

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、高輝度で強度が大きく高分解能な放射光X線と高圧発生装置ダイヤモンドアンビルセル (DAC) を利用したX線回折法による高圧力下での精密結晶構造解析が行われている。主に高圧構造物性科学・材料学分野 (マテリアルサイエンス) と地球・惑星科学分野における共同利用研究が実施されており、単体元素から新奇化合物に対して高圧・低温条件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・電子物性相関研究、地球深部に相当する高圧・高温条件でのマントル・核物質の構造状態・相関係・密度変化に関する研究が盛んに行われている。

BL10XUでは、X線挿入光源、X線分光器やX線集光光学系の高度化によって、高エネルギーX線領域 (14~60 keV) における高強度なマイクロビーム利用を目指し、微小試料 (5~数十 μm) を必要とする高圧X線回折測定技術の向上を行ってきた。また、最近の数百GPaに至る超高圧発生やHe媒体を使用した静水圧性の向上、印加圧力の遠隔操作等の高圧力発生技術の進歩に加えて、高圧力下で低温・高温状態を発生させる多重極限環境制御技術やX線回折とラマン散乱・電気抵抗測定等を組み合わせたオンライン複合測定といった実験装置・技術に関する高度化により、新しい研究対象の拡大と成果創出を促進している。2009年度に関しては、レーザー加熱装置の改造によって、地球中心に

相当する極限的超高圧・超高温条件の実現が可能となり、世界的に先駆的な地球核の物質研究を開始することとなった。また、新規低温・高圧X線回折・ラマン散乱同時測定装置に対するX線集光光学系が完備されたことにより、様々な物性発現が期待される低温・高圧状態における物質の結晶構造と振動状態や電子物性、相平衡の精密研究等の進展が期待される。

2. DACレーザー加熱装置の高度化と地球中心環境条件を実現したその場X線回折実験

地球・惑星科学分野の研究において、地球中心部に相当する超高圧・高温環境条件でのその場X線回折実験の実現は最も重要な課題であると同時に第三世代放射光施設での目標の一つであった。BL10XUでは最近2カ年を要して、DACレーザー加熱システムの加熱光源を2台の100 W型ファイバーレーザーに変更し、それに応じたレンズ光学系の改造を実施した (図1)。ファイバーレーザーの使用によって、以前のYLFレーザーに比べてその光源サイズ等の特長から、集光性とそれに伴う加熱効率が向上し、加熱試料の最高温度がこれまでの4000 Kから6000 K以上に拡大した。また、レーザーの時間的安定性が格段に改善されたため、長時間の高温保持が可能となった。本加熱システムを用いた結果、純鉄の試料に関して356 GPa/5700 Kという地球中心環境条件を実現し、その条件での結晶構造安定

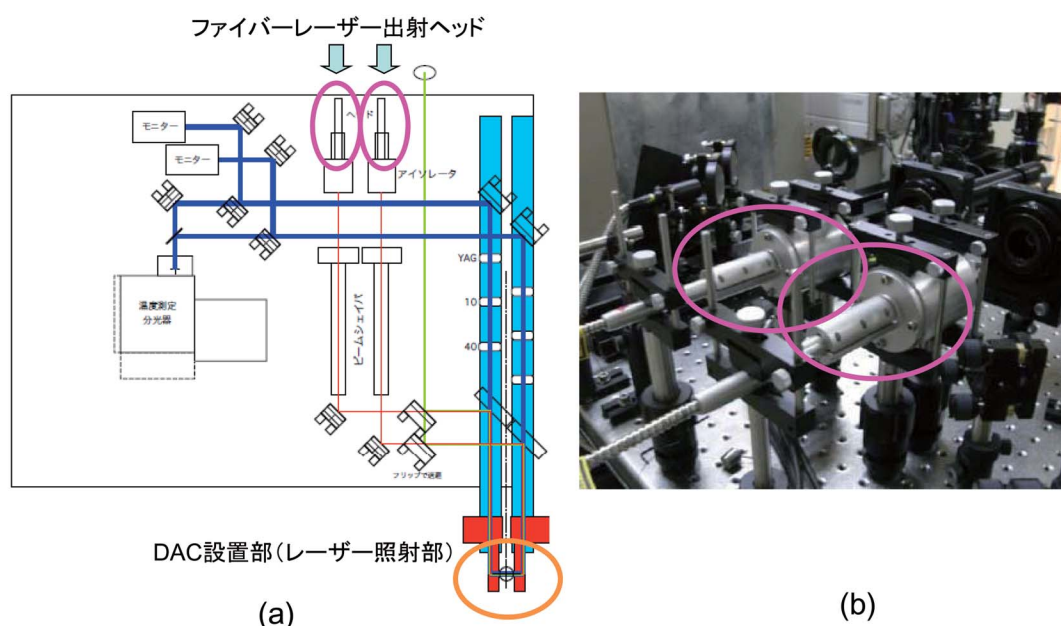


図1 二対型ファイバーレーザー式加熱光学系の光学配置概念図 (a)、及びレーザー導入部の写真 (b)

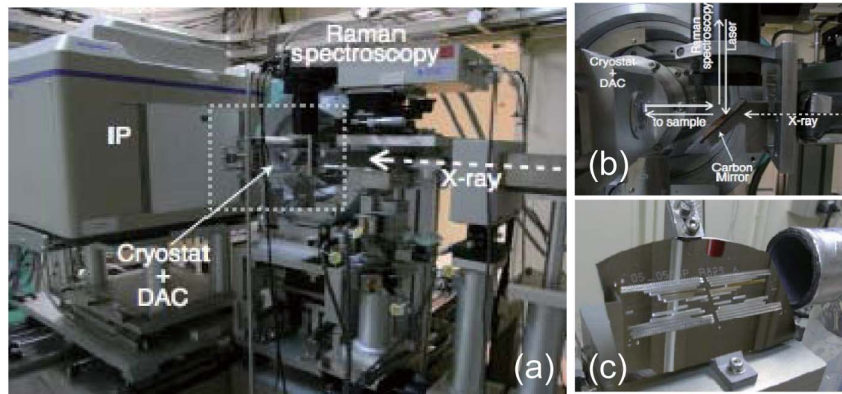


図2 低温・高圧X線回折・ラマン散乱同時測定実験装置全景 (a) とDAC部分拡大 (b)、及び新しく導入されたX線集光用複合型X線屈折レンズ (c)

性について検証することが出来た。なお、加熱領域とX線集光サイズが同程度であり、温度勾配の存在が無視できないことがわかってきている。レーザー加熱部の進展に引き続き、今後X線集光光学系の高度化が必要と考えられる。

本システムの運用により、鉄ニッケル合金を主要構成物質とする地球中心核について、液体の外核と固体の内核に関する構造・物性・化学組成などの物質科学的解明等、世界に先駆けた大きな研究展開が期待される。また、このような極端条件を利用した新奇物質合成等への発展の可能性も考えられる。本高度化と研究成果は、JASRIとパワーユーザーである東工大廣瀬研究室及び海洋研 (IFREE/JAMSTEC) との間での共同研究によって実施された。

3. 高圧低温X線回折・ラマン散乱同時測定実験装置でのX線集光と供用開始

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-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り、電気伝導測定の物性同時測定も念頭に開発を続けてきた。本装置は、1) 精密X線回折用IP検出器R-AXISとその搭載ステージ、2) 低振動・横倒し型DAC-X線回折用4Kクライオスタット、3) 同クライオスタット搭載用横型ゴニオメータ、及び4) カーボンミラー式長焦点型光学ユニットによる常時ラマン散乱測定及び圧力モニターシステムの装置群で構成されている。2009年度には、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) の支援によって、X線屈折レンズ (独ANKA社製SU-8プラスチック素材を使った積層型X線屈折レンズ) を装備した集光光学系を導入し、X線回折シグナルの増大を可能とするシステムに高度化した。本レンズの導入によって、X線ビーム径は約10 μm 程度に集光され、微小サイズの試料が要求される100 GPaを超える高圧X線回折実験への適応が可能となった。

本同時測定システムの完成によって、試料が置かれてい

る温度-圧力条件での結晶構造と振動状態の同一時間における観察が可能となり、極限環境制御条件下の物性発現機構の精密な解釈が格段に向上できる。さらに複数回要していた実験を単一の実験機会で完結でき、限られたビームタイム内で多数の測定点を取得する上でも、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。

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