

BL10XU 高圧構造物性

1. 概要

BL10XU高圧構造物性ステーションでは放射光X線回折による高圧力下での結晶構造解析を手法とする共同利用研究が行われている。近年、100GPa以上の超高压・低温条件下で発現する複雑な構造相転移やそれら結晶構造と振動状態・電子物性発現に関する研究や、地球内部の高圧・高温条件下でのマントル・コア物質の構造状態・密度に対する音速・電気伝導のその場精密測定等、X線構造解析単独では実験的に完結できず、詳細な物性測定との対比が必要とされるような研究手段・形態の広がりが見られている。このような要求に対するBL10XUでの高度化として、高圧を基本軸とした多重極限環境での複合同時測定実験装置の開発が推進されて来た。2005～2007年度にかけては、レーザー加熱DAC用X線回折・ブリルアン散乱同時測定装置が開発され、地球下部マントル条件での密度・音速同時測定が実現した。さらに2006～2008年度では主に低温条件をターゲットとしてX線回折とラマン散乱の同時測定装置の開発が続けられており、低温・高圧下での結晶構造と振動状態や電子物性、相平衡のような精密構造物性研究の実現が期待されている。

2. 高圧低温X線回折・ラマン散乱同時測定実験装置の開発：2008年度実験ステーション高度化

本装置は、試料に対して低温高圧条件を印加し、ラマン散乱とX線回折の同時測定、即ち分子振動状態と結晶構造の同時観察を行うための実験システムである。既に2006年度には精密X線回折用IP検出器R-AXISとその搭載ステージ、2007年度には、低振動・横倒し型DAC-X線回折用4Kクライオスタットと同クライオスタット搭載用横型ゴニオメータの導入が行われている。2008年度は外部資金（科研費基盤研究S課題、代表者：阪大極限センター清水克哉教授）を導入して“カーボンミラー式長焦点型光学ユニット”の開発を行い、全システムが完成した。本システムは、図1に示すような、可視光は反射してX線に対してはほぼ透明なグラッシーカーボン製のミラーと、長焦点光学レンズを備えたラマン光学系を有するもので、ラマン光学軸とX線光軸を同一にすることが実現されている。このような同時観測装置の完成によって、圧力-温度条件に関する環境制御実験の精密化と物性発現機構の精密な解釈、或いはハイスループットの共同利用を実現させることが可能となった。



図1 BL10XUに完成した高圧低温X線回折・ラマン散乱同時測定実験装置 (a) とそのラマン散乱光学系部分拡大写真 (b)

3. 高压低温X線回折・ラマン散乱同時測定実験に関する
主な研究成果

・固体水素Ⅲ相の結晶構造相転移機構の解明

兵庫県立大の川村らは、固体水素のⅡ-Ⅲ相の相転移に着目した低温・高压X線回折・ラマン散乱同時測定実験を行った結果、図2に示すような160GPa・100Kでの相転移前後のラマン散乱の急激な変化にも関わらず結晶構造変化が微弱であるという現象を発見した^[1]。これはⅡ-Ⅲ相の相転移における固体水素結晶の空間対象性の不変性と水素分子振動の配向秩序完成に関する新たな知見であり、また、BL10XUの同時測定実験装置の有効性が発揮された実験である。

・高压低温下でのリチウムの結晶相状態と電気伝導度その場観測

常温常压下で単純アルカリ金属であるリチウム(Li)に対して、阪大の松岡らは低温高压条件下でのX線回折実験と電気抵抗の同時測定実験を行い、図3に示すような逐次結晶構造相転移と金属状態の関係を明らかにした。特に低压での金属状態からV-VI相転移に伴い、新たな半導体状態が発現することを発見して^[2,3] 大きな注目を集めた。

- [1] 川村春樹ら：高圧力の科学と技術 **18-1** (2008) 73-78.
- [2] T. Matsuoka et al.: Journal of Physics, **121** (2008) 052003.
- [3] T. Matsuoka et al.: Nature **458** (2009) 186-189.

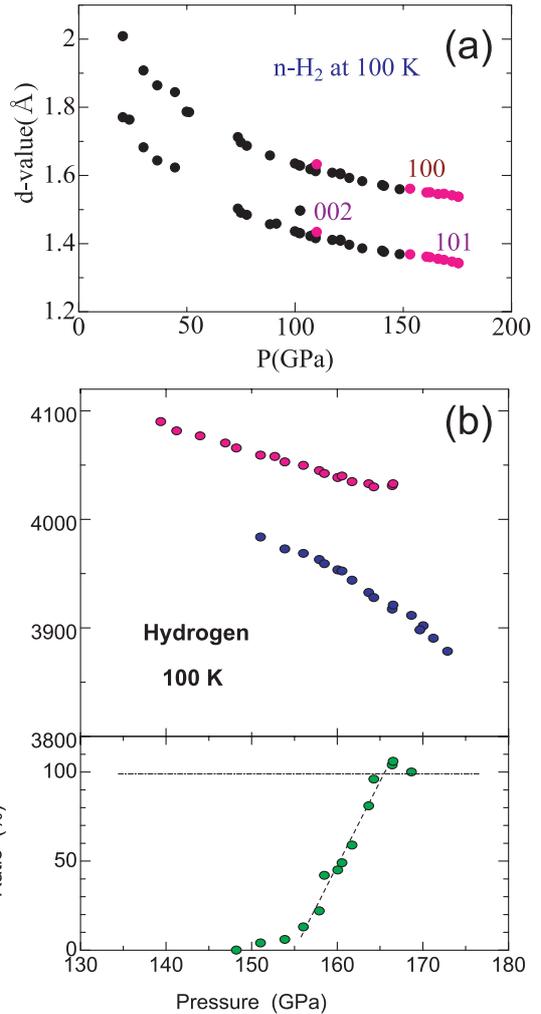


図2 低温・高压条件下での固体水素の格子定数とラマン散乱(vibronピーク)の圧力変化

利用研究促進部門
構造物性Ⅰグループ 極限構造チーム
大石 泰生、平尾 直久

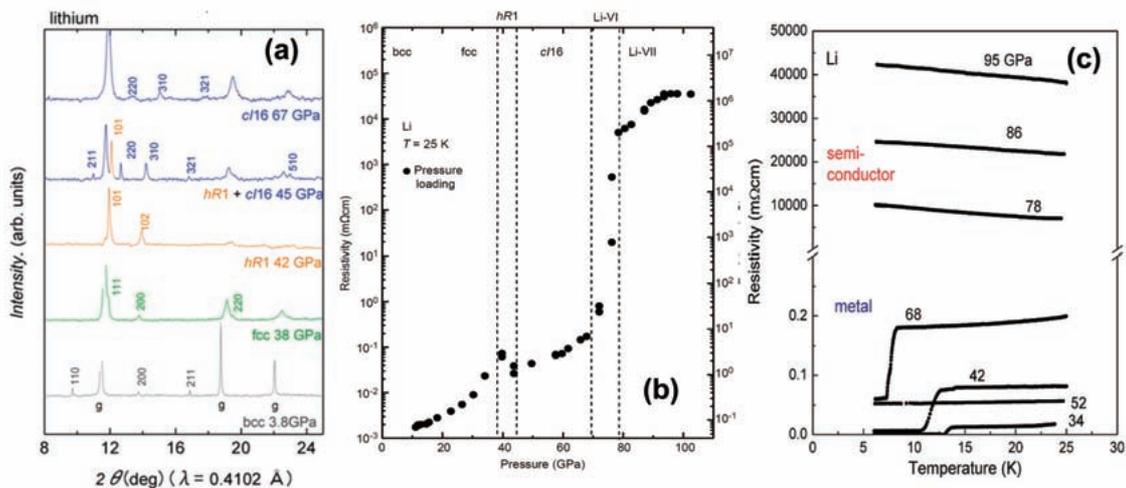


図3 各圧力におけるリチウムのX線回折像、電気抵抗の圧力変化、各圧力における電気抵抗の温度変化。実験中の印加圧力はラマン散乱同時測定装置によって決定された。