

# 高圧X線トポグラフィ実験の試み

## A trial of high pressure X-ray topography

# 神崎 正美[1]

# Masami Kanzaki[1]

[1] 岡大・固地研セ

[1] ISEI, Okayama Univ.

<http://www.misasa.okayama-u.ac.jp/~masami/>

高圧マントル鉱物の実験的なレオロジー研究は、技術的な難しさがあり、あまり進んでいない。特に高温高圧下での変形その場観察に関しては、測定手段がないのが実情である。変形に伴うミクロな欠陥について、これまでの研究では急冷試料を主に透過電子顕微鏡で観察していた。しかし転位等のダイナミクスを観察するためには、また電子ビームで非晶質化する試料や急冷不可能な高圧試料を観察するためには、その場測定法が必要となる。そこで著者はその試みの1つとして、X線トポグラフィ法を高圧下の試料に適用することを考えた。それが今回の研究である。X線トポグラフィ法は単結晶の欠陥等を調べるために古くから利用されている。そして常圧高温下や数百気圧程度の圧力下での実験が既に行われている。しかし固体圧縮装置を必要とするような圧力領域ではほとんど報告がない。今回の実験では放射光とマルチアンビル高圧装置を使って、石英単結晶のトポグラフィ像観察を試みた。まだ技術的な部分での課題が多いが、予察的な高圧実験を行ったので以下に報告する。

実験はSPring-8のBL04B1で行った。放射光は白色である。高圧発生にはSPEED1500(DIA型高圧装置)を川井型2段アンビル方式で使った。2段目のWCアンビルはトランケーション11mmであり、圧力媒体は一辺18mmのMgO八面体を使った。ガスケットはパイロフィライトであるが、光路に沿った部分はX線の吸収を抑えるために、グラフィイトで置き換えた。試料は天然水晶単結晶を板状または円柱状に加工して使った。c軸が放射光に対して垂直であり、圧力媒体中で上下方向に向くように設置した。トポグラフィ像の観察は自作X線CCDカメラで行った。カメラの設置場所はいろいろ試行錯誤したが、最終的には回折実験用の水平ゴニオメータ上に置くようにした。ここに置くとハッチ外から制御できて便利であるが、一方試料-カメラ間距離が長くなる(約650mm)。

最初は試料を常圧常圧で観察した。マルチアンビル高圧装置を使ったトポグラフィ法の最大の問題は、アンビル等によりX線が遮蔽されるため、ラウエスポットがプレス外部に透過できる部分がダイレクトビームを中心とした数度程度の領域に限られることである。また試料の自由な回転もできない(SPEED1500の水平回転は可能であるがハッチ外からは制御できない)。そのため基本的にはX線カメラを移動させて像を見つける必要があった。しかし試料-カメラ距離が長いこともあり、カメラの画角が小さいため像の探索には時間がかかった。そのため後の実験では4x5インチのポラロイドフィルムを使ってスポットの大まかな位置を把握しておき、そこからカメラ移動位置を決めた。高圧実験で薄板を扱うことは難しい点が多いため、形状に制約のないセクショントポグラフィ法を採用した。この方法の場合には水平スリットで絞ったビームを試料に照射し、ビームが通過したセクション部分のトポグラフィ像を得る。試料を水平方向に移動させることにより、結晶全体のトポグラフィ像を得ることができる。しかし回折角がアンビルによる遮蔽のため大きくとれないため、像は今の場合水平方向に圧縮されて解像度が悪くなる。常圧の観察では、試料の不完全性による模様が見えた。

高圧下の実験では円柱状の石英単結晶(直径4mm、高さ4mm)をMgO圧媒体に入れてゆっくり常温で加圧した。円柱の周囲にはNaClを詰めしたが、上下には何も入れず直接MgO圧媒体と接触している。そのため上下から1軸応力がかかることを期待した。荷重がかかり始めると圧媒体とアンビルの隙間がなくなるためか、像が大きく移動した。その後は移動はほとんどなくなった。荷重が15トンくらいから像は徐々に水平方向に広がった。50tonではカメラでは確認するのが困難であったが、ポラロイドフィルムでは水平に長く伸びる像が見られた。これらの結果は、結晶が応力により脆性破壊して上下に割れ目が入り、方位が水平方向にずれたと思われる。回収した試料を観察すると割れ目が多数あり、上下方向に走る割れ目が卓越していた。これはトポグラフィによる観察と一致する。

本研究ではまだ予備的な段階ながら高圧下でトポグラフィ像をその場観察することが可能であることを示した。この方法はレオロジーだけでなく、相転移のその場観察などにも応用できる。しかしカメラの解像度、感度、画素数の改良など技術的な課題がまだ多く残されている。