

PLANETにおける高圧中性子回折に向けた6-6型加圧方式の技術開発 Developments of 6-6 type compression for high-pressure neutron diffraction at PLANET

山田 明寛^{1*}, 井上 徹¹, 八木 健彦²
YAMADA, Akihiro^{1*}, INOUE, Toru¹, YAGI, Takehiko²

¹ 愛媛大学 地球深部ダイナミクス研究センター, ² 東京大学 物性研究所

¹GRC, Ehime Univ., ²ISSP, Univ. of Tokyo

6-6型加圧方式はJ-PARCの高圧ビームラインPLANETに導入予定の6軸プレスを用いた高圧中性子回折実験を行う上で有用な技術の一つである。本加圧技術は従来の一段式加圧方式の利点に加え、多くの利便性を有し、急冷回収実験のみならず放射光X線を用いた高温高圧その場観察実験にも広く用いられ始めている。本研究では、この手法を中性子回折実験に応用するために、これまで主に使用されてきたアンビル材、圧力媒体の材料の再検討や大型化を行ってきた。特に、線源の強度、コリメーションなどの問題から試料の大容量化は中性子回折実験では必要不可欠であり、解決すべき最重要課題の一つである。そこで本研究では従来の6-6型のアセンブリーをより大きな物へと変更し、試料容積を保ちつつ、より高圧力の条件を達成する事を目的とした技術開発を行っている。

高圧発生装置には、愛媛大学地球深部ダイナミクス研究センター設置のMADONNA DIA型プレス(1500 ton)を用いた。圧力媒体には、ZrO₂(OZ-8C)を使用し、圧力発生効率をBiの相転移に伴う電気抵抗変化(2.55, 7.7 GPa: Bean et al., 1986)を用いて見積もった。第一段アンビルには直径50 mmの円筒形の超合金(F09, フジロイ)を用いた。第二段アンビルにはNiをバインダーとして用いたMF10(フジロイ)で、底面の一边が26 mm、先端サイズは10 mmおよび7 mmのものを使用した。また、6-6型のアセンブリーは、アンビル接触部分のみを切り抜いた厚さ2 mmのアルミおよびプラスチック板で囲み、ブローアウトの際のガスケット、アンビル材の周囲への飛散防止対策についても検討した。

室温下における圧縮では、現在までのところ、アンビル先端10 mmの一边が17 mmの立方体の圧力媒体を用いて少なくともおよそ7.7 GPaまでの圧力発生を確認している。また加熱実験については、グラファイトを加熱材としたセルを用いて約8 GPaの圧力下で加熱を行い、1500 Kまでの安定的な加熱に成功した。高温下での圧力校正物質として封入したSiO₂, Fe₂SiO₄はそれぞれ、コーサイト、相へと相転移していた。これは、高温下において9 GPa未滿6 GPa以上の圧力が発生されていたことを示している。アルミおよびプラスチック板を用いたブローアウトによる圧媒体等の飛散試験実験では、これまでのガラスエポキシ板(0.5 mm)のみで行ったものに比べ飛躍的に改善がなされたものの、完全には防護壁中にとどめる事ができなかった。その原因の多くは分割型のフレームが分解する事によって生じる隙間からの飛散によるものであり、一体型のフレームを採用することで更に改善できると考えられる。

講演では、更にアンビルより小さい先端サイズのアンビルを用いた高温高圧発生実験の結果について紹介する予定である。

キーワード: 高圧中性子回折, 6-6型加圧方式, J-PARC

Keywords: high-pressure neutron diffraction, 6-6 type compression, J-PARC