

原子炉中性子施設 JRR-3 におけるパリ-エジンバラセルを用いた国内初の高圧下粉末回折実験

The first experiment for high-P powder diffraction using Paris-Edinburgh cells on JRR-3

小松 一生 [1]; 有馬 寛 [1]; # 鍵 裕之 [1]; 奥地 拓生 [2]; 佐々木 重雄 [3]; 内海 涉 [4]; 深澤 裕 [5]; 山内 宏樹 [6]; 神山 崇 [7]
Kazuki Komatsu[1]; Hiroshi Arima[1]; # Hiroyuki Kagi[1]; Takuo Okuchi[2]; Shigeo Sasaki[3]; wataru uthumi[4]; Hiroshi Fukazawa[5]; Hiroki Yamauchi[6]; Takashi Kamiyama[7]

[1] 東大院・理・地殻化学; [2] 岡山大・地球物質センター; [3] 岐阜大・工・機能材料; [4] 原研; [5] 原子力機構; [6] 原研・量子ビーム; [7] 高エネ機構・物構研& J-PARC センター

[1] Geochem. Lab., Grad. School Sci. Univ. Tokyo; [2] ISEI, Okayama Univ.; [3] Gifu Univ; [4] JAERI; [5] JAEA; [6] JAERI; [7] J-PARC center & IMSS, KEK

<http://www.eqchem.s.u-tokyo.ac.jp>

パリ エジンバラ (PE) セルを用いた中性子回折実験は国内でもわずかに例がある [1] が、これまで中性子強度の弱さから本格的な利用はされてこなかった。日本独自の中性子回折用高圧セルの開発と平行して、PE セルの本格利用を検討することは有意義であるとの視点から、我々は PE セルを原子炉中性子施設 JRR-3 内にある高分解能粉末回折装置 HRPD に導入し、高圧下中性子粉末回折実験を行った。これは原子炉中性子源を用いた高圧下粉末回折実験としては国内初の試みである。本報では、その結果を簡単に報告したい。

本実験では、限られたビームタイムで効率よく回折強度の評価が行えるよう、散乱長が大きく吸収の小さい Pb(Nilaco Co., 99.9999% 小片) を試料として用いた。HRPD は単色化された中性子ビームを用いる角度分散型粉末回折装置であるため、PE セルは中性子が加圧軸に対し垂直方向から入射するように配置した。このときアンビルからの散乱を防ぐため、中性子に対する吸収の大きい cBN アンビルを文献 [2] の図面に従って新たに製作した。この cBN アンビルを使用した場合、上下アンビルの間にある 6mm、h 0.5-1.5mm (圧力によって縮小) の試料からの回折線を測定することになる。ガスケットには弾性散乱の生じない Ti-Zr 合金を用いた。また PE セルにおいて一般的に使用されている WC アンビルを用いた回折実験も比較のために行った。

cBN アンビルを使用した場合、Pb の最強線である 111 回折線の強度は、常圧下で 250 カウント/時、30 トン荷重時で、80 カウント/時であった。なお、バックグラウンドの強度は常圧下で 10 カウント/時であったのに対し 30 トン荷重時では 1 カウント/時程度であり、高圧下で顕著なバックグラウンドの減少が見られた。これはアンビルギャップの縮小にともなって、入射中性子線が cBN アンビルによって遮蔽されバックグラウンドとなる空気からの散乱が抑えられたためと考えられる。得られた格子定数変化から、30 トン荷重時の試料室の圧力は 2.9(1)GPa と求められた。この圧力効率従来 WC アンビルのそれ [2] とほぼ同じである。今回得られた実験結果は、今後の国内での PE セル利用における重要な基礎データとなる。

[1] 鳥居周輝, 筑波大学工学研究科 博士論文 (2001).

[2] Bull et al., High Press Res, 25, 229 (2005).