

課題番号 :2014B-E21
利用課題名（日本語） :X線イメージングを導入した高温高压下における Fe-Ni-Si 融体の音速・密度の迅速・精密測定
Program Title (English) :
利用者名（日本語） :寺崎英紀¹⁾, 下山裕太¹⁾, 田窪勇作¹⁾, 浦川啓²⁾, 桑原荘馬¹⁾, 岸本俊八²⁾, 近藤忠¹⁾, 綿貫徹³⁾, 町田晃彦³⁾, 片山芳則³⁾
Username (English) :H. Terasaki¹⁾, Y. Shimoyama¹⁾, Y. Takubo¹⁾, S. Urakawa²⁾, S. Kuwabara¹⁾, S. Kishimoto²⁾, T. Kondo¹⁾, T. Watanuki³⁾, A. Machida³⁾, Y. Katayama³⁾
所属名（日本語） :1) 大阪大学大学院理学研究科, 2) 岡山大学大学院理学研究科, 3) 日本原子力研究開発機構
Affiliation (English) :1) Osaka University, 2) Okayama University, 3) Japan Atomic Energy Agency
キーワード :高温高压、溶融鉄、Fe-Ni-Si 系、Fe-C 系、音速、密度測定

1. 概要 (Summary)

申請者グループはこれまでに 2013B 期において BL22XU ビームラインに音速測定システムを新たに導入し、これまで行ってきた X 線密度吸収法と組み合わせ高圧下における鉄合金試料の密度と音速の同時測定を実施し、3 GPa, 1800 K までの Fe-C 融体の密度と音速を得ることに成功している。また 6 月に実施した 2014A 期課題においても上記の測定システムを用いて Fe-C 融体の音速・密度同時測定を実施し、これら物性の圧力と炭素濃度依存性を調べている。

本課題では Fe-Ni-Si 系の密度-音速同時測定を行い、2.0-4.0 GPa, 1923 K 圧力温度条件下で測定を行った。

2. 実験 (目的,方法) (Experimental)

本課題では、上に述べたこれまでの密度・音速同時測定を、X 線イメージング用の装置を新たに導入することにより、さらに迅速化かつ精密化し、効率的なデータ取得を目指した。X 線イメージングは試料からの透過 X 線を YAG 蛍光板で可視光化し、高感度 CMOS カメラ (Orca-Flash 4) を用いて検出することにより行った。

測定する試料としては水星核組成の候補と考えられる Fe-Ni-Si 融体をターゲットとした。これは近々実施予定の水星探査から得られる水星内部観測データにあわせ、観測データとの比較対象となる惑星内部条件の高温高压下の物性測定データを得ておくためである。これにより惑星核の内部構造に制約を与えることが期待できる。また、試料のカプセルを従来の h-BN

カプセルから MgO に変えた実験を Fe-5.5 wt% C 組成で行った。

音速測定は、超音波法 (パルスエコーオーバーラップ法) を採用した。この方法では一方向から超音波 (周波数帯域は 20-40 MHz) を試料に入射し、試料端から反射した波をオシロスコープ (解像度は 5 GS/s) を用いて検出し、入射波と反射波の到達時間差から試料中の伝搬時間を求めた。試料長の測定は、今回新規に導入する CMOS カメラを用いて試料の X 線イメージにより求めた。密度測定は従来通り X 線密度吸収法を用いた。イオンチャンバーを用いて得られた試料部の X 線吸収プロファイルとランベルト・ベールの式から密度を算出した。またフラットパネル検出器を用いて試料からの X 線回折パターンを収集することにより試料の相同定、融解判定および圧力決定をおこなった。

3. 結果と考察 (Results and Discussion)

本課題では X 線イメージカメラを新規に導入し、試料の透過 X 線イメージを数秒の露光時間で明瞭に観察することができた。このイメージから試料長の測定が可能となった。従来は音速を求めるのに必要な試料長を、イオンチャンバーにより得られた試料部の X 線吸収プロファイルの変化量が最大となる位置から試料長を算出していた。これら 2 つの試料長測定法の精度について評価するため、同じ条件で吸収プロファイルとイメージによる 2 つの方法で試料長を計測し、その比較を行った。吸収プロファイルおよび X 線イメージから求めた試料長は、それぞれ $568 \pm 12 \mu\text{m}$ 、 $567.4 \pm 1.9 \mu\text{m}$ となり調

和的な結果が得られる事が確認できた。ただしイメージからの測定法が測定誤差はかなり小さくなり精度良く求めることができることが分かった。吸収プロファイルの測定は一回につき5分程度の測定時間を要するのに対し、X線イメージによる測定では1-3秒程度で完了する。このため今回導入したX線イメージング装置により、測定精度向上と測定時間の大きな短縮を実現できるようになった。加えて、これまでは観察できなかった高温高压状態での熔融試料の位置や形状、漏れの有無についても正確に観察することができるようになった点は、特に液体試料について大きな意義がある。

Fe-Ni-Si 試料については、2.0-4.0 GPa, 1923 K までの条件で音速・密度測定を行い、液体試料の反射シグナルおよび吸収プロファイルを得ることができた。音速・密度の圧力依存性から求められた弾性特性は、液体鉄に近いがわずかに硬い傾向を示すことが明らかとなった。

Fe-C 試料の実験では、2.5 GPa, 1400-2000 K の圧力・温度条件にて測定を行った。しかし試料熔融時に試料の超音波シグナルが消滅し、また加熱途中で試料内に異物が混入したため、急冷した。この試料を回収研磨した結果、バッファーロードに亀裂が見られ隙間に熔融試料の侵入が確認できた。加圧時のバッファーロードが割れた結果、熔融時に試料が漏れることにより隙間に侵入し、超音波シグナルが消失したと考えられる。この結果から本実験のような数 GPa の圧力条件では MgO より h-BN のような柔らかい材質の方が音速用カプセルとして適していると言う結論に至った。

本課題によりこのビームラインに X 線イメージングを導入し、試料長の迅速測定が可能となり、イメージングを用いた様々な観察・測定の可能性が広がったことは非常に意義がある。

4. その他・特記事項 (Others)

なし