

## 簡易型 6-6 フレームの試作と評価試験 Evaluation and Testing of a New Frame for the 2-Stage 6—6-Type Compression in High-Pressure Experiments

湊崎員弘<sup>1,\*</sup>, 和田智之<sup>2</sup>, 若林大佑<sup>3</sup>, 齋藤寛之<sup>4</sup>, 亀卦川卓美<sup>3</sup>

<sup>1</sup>愛媛大物理, 〒7908-577 松山市文京町 2-5

新興工機株式会社, 〒791-3131 松前町北川原 1227-1

<sup>3</sup>放射光科学研究施設, 〒305-0801 つくば市大穂 1-1

<sup>4</sup>量研機構, 〒679-5148 佐用郡佐用町光都 1-1-1

Kazuhiro Fuchizaki<sup>1,\*</sup>, Tomoyuki Wada<sup>2</sup>, Daisuke Wakabayashi<sup>3</sup>, Hiroyuki Saitoh<sup>4</sup>,  
and Takumi Kikegawa<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Physics, Ehime University, 2-5 Bunkyo, Matsuyama, 790-8577, Japan

<sup>2</sup>Shikou Kouki Corporation, 1227-1 Masaki, Iyo, 791-3131, Japan

<sup>3</sup>Photon Factory, 1-1 Oho, Tsukuba, 305-0801, Japan

<sup>4</sup>Quantum Beam Science Center, QST, 1-1-1 Koto, Sayo, 679-5148, Japan

### 1 はじめに

以下で述べる成果は申請課題「ヨウ化錫流体の密度極大領域のその場観察」を遂行する過程で達成された技術面における成果である。申請課題成果に関する内容は投稿予定の論文に譲りたい。

物性物理学や地球科学における高圧実験の手法の一つに大型プレスを用いて加圧する手法が確立している。プレス内部にアンビルと呼ばれる超合金部品を装着し、試料を六方向から圧縮する形式が多用される。試料との接点となるアンビルの接平面(先端長)が小さいほど高圧発生が可能となる。これまで目標圧力領域に応じてアンビルを交換するという方法が 20 年以上採用されてきた。熟練度にもよるが、この交換・調整には約 8 時間要することもあり、KEK での実験においては与えられた貴重なビームタイムを圧迫していた。従って、ビームライン運営側では、実験期間中のアンビル交換回数を最小にするべく、同じサイズのアンビルを使用するユーザーが連続するようにビームタイムの配分を行うなどの措置を行っていた。しかし、アサインされるビームタイムが必ずしもユーザーの都合と合わないこともあった。また、複数のアンビルサイズに対応する圧力領域に渡る実験を同一ビームタイム期間中に実験することは、そもそも困難であった。こうした中、プレスによるさらなる高圧発生を実現するべく開発されていた、多段式のアンビルを用いた加圧方式が注目されることになった。アンビルを先端部とそれ以外の部分に分け、後者を装置固定する。固定された外側アンビルの内側にユーザーの目標圧力に応じた内側アンビル一式を挿入するのが二段式の加圧方式である。ユーザーは試料を内側(二段目)アンビルに装填して持参する。この方式は愛媛大学地球深部ダ

イナミクスセンター(以下 GRC)でさらに洗練され、且つ、パーツの規格化がなされた。GRC グループによる二段式加圧方法の研究会[1]が KEK にて開催され、この方法が高圧ビームラインユーザに周知されるとともに、KEK-AR に設置された 2 本のビームラインでも、この加圧方式がスタンダード化された。我々のグループでも新加圧方式に移行し、既に成果もあげている[2]。

二段目加圧部分を試料とともにユーザーが持参する、この新方式は加圧予定数分を前もって準備しておけば試料交換のための時間を最小限に留めることができ、有効な実験時間が増加するだけでなく、施設側スタッフとユーザーはアンビル交換作業から解放される。しかし、一見、メリット尽くしのこの方法には実は幾つかの問題点があった。まず、二段目アンビルセットの購入費用をユーザー側で負担しなければならない。通常、試料の装填は劣化を避けるため実験現場で行われる。このため二段目部分の準備は同一実験グループ内で実験にあたっていない者が並行して行う。即ち、新加圧方式を円滑に運用するには潤沢な実験予算とマンパワーを有することが必須なのである。個人、またはそれに近い小組織で実験を行う場合は二段目部分の準備を並行して行えないため新方式への移行が逆に実験効率を悪くしてしまった。(実際、個人、または少人数ユーザーを想定している施設では新方式に移行していないところもある。)特に物性物理学分野や研究所に所属する研究者は個人、または少人数から成る場合がほとんどである。

そこで、既に標準化されている新加圧方式の二段目アセンブリを見直し、経済的なコストカットとと

もにアSEMBル作業の所要時間をカットできる方式を提案し、実用化することを目指した。本研究では物性物理学分野で多用される、二段目アンビルが中心に置かれた試料を6方向から加圧する方式について取り上げる。外側アンビル6面のアンビル面に接するように6個の二段目アンビルが配置されるので6-6方式と呼ばれる。

単独で試料交換を行う場合、通常、約3時間を要した二段目アSEMBル作業のコストと時間を大幅にカットできた。この情報はコミュニティで共有する価値があると判断し、アクティビティレポートとして提出することにした。

## 2 計画

図1に愛媛大学GRCが開発・確立した6-6方式の二段目部分の組み立て手順と二段目を一段目アンビル内に収める過程を示した。図から分かる通り、二段目アンビルは自由に取り外せるため、目的圧力領域に応じて最適の先端長サイズがその都度選べる。そのための交換調整の必要はない。これが6-6方式の最大のメリットである。

一人の者が作業にあたる場合、6-6方式による二段目のアSEMBリには約4時間を要する。その工程を図1に示した。各ステップに要する時間はおおよそ次の通りである：ステップ1-1時間、ステップ2-1.5時間、ステップ3-0.5時間、ステップ4-1時間(実際は熱電対などの処理があるため)。

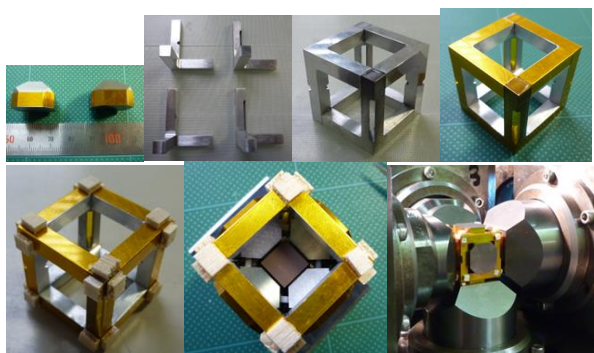


図1 [1]: ステップ1(上段最左): 二段目アンビルにカプトン(絶縁体)を巻く。ステップ2(上段2番目から最右): フレーム組アンビルに合わせて正確に組み、カプトンを貼って完成。ステップ3(下段最左): アンビルをセンタリングさせるためのバルサをつける。ステップ4(下段中央): 高压セル(圧媒体)を中心に加圧すべき試料をおき、アンビルがセンタリングするようにアンビル間をテフロンで固定していく。ステップ5(下段最右): 二段目を一段目アンビルに接するように収める。

ブローアウトさえ起こらなければフレームの破壊、歪はほとんど起こらない。しかし、その場合でも1) 金属フレームの絶縁を保证するためのカプトンの張り替えと2) センタリングのためのバルサ材装着は

必ず必要となる。これらは一度の加圧実験で消耗するからである。フレームに金属(SUS)を用いるのは高精度整形の容易さからである。従って、通常の場合、フリーステップ2ではカプトンの張り替えのみが必要となる。しかし、その他の部分は必須である。

今回の提案では、まずプラスチックフレームを採用する。これによりカプトンテープを貼りつける1)の時間がカットできる。次にフレームの寸法を見直し、バルサ材を貼らずに二段目アンビルがセンタリングできるようにする。これにより2)の時間をカットする。この結果、全行程から2時間分節約できることを目論んだ。

加圧・加熱実験はAR NESCに設置されたMAX80を使用して行った。

## 3 結果および考察

まず、フレームを作るためのプラスチック材料の選定から始めた。これについては共同研究者の新興工機の和田氏により二つの材質まで絞られた。これを材質AとBと呼ぶことにする(現時点では材質名を明かすことはご容赦いただきたい)。報告者が用いる1500 Kまで強度を保ち、且つ、高精度の切削性を満たすものである。図2に示した寸法に従ってフレームが新興工機で製作された。

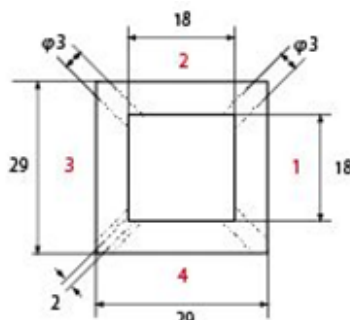


図2: プラスチックフレーム寸法。

材質Aのフレームから試用を行った。二段目アSEMBリに際して1)の部分は問題なくパスした。2)の部分でセンタリングに時間を要してしましたが、トータルのアSEMBリ時間は約50分と、この時点で目標を大幅に超えて劇的な時間短縮を達成することができた。フレームの耐高温、耐荷重性能も上々で、報告者が実験で使用する1500 K、120 tonまでの領域は問題なくクリアできた。つまり、材質的にはAで問題無という結論に至った。

1回目の評価試験で不十分だったアンビルのセンタリング問題を解消するために、ガラスエポキシのシートを貼りあわせて即席のジグ(図3のフレーム下の透明シート)を作製した。センタリングジグの上で作業する限り、アンビル同士の間隔は自動的に調整され、試料はアンビルの中心にもたらされることになる。このようにしてアンビルを収めて行きなが

ら、同時にアンビル間にテフロン小片を貼りつけ、アンビル同士を固定していく。最終的な完成状態を図 3(右図)に示す。このアSEMBル作業は単独で行ったものである。センタリング精度には全く問題なく、加熱・加圧実験を問題なくクリアできた。



図 3：プラスチックフレームを使ったアSEMBル。

2 回目の評価実験でのアSEMBル時間は目標時間を大幅に上回り、30 分であった。材質的にも(我々のグループで使用する温度・圧力範囲内)では全く問題がない。本研究の目標を達成できたと言える。

目標を遥かに上回ることを実現した、この新フレームは、この状態で十分実用化できる。しかし、さらなる改良が可能であることが 2 回目の評価実験のときに分かった。上の説明でも分かるように、図 3(右)の完成状態でのアンビルはアンビル間の隙間に貼り付けているテフロン小片で一体化を保っている。アンビルは加圧に従って 6 個ともが一斉に中心に 1 mm ほど移動する。そこで、アンビルの可動性を保証した状態で、アンビルをフレームにネジ固定すれば、図 1 のステップ 4 でのテフロン小片の貼り付けに要する時間もカットできる。これが可能になればアSEMBルには 10 分も要さないであろう。

一方でさらに高温下で実験を行う場合にはプラスチック材料の見直しが必要になるが、その開発を行う価値は十分あると考えられる。

#### 4 まとめ

今回、開発・製作したプラスチックフレームはプレスを使用する高圧実験において 6-6 式加圧方式のメリットを損ねることなく、二段目交換時間を劇的に短縮できる。高圧コミュニティには十分価値ある情報を提供できたと考える。

#### 謝辞

平成 28 年度愛媛大学共同研究スタートアップ支援「6-6 式プラスチックフレームの実用化と標準化」の採択により、本研究で使用したフレームの開発と製作が可能になった。ここに記して感謝の意を表す次第である。

#### 参考文献

[1] PF 研究会「放射光高圧研究における実験技術の新展開 II—マルチアンビル型高圧装置を中心に—」2011 年 8 月 2 日—3 日。

[2] K. Fuchizaki and N. Hamaya, J. Phys. Soc. Jpn. **83**, 074603 (2014).

\*fuchizak@phys.sci.ehime-u.ac.jp