

高温構造物性ビームライン

◇SPring-8における高圧地球科学グループの研究計画

岡山大学 理学部
浦川 啓

高圧地球科学グループは高温構造物性ビームラインに実験ステーションを建設する。この実験ステーションには1500トンプレスを設置し、偏向電磁石4番からの連続X線を使い、主にエネルギー分散法による回折実験を行う。

高圧装置は6方押しキュービックプレスに8個のアンビルからなるMA8型装置を組み込む、いわゆる6-8式の2段加圧方式をとる。この方式のメリットは一段押しに比べ大きな圧力発生空間を得ることができることである。15GPaにおける圧力発生空間を比べてみると一段押しでは0.1ccであるのに対し、6-8式では1ccと10倍になる。これは実験中の発生圧力・温度の精度を上げることを可能にする。また、2段加圧方式では1段加圧式に比べ発生圧力の限界が約2倍になる。発生圧力は使用するアンビルの材質にも依存するが、1段押しの場合は焼結ダイヤモンドアンビルを使っても20GPaが限度であるが、2段押しでは超硬合金アンビルでも25GPaを出し、焼結ダイヤモンドアンビルの場合は30GPa以上を安定に発生できる。この装置では温度も2000℃強を安定に発生できる。

この高圧装置には可動範囲±10度の水平ゴニオと、±15度の垂直ゴニオをとりつけ両方向での回折を可能としている。このビームラインは白色専用であるため回折実験用の検出器はGe-SSDを使用する。入射光はスリットで50×50μm程度に絞られ、温度・圧力の均質な微小領域の回折を行う。6-8式による大きな圧力発生空間とあわせることにより、これまで実現できなかった精度の高い実験が可能となる。

この実験ステーションでは、地球の内部構造とダイナミクス、その進化を解明するため、高温高圧下での珪酸塩鉱物と鉄合金系の結晶構造、状態方程式、相転移、レオロジーなどの研究や、マグマの構造、密度、粘性などの研究が進められる。特にマントルは近年の地震学の進歩により精密な速度構造モデルができつつある。たとえば、オリビンから変形スピネルへの相転移で説明できるとされているマントルの深さ410km（～14GPa）にある地震波速度不連続面の厚さは4～5km以下であることが明らかにされた。これは圧力に換算すると0.1GPa以下ということになり、従来の試料回収法による実験では到底実現できない精度であり、1段式の高圧装置を使った‘その場観察’でも試料容積が小さいため非常に苦しい条件である。高圧地球科学の実験ステーションではオリビンと変形スピネルの相境界の精密決定が予定されている。このように、大容量の6-8式高圧装置の導入により温度・圧力条件の精度の点で大きな変革がもたらされることが期待される。

また、30GPa以上の高圧における圧力スケールの確立も当初の仕事として非常に重要なものである。従来、圧力の内部標準として用いられて来たNaClは約25GPaで相転移を起こしそれ以上の圧力ではマーカーとして使用できない。これに代わる圧力マーカーとして金や白金などの状態方程式を精密に決定する必要がある。

材料科学、物理、化学などの分野からも、本ビームラインを用いた研究が計画されている。ダイヤモンド合成過程のその場観察や金属-非金属系融体をはじめとする不規則系の構造と物性などの研究が行われる予定である。

このように、高圧地球科学の実験ステーションでは当面、白色光を利用した研究を進めていく予定である。次のステージではやはり強度測定を目的とした角度分散回折や、状態分析を目的とした吸収実験を単色 X 線を用いて行っていきたい。また、偏向電磁石ということもあり、X 線の絶対強度が不足することは否めない。この点では、白色・単色を問わず可能な光源と光学系に関する R&D を進めていく必要がある。このような点を鑑み、高圧地球科学グループとしては現状の満足度は半分といったところであろうか。しかしながら、ともかく第 3 世代の放射光を体験してみたいという気持ちが大きく、1 年後の供用開始が待ち遠しい今日この頃である。

◇高温実験ステーションにおける研究計画

慶應義塾大学 理工学部

辻 和彦

1. はじめに

高温 SG は、高温高圧 X 線実験により、超臨界流体や高温液体の構造の研究を行う。物質の温度を上げていくと、固体から液体への融解、液体の膨張、さらに、液体から気体への気化が起こる。低圧では気化での体積のとびは大きい、高圧になると体積のとびが小さくなり、ついには不連続な変化がなくなる。この圧力・温度を臨界点と呼ぶ。臨界点は、水銀で 1751K (1478°C) 167MPa (1650 気圧)、セレンで 1869K、38MPa と高温高圧下にある。臨界点以上では、液体と気体の区別ができなくなり、流体と呼ばれる。臨界圧力より高圧で温度を上げていくと、流体の密度は連続的に、広い範囲で変えることができる。また、これにともなって金属非金属転移が起こるなど原子間の相互作用が著しく変化する。また、臨界点近傍では、圧縮率および熱膨張率が発散し、密度揺らぎが著しくなる。このため、臨界点近傍に特有な興味ある物性変化が期待できる。

2. 実験ステーションの概要

BL04B1 ビームラインは、光源として偏向磁石からの白色 X 線を用い、上流側に高圧地球科学実験ステーション、下流側に高温実験ステーションが直列に設置される。高温実験ステーションの実験用ハッチの内側に、高圧ガス発生部と高圧容器を置き、全体を鋼板製高圧防御壁で取り囲む。これらの全体が放射線防御用のハッチ内に設置される。高圧容器は、圧力媒体としてヘリウムガスを用い、使用最高圧力は 2,000kgf/cm² である。容器内に内熱型のヒータを設け、試料部を 1650°C まで加熱できる。エネルギー分散型 X 線回折装置により、高温高圧 X 線回折実験を行う。

3. 代表的な研究課題

3.1 超臨界流体水銀の構造

金属-非金属転移を起こす領域を含む広い密度領域で流体の構造を調べ、相互作用の変化との関係を調べる。また、臨界点近傍で特徴的に起こる大きなゆらぎの研究も重要な課題である。

3.2 超臨界流体セレンの構造

流体セレンは超臨界圧力での昇温により、液体半導体-液体金属-液体絶縁体の転移を起こすことが知られている。これらの転移と、原子間の相互作用変化との関係を構造変化から研究する。

3.3 超臨界流体合金の構造

超臨界状態では、少量の他元素の添加が物質の熱力学的性質を大きく変化させることが知られている。この原因を、構造変化から研究する。

3.4 液体合金の高温での構造

液体合金、とくに、異なった結合の共存する合金では、クラスター形成や、二相分離などの濃度相関が物性を著しく変化させる。蒸気圧の高くなる元素を含む合金の高温での構造は、高圧条件でなければ測定が困難である。クラスター形成により半導体的性質を持った合金は、高温では解離を起こして金属化し、二相分離の合金は高温で均一混合することが期待される。

1. 当初の目標に対する現段階での実験装置の達成度（又は満足度） 50%

2. その理由

SGの当初の計画では、単色光を用いた研究、とくに、多成分系の部分構造を、異常散乱法を用いて調べることを目的としていたが、モノクロメータが予算の関係で削除され、できなくなってしまったため。

当初のというのが、建設を開始した時点で、現段階のというのが10月時点とすれば、

1. 当初の目標に対する現段階での実験装置の達成度（又は満足度） 100%

2. その理由

計画通りに進んでいるので。