

# ストロンチウム珪酸塩に存在する不凍結高压相のその場 X 線回折実験

## In-situ x-ray diffraction study of an unquenchable high pressure phase in strontium silicates

# 遊佐 斉[1]; 赤荻 正樹[2]; 佐多 永吉[3]; 梶谷 浩[4]; 加藤 義登[5]

# Hitoshi Yusa[1]; Masaki Akaogi[2]; Nagayoshi SATA[3]; Hiroshi Kojitani[4]; Yoshinori Kato[5]

[1] 物材機構物質研; [2] 学習院大・理; [3] I F R E E; [4] 学習院大・理・化学; [5] 学習院大・理・化学  
[1] NIMS; [2] Dept. of Chem., Gakushuin Univ.; [3] IFREE, JAMSTEC; [4] Dept. of Chemistry, Gakushuin Univ.; [5] Dept. Chem., Gakushuin Univ.

いわゆる高压鉱物には、一気圧に凍結できないものがいくつか知られている。その代表的なものは、CaSiO<sub>3</sub> 組成のペロブスカイト相である。この相は、圧力解放後にアモルファス相になるため、その存在の確認は、高压その場観察によってのみ可能である。この組成の鉱物が地球内部の主要構成鉱物の一つであることから考えると、この種の不凍結相の研究は、非常に重要である。元素ストロンチウムは、周期律表で Ca の下に位置し、SrSiO<sub>3</sub> 組成は一気圧で擬ウラストナイト構造をとり、CaSiO<sub>3</sub> の常圧相に類似する。また、最近のマルチアンビルを用いた回収実験で、約 20GPa 以上の圧力で高温実験をおこなった試料は減圧時にアモルファスになるとの報告がなされている(赤荻ら 2003)。そこで、本研究は、その高压相が凍結できない相であるという予測のもとに、高压下でその場 X 線回折実験をおこなった。

実験は、Nd:YAG レーザー加熱システムが組み込まれた SPring-8 のビームライン (BL-10XU) でおこない、対称型ダイヤモンドアンビルセルを用い両面レーザー加熱による高温高压実験によるその場観察 X 線回折実験を試みた。なお、入射 X 線のエネルギーは単色の 30keV、角度分散による回折 X 線はイメージングプレート、および X 線 CCD カメラにより検出した。出発試料は常圧相の SrSiO<sub>3</sub> 擬ウラストナイト相で、0.3wt% のプラチナ粉末をレーザー光吸収体として分散させたものである。その試料をレニウムもしくはステンレスガセット中に数粒のルビー圧力マーカーとともに封入、35~40GPa に加圧後、約 50 ミクロンのレーザービームにより加熱をおこなった。圧力媒体は特に使用していない。加熱中の温度測定は、輻射スペクトルによりおこない、その温度は 1300~1600 K を示した。加熱後、試料の加熱部位には屈折率の増加が観察され、圧力は、加熱前に比べて 25%ほど減少していた。加熱部位に 20 ミクロンのコリメータで切り出した X 線を照射し、回折線を収集した。比較のために、加熱前の回折パターンも収集したが、興味深いことに、プラチナ以外の回折線は観察されず、SrSiO<sub>3</sub> 相の圧力誘起アモルファス化をしめすハローのみが検出された。しかしながら、加熱後ハローは消失し、明瞭な回折線が出現した。圧力媒体を使用していないにもかかわらず、その半値幅はシャープであり、レーザー加熱により、試料内部の圧力状態が緩和、改善することを示しているものと思われる。結晶相の回折ピークは  $2\theta = 17^\circ$  までに主なもので 12 本出現した。その後、減圧しながら回折線の変化を観察したが、一気圧近傍で試料からの回折線はすべて消失した。この結果は、赤荻らによるマルチアンビルによる回収実験の結果と一致する。一方、25GPa で得られた高压相の構造を検討したところ、回折線のうち 9 本は、CaSiO<sub>3</sub> 立方晶ペロブスカイトの倍の単位格子を考慮することで一致をみたが、残りの回折ピークを説明するために、計算プログラム DICVOL により指数付けを試みたところ、 $a=6.2103(5)$ ,  $b=4.3889(3)$ ,  $c=4.1386(4)$  を格子定数とする斜方晶での指数付けが可能となった。その構造については、更なる解析が必要ではあるが、斜方晶ペロブスカイト構造がその候補として挙げられる。

謝辞：対称型 DAC および X 線 CCD についてご教示いただいた、JAMSTEC 小野重明博士、東工大 廣瀬敬博士に感謝致します。