

Ca(OD)₂ の高温高压下での構造変化 Structural variation of Ca(OD)₂ at high pressure and high temperature

永井隆哉^{1,*}, 増田愛美², 佐野亜沙美³, 飯塚理子⁴, 鍵裕之⁴

¹北海道大学大学院理学研究院, 〒060-0810 札幌市北区北 10 条西 8 丁目

²北海道大学大学院理学院, 〒060-0810 札幌市北区北 10 条西 8 丁目

³原子力開発研究機構, 〒319-1195 東海村白方白根 2-4

⁴東京大学大学院理学系研究科, 〒113-0033 文京区本郷 7-3-1

Takaya Nagai^{1,*}, Manami Masuda², Asami Sano-Furukawa³, Riko Iizuka⁴ and Hiroyuki Kagi⁴

¹ Faculty of Sci., Hokkaido Univ., N10W8, Kita-ku, Sapporo, 060-0810, Japan

² Graduate School of Sci., Hokkaido Univ., N10W8, Kita-ku, Sapporo, 060-0810, Japan

³JAEA, 2-4 Shirane Shirakata, Tokai-mura, 319-1195

⁴ Graduate School of Sci., Univ. of Tokyo, 7-3-1, Hongo, Bunkyo-ku, 113-0033, Japan

1 はじめに

Ca(OH)₂は、もっともシンプルな結晶構造を持つ含水鉱物のひとつで、condroditeなどより複雑な結晶構造を持つ含水鉱物の基本構造として理解することができるため、地球内部に存在する含水鉱物の高温高压下での構造変化挙動を知ることは重要である。しかしながら、X線回折実験によるCa(OH)₂の状態方程式、高温高压下での相変化、融解などについての研究が数多くあるにもかかわらず、高温高压下で結晶構造がどのように変化するかは極めて少ない。昨年、J-PARCに高温高压下での中性子散乱実験に特化した新しいビームライン (PLANET) が完成し、実験が開始された。このPLANETでの最初の実験のひとつとしてCa(OH)₂の高温高压下での結晶構造変化を調べるようになった。

一般に、室温で試料を加圧すると、非静水圧性が増加するため、回折線が太くなり、回折パターンの質が著しく低下することが知られている。一方、温度を上昇させるとアニーリング効果により非静水圧性が低下し、回折線がシャープになることがわかっている。本研究では、高温高压下での結晶構造をRietveld法で解析するため、どのような温度圧力変化で、アニーリング効果が現れるかを予め知っておくことは非常に重要である。そこで、AR-NE5Cに設置されたMAX80を使って、高压下での回折線の半値幅の温度変化を調べ、そのデータを参考にし、PLANETでの実験温度圧力条件を決定した。

2 実験

最終的に中性子回折実験を行うため、CaO粉末とD₂Oを用いた水熱合成でCa(OD)₂を合成した。重水素化が完全に進んだことは、赤外吸収スペクトルを測定することで確認した。

MAX80において、合成したCa(OD)₂の回折線の半値幅の温度変化に伴う挙動を高压下3 GPaで調べた。高压セルは、放射光高压実験でよく一般的なボ

ロンエポキシのセルを用い、温度はカーボンのチューブヒーター、圧力構成にはNaClを用いた。

3 結果

図1から、300°Cくらいでアニーリングの効果が明らかである。図2は、図1の結果を参考にし、3 GPa, 500°Cでアニーリングした後、温度を下げながら測定していった中性子回折TOFパターンである。

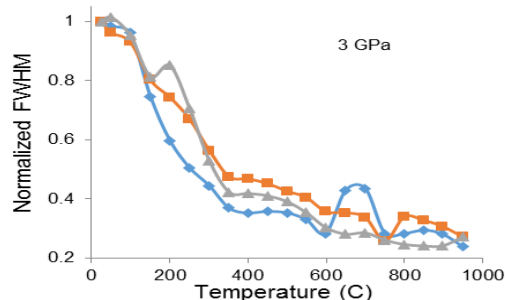


図1: 3 GPaでのCa(OD)₂の001(青), 101(茶), 102(灰)回折線のFWHMの温度変化。室温で3 GPaまで加圧したときのそれぞれのFWHMで規格化してある。

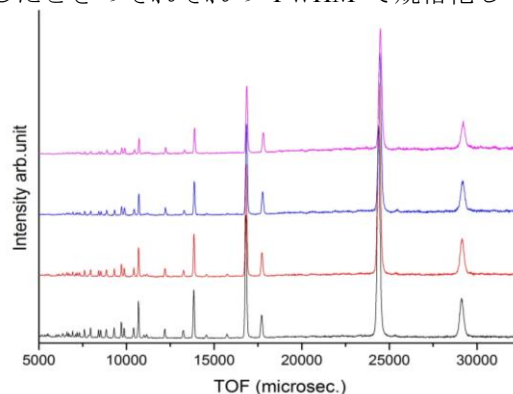


図2: PLANETでの中性子回折パターン。上から3 GPa, 500, 300, 160, 27°Cのデータ(測定順)。

* nagai@mail.sci.hokudai.ac.jp