

放射光を熱源とする高圧熱測定法の試み

An assesment of high pressure thermal measurement using synchrotron radiation

神崎 正美[1]

Masami Kanzaki[1]

[1] 岡大・固地研セ

[1] ISEI, Okayama Univ.

シンクロトロンから放射されるX線は非常に強力であり、試料などがそれを吸収することによる加熱は放射光実験でしばしば経験するところである。マルチアンビル装置を使った放射光実験においても、高圧下の試料にX線を当てるとその部分は当然加熱されている。しかし放射光による高圧下試料の温度変化については報告がないし、著者もこれまで観察した経験がなかった。これは通常行われている高圧実験では、X線を効率よく吸収するものが試料中又は試料付近にはないこと、特に回折実験ではX線を絞っているために試料の温度上昇が非常に小さいことによるのであろう。著者は2001年合同大会で報告した高圧X線ラジオグラフィ法による変形実験において、放射光の照射により試料温度が1000Cにおいて数度上昇することを観察した。この経験から放射光を熱源とした熱測定実験等が可能ではないかと考えた。今回は予備的な実験として高圧下の金属試料に放射光を照射して、その温度変化を調べてみたので、その結果を報告する。

実験はSPring-8のBL04B1ビームライン(白色)で、高圧実験にはSPEED 1500マルチアンビル高圧装置を使用した。18M MgOとグラファイトヒーターの標準的な高圧セルを使用した。この構成では放射光は試料に当たるまでにパイロフィライトガスケット、Cr含有MgO圧媒体、グラファイトヒーター、試料スリーブのMgOにより吸収される。実験は2種行われ、それぞれ試料は直径0.2mmの白金線と直径2mm長さ2mmの鉄円柱であった。熱電対は0.2mm径R型で、白金線試料の場合は直接熱電対ジャンクションと溶接し、鉄の場合は円柱上面に接触させて測定した。測定は自作シャッタを使って入射ビームの照射を制御し、その時の熱電対出力をデジタルマルチメーターで読みパソコンに取り込んだ。

結果はどちらの試料でもほぼ同じであったので、鉄試料の結果を以下に示す。鉄試料を約1GPaまで加圧し、室温で温度変化を調べた。スリットの高さを1mmに設定し、試料中心部に照射したところ、約5マイクロボルトの熱起電力変化がシャッタの閉後に観察された。これは約0.5Cの温度変化に対応する。スリット高さは250ミクロンでも観察されたが、これより小さいと測定ノイズに埋もれてしまった。高温で同様の測定をするために、約3GPaで1000Cまで加熱して、測定を行った。しかし熱起電力変化は加熱による熱的なノイズよりも小さいために、シグナルを観察することができなかった。

今回の結果では放射光の照射による温度変化は十分観察可能であったが、高温下での測定は困難であった。これを克服するには、より高い熱起電力の熱電対を使う、ガスケットと圧媒体での吸収を下げる及び温度測定系の改善などが必要である。最初に書いたように変形実験ではより高い温度変化が高温下で観察されていた。この実験ではforsterite試料周りに白金箔が置かれていた。白金箔が面積的により多くの放射光を吸収したため、より高い温度変化が観察されたと考えられる。一方鉄の場合は照射面積的にはほぼ同じであるが、吸収係数がより小さいこと及び試料自体の体積が大きいことによる熱容量の効果により、温度変化が小さくなったと考えられる。したがって吸収係数と熱容量を考慮した最適な形状を考慮することにより、より高い温度変化が観察されると期待される。これらが実現すればこの方法を例えば熱伝導率測定に応用できると考えられる。入射X線はXYスリットにより形状を変えることができるため、熱源の大きさを任意に変えることができる。またプレス位置を変えることにより熱電対と熱源の相対位置を移動させることができる。さらに試料構成が簡単になること及び熱源と熱電対の位置がラジオグラフィ法で高温高圧その場で正確に決定出来る。これらが従来の第2ヒーターをセルに組み込むタイプの熱伝導率測定法に対しての利点であろう。一方X線吸収係数の高いものや形状が限定されてしまう欠点がある。また熱の発生は吸収によるため、照射されている層で温度変化が一様でない点も指摘しておく。

実験において協力を得た川本竜彦氏と小野重明氏に感謝します。