

透過微分干渉法による H<sub>2</sub>O-ice の顕微鏡観察と融解曲線測定についてMicroscopic observation and melting curve measurement of H<sub>2</sub>O by differential interference method

# 奥地 拓生[1], 栗田 典明[2]

# Takuo Okuchi[1], Noriaki Kurita[2]

[1] 名大・理・地惑ノ科技団・さきがけ研究 21, [2] 名大・理・地惑

[1] Dept. of Earth and Planetary Sci., Nagoya Univ./PRESTO, JST, [2] Earth and Planetary Sci., Nagoya Univ.

ダイヤモンドアンビルセルを用いた顕微鏡観察実験に利用できる新しい手法として、透過微分干渉法の応用について報告を行う。平板光学窓の収差補正が可能で透過微分干渉法対応の対物レンズを用い、この対物レンズと機械的・光学的に干渉しないピストン・シリンダー・加圧板を製作した。また外熱方式による加熱を行い、対物レンズに水冷ジャケットを装着して損傷を回避した。その結果、圧力 12 万気圧、温度 400 までの条件で、氷 VII 試料に対して透過微分干渉効果を得ることができた。加熱時の試料室の変形の問題を解決し、従来は光学観察による判定が困難だった領域において氷 VII の融解曲線の測定を行ってゆきたい。

ダイヤモンドアンビルセルを用いた高温高圧下での顕微鏡観察実験に利用できる新しい手法として、透過微分干渉法の応用について報告を行う。試料には高圧地球科学の主要なテーマの一つである H<sub>2</sub>O を用いている。

H<sub>2</sub>O は、高圧力下で多数の安定な結晶相を持つ物質である。その高圧力下での物性の研究は、赤外・ラマン分光、電気抵抗測定、熱量測定等により活発に行われている。その一方で、比較的簡単に行うことが可能な光学顕微鏡観察による研究は、あまり活発ではない。その主たる理由としては、H<sub>2</sub>O の全ての相がともに無色透明であり、像にコントラストがつきにくいこと、相の違いによる屈折率差が小さいこと、そして圧力容器の光学窓を光線が通過するときの収差により、ただでさえ見えにくい像がさらに劣化すること、等が挙げられる。

例えば高圧力下での H<sub>2</sub>O の融解を光学観察により判定しようとするとき、圧力の上昇につれて液相と固相(氷 VII)の間の密度差は減少し、よって屈折率差も減少する。その結果、5~10GPa 以上の圧力では、通常の明視野像による融解の判定は困難になる。本研究ではこの問題を解決するために、微細な屈折率の変化を空間微分形で強調することのできる、透過微分干渉法による観察を試みた。

観察の鍵となる対物レンズには、平板光学窓の収差補正機能付きで透過微分干渉観察に対応したタイプのうち、最も長い作動距離を持つ Nikon Plan Fluor ELWD 20x0 を用いた。この対物レンズの開口数は 0.45、作動距離は空気換算で 7.0mm である。通常のレバー式ダイヤモンドアンビルセルのシリンダー外側面から試料部までの距離は 7mm よりも長いので、そのままでは対物レンズとシリンダーが干渉して観察はできない。このために同距離を約 7mm に縮小したシリンダー及び、対応するピストンを新しく製作した。両者はともに開口角を広く取り( $\sin > 0.45$ )、対物レンズの開口数をフルに使った場合にも光線を遮らない設計とした。また圧力発生のためにピストンに荷重を付加する加圧板についても、透過照明光(NA=0.3)を遮らないように、開口部を大きくしたものを製作した。さらに視野絞りや長作動距離コンデンサーレンズの位置決め機構などを製作し、照野を 100mm 程度にまで絞った状態で、視野絞り像を試料面に結像させるケーラー照明を実現させた。

さらに高温条件下で試料観察を行うために、PID 制御による外熱方式のヒーターを製作した。250W のシース線をシリンダー外径に合わせて巻き、アルミナ繊維の覆いによって保温した。外熱方式において作動距離が近い場合、加熱時の対物レンズの損傷が深刻な問題になるため、対物レンズに直接取り付けることのできる銅製のジャケット設計製作し、銅管をはんだ付けしてポンプにより冷却水を循環させた。

以上の作業の結果、圧力 12 万気圧、温度 400 までの条件で、ダイヤモンドアンビルセルにより加圧された氷 VII 試料に対して観察を行い、透過微分干渉効果を得ることができた。なお微分干渉効果がはっきり得られる場合の試料の厚さは、約 20  $\mu$ m 程度と比較的薄く、このためにガスケットの材質によっては、試料室形状を保持したまま安定に加熱することに問題があった。この問題を解決し、従来は光学観察による判定が困難だった圧力 10GPa 以上の領域において氷 VII の融解曲線を測定して、その結果について報告を行う予定である。