

## 温度・圧力を独立に制御可能な X 線・中性子散乱実験用セルの開発 Developments of pressure and temperature controlling system for x-ray and neutron scattering experiments

小松 一生<sup>1\*</sup>, 小泉 多麻美<sup>1</sup>, 中山 和也<sup>1</sup>, 鍵 裕之<sup>1</sup>, 森山 正人<sup>2</sup>

KOMATSU, Kazuki<sup>1\*</sup>, Tamami Koizumi<sup>1</sup>, Kazuya Nakayama<sup>1</sup>, KAGI, Hiroyuki<sup>1</sup>, Masato Moriyama<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 東京大学大学院理学系研究科, <sup>2</sup> 日本サーマルエンジニアリング株式会社

<sup>1</sup> Graduate School of Science, The University of Tokyo, <sup>2</sup> Japan Thermal Engineering Co., Ltd.

例えば iceII, HDA, LDA などいくつかの氷の多形やアモルファス相は、水を低温下で圧縮することではじめて得られることが知られている。さらに、ice Ic, IV, XII, VII ' のような氷の準安定相は HDA を介して得られることがある。それゆえ、氷の研究には温度と圧力を独立に制御できる、すなわち、室温以外でも圧力が制御できる機構が本質的に重要である。

X 線回折実験では、ヘリウムガスでメンブレンをふくらませるタイプのダイヤモンドアンビルセル (DAC) を、ヘリウム圧縮機を伴う冷凍機に取り付ける方式が放射光施設などで広く使われている。しかしながら、このような冷凍機は、実験室の X 線回折装置にそのまま導入するには、大きさ、重さ、振動の点において問題がある。そこで我々は、液体窒素を循環させて DAC を冷却できる装置を開発した。本装置は、実験室の X 線回折装置に搭載できるようなサイズ・重量に収め、かつ X 線に対して広開口の窓を持つ。この特徴によって、粉末のみならず単結晶試料に対しても 80 K ~ 473 K, 0 ~ 10 GPa 程度の温度圧力領域における X 線回折を測定することが可能になった。さらに、ヘリウム圧縮機を使用していないため、それに伴う脈動もなく、結果として微小試料の測定に適したシステムになっている。

一方、中性子散乱の分野でも、パリ - エジンバラセルのピストンを高圧ヘリウムで加圧する方式が ISIS や ILL などで用いられている。これらのシステムは非常に洗練されているものの、しばしばヘリウムのリークによって加圧できないことや、低圧でのコントロールが困難なこと、また安全上・法規上の問題もある。そこで、液体窒素を試料部付近にのみ循環させ、ピストン部分は室温に保つことで上記の問題を解決できるシステムを開発中である。

X 線用の温度圧力制御装置は 2011 年末にほぼ完成し、徐々に運用を初めている。中性子用の同システムも 2012 年の 3 月には完成する予定である。本報では、これらのシステムの概要とこれらを用いた予備的な実験結果を報告する。

キーワード: 低温, 高圧, 氷, X 線回折, 中性子回折

Keywords: Low temperature, High pressure, ice, x-ray diffraction, neutron diffraction