レーザー超高速圧縮によるロンズデーライト生成の X-ray Free Electron Laser (XFEL) 観察

片桐 健登¹, 尾崎 典雅^{1,2}, 松岡 岳洋³, 松岡 健之⁴, 宮西 宏併²,
瀬戸 雄介⁵, 梅田 悠平¹, 細見 実¹, 森岡 信太郎¹, 犬伏 雄一^{6,7},
富樫 格^{6,7}, 籾内 俊毅⁷, 矢橋 牧名^{6,7}, 児玉 了祐^{1,2}

¹大阪大学大学院 工学研究科 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1)

²大阪大学 レーザー科学研究所 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-6)

³岐阜大学大学院 工学研究科 (〒501-1193 岐阜県岐阜市柳戸1-1)

⁴大阪大学 先導的学際研究機構 (〒565-0871 大阪府吹田市山田丘2-1)

⁵神戸大学大学院 理学研究科 (〒657-0013 兵庫県神戸市灘区六甲台町1-1)

⁶高輝度光科学研究センター (〒679-5198 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1)

⁷理化学研究所 放射光科学研究センター (〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都1-1-1)

X-ray Free Electron Laser (XFEL) Observation of Lonsdaleite Formation by Ultrafast Laser Shock Compression

Kento KATAGIRI¹, Norimasa OZAKI^{1,2}, Takahiro MATSUOKA³, Takeshi MATSUOKA⁴,
Kohei MIYANISHI², Yusuke SETO⁵, Yuhei UMEDA¹, Minoru HOSOMI¹,
Shintaro MORIOKA¹, Yuichi INUBUSHI^{6,7}, Tadashi TOGASHI^{6,7}, Toshinori YABUCHI⁷,
Makina YABASHI^{6,7}, and Ryosuke KODAMA^{1,2}

¹Graduate School of Engineering, Osaka University, 2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871

²Institute of Laser Engineering, Osaka University, 2-6 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871

³Graduate School of Engineering, Gifu University, 1-1 Yanagido, Gifu, Gifu 501-1193

⁴Open and Transdisciplinary Research Initiative, Osaka University, 2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka 565-0871

⁵Graduate School of Science, Kobe University, 1-1 Rokkodai, Nada, Hyogo 657-0013

⁶Japan Synchrotron Radiation Research Institute, 1-1-1 Kouto, Sayo, Hyogo 679-5198

⁷RIKEN SPring-8 Center, 1-1-1 Kouto, Sayo, Hyogo 679-5148

(Received August 7, 2018)

We directly observed laser shock-induced, anomalous elastic compression of highly oriented pyrolytic graphite (HOPG) and subsequent phase transition to lonsdaleite at a longitudinal stress of ~30 GPa using an X-ray Free Electron Laser (XFEL). The observed phase transition is diffusionless and most likely relaxes a strong shear stress in the highly elastically compressed lattice. Our experimental results show that this diffusionless transformation depends on the mosaic spread of Highly Oriented Pyrolytic Graphite (HOPG) samples.

Key Words: Laser shock compression, XFEL, HOPG, X-ray diffraction, Lonsdaleite

1. はじめに

1797年, ダイヤモンドは炭素の同素体に他ならないという報告がTennantらによってなされた¹⁾. このことは, 自然界に豊富に存在するグラファイトを希少価値の高いダイヤモンドへと人工的に相転移させる試みに火をつけた. ダイヤモンド合成までの道のりは長かったが, BridgmanやHallらによる新たな加圧装置の開発^{2,4)}や熱力学的計算⁵⁾を通して, ダイヤモンドが安定に存在できる

圧力・温度域は徐々に定まっていっていった. そして1955年には, BundyやHallらによって, 初めて再現性のあるダイヤモンド合成法が報告された^{6,7)}.

当初主流とされた加圧方法は, 二つの硬い材質でできたアンビルでグラファイトを挟み込むことで静的に圧縮するものであった⁴⁾. さらに1962年には, AustとDrickamerが単結晶グラファイトに約15 GPaの応力を付与した際に, 電気抵抗が大きく上昇することを見出した⁸⁾. この抵抗の上昇は応力の解放過程においても続き, 回収

された物質の抵抗値はグラファイトのそれを大きく上回った。彼らはこの物性変化は高压下での相転移によるものだと考え、回収試料をX線回折により分析したが、結果はよく知られる立方晶のダイヤモンドとはわずかに異なっていた。これはロンズデーライトの観察が初めて報告された例となった⁸⁾。なお彼らは当初、この物質は立方晶系であるとしたがのちに訂正している。

ロンズデーライトは六方晶系でありながら、立方晶系であるダイヤモンドと似た結晶構造を持つため、六方晶ダイヤモンドと呼ばれることも多い。その硬さはダイヤモンドをも上回ると予測されているが⁹⁾、その物性値を評価するために必要な純度とサイズをもつロンズデーライト結晶は天然には見つかっておらず、人工合成にも成功していない。

通常、高温高压下における物質の相転移は、温度と圧力の条件で一意に決まるものだと考えられている。しかしながらグラファイトは同じような温度・圧力域において、ダイヤモンド、ロンズデーライト、もしくはその両方へと相転移することが実験により確認されている^{6-8,10-13)}。この機構を解明すべく、多くの理論予測が立てられ、シミュレーションと実験の両面から検証が行われてきたが、未だ確固たる答えは見つかっていない。

近年、物質に高温高压を印加する技術、およびその様子を観察する技術は目覚ましい発展を遂げており、極限環境下の物性研究は新たなフロンティアが開拓されようとしている。高強度レーザーを用いた衝撃圧縮により発生する、ピコ秒-ナノ秒スケールの現象を、X線自由電子レーザー(X-ray Free Electron Laser: XFEL)によってその場観察する試みはその代表例である¹³⁻²¹⁾。レーザーによる物質の超高速圧縮の環境は、他の圧縮方法で得られる弾性圧縮率をはるかに上回る異常弾性圧縮状態が、衝撃波面近傍において発生することなどから²²⁾、未知の物性を探索できる舞台として期待される。

本研究では、グラファイト層に対して垂直な軸(c軸)において高い配向性を持つ、高配向性熱分解グラファイト(Highly Oriented Pyrolytic Graphite: HOPG)を試料に用いた。HOPGをそのc軸に沿ってレーザー衝撃圧縮し、グラファイトの異常格子状態およびロンズデーライトへの無拡散相転移の様子を原子レベルその場観察した^{19,20)}。実験結果から、HOPGは約30 GPaの一軸圧縮下でロンズデーライトへと相転移することが明らかになった。

2. 実験原理

2.1 レーザー衝撃圧縮による異常格子状態の生成

物体に応力を加えた際に生じる弾性的な歪みの異方性は、物質と歪み速度に依存する。レーザー衝撃圧縮の歪み速度は 10^8 s^{-1} と非常に速い^{21,22)}ため、極めて高い異方性を持つ変形が発現する可能性がある。また平面衝撃波による物質の圧縮状態は、圧力が十分高い場合にはマクロな一次元流体の圧縮状態として近似されうるが、物質の降伏応力の数倍程度までの領域では、その波頭にミクロな一軸歪み圧縮の状態が現れる。衝撃波の平面性を保

Fig. 1 Principles of X-ray diffraction.

つためには、照射するレーザーの強度分布を一様にすることや、アプレータ内で波面を切り立たせたのちに試料に伝搬させること、そして横からの希薄波の伝搬を考慮してレーザーの集光径をXFEL照射領域に対して十分に広く取ることが肝要である。

これらの条件を満たしたレーザー衝撃圧縮では、これまで見られてこなかった極端な異方性を持つ、格子の異常弾性圧縮状態が現れうる。そのような結晶格子の状態をここでは異常格子状態と呼ぶ^{19,22)}。この異常格子状態が物質の変形のダイナミクスやシーケンス、相転移のメカニズムなどにどのように影響するのかは全く明らかにされていない。

2.2 X線回折法

X線をプローブ光として利用した分析手法のひとつにX線回折(X-ray Diffraction: XRD)法がある。

試料中の原子配列が、X線の波長に対して十分長距離の規則性を有していれば、弾性散乱された回折X線が互いに干渉し、結晶構造を反映した回折パターンが現れる。Fig. 1に示すように、結晶の格子面間隔 d 、格子面と入射X線のなす角度 θ 、及び入射X線の波長 λ の間に以下の関係があるときに回折X線が観察可能である。

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1)$$

ここで n は整数である。この回折波が強め合う条件を表す関係式を、ブラッグ(Bragg)の条件式とよぶ。

3. 実験方法

実験は、兵庫県播磨にある理化学研究所放射光科学研究センターのSPRING-8 Angstrom Compact Free Electron Laser(SACLA)を用いて行われた。SACLAは波長1 Å、

Table 1 Drive laser parameters for the experiment.

Wavelength	532 nm
Spot size (in diameter)	500 μm
Pulse duration (FWHM)	3.3 ns
Intensity	0.6 TW/cm ²
F-number of focus	F/10

Table 2 XFEL parameters for the experiment.

Electron beam energy	7.8 GeV
Repetition rate	30 Hz
Number of photons	~3e11 photons/pls
Photon energy	10 keV
XFEL pulse energy	~0.5 mJ
XFEL pulse duration	~8 fs
Spot size (Ver. × Hor.)	30 μm × 100 μm

パルス幅10 fs以下、パルスあたりのフォトン数 10^{11} 個超という性能を有する超高輝度X線光源である^{15,16}。このSACLA-XFELに高強度レーザーを同期することで、レーザー衝撃圧縮で超高速に実現される物質状態変化のX線その場観察が可能になる。実験に用いた高強度レーザー及びXFELの仕様を、それぞれTable 1とTable 2に示す¹⁵⁻¹⁷。

衝撃波が試料表面へ到達した際の試料の運動を、レーザー速度干渉計VISAR (Velocity Interferometer System for Any Reflector)を用いて独立に観察した。VISAR計測では、試料裏面にYAGレーザープローブを照射し、試料が高速で運動する際に生じるプローブ光のドップラーシフトを検出することで、粒子速度(物体速度)を高精度に決定するとともに、生成圧力の推定が可能である。さらに空間分解して観測することで、衝撃波面の平面性も評価できる。実験セットアップの概略および典型的なVISAR画像をFig. 2に示す。なお、HOPG試料に対するXFELの入射角度 ω は、ロンズデーライトに関してブラッグの条件式をよく満たす、 $\omega=17$ deg. ($2\theta=34$ deg.)に設定した。

試料には配向性の異なる3種類のHOPG (Structure Probe, Inc.)を用いた。HOPGの配向性の指標には、グラフアイト(002)面におけるロッキングカーブ測定の本値幅が用いられており、その値はモザイクスプレッド

Fig. 2 (a) Experimental schematic. (b) A typical VISAR image. The drive laser was irradiated at 0 ns, and the VISAR fringes shift around 6 ns due to the elastic compression wave break out at the rear surface of the sample.

Table 3 Grades and mosaic spreads of HOPG samples.

ZYA (SPI-1)	$0.4 \pm 0.1^\circ$
ZYB (SPI-2)	$0.8 \pm 0.2^\circ$
ZYH (SPI-3)	$3.5 \pm 1.5^\circ$

(Mosaic Spread: MS)と呼ばれる。本研究で用いたHOPGのグレードとそのMS値をTable 3に示す。なお、HOPGの高強度レーザー照射面側にはアプレータとして30 μm厚のポリプロピレンが貼り付けられている。

4. 実験結果

レーザー衝撃圧縮されたZYAグレードHOPGの異常弾性圧縮及び相転移をその場観察した結果をFig. 3に示す。これは2次元X線ディテクターによって得られたXFEL回折パターンであり、縦が回折角、横が方位角を表す。またFig. 4に、回折角 2θ が30-38度の領域の信号を一次元化したものを、常圧でのロンズデーライト回折ピークの理論予測値と共に示した。なお、Fig. 3及びFig. 4に示した結果において、XFELはポリプロピレンとHOPGの界面に衝撃波面が到達してから約0.3 ns後に照射されており、これは圧縮波がHOPG内部をおよそ2 μm伝搬した状態に相当する。

複数のロンズデーライト固有の回折ピークが確認されており、特にFig. 4に示した(002)面と(100)面からの回折における信号強度比及び格子定数は、静圧縮実験での値とよく一致した¹¹⁾。

また、ロンズデーライトが生成された際のZYAグレードHOPGの層間距離は、最大20%弾性圧縮されていた。同じレーザー条件でのZYBグレードとZYHグレードHOPGにおける層間距離の最大圧縮率はそれぞれ、16%

Fig. 3 Two-dimensional XFEL diffraction pattern of laser shock compressed HOPG. Two clear peaks from synthesized lonsdaleite were recorded.

Fig. 4 Diffraction signals extracted from the two-dimensional image of Fig. 3. Two gray lines show the diffraction angle calculations of ambient lonsdaleite which are in good agreement with presented result.

と7%であった。30 GPaの応力を加えてロンズデーライトの生成が観察されたのは、最も配向性の高いZYAグレードのみであった。

5. 考察

5.1 無拡散相転移

配向性の無い理想的な多結晶が試料である場合、回折パターンは方位角方向に広がるリング状となるが、単結晶もしくはそれに準ずる高い配向性を持つ試料の場合、回折はスポット状になる。また、Fig. 3に示したロンズデーライトからの回折ピークはほぼスポット状であることから、生成されたロンズデーライトの配向性には、HOPGの高い配向性が反映されていることが示唆される。加えて、HOPGからの回折ピークがリング状に広がっていないことから、観察された相転移は原子の拡散を伴わない無拡散相転移であると考えられる。

またFig. 4に示したように、本実験で得られた回折ピークは、ロンズデーライトの予測回折角とよく一致した¹¹⁾。また、方位角方向の情報を持つ、(011)面や(110)面の回折情報から、一軸応力方向とは別の結晶方向に歪んでいる可能性は否定される。この結果は、相転移直後はロンズデーライトが極めて変形を受けにくいことを意味すると共に、著しく弾性的に圧縮されたグラファイト内部の偏差応力が、相転移そのものにより緩和されていることを示唆している。異常弾性圧縮起因で発現する特異な超高速相転移のメカニズムに関してさらなる研究が望まれる。

5.2 グラファイト-ロンズデーライトの面方位関係

無拡散相転移の特徴の一つに、相転移前に隣に位置していた原子が、相転移後も隣に位置する「原子の1対1対応」がある。HOPGからロンズデーライトへの相転移でも、このような関係が成立しうる。

X線回折のデータにおいて、複数のスポット状の信号が2次元ディテクターの同じ方位角に現れるならば、対応する格子面は全て同じ面方位であると考えられる。この実験で特に明瞭に観察された回折ピークは、HOPG(002)面と、ロンズデーライトの(100)面および(002)面に対応するもので、いずれも同じ方位角に確認された。ここで、ロンズデーライトの(100)面と(002)面が構造上直角に交わることから、異なる2つのメカニズムによる無拡散相転移が発生したことを示唆している。

過去に行われたグラファイトからロンズデーライトへの相転移に関する研究では、グラファイト(002)//ロンズデーライト(100)の関係を持つKhaliulinらが提唱した相転移メカニズム²³⁾を支持する実験結果が多数報告されてきた^{11,12)}。しかしながら2013年には、グラファイト(002)//ロンズデーライト(002)の関係を持つ相転移が発生するというMDシミュレーション結果がPineauにより発表されている²⁴⁾。Pineauのシミュレーションでは一軸方向の圧縮を瞬間的に印加することを仮定しており、レーザー衝撃圧縮特有の高い歪み速度の実験において、

HOPG(002)//ロンズデーライト(002)の関係を示す信号が得られていることと調和的である。

5.3 グラファイト層のすべりとsp³結合の形成

配向性の低いグラファイトを衝撃圧縮し、50 GPaの圧力を加えると、ダイヤモンドへの相転移が発生することが先行研究により確認されている¹³⁾。これは物質の初期配向性によって、生成される高压相が異なることを示唆している。

ここで、本実験においてグラファイトからダイヤモンドへの相転移が発生しなかった理由を考察する。六方晶系のグラファイトが、立方晶系であるダイヤモンドへ相転移するには、グラファイトの層が相互にすべること、菱面体グラファイトを構成する必要がある。逆に言えば、六方晶グラファイトが同じく六方晶のロンズデーライトへと相転移するには、菱面体グラファイトを構成するための層のすべりを妨げる必要がある。考えられるプロセスのひとつが、一軸方向に瞬間的にグラファイト層間距離を縮めることで層がすべる時間を与えない、超高速圧縮である。マルテンサイト変態はナノ秒もしくはそれより速いタイムスケールで起こる^{25,26)}と考えられ、グラファイト層のすべりに必要な時間もこれに準ずると考えられる。レーザー衝撃圧縮では 10^8 s^{-1} 以上もの高歪み速度場が形成されるため^{21,22)}、グラファイト層のすべりが発生する前に層間距離を著しく圧縮することが可能である。その結果、層間を結ぶsp³共有結合を形成するように結晶格子中の各原子が移動することで層のすべりが抑制され、ロンズデーライトへの相転移が発生すると考えられる。

ZYAグレードHOPGの層間距離の弾性圧縮率は、最大で20%程度であり、より高い応力を付与しても圧縮率の上昇は確認されなかった。この結果から、グラファイトは層間距離が約20%弾性圧縮された時点でsp³共有結合が形成され始め、原子配置の変化が誘起されることが分かった。フラットであったグラファイトの層が座屈し、ダイヤモンドやロンズデーライトに特徴的な起伏を持つ構造へと変化することで層間距離に大きなばらつきが生まれ、ブラッグの条件式が満たされなくなり、グラファイトからのX線回折は確認できなくなると考えられる。

2017年にKrausらは、配向性の低い熱分解グラファイト(MS-10°)をレーザー衝撃圧縮し、およそ170 GPaの圧力でロンズデーライトへと相転移することを報告している¹³⁾。また、170 GPaを超えない圧力域では、ロンズデーライトの代わりにダイヤモンドが生成されることを確認している。これはグラファイトが層に垂直な方向には圧縮されやすい反面、層と並行な方向の圧縮には強いことが理由であると考えられる。グラファイトの配向性が悪いほど、圧縮軸に対してグラファイト層が垂直ではない結晶子が多く存在するため、層間の圧縮が効果的に行われなくなる。Krausらのケースは配向性の悪いランダムな系であり、弾性圧縮下20%相当の圧縮率を得ようとすると、静水圧的な170 GPa程度の超高压力が必要であることを示唆している。

6. まとめ

レーザー超高速圧縮とXFELプローブを組み合わせたポンププローブ実験により、高配向性熱分解グラファイトの異常格子状態およびロンズデーライトへの無拡散相転移がその場観察された。

この相転移は、レーザー衝撃圧縮特有の一軸圧縮性と高い歪み速度に起因しており、塑性変形による原子の拡散を伴う一般的な相転移プロセスに比べ、有意に低い応力で高压相が形成されている。また、SiやGeといった物質が一軸弾性圧縮下で相転移することがMDシミュレーションにより予測されている²⁷⁻³⁰⁾ことから、高強度レーザーによる異常弾性圧縮に起因した超高速相転移は、グラファイト以外の物質でも発生する可能性が高い。

謝 辞

本研究の遂行に際しまして御協力頂きました、大阪大学の西木 直巳招聘教授、T. Pikuz特任准教授、高橋 謙次郎博士、裕 峻氏、木村 泰子氏、ドレスデン工科大学のN. Hartley博士に感謝申し上げます。

この研究は、先端拠点研究事業プログラム「X線自由電子レーザーとパワーレーザーによる極限物質科学国際アライアンス」、文部科学省委託事業「X線自由電子レーザー重点戦略研究課題」(課題番号12005014)及びJSPS科研費16H02246、16H01119の支援のもとに進められました。また、研究の一部は株式会社コンボン研究所の支援のもとに進められました。紹介したデータはXFEL SACLAでの公募研究(課題番号2017B8051)において取得されました。

参考文献

- 1) S. Tennant: *Phil. Trans.* **87** (1797) 123.
- 2) P. W. Bridgman: *J. Chem. Phys.* **15** (1947) 92.
- 3) H. T. Hall: *Rev. Sci. Instrum.* **31** (1960) 125.
- 4) A. Jayaraman: *Rev. Mod. Phys.* **55** (1983) 65.
- 5) F. D. Rossini and R. S. Jessup: *J. Res. Natl. Bur. Stand. C* **21** (1938) 491.

- 6) F. P. Bundy, H. T. Hall, H. M. Strong, and R. H. Wentorf Jr.: *Nature* **176** (1955) 51.
- 7) H. P. Bovenkerk, F. P. Bundy, H. T. Hall, H. M. Strong, and R. H. Wentorf Jr.: *Nature* **184** (1959) 1094.
- 8) R. B. Aust and H. G. Drickamer: *Science* **140** (1963) 817.
- 9) Z. Pan, H. Sun, Y. Zhang, and C. Chen: *Phys. Rev. Lett.* **102** (2009) 055503.
- 10) F. P. Bundy and J. S. Kasper: *J. Chem. Phys.* **46** (1967) 3437.
- 11) T. Yagi and W. Utsumi: *Phys. Rev. B* **46** (1992) 6031.
- 12) S. J. Turneaure, S. M. Sharma, T. J. Volz, J. M. Winey, and Y. M. Gupta: *Sci. Adv.* **3** (2017) eaao3561.
- 13) D. Kraus, A. Ravasio, M. Gauthier, D. O. Gericke, J. Vorberger, S. Frydrych, J. Helfrich, L. B. Fletcher, G. Schaumann, B. Nagler, *et al.*: *Nat. Commun.* **7** (2016) 10970.
- 14) 尾崎 典雅, 松岡 健之, 高橋 謙次郎, 宮西 宏併: *レーザー研究* **45** (2017) 513.
- 15) 犬伏 雄一: *高圧力の科学と技術* **27.2** (2017) 102.
- 16) M. Yabashi, H. Tanaka, and T. Ishikawa: *J. Synch. Rad.* **22** (2015) 477.
- 17) 松岡 健之, 尾崎 典雅: *高圧力の科学と技術* **27** (2017) 109.
- 18) B. Albertazzi, N. Ozaki, V. Zhakhovsky, A. Faenov, H. Habara, M. Harmand, N. J. Hartley, D. Ilnitsky, N. Inogamov, Y. Inubushi, *et al.*: *Sci. Adv.* **3** (2017) e1602705.
- 19) 裕 峻, 尾崎 典雅, 片桐 健登, 松岡 岳洋, 宮西 宏併, 松岡 健之, 高橋 謙次郎, 瀬戸 雄介, 犬伏 雄一, 富樫 格, 篠内 俊毅, 矢橋 牧名, 兒玉 了佑: *レーザー研究* **45** (2017) 513.
- 20) N. J. Hartley, N. Ozaki, T. Matsuoka, B. Albertazzi, A. Faenov, Y. Fujimoto, H. Habara, M. Harmand, Y. Inubushi, T. Katayama, *et al.*: *Appl. Phys. Lett.* **110** (2017) 071905.
- 21) D. Milathianaki, S. Boutet, G. J. Williams, A. Higginbotham, D. Ratner, A. E. Gleason, M. Messerschmidt, M. M. Seibert, D. C. Swift, P. Hering, *et al.*: *Science* **342** (2013) 220.
- 22) A. Loveridge-Smith, A. Allen, J. Belak, T. Boehly, A. Hauer, B. Holian, D. Kalantar, G. Kyrala, R. W. Lee, P. Lomdahl, *et al.*: *Phys. Rev. L* **86** (2001) 2349.
- 23) R. Z. Khaliullin, H. Eshet, T. D. Kühne, Jörg Behler, and M. Parrinello: *Nat. Mater.* **10** (2011) 693.
- 24) N. Pineau: *J. Phys. Chem. C* **117** (2013) 12778.
- 25) K. Takashima, Y. Higo, and S. Nunomura: *Philos. Mags.* **49** (1984) 231.
- 26) K. Kadau, T. C. Germann, P. S. Lomdahl, and B. L. Holian: *Phys. Rev. B* **72** (2005) 064120.
- 27) A. Higginbotham, P. G. Stubble, A. J. Comley, J. H. Eggert, J. M. Foster, D. H. Kalantar, D. McGonegle, L. J. Peacock, S. D. Rothman, R. F. Smith, *et al.*: *Sci. Rep.* **6** (2016) 24211.
- 28) M. D. Lane and A. P. Thompson: *AIP Conf. Proc.* **1195** (2009) 1157.
- 29) Y. Lin, R. Perriot, V. V. Zhakhovsky, X. Gu, C. T. White, and I. I. Oleynik: *AIP Conf. Proc.* **1426** (2012) 1171.
- 30) R. Perriot, Y. Lin, V. V. Zhakhovsky, N. Pineau, J. H. Los, J. Maillet, L. Souillard, C. T. White, and I. I. Oleynik: *AIP Conf. Proc.* **1426** (2012) 1175.