

岡山大学 惑星物質研究所 共同利用・共同研究 成果報告書

受入年度：2022 年度 前期

提出日：2023 年 5 月 1 日

共同利用研究の種類： 国際共同研究・一般共同研究・設備共同利用・ワークショップ

課題名： 高温 GHz-DAC 音速測定法の開発

共同研究員氏名： 加藤拓人

所属・職名： 大阪大学理学研究科 博士前期課程 1 年

分担者氏名： 山崎大輔

分担者所属・職名： 岡山大学惑星物質研究所 准教授

分担者氏名： 米田明

分担者所属・職名： 大阪大学理学研究所 招聘教員

分担者氏名： 鶴岡暲

分担者所属・職名： 大阪大学理学研究科 博士後期課程 3 年

分担者氏名： 近藤忠

分担者所属・職名： 大阪大学理学研究科 教授

研究報告・ワークショップ実施報告：

地球内部は地震波の観測から、深部方向に対する音速・密度分布が明らかにされている。そこから地球深部を構成する物質の分布を明らかにするには、地球深部温度圧力条件での弾性波速度測定が重要である。貴研究所で開発され、大阪大学で開発継続中の GHz 音速法は DAC 中の試料の弾性波速度測定を可能にする。本手法は鉄等の不透明試料の P 波速度・S 波速度の両方を計測することができる。我々は GHz 音速法をダイヤモンドアンビルセル (DAC) に適用し、地球構成物質の高圧・高温下での音速データ取得を試みている。[1]

この課題では、GHz 法を外熱式 DAC と組み合わせることで、高温・高圧下での GHz 音速測定を可能にする装置の開発を目指す。GHz 法による音速測定は大阪大学にて実施した。貴研究所では GHz 法で使用するバッファローロッドの作成のために、バッファローロッド（遅延材）として用いる YAG 単結晶への ZnO 圧電素子のスパッタ成膜を行った。

スパッタ成膜を行う前に YAG は王水などでよく洗浄した。スパッタ成膜には貴研究所が所有するスパッタリング装置（芝浦メカトロニクス、CFS-4ES-II）を使用した。ZnO の成膜前に電極として Pt と Cr（現在は Ti）を成膜した。その後、高温酸化雰囲気（基盤を 300 °C, Ar と O₂ ガスは等流量）で ZnO を成膜した。厚さ制御は印加電力と時間で行い、Cr 電極は 300 W, 2 分、Pt 電極は 300 W, 10 分、ZnO は 300 W, 150 分であった。それぞれの条件で YAG 単結晶の端面上に三つのターゲットを Cr(Ti), Pt, ZnO の順番で成膜した。(Fig. 1)

圧電素子をスパッタ成膜した YAG 結晶は大阪大学に持ち帰り、オシロスコープ、発振器など

からなる GHz 測定用の装置を用いて、圧電素子の発振を確認した。(Fig. 2)

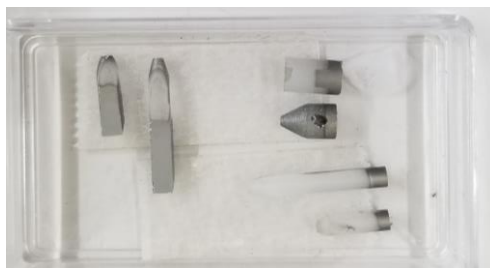


Fig. 1 スパッタ成膜をした YAG 単結晶
(左 2 つは S 波測定用、右 4 つは P 波測定用)

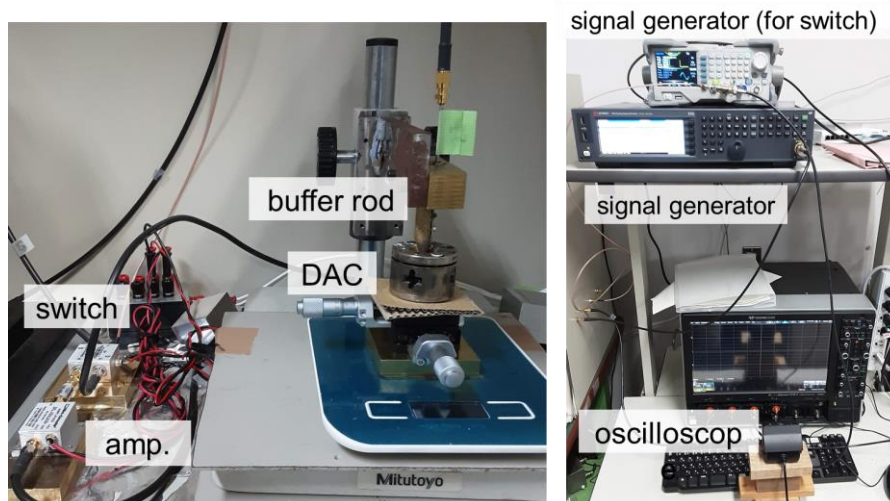


Fig. 2 GHz-DAC 音速測定法の測定装置 (大阪大学)

GHz 法の高温化に向けて、2022 年度は本手法の信頼性を確認するため、常温でのテスト測定を行った。テスト測定では試料は粉末 MgO (和光純薬工業株式会社製, 純度 98 %) を用いた。MgO は高圧下における音速測定実験が多く行われており、先行研究との比較ができる [2][3]。高圧発生には対称性 DAC (クジラ型 DAC) を使用し、アンビルの先端 (直径: 300 μm) が試料のみを加圧するようにした。これはガスケット反射波由来のシグナルを避けるためである。

ZnO 薄膜によって発振された弾性波はバッファローッドを通じて、DAC 中の試料に伝搬する。Fig. 3 はオシロスコープで観測された反射波のシグナルである。通常よく用いられる超音波法では二つの反射波が分離した状態で観測されるが、DAC で加圧された試料の厚みはとて薄いため ($\sim 10 \mu\text{m}$)、試料の前面反射波 (S1) と背面反射波 (S2) は干渉して観測された。そこで、この二つの反射波の干渉強度の周波数変化からトラベルタイムを決定した。以上の装置を用いて、MgO の P 波 S 波速度測定を行った。

S 波測定では 0.700 GHz \sim 0.900 GHz の周波数範囲で 0.5 MHz ずつ周波数を変化させ、それぞれの周波数で波形データを取得した。Fig. 4 に干渉部分の周波数変化を示す。実線は生データ、点線は生データをフーリエ変換し、それに対して高周波成分を取り除き、極大値・極小値をプロットした。極値を最低周波数から最高周波数まで、0.5, 1, 1.5 \dots と番号を付け、横軸に番号、縦軸に極値を

与える周波数をプロットした。すべての点を直線で近似すると、その傾きが干渉部分の強度変化周波数になる。トラベルタイムはその逆数として計算される。P波に対しても0.800 GHz~1.10 GHzの周波数範囲で5 MHz ずつ周波数を変化させ、同様の解析を行った。その結果、P波とS波のトラベルタイムがそれぞれ10.7 ns、17.6 ns と計算された。その後、DAC から回収した試料の試料長を光学顕微鏡の観察から決定し、音速を計算した。得られた音速データは先行研究([2][3])と調和的であった。(Fig5)

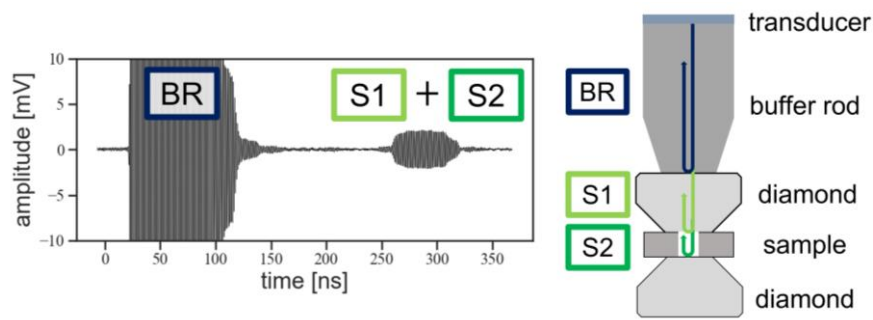


Fig. 3. MgO の P 波測定で得られた波形 (周波数: 0.885 GHz, パルス幅: 50 ns). 三つの反射波が観察された。また、二つの試料反射波 (S1, S2) は干渉して観測された。

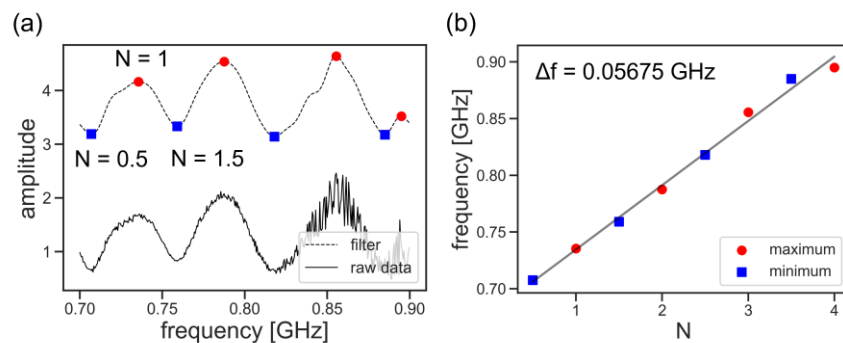


Fig. 4. S 波測定の測定結果 (a) 干渉強度の周波数変化 (b) 極値をとる周波数のプロットと直線フィッティング

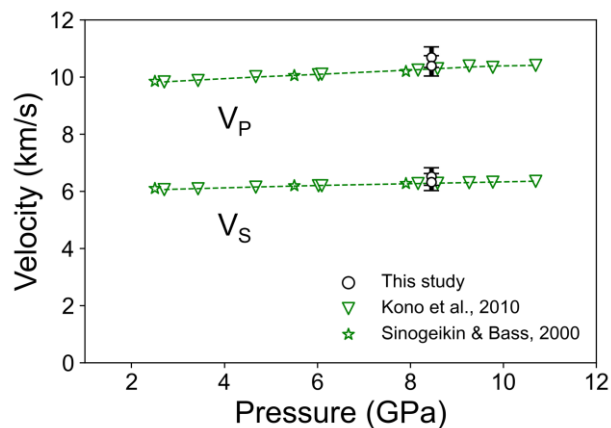


Fig. 5. 測定結果と先行研究の比較。測定結果を示す白丸のうち、上は等方圧縮、下は一軸圧縮をそれぞれ仮定した。

今後は GHz 法の特徴を生かし、フェロペリクレース (Fe, Mg)O のスピン転移に伴う音速異常の検出に焦点を当てた測定を行う。また、測定ではフェロペリクレースは貴研究所の酸素雰囲気炉で合成したものをを用いる。

[1] A. Yoneda et al. *Review of High Pressure Science and Technology*, Vol. 29, No. 2 (2019)

[2] Y. Kono et al. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 183, 196–211 (2010)

[3] V. Sinogeikin et al. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 120, 43–62 (2000)