

8. X線回折用 Be シリンダー型圧力装置の開発 と誘電体の整合－不整合相転移の研究

黒 岩 芳 弘

比較的低压領域（約 10 kbar 以下）における圧力誘起相転移を、結晶構造の立場から研究するため、多目的の X 線回折用高压装置を開発した。すなわち、精密な圧力制御による詳細な相図の決定や臨界領域での高压実験、並びに圧力ジャンプによる非平衡系の研究を目指すものである。

高压セルには X 線の吸収が小さい Be の厚肉シリンダー（外径 8 mm ϕ ，内径 4 mm ϕ ，高さ 28 mm）を用い、このシリンダー中に試料を圧力媒体の液体と共に入れて、静水圧を印加する。この Be シリンダーをあらかじめ外周から他のシリンダー（Cu-Be 製）で押しはめておく（押しはめ圧 3.5 kbar），内圧 7.0 kbar まで達成できるはずである。しかし、X 線透過用の窓を設ける必要があるため、押しはめの効果が及んでセルが破壊しない窓のサイズを有限要素法により計算した。そして、窓の高さを 2.4 mm と決定し、これに基づいて高压セル及び圧力発生装置を製作した。圧力セルは単結晶・粉末両用であり、これまでの実験により、(1) 最高到達圧力 5.4 kbar，(2) 迅速な印加速度 200 bar/秒（ $p \leq 2$ kbar），200 bar/分（ $4 \leq p \leq 7$ kbar），(3) 高い圧力保持精度（リーク速度 1 bar/分），(4) 高い圧力制御性（ ± 2 bar），の性能が得られた。

この今回開発した圧力装置と高エネルギー研放射光実験施設の高運動量分解能を持つ結晶分光型 4 軸回折計とを組み合わせ、シンクロトロン放射 X 線による誘電体の整合－不整合相転移の予備的実験を行った。物質として、斜方晶 $\{N(CH_3)_4\}_2 MnCl_4$ を選び、その圧力誘起不整合相において、c 軸方向の格子変調を表す超格子反射の波数ベクトル $q = 2\pi/c(0, 0, \zeta)$ ，及びその線幅を、圧力の関数として精密に測定した。その結果、高次整合相を表わす $\zeta = 4/9, 7/17$ 近傍で波数ベクトル q はこれらの値にロックインしないけれども、線幅が著しく減少することを観測した。これは系の整合的な傾向を示唆していると考えられる。また、従来知られている単一の不整合波数ベクトルが連続的に変化する領域に加えて、2つの波数ベクトルが共存し、一方が他方に不連続的に変化する圧力領域が存在することを新たに見い出した。