを用いた高温高压実験を行った。その結果、直径数十μmのカンラン石粒は鉄ニッケル合金中で1400℃数時間で固相のまま球化する事がわかった。しかし、球化の機構が明らかにならなくては、μmスケールの実験結果をcmスケールの隕石組織に適用する事はできない。球化にともなう物質移動の量や方向を知るためには、出発物質から連続的にカンラン石の球化過程を観測する必要がある。そこで、顕微鏡下で高温試料を観察できる加熱ステージ製作を行った。金属鉄とカンラン石が共存する環境での実験を目的としているため、加熱ステージは酸化還元雰囲気制御ができるものでなくてはならない。

「加熱ステージの開発」

実体顕微鏡で高温試料の挙動を雰囲気制御下で観察できる加熱ステージを自作した。市販の加熱ステージは水素ガスを用いた酸化還元雰囲気の制御ができない。これは、水素ガスがヒーターの金属を急速に劣化させるためであろう。地球や惑星の内部の環境を実験で再現する際、特に鉄を含む物質系では酸化還元雰囲気の制御は不可欠である。今回自作した加熱ステージはヒーターである白金ロジウム合金線の交換が容易に行えるよう設計しており、ヒーターの損耗を気にせずに水素ガスと二酸化炭素の混合ガスを導入した実験ができる。高温の白金合金線はたいへんもろく、力学的に、また温度分布上、負担のかかる場所が発生すると簡単に切れてしまう。そこで、アルミナの中空棒（内径5.5mm肉圧2.0mm）に螺旋状に彫り込みを切り、そこに0.3mm白金合金線をまきつけるようにした。この小さな炉心管の中に示差熱分析器用の微小白金皿（直径5.0mm）を入れて試料容器とした。また、この炉心管部をネジで簡単に取り付けられるヒーターホルダーを耐火素材とステンレス板で作成し、電源用の銅管と温度測定用の熱電対を固定した。こうして、高温でもヒーター線が切れず、またヒーター交換も3分間でできるヒーター部が完成した。現在の実験最高温度は1400℃であるが、1500℃を目標に改良を試みている。実体顕微鏡で安全に観察できるように、ヒーター部をアルミニウムの内箱、外箱で2重に覆った。内箱は外箱に耐火素材をはさんで固定してある。外箱には銅管が多数接着しており、冷却水を循環させる事で試料が1400℃でも外箱は50℃前後の温度に抑えられる。この加熱ステージを温度制御装置にとりつけた。白金合金線ヒーターは抵抗値が低いので、減圧トランスを温度制御装置に取り付け、適切な制御定数を設定する事により、1℃単位の温度制御が可能となった。外箱は密閉構造になっており、ガス混合器によって、水素：二酸化炭素 = 1 : 20 - 20 : 1までの混合比での実験が可能である。実体顕微鏡に装着したCCDカメラで、高温下の試料の変化をTV画面でモニターし、コンピューターに静止画もしくは動画として取り込む事ができる。高温試料からの強い赤外線から光学系を守るため、加熱ステージの観察窓は、気密のためのシリカガラス、熱線反射フィルター、熱線吸収フィルターの三層構造とした。高温発光している試料は、落射照明の光量では影がつかないため、細かな部分が観察できない事がある。そのため、半導体レーザーを用いた照明を試験的に用いている。

「カンラン石の球化その場観察」

鉄ニッケル合金中での珪酸塩鉱物の球化その場観察の前段階として、今回はカンラン石単体の球化その場観察実験を行った。米国サンカルロス産のカンラン石をめのう乳鉢で砕き、破片を微小白金皿に入れて、1300℃でカンラン石破片の角張った縁の部分を観察した。最初の1時間で室温から1300℃へ昇温し、そのまま1300℃で5時

間保持した。酸化還元雰囲気はFe-FeOバッファーに調整した。結果、6時間の実験時間内にカンラン石縁辺部が10~20 μ m後退し、角の球化も連続的に観測された。今回の実験では観察される平面での2次元形状よりも、奥行き方向の形状（薄さ）の効果が大きいと考えられる。今後、初期形状を制御した実験、金属中での実験と進め、界面付近での物質移動の機構を探る。