氏名・(本籍) ちん どう じゅん いち 安 東 淳 一

学位の種類 博 士(理 学)

学位記番号 理博第1327号

学位授与年月日 平成5年3月25日

学位授与の要件 学位規則第4条第1項該当

研 究 科 専 攻 東北大学大学院理学研究科 (博士課程) 地学専攻

学位論文題目 Plasticity of Silicate Garnet: A study with the aid of

Transmission Electron Microscope (TEM)

(珪酸塩ガーネットの塑性:透過電子顕微鏡による研究)

論文審查委員 (主查)

教授斎藤常正 教授森 啓

助教授 大 槻 憲四郎 助教授 竹 下 徹

(愛媛大学理学部)

# 論 文 目 次

Abstract

Introduction

Acknowledgments

Chapter 1 Dislocation microstructures in silicate garnet in naturally deformed rocks

- 1. Introduction
- 2. Method to observe dislocations
- 3. Specimens
  - 3. 1. Occurrences of rock specimens
  - 3. 2. Optical microscope observations
  - 3. 3. Electron microprobe analyses
- 4. TEM observations

- 4. 1. Preparation of samples for TEM observations
- 4. 2. Dislocation microstructures
- 4. 3. Dislocation density of garnet and olivine
- 4. 4. Burgers vectors of dislocations in silicate garnet
  - 4. 4. 1 Burgers vectors determined by high-resolution lattice images
  - 4. 4. 2. The analyses of each lattice fringes
- 5. Discussion
  - 5. 1. Deformation behavior of mantle garnet
  - 5. 2. Dislocation behavior of mantle garnet
- 5. 3. Dominant Burgers vectors of dislocations in natural silicate garnet

## Chapter 2 High-temperature and high-pressure recovery experiments

- 1. Introduction
- 2. Annealing experiment
  - 2. 1. Second order kinetics
  - 2. 2. Method of Annealing experiment of garnet
- 3. Experimental procedure
  - 3. 1. Starting material
  - 3. 2. Annealing experiment
  - 3. 3. TEM observation
- 4. Results
  - 4. 1. Dislocation microstructures
  - 4. 2. Activation energy
- 5. Discussion
  - 4. 1. Mechanisms of dislocation annihilation

Concluding remarks

References

## 論 文 内 容 要 旨

## 序論

地球内部の流動特性や応力状態を理解するには、地球内部を構成する鉱物のレオロジカルな属 性を知る必要がある。特にこの様な高温高圧場での物質の塑性変形は,転位の動きによって支配 されているため,転位構造を調べる必要がある。近年の高温高圧実験技術の進歩に伴う鉱物の高 圧相の研究によると,沈み込んだ MORB は深さ約100km で,ガーネットと輝石からなるエクロ ジャイト相に,更に深さ約400km でメージャライトと呼ばれる複雑な組成のガーネットのみか らなるガーネタイト相に転移する。また,メージャライトは上部マントルの下部(遷移層)の約 4割を占める主要な鉱物でもある。したがってこの様な沈み込むスラブやマントル遷移層での流 動特性や応力状態を理解するには珪酸塩ガーネットの塑性変形について理解する必要がある。し かしこれまで酸化物ガーネット(例えば GdGaO)の研究報告を除いて,地球を構成する珪酸塩 ガーネットのレオロジカルな属性に関する系統的な研究はない。そこで上部マントルで塑性変形 した岩石中のガーネットの転位構造を透過電子顕微鏡(TEM)で観察し、珪酸塩ガーネットの 塑性について研究した。また,天然で塑性変形した鉱物の転位構造を観察する際,変形構造形成 後に熱活性によって転位構造がどの様に変化するのかを理解する必要がある。この目的のため、 珪酸塩ガーネットの回復実験をおこない,実験の前後での転位構造の変化を観察し,回復のメカ ニズム及び回復に必要な転位の活性化エネルギーを求めた。この回復実験は,ガーネットを安定 な温度・圧力条件のもとで長時間,加熱する必要があるために,鉱物の高圧相転移の研究に使用 されている高温高圧実験装置を用いた。

一般に鉱物の塑性変形の研究は光学顕微鏡を用いておこなわれるが、ガーネットは光学的等方体であるため、転位構造によってもたらされる光学的特徴を、光学顕微鏡で観察する事が困難である。それで、TEMで直接、転位構造を観察した。

本論は、第1章で、マントル内で塑性変形した岩石中のガーネットの転位構造の観察結果について、第2章で回復実験の結果をまとめている。

# 第1章 天然で塑性変形している岩石中の珪酸塩ガーネットの転位構造

#### 観察試料

観察した試料は、ガーネット・ペリドタイト(以下ペリドタイト)中のガーネットとオリビン、それとエクロジャイト中のガーネットである。これらを試料に用いた理由は、1)ペリドタイトの主要構成鉱物のオリビンは塑性がよく理解されているため、同一岩石中に共存するガーネットの転位構造と比較することができ、ガーネットの塑性の理解に役立つ。2)ペリドタイト中とエクロジャイト中で、ガーネットの転位構造に違いが認められるかを確かめるためである。ペリドタイトとエクロジャイトはそれぞれ以下の4地域の岩石である。①アルプス造山帯 Alpe Arami ②カレドニア造山帯 Almklovdalen ③中国山東省東海地区孟中④南アフリカ Benfortein。①②③

のペリドタイトは衝突帯の構造岩塊で、そのエクロジャイトはペリドタイト中にレンズ状及び層状に産出する。④のペリドタイトとエクロジャイトは共にキンバーライト中のゼノリスである。また、エクロジャイトのみの試料として以下の4地域の岩石を用意した。⑤アルプス造山帯Ivrea Zone ⑥三波川帯東赤石⑦南アフリカ Roberts Victor ⑧アリゾナ Chino Valley。⑤⑥はそれぞれ、衝突帯、高圧変成帯中に、ペリドタイト構造岩塊に伴って産出する。⑦はキンバーライト中のゼノリス、⑧は石英安山岩中のゼノリスである。以上の岩石中のガーネットとオリビンは、薄片観察と EPMA で化学組成を測定した後に、岩石中より取り出し単結晶の TEM 試料とした。単結晶試料は、X線プレセッションカメラにより定方位にしたものと、岩石薄片より任意の方位で切り出したものを用意した。TEM 観察はA転位構造B転位密度 C転位のバーガーズ・ベクトルに着目した。本論ではまずこれら3点の観察結果をまとめ、その後に観察結果から考察できるガーネットの塑性についてまとめた。

#### 観察結果

A転位構造B転位密度Cバーガーズ・ベクトルに関して以下の6つの事柄が認められた。 A転位構造 ①オリビンでは亜結晶粒界が発達するが、ガーネットでは亜結晶粒界はほとんど存在しない。

B転位密度 転位密度の測定により3つの傾向を得た。②ペリドタイト中のオリビンとガーネットの転位密度にはほぼ比例関係が認められ、ガーネットの方が約1桁小さい。③ペリドタイト中とペリドタイトにレンズ状に産出するエクロジャイト中のそれぞれのガーネットの転位密度にもほぼ比例関係が認められ、エクロジャイト中のものが約1桁大きい。④Alpe Arami のエクロジャイトでは、鎖状に連なり互いに接しているガーネットが、独立して存在するガーネットよりわずかに転位密度が大きい。

Cバーガーズ・ベクトル 38万倍と57万倍の TEM 写真で、転位が存在する場所の(200)と(0 20)面の格子縞を解析することで 2 つの知見を得た。⑤ガーネットのバーガーズ・ベクトルは転位密度によって異なる。転位密度が $10^5 \sim 10^6 \, \mathrm{cm}^{-2}$ では< 100 >が、 $10^7 \sim 10^8 \, \mathrm{cm}^{-2}$ では< < 111 >が卓越する。⑥低倍で 1 つとして認められていた転位中に、部分転位とその間の積層欠陥からなる拡張転位が複数存在する。

#### 考 察

以上のそれぞれの観察結果から、ガーネットの塑性について考察をおこなった。

①の結果 これはガーネットの塑性変形のメカニズムを反映した重要な観察結果である。この事から塑性変形時の定常状態は、オリビンでは転位の増殖が支配しており、一方、ガーネットでは転位の易動度が支配していることが明らかとなった。この易動度支配では、転位のすべり速度が上昇速度と同じオーダー程度に遅くなっている。したがって、定常状態で亜結晶粒界の形成の報告がある、オリビン、クォーツ、カルサイトなどに比べ、ガーネットの転位のすべり速度は非常に遅いと考えられる。

②の結果 Wang 他(1992)は,酸化物ガーネットとオリビンの単結晶を同一応力で塑性変形さ

せ、それぞれの転位密度を測定した。その結果もやはり、ガーネットの転位密度がオリビンより約1桁小さい。また唐戸(1989)の流動応力と結晶構造の系統的な関係を用いると、珪酸塩ガーネットと酸化物ガーネットの流動応力はほぼ等しい事が分かる。したがって本結果と Wang 他の実験結果の一致より、観察したペリドタイト中のガーネットとオリビンの転位構造は同一応力による塑性変形時に形成されたものと考えられる。また、オリビンは差応力と転位密度に相関があるので、オリビン石に転位密度が比例しているガーネットにも、差応力と転位密度に相関があると考えられる。この関係は次の式で表現できる。

 $\log (\sigma/\mu) = 0.5\log (\rho b^2) + (0.72\pm0.12)$ 

 $\sigma$ : 差応力  $\mu$ : 剛性率  $\rho$ : 転位密度 b: バーガーズ・ベクトル

- ③の結果 エクロジャイト中のガーネットの転位密度が高いという事は、エクロジャイト岩塊に高い応力が発生していると考えられる。すなわち、ペリドタイト岩塊中の硬いエクロジャイトに応力集中によって、より高い応力が生じている可能性がある。
- ④の結果 エクロジャイト岩塊中で、硬いガーネット粒子同志の接触によって、より高い応力が 生じている事がわかった。このことは③の結果すなわち、ガーネットの含有率が低いペリドタイトより、ガーネットの含有率が高いエクロジャイト中のガーネットの転位密度が大きい事にも関与していると考えられる。
- ⑤の結果 ②の考察により、ガーネットにも転位密度と差応力の間に相関関係があることが明らかとなった。したがって、ガーネットのバーガーズ・ベクトルは差応力によって異なり、差応力値が大きくなるに従い、<100>から½<111>が卓越する。
- ⑥の結果 このことは、ガーネットでは、複数の拡張転位が集まって1つの転位部を形成していることを示す。

## 第2章 高温高圧回復実験

#### 実験試料

ガーネットが大きく加工しやすい。転位密度が大きい。転位の分布が一様である。以上のことから、第1章で用いた Almklovdalen のエクロジャイト中のガーネットを試料に用いた。

### 実験条件

ガーネットの安定な温度・圧力内で長時間加熱する必要がある事と,実験装置の強度を考慮し, 圧力 5 GPa,温度1200℃~1600℃,加熱時間30~360分で回復実験をおこなった。観察は,実験 の前後での転位構造の変化に着目し,転位の回復のメカニズムと回復の活性化エネルギーを求め た。

#### 観察結果

①実験後のガーネットの転位構造は、大きく2つに分かれる。1つは転位すべりによる亜結晶 粒界の形成。他は転位の上昇による、からまった転位構造の減少である。前者の転位構造の変化 は、温度が融点の90%前後の実験で認められ、後者は温度が融点の93~97%の実験で認められた。 ②実験の前後で転位密度の測定をおこない、転位密度の減少を調べた。その結果、ガーネットも、金属物質やオリビンと同様に

$$d\rho/dt = -k_0 \exp(-E_c/RT) \rho^2$$

ho: 転位密度 t: 時間  $k_0$ : 物質定数 R: ガス定数 T: 絶対温度  $E_0$ : 活性化エネルギーで表現される関係が成り立つことが分かった。すなわち、転位密度の時間変化率が転位密度の2乗に比例する。この関係式を用いて、ガーネットの回復実験による、活性化エネルギー値( $E_0$ )を求めた。この活性化エネルギー値は、実験後の転位構造の変化に対応して変化する。亜結晶粒界の形成温度領域では約60kcal/mol,からまった転位構造の減少が生じる温度領域で約280kcal/mol である。

## 考 察

回復実験の前後での転位構造の変化から、ガーネットの回復のメカニズムが温度によって異なることが明らかとなった。融点の90%前後では転位すべりが、融点の93~97%では転位の上昇が回復を支配する。また、求めた活性化エネルギー値、約60kcal/molと約280kcal/molは、それぞれ、転位を結晶の摩擦力から活性化させるエネルギーと、転位を上昇させるための原子の拡散エネルギーに対応していると考えられる。

# 論文審査の結果の要旨

地球内部の流動的特性や応力状態を理解するためには、地球内部を構成する鉱物のレオロジカルな属性を知ることが不可欠である。近年の高温・高圧実験技術の進歩に伴う鉱物の高圧相の研究により、沈み込んだ MORB は、深さ約100km でガーネットと輝石からなるエクロジャイト相に、更に深さ約400km で、メージャライトと呼ばれる複雑な組成のガーネットのみからなるガーネタイト相に転移することが分かっている。

本研究は、このガーネタイト相から由来するガーネットについて、レオロジカルな属性に関する研究を系統的に行ったものである。まず、上部マントル中で塑性変形した岩石中のガーネットの転位構造を、透過電子顕微鏡で、38万倍と57万倍に拡大して観察した。また天然で塑性変形した鉱物の転位構造を観察する際に、変形構造形成後に熱活性によって、転位構造がどの様に変化するかを理解する必要があり、ガーネットを安定な温度・圧力条件のもとで長時間加熱することにより、回復実験をおこない、回復のメカニズムおよび回復に必要な転位の活性化エネルギーを求めた。

第1章では、天然で塑性変形している岩石中の珪酸ガーネットの転位構造を述べている。ここでは、鉱物粒子の岩塊中における分布と応力の強さとの関係を論じ、ガーネットにも転位密度と 差応力の間に相関関係があることを明らかにし、ガーネットのバーガーズ・ベクトルは、差応力によって変化し、差応力が増大するにつれ(100)面から、½(111)が卓越する。

第2章では、高温高圧下での回復実験について重要な結果を得たことについて記述している。 実験は5 GPa、温度1200 $^{\circ}$ C-1600 $^{\circ}$ C、加熱時間30 $^{\circ}$ 360分で行った。その結果、ガーネットの回復のメカニズムが温度によって異なり、融点の90%前後では、転位スベリが、融点の93-97%では転位の上昇が回復を支配する。また活性化エネルギー値は約60kcal/molと約280kcal/molで、それぞれ転位を結晶の摩擦力から活性化させるエネルギー、転位を上昇させるための原子の拡散エネルギーに対応していると考察している。

以上のように、本論文は著者が自立して研究活動を行うのに必要な高度の研究能力と学識を有することを示している。よって、安東淳一提出の論文は博士(理学)の学位論文として合格と認める。