

## BL04B1 高温構造物性

### 1. はじめに

BL04B 1は、高圧地球科学グループと高温グループによる2つ実験ステーション（上流側：高圧地球科学、下流側：高温）による白色光専用のビームラインで、SPring-8共用開始時からの最初のビームラインのひとつとしてユーザー利用を開始した。しかし、各ステーションともに整備が順調に進むにつれてユーザー数が増大したことで、また当初の予定よりもさらにハードルの高い実験を希望する声が高まってきたため、平成14年2月に高温グループの実験ステーションをBL04B 1からBL28B 2へ移転した。一方、高圧地球科学グループ内では、実験ステーション1の高圧発生装置 SPEED-1500を用いて地球内部の上部マントルと下部マントル境界付近である30 GPa、2000 までの実験が定常的に可能になったものの、さらに地球深部、すなわちより高い圧力領域までの実験が望まれていた。この結果、以前より高圧発生装置の切り札として技術開発を進めていた焼結ダイヤモンドアンビル装置の導入が検討され、平成14年3月に世界で初めての焼結ダイヤモンドアンビル専用高圧発生装置 SPEED-Mk .II が高温グループの抜けた下流側の実験ステーション2に導入されることになった（図1）。以下では今年度から新しくなった実験ステーション2の中心装置である SPEED-Mk .II と粉末 X 線回折システムの詳細について紹介する。

### 2. 実験ステーション2

#### (1) 高圧発生装置（SPEED-Mk .II）

実験ステーション2に設置された高圧発生装置、SPEED-Mk .II は、基本構造は上流側の実験ステーション1に設置されている SPEED-1500 と全く同一である（図2）。すなわち、装置の外枠は SPEED-1500 と同じく4本の支柱



図1 実験ステーション2内への SPEED-Mk. の搬入の様子

で支持されており、上部油圧ラムより最大荷重1500トンまで一軸方向に圧縮し、内部にある第一段アンビル（6方向）と第二段アンビル（8方向）に力をかけて試料を加圧する、いわゆる6 - 8型（河合型）と呼ばれる2段加圧式のマルチアンビル型高圧発生装置である。装置の高さは2.8 m、総重量は約20トンで、SPEED-1500に比べると高さは低いが、支柱が太く色も黒塗りであることから外観は大変重厚な印象を与える。しかしそのイメージとは逆に、装置本体は非常に繊細かつ軽快で、すべてのステージを1 $\mu$ m単位で自由に移動させることができる。通常の高圧実験では、第一段アンビルに28 mm角のWCアンビル、第二段アンビルには14 mm角の焼結ダイヤモンドアンビルが使用され、50 GPa以上での高圧実験を行うことができる。また SPEED-Mk .II の大きな特徴は、世界で初めてこのような大型高圧発生装置に揺動機構を装備したことである。高温高圧下の粉末 X 線回折実験では、1000 以上になってくると粉末試料の粒子が次第に成長して、回折線の一部が見えなくなるという問題がある。これに対して SPEED-Mk .II は、ゴニオメーターの回折角を固定したままで、20トン以上ある高圧装置全体を Z 軸周りに $\pm 10^\circ$ の範囲を最大0.1°/secのスピードで回転（揺動）させ、試料の向きを変えることによって消失した回折線を拾い出すことができる。

#### (2) 粉末 X 線回折システム

実験ステーション2の入射スリットは、15 mm厚のTa合金ブレードを4枚組み合わせた自動水冷4象限式で、水平、垂直方向に、0.02~10 mm幅まで絞ることができる。また、水平ゴニオメーターは、コリメーター、自動受光スリット（水平、および垂直方向）、Ge半導体検出器から構

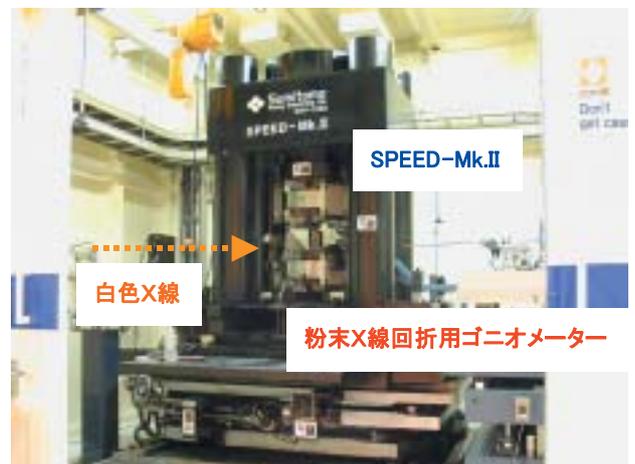


図2 SPEED-Mk. 、および粉末 X 線回折システム

成され、これらはX線と平行なX軸方向へ移動可能な自動並進ステージ上に設置されている。入射スリットからの白色X線は高圧試料中を透過し、さらに試料からの回折線は、コリメーター、受光スリットを通してGe半導体検出器に集められる。水平ゴニオメーターの可動範囲は $2\theta = -10 \sim +23^\circ$ で、 $0.001^\circ$ の再現精度で回折測定が可能である。コリメーターは先端0.05、0.1 mm幅の2種類で、試料中心からの距離が100～760 mmまでの位置で測定することができる。これらのステージ軸はすべて自動制御になっており、現在位置を常時モニターしながらソフトウェア上で管理されている。

### 3. おわりに

本稿で紹介した、SPEED-Mk.IIと粉末X線回折システムは、文部科学省より認可された科学研究費[平成12年度特定領域研究(B)研究代表者:大谷栄治(東北大理)、平成13年度特別推進研究 研究代表者:高橋栄一(東工大理)]によって導入されたものである。したがってシステムの設計製作はすべて研究プロジェクトのメンバー主導のもとで行われてきたが、一部のユーザーに限定した持込み装置ではなく、誰でも利用することができる汎用装置となるように現在準備を進めている。今年度は装置のバグ出しと調整を終了し、平成15年度から共同利用に公開して一般ユーザーの利用も開始する予定である。

利用研究促進部門  
構造物性 グループ・極限構造チーム  
舟越 賢一