

SMP045-11

会場:301B

時間:5月24日 17:00-17:15

広開口・ルビー蛍光測定用の光学窓を備えたアンビルの開発と高圧中性子回折実験での有用性の検討 Technical improvements on Paris-Edinburgh high-pressure cell for neutron diffraction and ruby fluorescence measurements

飯塚 理子^{1*}, 小松 一生¹, 八木 健彦², 後藤 弘匡², 鍵 裕之¹, 佐野 亜沙美³, 阿部 淳³, 有馬 寛³, 服部 高典³
Riko Iizuka^{1*}, Kazuki Komatsu¹, Takehiko Yagi², Hirofumi Gotou², Hiroyuki Kagi¹, Asami Sano³, Jun Abe³, Hiroshi Arima³,
Takanori Hattori³

¹ 東京大学大学院理学系研究科地球化学研究室, ² 東京大学物性研究所, ³ 日本原子力研究開発機構

¹Grad. School Sci. Univ. Tokyo, ²ISSP Univ. Tokyo, ³Japan Atomic Energy Agency

大強度陽子加速器施設 J-PARC のパルス中性子を利用して、高温高圧下での粉末中性子回折実験を行うための PLANET ビームラインの建設が進められている。Paris-Edinburgh press (以下 P-E プレス) は、大容量試料体積を必要とする高圧下中性子回折実験を実現するために開発された小型の高圧発生装置である。現在海外の中性子実験施設で広く使われており、これまでもプレス本体の軽量化やアンビル形状、セルアセンブリに様々な改良が加えられ、測定手法や温度圧力領域が大幅に拡大されてきた。本研究では、この P-E セルを用いた高圧下での中性子回折実験技術を日本でも確立し、J-PARC における水素結合化合物の高圧下での構造変化の解明を目標として、以下の点にポイントにしばりアンビルとガスケット部分の改良を進めている。

(1) 回折強度を向上させるため、初期試料体積は減らすことなく開口角を拡げ、さらにガスケットやアンビルによる吸収を最小限に抑えるようなセルデザインの確立。

(2) P-E セルでは未だ困難であった迅速で正確な圧力決定を行うために、中性子回折実験と同時のルビー蛍光測定を可能にする光学窓付きアンビルの開発。

中性子は物質との相互作用が弱く、X線回折に較べてはるかに大きな試料体積と長い測定時間を要する。そこで本研究では、より高い圧力を安定して発生でき、さらに光学的測定法を導入した新しいセルをデザインした。その特徴としてまず、アンビル中心部に埋め込んだモアッサナイト光学窓を埋め込み、その背面から光ファイバーを通してルビー蛍光を測定することにより、圧力モニターを可能とした。これにより、試料よりずっと小さな体積の圧力マーカーのルビーを試料室に入れるだけで、高圧下でも短時間で圧力測定ができるという利点がある。アンビルには、Ni バインダー WC を材質として用いて、キュレット面や底面の凹みの形状や径の寸法が異なるものをいくつか製作した。ガスケットには、従来使われてきた TiZr に対して、中性子の透過率が高い超々ジュラルミンを周りのサポートにした複合ガスケットを製作した。これらアンビルやガスケットの形状や寸法を色々変えながら、ルビー蛍光と Bi の電気抵抗の同時測定や、NaCl を圧力マーカーに用いた KEK の PF-AR ビームライン NE7 での放射光 X線回折の測定を行い、圧力発生挙動の比較を行った。現在までに、キュレット径 8 mm のアンビルを用いて 13 GPa を越す圧力の発生に成功した他、ルビー蛍光測定用のアンビルでも 10 GPa を超える圧力発生を確認している。セル構成やアンビル形状の違いによる圧力発生効率の変化などの様子も明らかになりつつある。

また実際に、J-PARC MLF の BL19 『匠』ビームラインにおいて Pb の中性子回折の測定を行い、従来のトロイダルアンビルとの散乱強度の比較を行った。その結果、検出器バンク ($\pm 15^\circ$) に入る中性子散乱の空間分布を測定したところ、斜面の角度が 7° の従来型のトロイダルアンビルでは実効的な開口角が $\pm 5^\circ$ 程度であるのに対して、斜面が 15° の角度を持つ本研究で開発したアンビルでは $\pm 12^\circ$ 以上の広い範囲のシグナルが得られることが分かった。得られるシグナル強度は、同じ試料体積のシングルトロイダルアンビルの 3 倍と有意に増加し、高圧下でも測定時間の短縮が期待される。

キーワード: Paris-Edinburgh セル, 超高圧, 中性子回折, 含水鉱物, J-PARC

Keywords: Paris-Edinburgh cell, high pressure, neutron diffraction, hydrous minerals, J-PARC, hydrogen bonding