

HIP 合成した Diamond-SiC アンビルを用いた高温高圧 X 線その場観察実験

大高理, 有馬寛, 板倉慶宜 (阪大院理), 亀卦川卓美 (KEK・PF), 下埜勝 (龍大理工)

1. はじめに

近年, マルチアンビル高圧発生装置を用いた Kawai 式加圧の 2 段目アンビルに焼結ダイヤモンドを使用することで到達可能な圧力範囲を拡大する試みがなされている. 現在までに金属バインダーや SiC バインダーを用いたダイヤモンド焼結体が実用化されているが, それらの大きさや形状には限界があり, また大変高価であるために誰もが手軽に利用することが難しい. 一方, 下埜等は HIP(Hot Isostatic Press)を用いてダイヤモンド粉と熔融 Si を 100MPa・1450 の条件で反応させることでダイヤモンド/SiC 複合体 (ダイヤモンド粒子同士の結合はない) の合成に成功した[1]. 我々はこのダイヤモンド/SiC 複合体を Kawai 式加圧の 2 段目アンビルに用いて加圧実験を行い, 高圧アンビルとして十分機能することを確認した[2,3]. ダイヤモンド/SiC アンビルは X 線透過率が高いという特徴を持つことから, WC アンビルとは違ってアンビルギャップを気にせず試料部分を観察することが可能であり, 様々な X 線その場観察実験に大変有効であると期待される. ダイヤモンド/SiC 複合体の HIP 合成およびこれをアンビルに用いた高温高圧実験について最近の結果を報告する.

2. 室温での高圧発生

HIP 合成したダイヤモンド/SiC アンビルの性能を調べるため, Kawai 式加圧の 2 段目アンビル (8 個) に TEL 1.5 mm をつけた 15mm 角の Diamond-SiC 複合体を用いて, MAX-III 用いて加圧実験を行った. 高圧セルは圧媒体に MgO, ガスケットにパイロフィライト, 試料には MgO と NaCl の混合粉末をそれぞれ使用した. 発生圧力は MgO の状態方程式より決定した. 実験は全て室温で行った. 30GPa を超えても, ほぼ線形の圧力発生が得られ, 最高で 38GPa の圧発生が確認された. 今回のダイヤモンド/SiC アンビルによる圧発生効率は, 実験した圧力範囲では, 市販されている焼結体ダイヤモンドアンビルと同程度である. また, この圧力領域まで Diamond-SiC 複合体アンビルが破壊されることなく使用できることが分かった. なお, MAX-III は縦振りゴニオであるため, 回折線はダイヤモンド/SiC アンビルを通して記録されるが, 240 sec の露光により NaCl の最強線で 7500 カウント程度あり, 我々のアンビルが X 線に対して十分透明であることが確認された.

3. 高温高圧 X 線その場観察

ダイヤモンド/SiC アンビルは絶縁体であり, 高温発生にはヒーター電極用のリードを必要とする. そこで電極用の WC アンビルと組み合わせる, いわゆるハイブリッドシステムを使用し, MAX- および MAX-80 を用いた X 線回折実験を行った. 縦型ゴニオを持つこの装置の場合, 回折実験では最低 1 個のアンビルが X 線に対して透明であればよいが, ラジオグラフィ実験への適用も踏まえ, ダイヤモンド/SiC 4 個と WC 4 個を試料部がアンビルを通して見えるように組み合わせた構成を用いた. 圧力媒体は主に LaCrO₃, また X 線の “窓” 部分には MgO, ヒーターには Re を用いた. ガスケットにはパイロフィライトを用いた. 温度は W-Re 熱電対を用いて測定した. TEL 3 mm をつけた 15mm 角アンビルを使用する場合, 20GPa・1500 程度までの条件で X 線回折実験がルーチン化できた[4,5]. この程度の条件であれば, ブローアウトがなければ, アンビルを繰り返し使えることも確認された. 今後, このアンビルの X 線透過率が高いという特徴を生かして, X 線ラジオグラフィ実験等に使用していきたいと考えている.

参考文献

- [1] Shimono and Kume, J. Am. Ceram. Soc., **87**, 752 (2004). [2] Ohtaka et al., PEPI, **143-144**, 587 (2004).
- [3] 大高理, 下埜勝, 久米昭一, 材料, 55 巻 3 号 271-275 (2006)
- [4] Ohtaka et al., Proc. 20th AIRAPT-43th EHPRG (2005).
- [5] 下埜勝, 大高理, 板倉慶宜, 有馬寛, 粉体および粉末冶金 印刷中