

## X線回折による高圧力定点の検定 (II)

(名大工) 三井寿雄・藤城都哉・妹尾允史・○野村 毅

1. まえがき NaClの格子定数の変化を圧力の検定に用いる Deckerの計算値<sup>(1)(2)</sup>は、固体圧力媒体の性質や、装置固有の履歴の影響を受けない直接的な圧力指示法と考えられる。我々は Bi-r-vii, Sn-ii および Fe-d-6 について、常用の電気抵抗の測定を併用して X線回折を試みている。そしてそれぞれについて、74 kb, 85 kb および 96 kb を得、いわゆる Bridgman の volume scale に比べ著しく低い値になることを報告した<sup>(3)</sup>。その際は、圧力セル内の感圧金属は線状ないし箔状で、加圧軸の方向に配置したが、その後、箔状のものを加圧軸に直角に配置し、両者の圧力値の相異を検討した。圧力値は全般に後者の方がやや高くなるが、volume scale よりも低くなる傾向は変らない。測定精度の上から後者の信頼度が高いと思われるので報告する。高圧力定点の確定は重要な課題であるから、他にも同種の実験が行われて比較資料を増やすことが望まれる。批判を切望する。

2. 実験 加圧装置は前報と同じく、抵抗測定と X線回折に便利な単純な WC の opposed anvil である。ただし今回は X線源に MoK $\alpha$  を使った。(使用条件、40 kV, 20 mA, Zr filter 付き) 前回に使用した AgK $\alpha$  に比べて、一光子当りのエネルギーは幾分か高くなるが、印加電流を倍以上にできるのでこれによって露出時間が短縮できた。AgK $\alpha$  の場合露出は 15~20 時間であったが、MoK $\alpha$  では 2~5 時間で十分であった。今回使用した圧力セルの構成を図 1 に示した。圧力媒体は無定形 Boron に約 5 vol% の epoxy resin を混ぜ、これを加圧成形することにより作られた。成形後その中心に 0.5 mm  $\phi$  の穴をあけた。検定に用いた試料 Bi (純度 99.9999%), Sn (純度 99.99%) および Fe (電解鉄) は圧延機を用いて、厚さ 0.01~0.02 mm, 中約 0.05 mm の箔にした。これらを直径 0.5 mm  $\phi$ , 厚さ 0.25 mm の二枚の NaCl disk の間にはさんでセル中心の穴にそぎ入した。抵抗測定のための導線は Bi の場合厚さ 0.01 mm, 中 0.05 mm の Ag 箔を用いた。Sn および Fe の場合は、箔の先端においてその中を約 3 倍にし導線とした。Bi の相変態の検出には通常の 4端子測定法に従い、一定電流のときその電位差の急激な変化を観測した。また Sn および Fe の場合は Kelvin の double bridge を用い、4端子測定法によりその電気抵抗の急激な変化を観測した。Fe を除き変態が急激に起こり、かつほぼ一定ラム圧力のときで数分の内に終了するので、このとき X線回折をし、NaCl の格子定数を求めた。これを常圧下の格子定数と比較し、その格子歪を計算した。圧力はこの格子歪の値から、Decker の計算値を用いて決定した。Fe の場合は、変態が緩慢でラム圧力においてかなりの幅があった。これは主に Fe 臭以上の圧力になると anvil が急に塑性変形を始

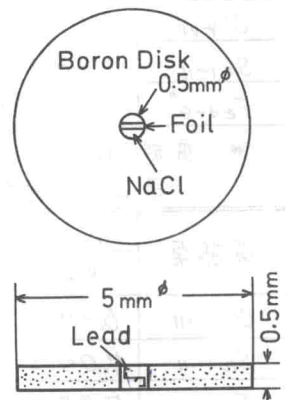


図1. 圧力セルの構成

めるためである。そこで前回と同様変態点の近傍で NaCl の格子歪を測定し、その圧力を変態開始点まで直線的に内そうして Fe $\alpha$ - $\epsilon$  点の圧力を決定した。以上の実験において、圧力は変態点以外でも測定し、圧力発生状況を調べた。また減圧過程でも同様な測定を行い、履歴を調べた。

### 3. 結果

図2は Bridgman の Volume Scale に従い抵抗測定から求めた圧力と、Decker の計算値に従って NaCl の格子歪から求めた圧力を、ラム圧力に対して整理したものである。

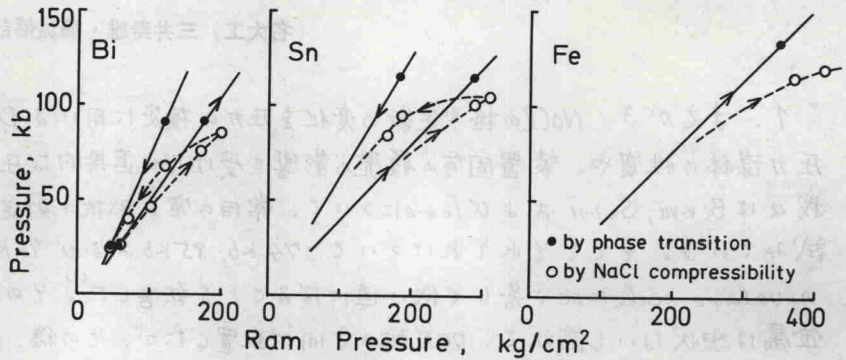


図2. ラム圧力と圧力の関係

ある。図から見るごとく圧力発生効率は高圧力になるに従って低下している。Fe 点で減圧過程がないのは、anvil の破壊のためである。このような実験を各定桌につき数回行い、その算術平均で定桌の圧力を決定した。その結果ラム圧力に対しては圧力の再現性は余りよくないが、各定桌における NaCl の格子歪から求めた圧力にはより再現性がみられた。履歴はかなり大きかった。以上の結果を表1に示す。Sn 点では温度依存性が大きいので 20°C における値に換算してある。なお前回の結果も表2に示してあった。また図3は以上の結果を Bridgman の volume scale との差の形で表わしたものである。実線は今回の結果、点線は前回の結果を示している。また我々と同種の実験を行った R. N. Jeffery の結果も図中に示してあった。一般に高圧力の実験は加圧過程に行なわれるので、定桌の値と加圧過程の結果を使用することが望ましい。本実験において含まれる誤差については、格子表1. 変態点における NaCl の格子歪と Decker の計算による圧力 (今回の結果)

変態点	NaCl の格子歪 (%)		圧力 (Kb)		履歴 (Kb)	Bridgman の volume scale との差 (Kb)
	加圧過程	減圧過程	加圧過程	減圧過程		
Bi $\gamma$ -VII	6.39 $\pm$ 0.35	5.92 $\pm$ 0.27	74 $\pm$ 4	66 $\pm$ 3	8	15
Sn $\alpha$ -II	7.46 $\pm$ 0.32	7.20 $\pm$ 0.42	94 $\pm$ 4	89 $\pm$ 5	5	20
Fe $\alpha$ - $\epsilon$ *	8.25 $\pm$ 0.30	—	111 $\pm$ 4	—	—	~22

\* 変態開始点

表2. 変態点における NaCl の格子歪と Decker の計算による圧力 (前回の結果)

変態点	NaCl の格子歪 (%) 加圧過程		圧力 (Kb) 加圧過程		Bridgman の volume scale との差 (Kb)
	変態開始点	変態終了点	変態開始点	変態終了点	
Bi $\gamma$ -VII	6.39 $\pm$ 0.26	6.78 $\pm$ 0.33	74 $\pm$ 3	81 $\pm$ 4	8 ~ 15
Sn $\alpha$ -II	7.00 $\pm$ 0.25	7.36 $\pm$ 0.32	85 $\pm$ 3	92 $\pm$ 4	22 ~ 29
Fe $\alpha$ - $\epsilon$	7.55 $\pm$ 0.16	—	96 $\pm$ 2	—	~37

定数の測定に付随するものとして、(a) 加圧による試料の膨張、位置ずれ、および film の