

BL04B1 高温高圧

1. 概要

BL04B1は、大型高圧プレス装置(実験ハッチ1：SPEED-1500、実験ハッチ2：SPEED-Mk. II)を用いて高温・高圧環境下の物質の構造や振舞いを研究するビームラインである。実験は偏向電磁石からの高エネルギー白色X線(10～150keV)を用いたエネルギー分散X線回折、CCDカメラによるラジオグラフィ測定に加え、昨年度より弾性波速度測定システムが整備され、地球内部のマントル物質をターゲットにした実験が本格的に始まった。また、BL04B1では新たな高温高圧実験に対応すべく、単色X線を使った実験手法の開発に取り組んでおり、本年度から小型二結晶分光器の設置、および立ち上げを開始した。

2. マントル鉱物の弾性波速度測定

高温高圧下におけるマントル物質の弾性波速度は、地震波速度データと直接比較することが可能であり、地球内部の構成物質やダイナミクスを考える上で非常に重要なパラメーターである。BL04B1では、2004年度より愛媛大学の入船グループと共同で超音波法による弾性波速度測定システムの開発を行い、海外を含むさまざまなグループによって実験が行われている。

弾性波速度は、試料の長さを、超音波が試料を伝搬する時間(トラベルタイム)で除算することによって得られるが、高圧発生に使用できる試料の大きさは～数mm程度に制限され、超音波エコーの測定のためには、高周波数のSin波のバースト波形を発生させる必要がある。本システムでは60MHzまでのSinバースト波形を発生できる任意波形発生機AWG2021(Tektronix製)を導入し(愛媛大所有)、信号線として二重シールド線(RG-217U:Fujikura製)を用いて、ノイズを大幅に低減している。また、波形を観察するデジタルオシロスコープには複数の波形をスタックさせることによって、大幅なS/Nの向上が可能なデジタルオシロスコープDPO7104(Tektronix製)を導入し、最小試料長さ～0.8mmまでの小型試料のトラベルタイムを測定することが可能になった(図1)。

また、試料長は高分解能CCDカメラ(C9300-124:浜松ホトニクス製)を使ったラジオグラフィ測定によって2 μ m/pixの高解像度画像を得ることが可能となり、独自に開発した試料長測定プログラムとの併用により、数ミクロン以内の誤差で試料長を正確に決定することができる。さらに、超音波信号の品質を向上するため、従来の高温加熱用の交流電源装置ではなく、大容量直流電源装置を導入した。この直流電源は、高砂製作所製の直流電源

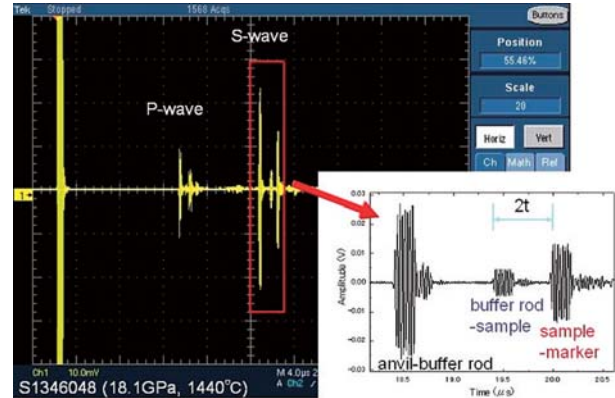


図1 高温高圧条件下での超音波エコーの様子

EX1500L2を三台並列接続することで最大出力4.5kWの電力供給ができ、16bitのD/Aアダプタ(高砂製作所製:AP-1628T2)と組み合わせて、PCによる高精度の電力コントロールが可能である。この直流電源装置を導入することで、超音波測定系に及ぼす自己誘導の影響が大幅に低減され、加熱用のヒーターに数百Aの電流を投入して接地点を共有した状態においても、数mVレベルの超音波信号を検出することが可能になった。

本実験システムを用いて、地球内部のマントル遷移層(深さ410～660km)条件下での弾性波速度が測定され、この付近の特異な地震波速度構造の原因が明らかになった(図2)。この成果はNature誌(Irifu et al.: Nature 451 (2008) 814-817)をはじめとする学術論文に発表され、今後も更なる進展が期待される。

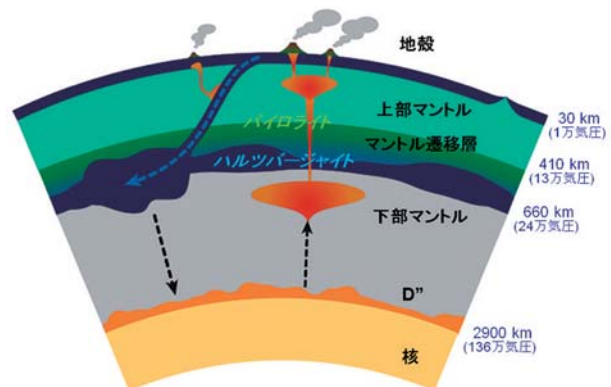


図2 マントルの構造とプレート運動

3. 単色X線分光装置の導入

BL04B1では、これまで高エネルギー白色X線を使ったエネルギー分散X線回折やラジオグラフィにより、地球

内部、特にマントル物質の相境界、状態方程式の決定や、マグマの粘性測定、構造解析などが行われている。しかし一方で研究内容が多様化・高度化しており、レオロジー、カインेटクスなどの動的挙動や、ミクロンオーダーの微量変化を追跡可能な新しい実験手法の導入が望まれている。このような実験に対応するため、BL04B1では小型二結晶分光器を設置し、単色X線を用いた二次元X線回折や高分解能ラジオグラフィ測定などの導入を計画している。本年度は、小型二結晶分光器の製作・設置を行い、立ち上げ実験を開始した。小型二結晶分光器は、He置換用チャンバー(600(L)×700(W)×1100(H)mm)、第一結晶用、および第二結晶用調整ステージによって構成され、調整ステージは上下軸(Z1, Z2)、あおり軸($\chi 1$, $\chi 2$)、回転軸($\theta 1$, $\theta 2$)のほか、X線方向(X2)に移動できる。分光結晶には単結晶Si(111)を使用し、30~60keVまでのエネルギーの単色化が可能である。白色X線は第一結晶と第二結晶によって単色化され、8mm上方の窓よりスリットを通して取り出される。図3にSi(111)によって分光された30keVでのロックングカーブを示す。X線強度はイオンチャンバーによって常時モニターされ、実験は強度が最大となるように結晶回転軸($\theta 2$)を微調整しながら行われる。また、検出器にはイメージングプレートにSPEED-1500の縦振りゴニオメーター部に設置した。従来の白色X線用の横振りゴニオメーターと独立して制御することが可能なため、試料位置を上下方向に(8mm)移動させるだけで、白色X線と単色X線を切り替えながら測定することができる。

これまで30~50keVまでの定位置出射が可能となり、立ち上げ実験としてKClのX線回折測定を行った。できるだけ広い範囲のデバイリングを観察するため、SPEED-1500

の受光側一段アンビルに $2\theta=10^\circ$ のテーパ溝を開け、さらに高圧セルを囲む受光側アンビル(2個)にはX線を透過するCBNを用いた。この構成により、露光が20分程度で明瞭なデバイリングが得られ、2.6GPa付近でB1-B2相転移が観察された。また、高圧セル内に Al_2O_3 ピストンを配置して上下方向に応力をかけると、加圧とともにデバイリングが歪んでいく様子が観測され、歪み量から試料にかかる差応力を決定することも可能である。

利用研究促進部門

構造物性Iグループ 極限構造チーム

肥後 祐司、舟越 賢一

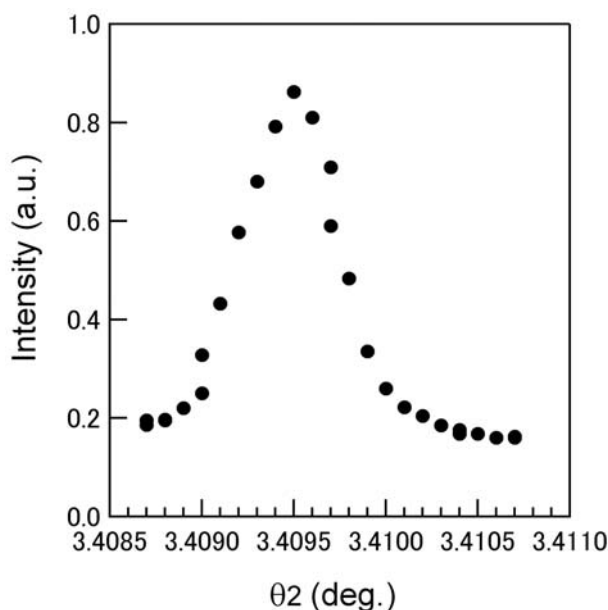


図3 Si(111)で分光されたエネルギー30keVにおけるX線強度のロックングカーブ