

# BL04B1 高温高压

## 1. 概要

BL04B1は、高エネルギー白色X線を使ったX線回折測定やX線ラジオグラフィー測定により、高温高压下の物質変化や地球内部構造を研究する実験ステーションである。BL04B1に設置されている2台の1500トン大型高压発生装置(SPEED-1500、SPEED-Mk. II)は、どちらも6個のアンビルを使って立方体試料空間を等方的に圧縮する機能を備えたDIA型装置であるが、2010年度には新たに上下のアンビルを独立に駆動させて偏差応力場を作り出すD-DIA型変形装置をSPEED-Mk. IIに導入し、応力・歪み測定や、温度変化による応力緩和測定を実現した(2010年度年報)。2011年度では、水平ゴニオステージ上に単色X線回折測定用の大型X線CCD検出器(200mm口径)を設置し、応力変化に伴うデバイリングの歪み量を時分割で測定を行うシステムを整備した。高温・高压下にある地球マントルは数千度に達する高温状態となるため、鉱物の結晶生成や応力変化は非常に速く進行する。このような数秒もしくは数分単位のX線回折パターンの変化を連続的に追跡するため、入射スリットの改造やメカニカルシャッターを設置し、高速の時分割測定が可能になった。

## 2. 大型X線CCD検出器の設置

今回、新しく設置された単色X線回折測定用の大型X線CCD検出器の様子を図1に示す。SPEED-Mk. II後方の水平ゴニオステージ上に4本の柱による大型X線CCD検出器用架台を設置し、前方の梁に取り付けたY軸ステージ及びX軸ステージと水平ゴニオステージのZ軸によって既存の白色X線回折実験用のSSD及びコリメーターステ



図1 SPEED-Mk. II用水平ゴニオステージ上に設置された大型X線CCD検出器の様子

ージとの干渉を避けて、大型X線CCD検出器を光軸位置に移動できるようにした。単色X線実験を行う場合は、大型X線CCD検出器は500mmまで試料に接近させることが可能であり、回折角( $2\theta$ )=11°までデバイリングを観察することができる。さらに大型X線CCD検出器前面にはIP用カセットが取り付けられ、同じ実験条件でIPの使用も可能である。一方、CCDカメラ用Z軸ステージには、X線ラジオグラフィー用のCCDカメラを設置し、X線ラジオグラフィー像と回折線を組み合わせた応力と歪み量の測定を行う。これらのステージ軸は神津精機製モーターコントローラー(SC-410)によって制御され、実験中にX線回折像測定とX線ラジオグラフィー像観察をリモートコントロールで切り替えることができる。

図2は、50 keVの単色X線によるCeO<sub>2</sub>粉末のX線回折像を大型X線CCD検出器とIP(BAS-MS2025: GEヘルスケア)で等時間の測定を行って、比較したものである。大型X線CCD検出器は、ピーク強度においてIPの約60%ほどであるが、分解能や測定エリア面積においてはIPと

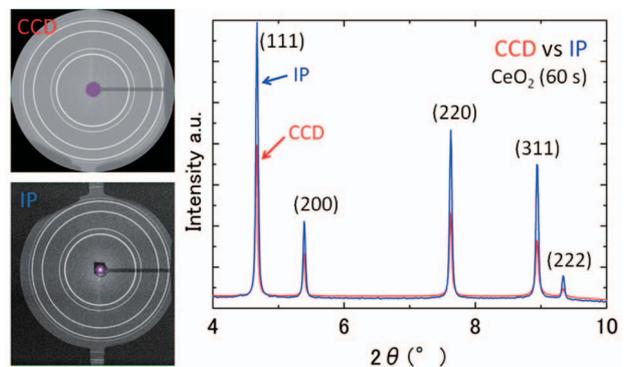


図2 大型X線CCD検出器及びIPでのX線回折パターンの比較

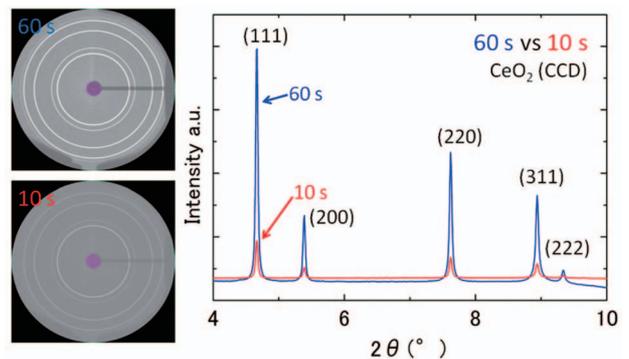


図3 大型X線CCD検出器によるX線回折パターンの露光時間による強度変化

同等である。また、図3は大型X線CCD検出器を用いたときの露光時間（10 s、60 s）による回折線強度変化を示したものであるが、10 s程度の露光時間においてもX線感度の線形性が保たれており、すべてのピークを明瞭に観察することができた。大型X線CCD検出器とD-DIA型変形装置を併用することで、IPでは困難な数秒間隔での時分割測定が可能である。

### 3. SPEED-Mk. II 用入射スリットの改造

BL04B1では、光学ハッチ2に設置した縦振り二結晶モノクロメーターによって白色X線の分光を行うが、単色X線は白色X線の約9 mm上方に光軸が移動するため、光学ハッチ3に設置されているSPEED-Mk. IIを光軸の移動に対応させる必要がある。しかし、SPEED-Mk. II側の入射スリットには上下移動（Z軸）機構を備えてなかったため、これまで単色X線実験では入射スリットを使用しない幅広いビームによる実験しか行えなかった。今回新たに入射スリット架台にZ移動軸及びφ Y移動軸ステージを設置し、高さの異なる白色X線と単色X線との切り替えを可能にした。設定によって入射ビームを50 μm幅まで絞ることが可能となり、さらにSPEED-Mk. IIのZ軸と同期させることによって、同じ試料に対して白色X線と単色X線の両方を使った実験も可能になった。

### 4. メカニカルシャッターの設置

大型X線CCD検出器は、CCD素子の初期化時と露光後のデータ読み出しと保存の際、照射されるX線を一定時間遮断する必要がある。今回、連続した時分割測定を実現するために、メカニカルシャッターを導入して自動開閉制御が可能なシステムを設置した（図4）。このシステムでは、大型X線CCD検出器から発信されるステータス出力用のTTL信号をコントロールユニットに入力し、検出器の状態と連動してシャッターを自動開閉することで一定時間間隔の測定とデータ保存を繰り返し行うことが可能である。

本システムの導入によって、2011年度から、数秒間隔の時分割測定による応力変化や結晶成長速度測定の実験が開始されている。

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

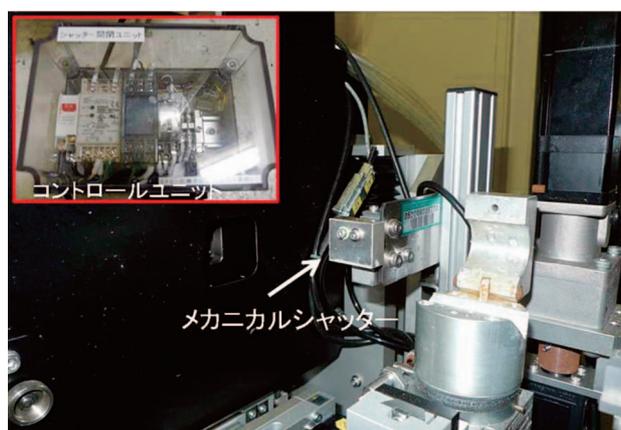


図4 時分割測定用メカニカルシャッター