

BL04B1 高温構造物性

1. はじめに

BL04B1ビームラインでは、既に稼動している川井型(2段式)高温高压装置、SPEED-1500に加え、世界で初めての焼結ダイヤモンド製アンビル専用高温高压装置、SPEED-Mk.IIを昨年2月に導入した。SPEED-Mk.IIの立ち上げは、高压地球科学サブグループを中心に行われ、これまでSPEED-1500では未到達であった2300 以上、50GPa以上の高温高压状態、地球内深部の下部マントル領域相当での実験が定常的に可能になりつつある^[1]。しかし、このような温度圧力の高い条件での利用開発が押し進められる一方で、より高品質の実験データを望む声も次第に多くなってきた。このような要望に少しでも応えるため、BL04B1ではX線回折実験用のゴニオメータと、超高速CCDカメラシステムの改良に取り組み始めた。以下ではSPEED-1500に導入された新型水平ゴニオメータ、および超高速CCDカメラシステムについて紹介する。

2. 水平ゴニオメータ

実験ステーションの光学系は、光源の上流側から順に入射スリット、高温高压装置(SPEED-1500、SPEED-Mk.II)、水平ゴニオメータ、およびCCDカメラで構成される。水平ゴニオメータ上にはコリメータ(Collimator)、自動受光スリット(Receiving slit)が並んでおり、試料からの回折X線はこれらを通してGe半導体検出器(Ge-SSD)に入る(図1)。水平ゴニオメータの可動範囲は $2\theta = 0 \sim +14^\circ$ から $2\theta = -10 \sim +20^\circ$ まで拡張され、さらに分解能 $1/10000^\circ$ 、再現精度 $1/1000^\circ$ での制御が可能になった。この改良により有効数字が今までよりも1桁上がって圧力値で $1/100\text{Pa}$ 、格子定数で $1/1000$ オーダーで求められるようになった。

また高品質の実験データを得るためには、X線を実験試料の最も適切な位置に照射させる必要がある。しかし、高温高压装置(SPEED-1500、SPEED-Mk.II)用の高压試料セルの構成は非常に複雑であり、さらに圧力をかけて変形したセル内にある実験試料の正確な位置を知ることが容易ではない。これに対してCCDカメラを水平ゴニオメータの後方に設置することにより、実験試料の様子を明瞭に観察することが可能になった。図2にCCDカメラによって観察された高压試料セル内部の例を示す。高压になるに従ってアンビル間の隙間は狭くなるが(0.4mm以下)、実験試料の変形の様子がリアルタイムで観察できるため、照射するX線を常に最適なサイズでかつ、正確な位置に合わせることができる。

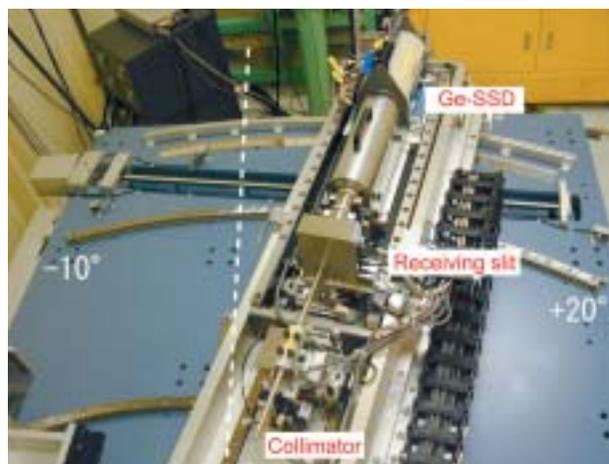


図1 高温高压粉末X線回折用水平ゴニオメータ

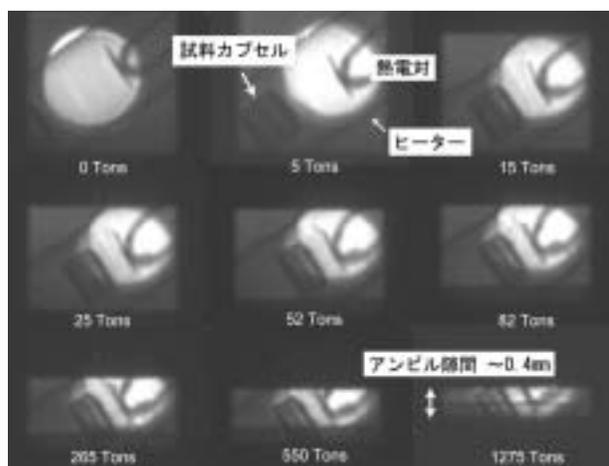


図2 CCDカメラで観察された高温高压セルの内部の様子

3. 超高速CCDカメラシステム

前述のCCDカメラは、もともと高温高压試料の液体の粘性を測定するために導入されたものであった。高压下での粘性測定は、液体中に球を落下させてその落下速度から粘性を測る落球法が非常に有効であるが、球の落下の様子を精度良く観察するためにはできるだけ高速でかつ、できるだけ高分解能のデータを取り込むことが望ましい。しかしこれまでの測定システムでは、最大速度 $1/30$ 秒、分解能約 $7\mu\text{m}/\text{ピクセル}$ で画像データを取り込むことができるが、可視光に変換される光の強度が足りないことと、画像データを $1/30$ 秒以上の高速で書き込むことが不可能なため、例えば非常に粘性の低い金属メルトなどは有効なデータを得る

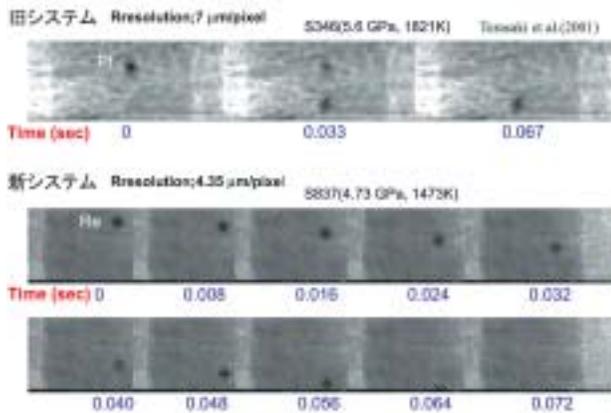


図3 旧システムと新システムによる高温高圧下の
Fe₇₃S₂₇メルトの中を落下する球のイメージの比較

ことができなかつた。そこで本年はまず光の強度を向上させるためにX線ビームモニターの改良、具体的にはレンズ系の改良と蛍光体の最適化を行い、さらに画像データを最大で1/125秒で書き込むことの可能な超高速CCDカメラシステムを構築し、SPEED-1500の光学系に導入した。図3にFe-S系メルトについて、メルト中を球が落下する様子を旧システムと新システムで比較した例を示す。図3のように、同様な温度圧力条件において、旧システムでは2~3コマしか取れなかつた画像データが新システムでは速度の向上によって8コマ以上可能になった。また、分解能も従来の約半分の~4 μm/ピクセルで取り込むことが可能となったため、実験で求められる粘性係数の精度は飛躍的に向上した。最近ではこの新システムを使って高温高圧状態の密度変化や、それに伴う相の状態変化を直接観察する試みが始められており、ますます超高速CCDカメラシステムの役割が重要になってきている。

参考文献

- [1] 舟越 他：SPring-8年報**2001**年度(2002) 52.

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