

BL04B1 高温高圧

1. 概要

本年度BL04B1では、1. 大型X線CCDカメラの導入と、
2. 高強度弾性波測定システムの開発を行った。

近年、大容量高圧発生装置を利用した差応力、カイネテイクス測定への要望が高まっており、BL04B1では単色X線とイメージングプレートによる2次元回折測定システムの構築に取り組んできた（2007年度年報）。本年度はさらに高感度かつ高速度の時分割測定を行うための大型X線CCDカメラを導入した。

また弾性波速度測定については、現在約18GPaまでの高圧測定を行うことができるが、より高い圧力条件での測定が望まれている。このような要望に応えるため、現在よりも6倍以上の強度の超音波を試料に照射できるシステムの開発を行った。

2. 大型X線CCDカメラの導入

2007年度に導入された単色X線装置はその後の調整が順調に進み、2008年度よりイメージングプレートを用いた2次元X線回折測定を開始した。しかしながら、2次元検出器にイメージングプレートを使用した実験法では、露光および露光したイメージの読み取りに数十分程度の時間を要し、またイメージングプレートの交換時にはデータが取得できない欠点がある。そのため、高温高圧条件下で起こる非常に速い相転移や粒成長などの変化には十分に対応できず、イメージングプレートを用いた実験法は動的な変化を捉える実験には不向きであった。そこで2次元X線回折データのハイスループット化として、大型X線CCDカメラ（Rayonix社製 SX 200）を導入し（図1）、短い露光時間での回折データとタイムラグの無い連続的な時分割データの取得を試みた。

本システムはCCDセンサーを約 -70°C に冷却するための冷却装置（コントロールユニット）と検出器で構成されている。X線CCDカメラの検出面は200mm ϕ で、これまでのイメージングプレート（富士フィルム社製BAS-MS2025：200mm \times 250mm）と同程度の範囲をカバーできる。蛍光体には $\text{Gd}_2\text{O}_2\text{S}:\text{Tb}$ を使用し、感度を上げるために蛍光体の厚みを約100 μm に増して（既製品は $\sim 40\mu\text{m}$ ）、従来品よりも高い感度を得られるように改造を施してある。CCDの画素数は4096 \times 4096（ $\sim 50\mu\text{m}/\text{pix}$ ）、ダイナミックレンジは16bitであり、イメージングプレート読み取り機（富士フィルム社製：BAS-2500）と同程度の分解能と階調をもつ。

これまで、動作確認試験、および CeO_2 を標準試料とし

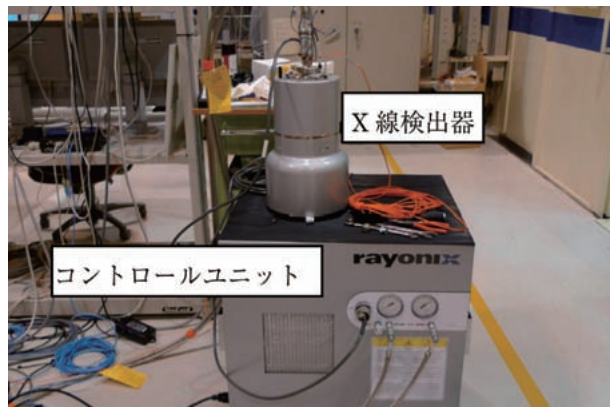


図1 大型X線CCDカメラ（検出器とコントロールユニット）

たX線回折パターンの収集を行った。図2は得られた CeO_2 のX線回折データである。露光時間が10secであるにもかかわらず、イメージングプレート（20min露光）と遜色無い回折パターンを収集することができた。これにより、高温高圧条件下においても大幅に測定時間は短縮され、高速度の時分割測定が可能になる。現在、専用架台の設置や制御ソフトウェアの製作に取り掛かっており、来年度に本格利用を目指している。



図2 大型X線CCDカメラによる回折パターン（ CeO_2 ）

3. 高強度弾性波測定システムの開発

より高い圧力を発生させるためには、非常に小さな実験セルが用いられるが、こうした小型実験セル中の微小試料から反射する超音波エコーは非常に弱く、現システムでは

直径1mm以下の試料は測定不可能であった。

そこで大強度の超音波を試料に照射するため、入出力信号の分離回路とポストアンプを備えた本システムの開発を行った(図3)。



図3 高感度超音波測定システム(入出力信号切替装置)

これまでは任意波形発生器、超音波信号を測定するデジタルオシロスコープと超音波振動子は同軸ケーブルを介して直接接続されていた。このシステムでは、デジタルオシロスコープの入力限界電圧(5Vpp)以上の高周波信号を超音波振動子に印加することができず、超音波強度を増幅する上での障害となっていた。本システムは、信号入力時に任意波形発生器とデジタルオシロスコープの回路を高速リレー回路によって瞬時に切り離し、入力信号がデジタルオシロスコープに入力されることを防いでいる。これにより、ポストアンプ(サムウェイ T142-4029A)を使用して30Vppまで高周波信号を増幅させることが可能になった。本システムを用いて、強力な超音波を発生させた結果、アンビル表面での超音波エコー強度が10倍程度大きくなることを確認した(図4)。

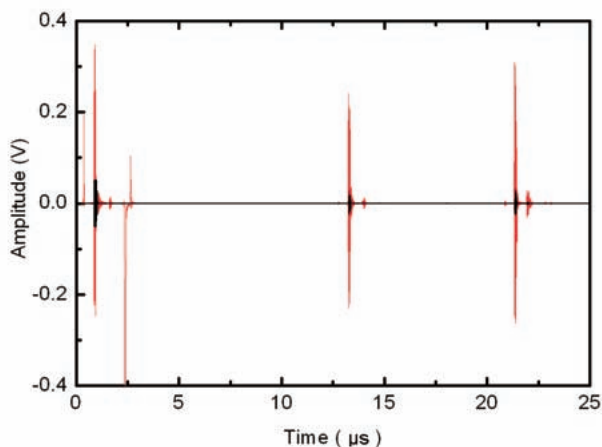


図4 超音波エコー強度の比較(黒線:新システムの導入前、赤線:新システムの導入後)

本システムの導入により、直径1mm以下の小型試料の測定が可能となり、より超高压力下の微小な試料からの超音波を検出することが可能になった。また、超音波の減衰が著しくこれまで測定が困難であった液体試料への応用も期待される。

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